



HAL
open science

Qualités des alliages ferreux : une approche diachronique et statistique

Manon Gosselin

► **To cite this version:**

Manon Gosselin. Qualités des alliages ferreux : une approche diachronique et statistique. Histoire. Université de Nanterre - Paris X, 2021. Français. NNT : 2021PA100129 . tel-03649631

HAL Id: tel-03649631

<https://theses.hal.science/tel-03649631>

Submitted on 22 Apr 2022

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.

Membre de l'université Paris Lumières

Manon GOSSELIN

Qualités des alliages ferreux : une approche diachronique et statistique

Volume 1

Thèse présentée et soutenue publiquement le 02/12/2021
en vue de l'obtention du doctorat de Histoire et archéologie des mondes
médiévaux de l'Université Paris Nanterre
sous la direction de M. Philippe Dillmann

Jury :

Rapporteuse :	Mme Caroline Robion-Brunner	Chargé de Recherche de Classe Normale, CNRS, Laboratoire TRACES, UMR5608, Toulouse
Rapporteur :	M. Paolo Piccardo	Professeur, Università di Genova, DCCI, Italy
Membre du jury :	Mme Danielle Arribet-Deroin	Maître de conférence, LAMOP, Université Paris Panthéon Sorbonne, CNRS
Membre du jury :	M. Ivan Guillot	Professeur, UPEC : Université Paris-Est Créteil
Membre du jury :	M. Yohann Tendero	Professeur, IPSA Lyon
Membre du jury :	M. Gaspard Pagès	Chargé de Recherche de Classe Normale, CNRS, UMR7041, ArScAn, Equipe GAMA Université Paris Nanterre
Membre du jury :	M. Florian Téreygeol	Directeur de Recherche, LAPA-IRAMAT, NIMBE, CEA, CNRS, Université Paris- Saclay, CEA Saclay
Membre du jury :	M. Philippe Dillmann	Directeur de Recherche, LAPA-IRAMAT, NIMBE, CEA, CNRS, Université Paris- Saclay, CEA Saclay

Remerciements

Ce travail n'aurait pu aboutir sans l'aide, l'implication et le soutien de nombreuses personnes, d'horizons divers, et les quelques pages dédiées à ces remerciements ne suffiront pas pour exprimer la gratitude que je leur dois.

Je tiens à remercier en premier lieu mes trois directeurs de thèse, Philippe Dillmann, Gaspard Pagès et Florian Téreygeol, pour leur confiance, leur disponibilité, leur soutien et les nombreux échanges que nous avons eus sur le sujet, chacun apportant une vision complémentaire, qui ont fait mûrir mes réflexions et ont alimenté mon travail. Merci à Philippe, pour ses stimulants échanges scientifiques et pour avoir toujours su trouver du temps pour répondre à mes nombreuses interrogations. Merci à Florian, pour sa porte toujours ouverte, son partage de connaissances et ses réflexions enrichissantes sur Castel-Minier et pour m'avoir permis de découvrir le site, autrement que derrière le microscope, au travers d'une expérience sur le terrain au cours de l'été 2019. Merci enfin à Gaspard, pour ses encouragements, son regard attentif sur mon travail, ses précieux conseils, et nos nombreuses discussions sur le corpus antique qui ont élargi les horizons de mon travail.

Je souhaite ensuite remercier l'ensemble des membres du jury pour avoir accepté d'évaluer mes travaux et pour les échanges pertinents que nous avons eus durant la soutenance. Je tiens à remercier Mme Caroline Robion-Brunner et M. Paolo Piccardo d'avoir accepté de rapporter mon travail de doctorat. Je remercie M. Ivan Guillot pour son aide et le temps qu'il m'a accordé pour échanger sur les essais de traction. J'adresse mes remerciements à Mme Danielle Arribet-Deroin pour le temps qu'elle m'a consacré à discuter du site de Glinet et à observer les objets du corpus. Enfin, merci à M. Yohann Tendero pour sa présence, sa disponibilité et son aide, ainsi que pour m'avoir réconciliée avec les sciences algorithmiques.

Ce projet de doctorat (projet QUALIFE) a été soutenu par la Région Ile-de-France dans le cadre du domaine d'intérêt majeur « Matériaux anciens et patrimoniaux ». Je souhaite donc remercier les membres du DIM-MAP et plus spécialement Sophie David pour son aide, et pour les différents échanges que nous avons eus tout au long de ce travail. Je remercie également

l'ensemble des membres de l'école doctorale 395 pour leurs conseils et leur support administratif.

J'adresse aussi ma reconnaissance à l'ensemble des membres de mes deux laboratoires d'accueil ArScAn (UMR7041), à Nanterre et plus particulièrement à l'ensemble des membres de l'équipe GAMA, ainsi qu'à tous les membres du LAPA, de passage ou permanents, pour les échanges scientifiques (ou non) et leur contribution à avoir rendu ces quatre années plus agréables. Mes remerciements vont à Sylvain pour m'avoir formée à l'art subtil du polissage, pour avoir répondu à mes nombreuses questions concernant l'interprétation des structures métallographiques et pour m'avoir formée à la microscopie optique. Etre ton binôme dans la commission microscopie fut un réel plaisir. Je souhaite également le remercier, au même titre que Maxime L'Héritier, pour avoir apporté un regard attentif, un point de vue avisé sur mon travail et avoir fait mûrir mes réflexions, en tant que membres de mon comité de suivi. Merci à Jean-Charles, pour sa disponibilité, son soutien, et son aide immense pour les acquisitions photographiques et l'utilisation des logiciels de traitement d'images. Un merci tout particulier à Florence, pour son soutien, pour m'avoir transmis son goût de l'enseignement et m'avoir permis d'accéder à l'IUT d'Orsay en tant que vacataire. Un grand merci à Stéphanie pour les discussions aux pauses café qui m'ont grandement aidée à supporter les aléas inhérents au travail de recherche. Merci à Enrique, pour m'avoir formée au microscope électronique à balayage, et pour sa bonne humeur communicative. Mes remerciements s'étendent également vers Eddy pour ces coups de pouce réguliers et ses sauvetages au microduromètre, ainsi qu'à Jean-Paul pour ses coups de main pratiques qui ont facilité mon travail. Merci à Alex pour sa disponibilité, et merci à Delphine pour nos différentes discussions. Merci enfin à Mickaël pour son aide concernant les aléas informatiques au début de la thèse.

Je souhaite grandement remercier mes deux colocataires de bureau, Oli et plus particulièrement Mélissa, mon binôme de bureau (mon double M&M's) pour tous les bons moments partagés, pour m'avoir écoutée et soutenue. Nos goûters au Canapé, nos soirées et notre entrée fracassante à Miskloc resteront dans ma mémoire pour longtemps.

Un grand merci aux membres non-permanents, pour les pauses déjeuner et café animées, remplies de bonne humeur. Merci à Erika, Silvia, Charly, Charlotte, Alexis, Maëva, Jonas, Emilande, Djiby, Ana, Arthur, Hicham et Sibylle. Un merci plus particulier à notre « grande sœur » du laboratoire Emilie, pour sa bienveillance, ses conseils avisés et ses réponses à mes nombreuses questions. Merci enfin à ma coach Hélène, pour son support moral et ses sessions sportives.

Un grand merci à tous les membres du LEEL, et plus particulièrement à Lucie, pour son dynamisme communicatif, et à Jim pour m'avoir tenu compagnie lors de mes (nombreuses) heures passées à l'atelier. Je souhaite également remercier Hervé, Valérie et Christian.

Je remercie aussi l'ensemble des membres du NIMBE, au CEA Saclay, et plus spécifiquement M. Serge Palacin et Mme Céline Delobel.

Je tiens également à remercier Marion Berranger pour m'avoir partagé ses connaissances concernant les demi-produits des deux Âges du Fer, et pour nos différents échanges enrichissants. Merci à Michel Aubert pour son accueil chaleureux à Belfort et pour son aide concernant l'usinage des éprouvettes de traction. Je souhaite également remercier Eric Leroy (ICMPE, Thiais) pour les mesures à la microsonde ainsi que Maxence Fallait et Philippe Chevallier (ICMPE, Thiais) pour leur travail et leur implication concernant les essais de traction uniaxiale.

Je tiens ensuite à remercier toutes les personnes, qui ont contribué indirectement à ce travail, par leur soutien et leurs encouragements.

Je ne remercierai jamais assez ma famille, mes parents, mes grands-parents et mon frère pour leur patience, leur compréhension, leur soutien, leur aide et leurs encouragements dans les moments les plus difficiles. Merci d'avoir cru en moi. Sans vous, la route aurait été plus sinueuse.

Je tiens aussi à remercier Stéphane et Françoise, et leur espace de teleworking improvisé lors des weekend Achérois.

Merci à tous mes plus vieux amis (ma team cherbourgeoise), et qui ont toujours été une source de réconfort et de motivation, et qui ont su me montrer malgré la distance (même si je n'en doutais pas) que je pouvais compter sur eux. Merci à ma deuxième équipe, (la team parisienne) pour m'avoir redonné le sourire dans les moments difficiles. Merci aux copains du hand pour cette bouffée d'oxygène le mercredi soir. Je remercie aussi Salomé, Marie, toute la famille Corbet, Juliette, Doria, Audrey, Laura, Cloé, Pia, Osvaldo et Camila, Gwendoline, Clément, Nanou et l'inconnue de la BU.

Enfin, mes derniers remerciements sont pour toi, Etienne, pour m'avoir accompagnée, m'avoir soutenue (et supportée) tout au long du chemin dans les moments heureux mais aussi dans les moments de doute, en gérant le quotidien et en m'apportant réconfort, aide & bienveillance.

Table des matières

Remerciements	3
Table des matières	7
Introduction	19
Chapitre I :	29
Etat de l'art et problématiques	29
I. Du minerai au produit fini : généralités sur la chaîne opératoire du fer	30
A. La chaîne opératoire du fer :	30
1. Traitement du minerai.....	30
2. La réduction.....	31
a) La filière directe.....	32
b) La filière indirecte.....	34
i) Caractéristiques techniques	34
ii) Diffusion du nouveau procédé	34
3. La post-réduction	35
a) Epuration	36
i) La mécanisation du marteau	37
b) Le forgeage	38
B. Le demi-produit, du site de production à l'objet de commerce	38
II. Les demi-produits : état de l'art	41
A. Des aires spatiales et temporelles privilégiées	42
B. Définir la nature du métal des demi-produits :.....	47
1. Des paramètres d'évaluation communs pour définir la nature du métal.....	47
a) Type d'alliage.....	47
i) Des fers et des aciers.....	47
ii) Le phosphore.....	51
iii) Le manganèse.....	51
b) Les traitements appliqués au métal	52

i)	Traitements mécaniques :	52
ii)	Traitements thermiques :	53
•	La trempe :	53
•	Le revenu :	55
•	Le recuit	56
iii)	Traitements chimiques (ou thermochimiques) :	56
•	Cémentation :	57
•	Les soudures :	57
c)	Inclusions et porosités :	58
2.	Evaluation et classification des natures de métal dans différents contextes anciens	59
a)	Les demi-produits des deux Âges du Fer	60
i)	Typologie	60
ii)	Classification des natures de métal	64
iii)	Nature de métal et correspondances typologiques :	65
iv)	Nature de métal et classification	66
b)	Les demi-produits antiques romains en Méditerranée Nord-Occidentale : le cas des barres des Saintes-Maries-de-la-Mer	69
i)	Typologie	69
ii)	Classification des natures de métal	74
iii)	Nature de métal et correspondance typologique	75
iv)	Nature de métal et classification	76
c)	Les renforts en fer des édifices monumentaux médiévaux et modernes	77
i)	Nature de métal et classification	78
d)	Synthèse des différents modes de classification	80
III.	Problématiques et axes de recherche	83
	Chapitre II :	88
	Choix des aires d'études et présentation des sites	88
I.	La Gaule du Sud et les sites du bassin nord méditerranéen : espaces de production et de circulation des demi-produits issus du procédé direct pendant l'Antiquité	91
A.	La Gaule du Sud et le bassin nord méditerranéen	93
1.	Une zone majeure de production du fer	93
a)	Durant le Haut-Empire	93
b)	Du Bas-Empire à l'Antiquité tardive	93
2.	La production de demi-produits	94
a)	Durant le Haut-Empire	94
b)	Du Bas-Empire à l'Antiquité tardive	94

3.	Une zone dynamique de commerce et d'utilisation des demi-produits.....	95
a)	Les demi-produits en contexte d'utilisation.....	95
b)	Les demi-produits en contexte de circulation.....	96
i)	Narbonne et ses avant-ports.....	96
ii)	Le delta du Rhône, Arles et ses avant-ports.....	97
(a)	Les Saintes-Maries-de-la-Mer.....	98
B.	Les sites.....	103
1.	Des contextes de production.....	104
i)	Prades, rue de la Basse :.....	104
•	<i>Saint-André, Baillestavy</i>	105
2.	Des contextes de commerce et de circulation	105
a)	... Proches des complexes portuaires, au cœur des échanges maritimes et fluviaux .	105
•	Les Saintes-Maries-de-la-Mer et leurs épaves chargées de fer.....	105
•	Fos-sur-Mer et l'épave de Saint-Gervais I.....	107
•	L'établissement antique de Saint-Martin (Gruissan).....	108
b)	... Au cœur de l'arrière-pays Narbonnais, entre les grands sites de production et les ports.....	109
i)	La Palme.....	109
ii)	L'établissement rural Antique de Els Vidrers.....	110
•	La Tuilerie, Paziols.....	110
3.	Des contextes d'utilisation.....	111
•	La Domergue:.....	111
4.	Au-delà du bassin méditerranéen.....	111
•	La villa gallo-romaine du Grésil.....	111
II.	Les Pyrénées centrales et le site de Castel-Minier : la production de demi-produits par différents appareils hydrauliques entre le XIII ^{ème} siècle et le XVI ^{ème} siècle.....	115
A.	Les Pyrénées centrales.....	115
1.	Un espace au potentiel sidérurgique bien exploité.....	115
2.	Un espace marqué par des modifications dans les systèmes de production.....	117
3.	Un espace actif, au cœur des échanges et du commerce des matériaux ferreux.....	118
B.	Castel-Minier : un site de production par procédé de réduction direct, de la forge maréchale au tout hydraulique.....	122
1.	Présentation générale.....	122
2.	Des périodes d'occupation segmentées par des modifications dans les systèmes de production.....	124
a)	Première période : fin XIII ^{ème} siècle – début XIV ^{ème} siècle.....	124
b)	Deuxième période : XIV ^{ème} siècle.....	126

c)	Troisième période : XV ^{ème} siècle	126
d)	Quatrième période : XVI ^{ème} siècle	128
III.	Le pays de Bray et le site de Glinet : la production de demi-produits par procédé indirect de la fin du XV ^{ème} siècle au XVI ^{ème} siècle	132
A.	Le pays de Bray	132
1.	Une région dotée d'un potentiel sidérurgique exploité bien avant l'apparition de l'indirect.....	132
2.	L'apparition et la diffusion du procédé indirect.....	133
B.	Le site de Glinet	137
1.	Présentation générale	137
2.	Glinet et ses infrastructures	139
a)	Le haut fourneau	140
b)	La forge d'affinerie	141
	Chapitre III :	144
	Corpus d'étude.....	144
I.	Sélection et description du mobilier antique.....	145
A.	Méthodologie générale.....	145
B.	Le corpus	150
1.	Les masses en cours de compactage.....	150
a)	Les masses en cours de compactage des Saintes-Maries-de-la-Mer	150
b)	Les masses en cours de compactage de Prades.....	152
2.	Les barres en cours de compactage	155
a)	La barre en cours de compactage de la Palme.....	155
b)	La barre en cours de compactage de Prades	156
3.	Les lopins	158
a)	Les lopins des Saintes-Maries-de-la-Mer	158
b)	Le lopin de la Domergue.....	158
4.	Les barres.....	160
a)	Les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer et les barres de typologie apparentée	160
i)	Les barres de type 7L des Saintes-Maries-de-la-Mer	160
ii)	Les barres de type 1M des Saintes-Maries-de-la-Mer	163
iii)	Les barres de type 1L des Saintes-Maries-de-la-Mer	163
iv)	Les barres de type 4L des Saintes-Maries-de-la-Mer	164
v)	Les barres de type 6C des Saintes-Maries-de-la-Mer.....	164
vi)	Les barres de type 2M des Saintes-Maries-de-la-Mer et les barres de type assimilé	
2M	165	

(a)	Les barres de type 2M des Saintes-Maries-de-la-Mer	165
(b)	La barre de Fos-sur-Mer.....	166
(c)	La barre d’Orival	166
vii)	Les barres de type 4C des Saintes-Maries-de-la-Mer et les barres de type assimilé	
4C	169	
(a)	Les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer	169
(b)	La barre de La Palme.....	169
b)	Variabilité des formes et adaptabilité des normes vis-à-vis de la typologie des Saintes-Maries-de-la-Mer	172
i)	La barre de Gruissan.....	172
ii)	La barre de Paziols.....	173
iii)	La barre de Saint-André de Baillestavy.....	174
iv)	Les barres de Thuir	175
II.	Sélection et description du mobilier de Castel-Minier.....	180
A.	Méthodologie générale	180
1.	Identification des demi-produits.....	180
2.	Une sélection basée sur des critères chronologiques et typologiques.....	182
B.	Le corpus	186
1.	Les demi-produits et les ébauches	186
a)	Première période d’occupation (fin XIII ^{ème} siècle – début XIV ^{ème} siècle)	186
b)	Deuxième période d’occupation (XIV ^{ème} siècle).....	188
c)	Troisième période d’occupation (XV ^{ème} siècle)	191
i)	Les fers plats.....	193
ii)	Les fers ronds.....	196
d)	Quatrième période d’occupation (XVI ^{ème} siècle).....	200
2.	Les fragments de masses brutes en cours de compactage ou éclats de masses brutes. 205	
a)	Pour le XV ^{ème} siècle.....	205
b)	Pour le XVI ^{ème} siècle.....	206
3.	Les objets finis	208
a)	Les pointerolles :	208
b)	Les éléments de chaîne	216
c)	Le fer de hache :	217
III.	Sélection et description du mobilier de Glinet.....	223
A.	Méthodologie générale	223
B.	Le corpus	226
1.	Les demi-produits.....	226

a) Les chutes de demi-produits allongées	226
b) Les chutes de demi-produits plats.....	231
2. Les objets finis	232
Chapitre IV:	236
Méthodologie et moyens analytiques	236
I. Observations macroscopiques et préparation des échantillons.....	238
A. Observations macroscopiques : morphologie et métrologie des artefacts.....	238
B. Sélection des zones prélevées pour analyse microscopique	238
C. Préparation des échantillons.....	240
II. Caractérisation de la nature du métal : composition et microstructure	240
A. Propreté inclusionnaire	241
B. Microstructure, hétérogénéité de distribution des zones carburées et taux de carbone moyen.....	241
1. Caractérisation de la microstructure et métallographie quantitative	241
2. Détermination du taux de carbone moyen	242
3. Conception d'un algorithme semi-automatique pour calculer des cartes de distribution des teneurs en carbone et le taux de carbone moyen à partir d'images métallographiques.	244
a) Introduction et principe général	244
b) Du niveau de gris à la teneur en carbone : étude préliminaire basée sur les échantillons modernes homogènes	246
c) Conception de l'algorithme	251
d) Efficacité de l'algorithme.....	257
i) Répétabilité et reproductibilité	257
ii) Comparaison entre l'approche algorithmique et l'approche manuelle.....	260
e) Limites et perspectives d'améliorations de l'algorithme	264
f) Vers une automatisation totale de l'algorithme?	265
C. Présence, distribution et quantification du phosphore dans la matrice métallique	266
1. Présence et répartition du phosphore	266
2. Quantification du phosphore dans la matrice métallique	268
III. Etude du comportement mécanique du matériau	269
A. Microdureté Vickers	269
B. Essais de traction uniaxiale.....	270
1. Principe général et conditions opératoires	271
2. Méthodologie de sélection de barres pour essai de traction	273
3. Etude des éprouvettes <i>post-mortem</i>	274
Chapitre V :	277

Résultats des analyses.....277

I. Le mobilier antique.....	278
A. Les masses ou fragments de masses en cours de compactage.....	279
1. Propreté inclusionnaire	281
2. Microstructure et composition des alliages	283
B. Les barres en cours de compactage	290
1. Propreté inclusionnaire	291
2. Microstructure et composition des alliages	291
C. Les lopins :	294
1. Propreté inclusionnaire :	294
2. Microstructures et composition des alliages :	296
D. Les barres.....	300
1. Les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer et les barres de typologie apparentée pour le Haut-Empire	300
a) Type 7L.....	300
i) Propreté inclusionnaire	301
ii) Microstructure et composition	301
b) Type 2M.....	303
• Les barres de type 2M des Saintes-Maries-de-la-Mer	303
i) Propreté inclusionnaire	303
ii) Microstructures et composition des alliages	303
• Les barres de typologie associée 2M.....	306
i) Propreté inclusionnaire	308
ii) Microstructures et composition des alliages	308
c) Type 4C	311
i) Propreté inclusionnaire	311
ii) Microstructures et composition	311
d) Les barres de typologie associée 4C.....	312
i) Propreté inclusionnaire	313
ii) Microstructure et composition	313
2. Autres formes de barre du bassin méditerranéen	315
a) La barre de Gruissan.....	315
i) Propreté inclusionnaire	316
ii) Microstructure et composition	316
b) La barre de Baillestavy.....	318
i) Propreté inclusionnaire	318

ii)	Microstructure et composition des alliages	319
c)	La barre de Paziols.....	320
i)	Propreté inclusionnaire	321
ii)	Microstructure et composition des alliages	321
d)	Les barres de Thuir	321
i)	Propreté inclusionnaire	322
ii)	Microstructure et composition	323
E.	Etude des propriétés mécaniques des barres	325
1.	Comportements mécaniques globaux	332
2.	Nature du métal et propriétés mécaniques	339
F.	Synthèse	348
1.	Nature du métal des demi-produits en contexte de circulation et d'utilisation dans le Bassin Méditerranéen	348
a)	De la ferrite à l'acier : variabilité de la nature des alliages	348
i)	Classification de la nature des alliages.....	348
ii)	Une hétérogénéité en termes de nature de métal quelle que soit la chronologie et la place des demi-produits dans la chaîne opératoire	353
b)	De la masse brute à la barre : gradation des propriétés inclusionnaires.....	359
2.	Des formes, des qualités et des standards.....	363
a)	Des correspondances entre formes et qualités	367
b)	D'autres formes et d'autres natures.....	369
II.	Le mobilier de Castel-Minier	372
A.	Première période d'occupation (fin XIII ^{ème} siècle– début XIV ^{ème} siècle) :	372
1.	Propreté inclusionnaire	374
2.	Microstructures et composition.....	374
3.	Bilan.....	376
B.	Deuxième période d'occupation (XIV ^{ème} siècle).....	379
1.	Les demi-produits et les ébauches d'objets.....	379
a)	Propreté inclusionnaire	381
b)	Microstructures et composition.....	381
2.	Les pointerolles :	384
a)	Qualité inclusionnaire.....	387
b)	Microstructures et composition.....	387
3.	Bilan.....	389
C.	Troisième période d'occupation (XV ^{ème} siècle)	391
1.	Fragment de masse brute en cours de compactage	391

a)	Propreté inclusionnaire	392
b)	Microstructures et composition	392
2.	Les demi-produits	394
a)	Les fers plats	394
i)	Propreté inclusionnaire :	396
ii)	Microstructures et composition	397
b)	Les fers ronds:	402
i)	Propreté inclusionnaire :	404
ii)	Microstructures et composition	405
iii)	Mise en forme :	409
3.	Objets finis	410
a)	Les éléments de chaîne	411
b)	Le fer de hache :	412
c)	Les pointerolles :	413
i)	Propreté inclusionnaire	415
ii)	Microstructures et composition	415
4.	Bilan	418
a)	Propreté inclusionnaire :	418
b)	Microstructures et composition	420
D.	Quatrième période d'occupation (XVI ^{ème} siècle)	425
1.	Les fragments de masse brute en cours de compactage	425
a)	Propreté inclusionnaire	426
b)	Microstructures et composition	426
2.	Les demi-produits	427
a)	Propreté inclusionnaire	428
b)	Microstructures et composition	429
3.	Les objets finis	431
a)	Les clous	431
b)	Les burins	433
i)	Propreté inclusionnaire	433
ii)	Microstructures et composition	433
4.	Bilan	434
a)	Propreté inclusionnaire	434
b)	Microstructures et composition	436
E.	Synthèse	438
1.	L'acier à Castel-Minier	438

a)	Une production hétérogène.....	438
b)	Des duretés variées.....	443
c)	Une hétérogénéité quel que soit le système de production.....	446
d)	Lien supposé entre nature du minerai et nature du métal.....	450
2.	Comparaison aux sources écrites : des formes et des qualités.....	452
3.	Du demi-produit à l'objet fini.....	457
a)	Qualité du travail d'épuration.....	457
i)	Les demi-produits.....	457
ii)	Variation de la qualité inclusionnaire au sein de la chaîne opératoire.....	463
b)	Qualité des objets finis utilisés sur le site.....	464
i)	Les pointerolles :.....	465
ii)	Le fer de hache :.....	471
iii)	Les éléments de chaînage.....	475
III.	Le mobilier de Glinet.....	477
A.	Les demi-produits.....	477
1.	Propreté inclusionnaire.....	478
2.	Microstructures et composition.....	481
3.	Dureté.....	488
B.	Les objets finis.....	495
1.	Propreté inclusionnaire.....	497
2.	Microstructures et composition.....	498
3.	Dureté.....	500
C.	Synthèse :.....	503
1.	Une production de fer phosphoreux.....	503
a)	Une production ferritique et homogène.....	503
b)	Des fers phosphoreux.....	508
2.	Du demi-produit à l'objet fini.....	509
a)	Les objets du site.....	509
b)	Usages potentiels des demi-produits de Glinet en relation avec la nature du métal.....	514

Chapitre VI :517

Synthèse générale et discussion517

I.	Approche globale du matériau.....	518
A.	Le pourcentage surfacique carburé.....	522
B.	Le pourcentage inclusionnaire.....	524
C.	Comportement mécanique.....	525

II.	La question de l'acier.....	533
A.	Origine de l'acier dans les demi-produits.....	534
B.	L'acier sur les sites de production	536
C.	Travailler l'acier et le fer : les demi-produits sur les sites de transformations intermédiaires, de circulation et d'élaboration d'objets.....	541
D.	Identification de l'acier.....	546
1.	Par le praticien :.....	546
2.	Reconnaissance de la nature du métal par la forme donnée au demi-produit	549
III.	Les fers phosphoreux	550
A.	Occurrences des fers phosphoreux.....	550
B.	Production et travail du fer phosphoreux.....	555
C.	Comportement mécanique	557
IV.	Influence de l'évolution technique de la chaîne opératoire sur la nature des demi-produits 562	
A.	Martelage mécanique	563
B.	Soufflerie hydraulique et procédé de réduction	570
V.	Potentiels domaines de destination fonctionnelle	574
A.	Critères de sélection et usages spécifiques.....	576
1.	Nature du métal et valeur ajoutée	576
2.	La forme.....	582
B.	Des domaines de destination fonctionnelle privilégiés	584
	Conclusion et perspectives	591
	Références	603
	Table des figures	619
	Table des tableaux	633
	Résumé	637
	Abstract	637

Introduction

Un des moyens d'étudier les sociétés anciennes peut être d'analyser leur production matérielle. Cette approche permet notamment d'interroger les pratiques propres à chaque société en termes d'organisation des productions, d'utilisation d'infrastructures spécialisées, de la mise en œuvre de gestes techniques et de savoir-faire ainsi que la transmission de ces derniers. Elle permet aussi de questionner les évolutions techniques liées au mode de production et leur diffusion. Enfin, elle aide à l'appréhension des liens entre les sociétés en étudiant les réseaux d'échanges et de distributions dans lesquels s'inscrivent les produits en circulation.

Parmi les productions anciennes, le fer et ses alliages sont des matériaux particulièrement bien adaptés à ce type d'étude. D'après l'acception contemporaine, est défini comme alliage ferreux, l'ensemble des matériaux composés de l'élément métallique fer, combiné avec un ou plusieurs autres éléments métalliques ou non et dont les propriétés sont proches de celui-ci. Le carbone est l'élément d'alliage du fer par excellence, définissant ainsi les aciers. Initiée dès les périodes protohistoriques en Europe, la production des alliages ferreux a vu depuis lors de nombreuses évolutions techniques dans la manière de réduire le minerai de fer et de forger le produit métallique. Matière commercialisée, échangée et transformée, le fer et ses alliages occupent un rôle primordial dans les sociétés anciennes. Ils se destinent à de multiples usages, entrant dans la composition d'un bon nombre d'objets de la vie quotidienne mais permettant aussi l'élaboration d'objets réservés à des domaines spécifiques comme, par exemple, celui de l'armement.

Nos travaux de doctorat se placent au cœur de ces considérations historiques en se focalisant spécifiquement sur la qualité des alliages ferreux anciens à partir de l'étude de celle des demi-produits. Ces derniers étant des matériaux intermédiaires entre la masse brute de réduction et l'objet fini, destinés à être commercialisés et transformés. Très diversifiés en termes de natures de métal et de propriétés mécaniques et sujets à différents types de traitements, les alliages ferreux anciens permettent ainsi de questionner la diversité des

matériaux en circulation dans un cadre technico-économique donné mais également de manière diachronique. Leur étude technique permet d'interroger les savoirs anciens sur la matière, c'est-à-dire la manière dont les sociétés anciennes percevaient la nature du matériau, leur capacité à le travailler, à le modifier et à l'adapter à un usage spécifique.

Il convient de préciser ce qui s'entend par le terme qualité. La qualité semble de prime abord être un concept difficilement saisissable et subjectif. En effet, dans le langage courant, on associe souvent un qualificatif de jugement à ce terme (bonne ou mauvaise qualité). Si l'on s'en tient à la définition donnée par l'économiste français Tézenas (H. Tézenas, 1972), parlant d'un produit commercialisable ou commercialisé, d'une marchandise ou d'un produit de consommation, la qualité est « la caractéristique d'un produit répondant à des normes préétablies et tirant de là une partie de sa valeur ». Elle est aussi la « nature ou valeur appréciée du point de vue de l'intérêt du consommateur »¹. Si l'on applique cette définition aux alliages ferreux, il faudrait donc plus spécifiquement parler de ses qualités, c'est-à-dire ses caractéristiques, ses attributs reposant sur sa nature - sa composition et sa microstructure - lui conférant des propriétés mécaniques et le destinant potentiellement à des usages spécifiques. Cependant, la définition revêt une autre dimension puisque ces caractéristiques vont donner une valeur au matériau, permettant ainsi de définir sa qualité. Cette valeur est « appréciée du point de vue de l'intérêt du consommateur »¹ qui a donc des attentes spécifiques vis-à-vis de ce matériau. En effet, ce dernier se doit de répondre à un usage. La qualité ne peut en être dissociée : un matériau pourra être suffisamment adapté à un certain type d'usage tant qu'il répond aux attentes qui lui incombent. On comprend donc ici que la qualité, et sa reconnaissance, est un critère primordial², au cœur des échanges, liant le producteur et l'utilisateur. De plus, si l'on s'en tient à la définition, la qualité est déterminée en tenant compte de « normes préétablies ». De fait, la qualité d'un matériau ne peut être définie qu'en prenant en considération le contexte technico-culturel et économique dans lequel évolue le produit. Elle doit tenir compte des éventuelles normes, des standards ou des valeurs en application pour l'époque considérée. Ainsi, définir la qualité des alliages ferreux anciens est une tâche complexe. Comme l'explique Gaspard Pagès, « Juger de la valeur, selon laquelle tel ou tel alliage était apprécié, paraît dans bien des cas présomptueux, d'autant que chacun d'entre eux a des qualités mécaniques davantage complémentaires et différentes qu'opposées » (G. Pagès, 2008, p.208). Il est ainsi complexe de connaître les critères d'appréciation des alliages ferreux

¹ Cette définition est extraite du dictionnaire en ligne du Centre National de Ressources Textuelles et Lexicales (Trésor de la Langue Française).

² De nos jours, on parle par ailleurs de contrôle-qualité au sein des entreprises.

et les valeurs en application à l'époque. C'est pourquoi, tout l'enjeu de ce travail est, en premier lieu, de définir, de manière diachronique et dans différents contextes, la diversité des natures du métal, de la façon la plus neutre possible, sans apporter de jugement de valeur ou de hiérarchisation, sans se laisser biaiser par notre conception actuelle de la nature et de la qualité de ces matériaux ferreux. En second lieu, il convient d'examiner la façon dont ces matériaux étaient perçus et appréhendés par les sociétés anciennes. Sur quels critères se basaient-elles pour distinguer les matériaux et définir leur valeur? Comment s'inscrit la notion de qualité dans le cadre de la production, du commerce et de l'utilisation des alliages ferreux anciens ?

L'analyse des sources écrites anciennes peut apporter des réponses à ces problématiques. Que nous apprend alors l'étude des textes anciens ?

L'approche par les sources écrites anciennes

Jean-François Belhoste annonce que « la qualité d'un acier pouvait difficilement se reconnaître, et en tout cas sûrement pas à son simple aspect » (J.-F. Belhoste, 2006). Dans cette même idée, Frédéric Le Play précisait, au XIX^{ème} siècle, que « l'acier diffère de tous les autres corps employés comme matière première de l'industrie manufacturière en ce qu'il offre avec des apparences presque identiques les nuances les plus extrêmes » (F. Le Play, 1854). Si ces constatations s'appliquent à des périodes relativement récentes, elles sont tout aussi valables pour les périodes les plus anciennes. Ainsi, certains textes montrent la capacité des sociétés anciennes à distinguer différentes familles d'alliages ferreux. Ils dévoilent également que la qualité du métal était au cœur des préoccupations de ces sociétés dans le commerce du fer.

Ainsi, dès l'Antiquité, le fer et l'acier sont désignés par les termes *χάλυψ* (*chalybs*) et *σίδηρος* (*sideros*) en grec et *ferrum* en latin (C. Verna, 2011; P. Dillmann, L. Perez, et C. Verna, 2011). Ces dénominations génériques sont le plus souvent accompagnées d'adjectifs qui vont préciser davantage les propriétés de ce fer ou de cet acier particulier. Elles sont établies à partir d'un ressenti technique de la matière. Par exemple, le fer durci pour une arme ou un outil possède depuis Homère une dénomination propre : *στόμωμα* (*stomoma*). L'équivalent de ce fer durci en latin est *acies*, qui donnera *aciarium* (*ferrum*) « fer de tranchant » puis acier en français (M. R. Halleux, 2007, p.1302). Il s'agit d'un fer dur de tranchant, ne s'érouissant pas.

Si le métal peut être désigné par une dénomination propre, en fonction de ses propriétés, il peut l'être également par sa provenance, à laquelle se rattachent une qualité particulière et un usage spécifique.

Dès l'Antiquité, au III^{ème} siècle avant notre ère, le poliorcéticien Daimachos³ distingue quatre types d'aciers, correspondant à quatre provenances aptes à des usages spécifiques : l'acier de Sinope, le Chalybe, le Lacédémonien et le Lydien. Les deux premiers peuvent être employés pour produire des outils de charpentier, le lacédémonien pour produire des limes, des forets à fer, des ciseaux à graver et des outils pour travailler la pierre tandis que l'acier lydien, quant à lui, est utile pour confectionner les limes, les coutelas, les rasoirs et les racloirs (M. R. Halleux, 2007, p.1303).

Pline l'Ancien, écrivain et naturaliste romain du I^{er} siècle de notre ère, a constaté différentes variétés de fer, qu'il nomme *stricturae*, auxquelles il a tenté de trouver une explication permettant de justifier ces différences (Pline, Histoire Naturelle, livre XXXIV, §XLI, ed. H.Le Bonniec, Paris, 1953). D'après lui, ce sont les conditions opératoires qui sont la cause des différentes qualités de métal. Pline évoque différents facteurs tels que : la nature du minerai employé (comme dans le Norique), les procédés de « fusion » permettant d'obtenir un métal compact ou un métal dur et tranchant, la technique (comme à Sulmone), ou encore le climat. Pour lui, certaines terres, et en ce terme il faut comprendre le minerai, vont engendrer un matériau plus ou moins dur. Certaines vont fournir un fer mou s'approchant du plomb, adapté à la production de roue et de clous, tandis que d'autres vont fournir un fer cassant et cuivreux (Pline, Histoire Naturelle, livre XXXIV, §XLI ed. H.Le Bonniec, Paris, 1953). Il vante les mérites de deux types de fers particuliers: le fer Sérique et le fer Parthique. D'après lui, ces deux variétés sont les seules à être composées « d'acier pur ». Les autres contiennent seulement un « mélange de fer plus doux » (Pline, Histoire Naturelle, livre XXXIV, §XLI ed. H.Le Bonniec, Paris, 1953). La qualité de l'eau dans laquelle est réalisée la trempe de la matière incandescente au sortir du fourneau pourrait également influencer sur ses propriétés et faire la valeur de cet acier. Ainsi, à ces dires, des lieux comme Turiasso en Espagne ou Côme en Italie fournissent une eau d'une excellente qualité (M. R. Halleux, 2007, p.1304).

Pour le Moyen Âge et plus particulièrement pour la période du XV^{ème} siècle, les travaux de Catherine Verna, réalisés à partir de l'analyse de sources écrites anciennes, permettent d'apprécier la place accordée à la qualité par les sociétés anciennes et leur perception des matériaux ferreux commercialisés en Méditerranée Nord-Occidentale. Pour cette période, les différentes façons de nommer l'acier correspondent à différents niveaux d'usage et de langage. Aux termes courants et savants (*chalybs* ou *aciare*) va s'ajouter le vocabulaire des experts en

³ Daimachos (III^e s. av. J.-C.), fragment 4 Müller (cité par Étienne de Byzance, s.v. Dakedaivmwn et par Eustathe, Commentaire à l'Illiade, II, 581, p. 294, 3.

la matière, marchands et métallurgistes, qui, au travers d'une dénomination plus spécifique et précise, tentent de retranscrire les origines du métal et par là même ses qualités propres, selon les critères en usage au Moyen Âge (C. Verna, 2011, p.53). Souvent, à la suite du terme acier ou fer est ajoutée la provenance du métal (régions ou ateliers) : aciers de Brescia, fer lombard, fer de Foix... A chaque provenance est associée une réputation. Celle-ci correspond à la réputation de l'atelier, elle-même basée sur la qualité des fers qu'il produit. Les personnes impliquées aussi bien dans la chaîne de production que dans la commercialisation d'un produit connaissent à la fois la qualité du minerai employé, les infrastructures et les techniques de production de l'atelier, la qualité de la main d'œuvre employée, l'ensemble de ces données permettant d'estimer la nature du métal produit. La simple indication de la provenance suffit alors à garantir à l'acheteur que l'acier ou le fer correspond au besoin du forgeron (C. Verna, 2009). Catherine Verna précise que : « Acheter du fer en verge, en plate ou en cairon, c'est opérer un choix qualitatif qui se fonde sur des critères techniques précis reconnus tacitement bien que non énoncés car pour les contractants il suffit que l'acte stipule l'origine du produit » (C. Verna, 2009, p.4). Mais cette identification de la qualité par ateliers implique un *continuum* dans la qualité des fers produits et une régularité dans les productions afin de rassurer et fidéliser le négociant.

Au XV^{ème} siècle, la réputation des fers est aussi souvent liée directement aux maîtres de forge. Catherine Verna le confirme en mentionnant que si dans les contrats liant forgeurs et marchands de fer le nom de la mouline est indiqué, celui du forgeron l'est aussi pour « parer à tout subterfuge dans un contexte de circulation rapide des techniciens d'une forge à l'autre » (C. Verna, 2009, p.4). Il est important pour l'acheteur de savoir d'où provient le métal qu'il achète et qui l'a élaboré.

Un premier exemple qui montre l'importance que le maître de forge revêt à cette époque est celui du maître Andriolo Bagato, dont le nom est souvent mentionné dans la correspondance du célèbre négociant italien Francesco Datini (P. Braunstein, 2001, p.461-462). Un autre exemple de la relation entre la qualité des fers et la réputation des ateliers et des hommes, est celui évoqué par Catherine Verna. : « Certains acheteurs d'acier de la marque du balestro, un des meilleurs aciers du Valcamonica, se plaignent de la qualité du dernier envoi qu'ils jugent *topo dolce*, c'est-à-dire trop doux, sans doute, ajoutent-t-ils, parce qu'un autre maître travaille à son élaboration. » (C. Verna, 2011, p.53). Cet exemple montre bien qu'au travers de l'identification des qualités associées à un atelier, et plus encore, ici, à un maître de forge s'instaure un lien de confiance entre maîtres de forge et négociants. Conscients de la qualité du

produit qu'ils acquièrent, ces derniers s'attendent à une continuité de la qualité de la part de l'atelier, continuité qui, une fois garantie, va assurer leur fidélisation.

Dans le contexte pyrénéen et particulièrement pour le cas de Arles-sur-Tech, c'est le terme générique *ferrum* qui est employé pour désigner les matériaux ferreux en circulation. Il efface la diversité des produits. Derrière le terme *ferrum*, où peut se cacher aussi bien du fer que de l'acier, aucune mention quant à la forme ou à la qualité n'est précisée (C. Verna, 2011, p.54). Ce terme est employé, exclusivement dans les actes de vente organisant la redistribution, pour désigner le métal une fois intégré au circuit d'échange et au marché de distribution. L'emploi de ce terme ne traduit pourtant pas un désintérêt porté à la qualité du métal. Bien au contraire, « le *ferrum* est toujours celui d'un homme » (C. Verna, 2009, p.30). Ainsi, dans ce cas, l'expression de la qualité ne passe pas par sa dénomination mais par la réputation du marchand et de son réseau de producteur comme vu précédemment. C'est par la valeur sociale attribuée au marchand, que le fer prend sa valeur sur le marché.

Une façon claire d'identifier la provenance d'un acier et, par ce biais indirect, sa qualité, est la présence de marque, sous forme de dessin, apposée directement sur celui-ci. Par l'étude du carteggio Datini de Brescia, Philippe Braunstein a pu recenser une douzaine de marques telles que la cloche ou le coq (P. Braunstein, 2001, p.461-462). La reconnaissance de ces symboles sur les fers pour l'acquéreur lui garantit que ces aciers sont les aciers de Brescia. Cette technique permet d'associer directement le produit à son lieu de production et donc indirectement à une qualité via une marque de fabrique (C. Verna, 2011, p.53). Un autre exemple est le fer produit dans les moulins d'Ariège, qui, rassemblé à Foix, était marqué d'un signe de trois barres, l'identifiant comme le « fer de Foix » avant d'être acheminé vers Toulouse. Ainsi ces marques et ces dénominations permettent d'associer au métal une « marque de fabrique », d'assurer une « traçabilité » entre forgerons et acquéreurs.

Si les textes font donc mention d'une capacité, par les praticiens et commerçants, à distinguer différentes familles de métal, ils montrent aussi la capacité des forgerons à en modifier les propriétés. En effet, quelques textes anciens font référence à des « recettes » permettant de durcir le métal. L'œil du métallurgiste contemporain peut reconnaître derrière ces « recettes » les traitements de trempe ou de cémentation.

Pline mentionne la trempe. Pour lui, « l'eau dans lequel le fer chauffé à blanc est plongé » a une importance primordiale sur la qualité de la trempe (M. R. Halleux, 2007, p.1305). Egalement, il constate que tremper à l'huile donne des tranchants plus affilés : « On a l'habitude d'éteindre dans de l'huile les outils en fer d'assez petite taille, pour éviter que l'action

de l'eau ne les rende durs et cassants » (Pline, Histoire Naturelle, livre XXXIV, §XLI ed.H.Le Bonniec, Paris, 1953). Plutarque confirme ces observations. Plus tardivement au XII^{ème} siècle, c'est le supposé moine-orfèvre, Théophile, qui livre ses recettes de trempe dans son ouvrage *Schedula* rédigé entre 1120 et 1125. La trempe porte sur des limes. L'opération consiste à mettre la lime au feu et à la saupoudrer d'un mélange de copeaux de corne de bœuf brûlée et de sel. Cette lime est faite « d'acier pur ». Il faut ensuite retirer la lime du feu et « l'éteindre tout entière dans l'eau » afin de « tempérer » les limes en acier. Le terme employé est « *temperare* » traduit par Robert Halleux pour Nadine Dieudonné-Glad par « temperer » (N. Dieudonné-Glad, 2011). Le métallurgiste contemporain peut clairement interpréter cette description d'une opération de trempe. La précision d'acier dur indique que le métal est capable de prendre la trempe. L'ajout de la corne est employé pour éviter une décarburation périphérique au moment de la chauffe, mais pourrait aussi évoquer une opération de cémentation suivie d'une trempe. La cémentation est également décrite par le moine Théophile pour la fabrication des limes. Les limes faites de *molli ferro*, fer mou, sont mises en contact avec de la graisse et du cuir et recouvertes d'argile. Elles sont ensuite mises au feu et quand le cuir a brûlé, elles peuvent être trempées dans l'eau. Le métallurgiste contemporain reconnaît une opération de cémentation employant les matières organiques (cuir et graisse) comme ciment. Cette opération telle que décrite est ensuite complétée par une trempe qui vise à durcir davantage l'acier obtenu en surface (N. Dieudonné-Glad, 2011).

On voit dans ce qui précède, par l'analyse des sources écrites anciennes réalisée par les historiens, que différents matériaux aux propriétés mécaniques diverses étaient en circulation sur les marchés. Les sociétés anciennes savaient les distinguer et leur attribuer des usages spécifiques. Elles avaient une perception technique, basée sur les qualités mécaniques du métal. Elles savaient également comment en modifier les propriétés. Ces textes placent l'homme au cœur du sujet, en reliant une qualité du matériau à des savoir-faire spécifiques. L'identification de la qualité des fers sur le marché passe également par les différentes appellations des fers, des dénominations commerciales, en fonction de leur provenance, un rattachement particulier à une région, un atelier ou un maître de forge, qui garantissent ainsi leurs qualités intrinsèques, et vont les rendre propres à un usage particulier. La qualité du métal semble donc au cœur des préoccupations des sociétés anciennes. Cette qualité était d'ailleurs attendue : ces appellations visaient donc à fidéliser les acquéreurs et à structurer les marchés (P. Dillmann, L. Perez, et C. Verna, 2011). Avant la mise en place d'une connaissance chimique de la matière, c'est une connaissance matérielle, basée sur un ressenti pratique et technique de celle-ci et héritée de

l'expérience, qui animait les hommes et qui leur permettait de concilier « un art de la matière et un art de la manière » (P. Fluzin, A. Ploquin, et F. Dabosi, 2004, p.113). En effet, l'acier défini comme un alliage de fer et de carbone, n'est connu qu'à partir du XVIII^{ème} siècle⁴.

Néanmoins, les sources écrites restent rares, et comme le précise Catherine Verna, « l'écrit le plus attentif est imparfait à rendre la qualité d'un produit » (C. Verna, 2009, p.2). Alors, au-delà des informations apportées par les sources écrites, l'objet archéologique par l'analyse de sa matière constitutive peut être une source de données complémentaires concernant ces problématiques historiques. Ainsi, l'approche archéométrique est celle que nous avons choisi de développer de façon privilégiée dans ce travail.

Approche archéométrique et démarche globale

L'archéométrie, cette science interdisciplinaire « s'intéresse aux informations enregistrées par les objets anciens à différentes échelles, le plus souvent observables à travers la mesure instrumentée de paramètres inaccessibles à l'observation visuelle » (P. Dillmann et M. L'Héritier, 2017, p.64). Parmi les différentes branches de cette discipline, la métallographie des alliages anciens permet, entre autres, d'évaluer la nature du métal et de relever les différents traitements qui lui ont été appliqués. Ceci permet de retracer l'histoire thermochimique et physique de l'objet et de rendre compte des gestes et des savoir-faire des sociétés anciennes.

Ces dernières années de nombreuses méthodologies concernant l'analyse de la nature des matériaux ferreux anciens se sont développées (P. Fluzin, 1983; P. Dillmann, 1998; P. Fluzin, A. Ploquin, et F. Dabosi, 2004; M. L'Héritier, 2007; S. Bauvais, 2007; G. Pagès, 2008; M. Berranger, 2009; S. Bauvais *et al.*, 2017; S. Leroy *et al.*, 2017; M. L'Héritier, I. Guillot, et P. Dillmann, 2019). Elles se basent avant tout sur la mesure de critères quantifiables favorisant les intercomparaisons entre objets. Basées sur les méthodes d'analyses employées pour la caractérisation des alliages ferreux contemporains, elles ont été adaptées à la spécificité des alliages ferreux anciens et à leur grande hétérogénéité. De plus, l'interprétation de ces mesures se doit d'être examinée en regard du contexte historico-technique (*cf. supra*) en prenant garde à ce que notre vision de la métallurgie moderne n'entache pas nos perceptions de ces produits anciens. Le principe consiste donc à définir les natures des fers anciens, grâce aux atouts des méthodes d'analyses contemporaines, en retranscrivant sans la trahir la perception empirique des sociétés anciennes sur la qualité du métal.

⁴ Cette définition fait suite aux travaux de René-Antoine Ferchault de Réaumur

Si ce type de démarche a déjà été entrepris par nos prédécesseurs pour l'étude des demi-produits, aucune étude ne s'est voulue globale et comparatiste considérant un large arc chronologique sur différents espaces géographiques (M. L'Héritier, 2007; S. Bauvais, 2007; A.-M. Desaulty, 2008; G. Pagès, 2008, 2014; M. Berranger, 2009; S. Leroy, 2010). Nous souhaitons donc, en nous appuyant sur ces méthodologies existantes et en développant de nouveaux protocoles d'études, évaluer la diversité des natures de métal en circulation sur des temps longs. Dans cette optique, notre approche s'est donc voulue statistique et diachronique. Elle se base sur l'analyse d'un corpus de demi-produits numériquement conséquent et stratégiquement choisis parmi différents sites issus de différents contextes spatio-temporels, en Europe Nord-Occidentale, et datés de l'Antiquité au début de l'époque moderne, du II^{ème} siècle avant notre ère au milieu du XVI^{ème} siècle, périodes marquées par des évolutions techniques dans les modes de production du fer. Notre approche vise ensuite à relier cette variabilité de natures de métal observée, au contexte technique et environnemental afin de comprendre les facteurs influençant la nature du métal produit. Enfin, elle cherche à comprendre comment les sociétés anciennes percevaient la nature du métal qu'elles produisaient et utilisaient. Pour ce faire, les interprétations de ces analyses métallographiques, basées en premier lieu sur une approche purement matérielle du demi-produit, ne peuvent être dissociées du contexte technico-culturel dans lequel il se place. Ce travail ne peut donc qu'être qu'interdisciplinaire, là où les données historiques, archéologiques et archéométallurgiques viennent se compléter. Comme le précisent Philippe Dillmann et Philippe Bernardi « c'est un va-et-vient constant et minutieux entre les données physico-chimiques contenues dans les objets archéologiques et celles fournies par les sources écrites qui pourra faire progresser une problématique donnée, liée à l'histoire de la sidérurgie en général, à celle d'un bâtiment ou d'un site en particulier » (P. Dillmann et P. Bernardi, 2003, p.242).

Pour cette étude, comme pour celles menées par nos prédécesseurs, le demi-produit se place au cœur des problématiques. Situé à un stade intermédiaire de la chaîne opératoire, entre la masse brute de réduction et l'objet fini, il permet de questionner l'évolution de la nature du métal au sein de la chaîne. De plus, objet commercialisé et échangé entre producteurs et utilisateurs, il possède une valeur marchande. Des qualités spécifiques semblent déjà être requises et attendues, à ce stade, par l'acquéreur. Enfin destiné à être transformé en objet fini, il semble présenter des prédispositions pour certains usages. Pour toutes ces raisons, le demi-produit est un objet d'analyse pertinent pour questionner la diversité des natures de métal produites et échangées à différentes périodes et en différents lieux.

Pour répondre à ces différentes problématiques, nous avons choisi de diviser ce travail en six chapitres.

Le premier permet de préciser les enjeux de cette étude. Après avoir replacé le demi-produit au cœur de la chaîne opératoire du fer, et montrer sa pertinence, ce chapitre dresse un état de l'art des différentes études menées par nos prédécesseurs sur les demi-produits et présente les critères d'évaluation de la nature du métal.

Le deuxième chapitre s'attache à présenter les aires géographiques et temporelles sélectionnées ainsi que leur pertinence dans le cadre de cette étude.

La sélection des artefacts étudiés dans ce présent travail et leurs caractéristiques morphologiques et typologiques sont ensuite décrits dans le troisième chapitre.

Le quatrième chapitre met en avant la méthodologie et les moyens d'analyse employés et développés au cours de ce travail.

Le cinquième chapitre expose, quant à lui, les différents résultats obtenus, par période et par site, par application de cette méthodologie sur les différents artefacts du corpus.

Enfin, le dernier chapitre propose, après un bilan général davantage axé sur la nature du matériau toutes périodes confondues, de rapprocher ces considérations matérielles aux grandes questions liées à l'historiographie des matériaux ferreux.

Chapitre I :

Etat de l'art et problématiques

I. Du minerai au produit fini : généralités sur la chaîne opératoire du fer

A. La chaîne opératoire du fer :

L'ensemble des étapes techniques conduisant à la fabrication d'un objet fini à partir d'un minerai par le biais de transformations chimiques et physiques constitue la chaîne opératoire de production du fer (P. Fluzin, 2002).

De façon simplifiée, elle se compose de quatre étapes principales qui sont l'extraction et le traitement du minerai, la réduction et la post-réduction. Chacune de ces étapes génère des produits et déchets spécifiques et nécessite des infrastructures propres (M. Leroy et P. Merluzzo, 2004, p.9). A chaque phase de la chaîne se crée un demi-produit. C'est spécifiquement ceux produits dès l'étape de la réduction, que nous avons choisis comme objet d'étude pour questionner la diversité des qualités et des natures des alliages ferreux en circulation. Ce produit semi-fini est le résultat d'une étape intermédiaire entre la réduction, donnant naissance à une masse brute et l'étape finale de post-réduction et de mise en forme, donnant lieu à un objet fini (*cf.* Introduction).

Nous allons nous intéresser aux différentes étapes de la chaîne opératoire du fer afin de replacer le demi-produit au sein de celle-ci.

1. Traitement du minerai

Très abondant dans la croûte terrestre mais aussi inexistant à l'état natif, le fer existe combiné à d'autres éléments sous la forme d'oxydes, de sulfures, de carbonates ou de silicates et à une gangue de composés ne contenant pas de fer pour former un minerai (P. Dillmann et M. L'Héritier, 2017).

Les premières étapes de la chaîne opératoire consistent en l'extraction et la préparation du minerai. Le choix du minerai est orienté par les ressources locales mais également par la capacité à pouvoir extraire de façon aisée, techniquement et économiquement, l'élément métallique (V. Serneels, 2004). En vue d'être optimisé pour son utilisation, le minerai subit différents traitements préliminaires visant à le préparer avant emploi (P. Fluzin, 2002). Ces traitements sont de type mécaniques (concassage, broyage ...) visant à fragmenter le minerai pour en extraire les parties les plus riches et à le calibrer, et chimiques (calcination ...) pour le sécher et faciliter sa fracturation.

2. La réduction

La réduction est l'étape consistant à chasser l'oxygène du minerai et à le remplacer par du carbone puis à séparer le métal des éléments auquel il est associé dans le minerai. Ceci se fait par action réductrice du monoxyde de carbone dans le fourneau (M. Leroy et P. Merluzzo, 2004, p. 49). Cette étape transforme le minerai en métal.

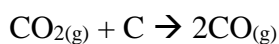
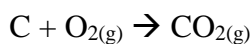
Trois facteurs principaux sont impliqués dans ce processus de réduction : le minerai, le combustible et le comburant, tous trois indispensables à la réduction.

Le combustible assure un double rôle d'agent thermique et de réducteur. Sa combustion dans un four, permet d'atteindre les températures nécessaires à la réduction par dégagement de chaleur. De plus, il libère du carbone qui se combine à l'oxygène de l'air pour former du monoxyde de carbone, assurant la réduction des oxydes du minerai. Les propriétés réductrices du carbone augmentent avec la température. Le choix du combustible se porte sur son pouvoir calorifique et sur sa capacité réductrice (P. Fluzin, 1983). Le plus fréquemment utilisé est le charbon de bois, spécialement dans l'aire géographique et culturelle prise en compte dans ce travail.

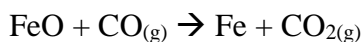
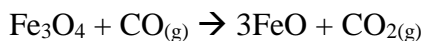
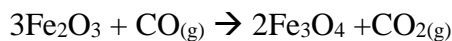
L'oxygène contenu dans l'air, assure le rôle de comburant. Il conditionne les températures atteintes dans le four et donc la cinétique de la réduction.

Sous l'action de ces trois éléments combinés, la réduction peut se résumer ainsi (M. Leroy et P. Merluzzo, 2004):

- 1) La combustion du charbon de bois génère l'apport de l'agent réducteur CO.



- 2) Les oxydes de fer sont ensuite réduits par l'agent réducteur.



On distingue deux filières principales pour la réduction : la filière dite directe et celle qui par opposition est dite indirecte. Si la température atteinte dans le fourneau est inférieure à la température de fusion du fer (1536°C), alors la réduction a lieu en phase solide et la filière employée est dite directe. De fait, le fer ou l'acier est obtenu en une seule étape. Si, au contraire,

la température est constamment (ou durablement) supérieure à la température de fusion du métal, alors le passage du minerai au métal se fait à l'état liquide par obtention d'un matériau très carburé : la fonte. Il convient ensuite d'affiner ce produit très carburé pour obtenir du fer ou de l'acier. Cette obtention se faisant donc en deux étapes, le procédé est qualifié d'indirect⁵ (P. Fluzin, 1983).

a) La filière directe

Comme énoncé précédemment, la filière directe permet l'obtention de fer ou d'acier à l'état solide par réduction du minerai de fer en une seule étape sans passage à l'état liquide. La réduction a lieu dans un bas fourneau ou bas foyer. Le charbon de bois et le minerai sont introduits alternativement dans la partie supérieure du bas fourneau (P. Fluzin, 1983). L'apport du troisième élément indispensable à la réduction, l'oxygène de l'air, se fait par la ventilation naturelle ou forcée grâce à des soufflets combinés ou non à l'énergie hydraulique. En effet, dès la fin du XIII^{ème} siècle, en Europe, l'énergie hydraulique se substitue à la force manuelle pour actionner les soufflets nécessaires à la ventilation des fourneaux (P. Dillmann et M. L'Héritier, 2017). Ce nouveau mode de ventilation permet alors une montée en température plus importante et donc une diffusion du carbone dans le métal plus importante. La première mention de l'utilisation de la soufflerie hydraulique pour le procédé direct remonte au XIII^{ème} siècle dans l'arc alpin au travers des ateliers de Bornio et Semogo (C. Verna, 2008). Ce procédé se développe davantage entre le XIV^{ème} et le début du XV^{ème} siècle. La mouline pyrénéenne ou languedocienne ainsi que le martinets dauphinois sont de très bons exemples de l'expansion de ce système dans les régions montagneuses à tradition métallurgique (P. Dillmann et M. L'Héritier, 2017).

Pour la filière directe, l'opération de réduction ayant lieu à des températures avoisinant les 1300°C, le métal brut, s'accumulant dans la zone la plus chaude, est obtenu à l'état pâteux sous forme d'une masse spongieuse plus ou moins hétérogène appelée masse brute de réduction⁶ (P. Dillmann et M. L'Héritier, 2017). L'ensemble de la gangue du minerai se transforme en scorie. Sa température de fusion étant plus basse (environ 1200°C), en fonction du type de bas fourneau employé⁷ et des conditions de températures, elle peut se fluidifier et

⁵ Lorsque nous employons le terme « réduction indirecte », nous faisons référence à la fois à l'étape de réduction et à la phase d'affinage et non uniquement à l'étape de réduction seule.

⁶ La masse brute est également communément appelée éponge de fer, loupe, massiot ou encore masset (Fluzin, 2002, p.65 ; Pleiner, 2000, p.230)

⁷ Nous ne détaillerons pas ici les différents types de bas fourneaux, pour plus d'informations le lecteur pourra se reporter par exemple à la référence suivante : Le Fer, M. Mangin, Chapitre 2 pp 49-80.

s'écouler à l'extérieur du four ou s'accumuler dans le bas fourneau (M. Leroy et P. Merluzzo, 2004).

Les choix techniques et les modes opératoires peuvent générer diverses natures de produits. Elles dépendent des caractéristiques thermodynamiques régnant dans le bas fourneau (pression et température), de la nature du minerai et de la conduite du procédé (force de la ventilation, durée de l'opération...). De plus, deux opérations menées dans des conditions opératoires similaires peuvent engendrer des natures de métal différentes car le four de réduction n'est pas un « milieu homogène », la température et la pression ne sont pas similaires en tout point du four (V. Serneels, 2011).

De façon générale, la masse brute obtenue est une masse peu compacte et hétérogène en structure et en composition (P. Dillmann et M. L'Héritier, 2017). La production d'une masse entièrement homogène est plus complexe à obtenir (S. Bauvais, 2007, p.406). En raison des conditions thermodynamiques hétérogènes régnant dans le bas fourneau, le carbone va diffuser de façon inégale dans la matrice métallique. Ainsi, les teneurs en carbone en son sein sont hétérogènes et peuvent varier de la ferrite ($\leq 0,02$ %_{massique}) à l'acier hypereutectoïde ($> 0,8$ %_{massique})⁸. La masse brute contient également des charbons de bois, des porosités et des scories de réduction, piégées dans la matrice métallique en quantité dépendante de la conduite de la réduction et de la séparation métal/scories (P. Fluzin, 2002, p.65). Ces dernières constituent les inclusions, impuretés à éliminer.

La masse brute (ou sommairement compactée) constitue une réserve de métal qui peut être amenée à circuler. Elle est le premier demi-produit issu de la chaîne opératoire du fer. A la sortie du fourneau, elle est généralement rapidement martelée⁹ ou découpée. En l'état, la masse n'est pas forgeable et doit être retravaillée afin de produire une masse de métal forgeable.

⁸ Des structures de fonte (%C > 2%) peuvent apparaître localement mais elles résultent d'un processus de formation involontaire due à un accident thermique.

⁹ Une étape préliminaire d'épuration de la masse brute peut avoir lieu directement à la sortie du fourneau. Elle vise à profiter de l'inertie thermique pour séparer le métal de la scorie l'entourant et mettre en forme sommairement le produit.

b) La filière indirectei) Caractéristiques techniques

Au cours de la seconde moitié du Moyen Âge, la généralisation de l'usage de l'énergie hydraulique¹⁰, utilisée alors pour alimenter les soufflets, permet une forte augmentation des températures au sein du haut fourneau, lieu de la réduction et donne naissance à un nouveau procédé dit indirect (P. Dillmann, L. Perez, et C. Verna, 2011). Il se compose de deux étapes successives avec pour particularité, une phase de réduction à l'état liquide. Grâce aux températures plus élevées, la diffusion du carbone dans le métal est plus rapide et plus aisée. Cette teneur en carbone plus élevée entraîne une diminution de la température de fusion du métal. C'est donc un premier sous-produit riche en carbone (> 2% *massique*) qui est obtenu à l'état liquide à la suite de cette étape de réduction : la fonte. Les éléments non réduits sont éliminés sous forme de laitiers. La différence de densité de ces deux phases permet leur séparation de façon aisée (P. Fluzin, 1983).

La fonte, d'un point de fusion inférieur à celui du fer et de l'acier, peut être coulée sous forme de gueuse, constituant à ce stade, le premier demi-produit issu de la filière indirecte. Dans le cadre de notre étude, nous ne nous intéresserons pas à ce type de demi-produit très spécifique. En effet, ceux-ci ne sont pas destinés à être forgés en l'état car la fonte se casse sous l'effet du martelage (*cf. infra*). Nous avons privilégié, en conséquence, l'étude des demi-produits de fer ou d'acier générés suite à la seconde étape de ce procédé : l'affinage. Cette étape consiste à décarburer la fonte, c'est-à-dire à retirer tout ou partie de son carbone par apport d'air dans un foyer et par contact avec des scories dans une atmosphère oxydante. La masse résultante, obtenue à l'état solide, peut, elle aussi être hétérogène en composition, au même titre que celle issue du procédé direct (P. Dillmann et M. L'Héritier, 2017).

ii) Diffusion du nouveau procédé

Les sources écrites mettent difficilement en valeur l'apparition de ce nouveau procédé. Les premières évidences sont archéologiques et se trouvent dans le nord de l'Europe dès la seconde moitié du XIII^{ème} siècle, en Suède dans le district de Norberg ou encore en Allemagne, dans les comtés de Berg et de la Marck, à l'est de la Rhur (G. Magnusson, 1985; R. B. Gordon et T. S. Reynolds, 1986; P. Dillmann et M. L'Héritier, 2017). Dès le XIII^{ème} siècle, en Italie Septentrionale et notamment dans l'arc alpin, les textes mentionnent l'utilisation de l'énergie

¹⁰ Avant cela, l'énergie hydraulique a été employée pour activer le marteau lors des étapes de martelage du métal (*cf. infra*). Cette énergie s'est substituée à la force manuelle.

hydraulique pour alimenter deux structures fonctionnant de pair : le *furnus (forno)* et la *fusina*. Le plus ancien couple date des années 1269-1272 dans le territoire alpin de la Valteline. La dénomination des produits de ces deux structures, le *ferrum crudum* et le *ferrum coctum*, semble faire référence à deux nouveaux types de produits. Par cette dualité aussi bien dans les structures que dans leurs productions, certains ont cru lire ici, pour cette région, les premières mentions du procédé indirect, dans sa variante italienne. Cependant, cet avis est aujourd'hui remis en cause. Il est impossible de savoir si le *forno* produisait de façon régulière de la fonte (P. Dillmann, L. Perez, et C. Verna, 2011). Ensuite, les premières mentions de ce procédé, apparaissent en Wallonie, dans les comptabilités princières concernant, pour les plus anciens, le comté de Namur et la terre liégeoise située entre Sambre et Meuse au milieu du XIV^{ème} siècle (D. Arribet-Deroin, 2015, p.157). Pour cette même période, des preuves archéologiques sont également attestées dans cette région. En effet, le plus vieux témoin de l'emploi de fers issus de l'indirect en Wallonie est un renfort de charpente d'un édifice religieux liégeois, daté du premier tiers du XIV^{ème} siècle (C. Maggi *et al.*, 2012, p.107). Le procédé se développe ensuite dans de nombreuses autres régions comme dans la Pays d'Othe à la fin du XIV^{ème} siècle, dans le comté de Nevers, en Haute-Marne, en Lorraine, en Champagne et en Normandie au XV^{ème} siècle. Le Pays de Bray, en Haute-Normandie, participe ensuite à la diffusion de ce procédé vers l'Angleterre entre le XV^{ème} siècle et le XVI^{ème} siècle (*cf.* chapitre II). L'apparition de ce procédé est plus tardive dans les Alpes italiennes et dans le Dauphiné puisqu'elle intervient respectivement à la fin du XV^{ème} siècle et au début du XVI^{ème} siècle (P. Dillmann et M. L'Héritier, 2017).

Il semble que l'introduction de ce nouveau procédé ne remplace pas l'ancien de manière hégémonique : les deux filières coexistent, dans les premiers temps de l'innovation, de manière concomitante (P. Dillmann et M. L'Héritier, 2017). Même si la fonte doit être affinée, ce qui peut limiter la productivité, le volume de production de fer par le procédé indirect est double par rapport à celui des forges hydrauliques du procédé direct. De plus, ces hauts-fourneaux peuvent fonctionner en continu. Cependant, le coût des installations peut expliquer la conservation du procédé direct au moment de l'expansion du procédé indirect (P. Dillmann et M. L'Héritier, 2017).

3. La post-réduction

A l'issue de cette étape de réduction, et quelle que soit la filière employée, la masse brute obtenue, est informe, plus ou moins hétérogène, et il convient de la travailler afin de la rendre forgeable. Ce travail a lieu lors des étapes dites de post-réduction, qui regroupent les

activités de forge. Elles consistent à épurer, compacter et mettre en forme la masse brute précédemment obtenue pour former, un objet dit semi-fini (V. Serneels, P. Merluzzo, et M. Leroy, 2004). Elles comprennent des activités de type mécanique et chimique permettant de conférer au métal les caractéristiques requises (P. Fluzin, 1983, p.28).

a) Epuration

La première phase est l'épuration. Elle comprend une série de chauffes et de martelages à chaud (cinglage), permettant de compacter la masse brute. Elle permet l'élimination de tout ou partie des inclusions de scories, véritables défauts dans le métal et la fermeture des porosités. L'épuration peut avoir lieu, partiellement ou entièrement, directement à la sortie du bas fourneau, profitant ainsi de l'inertie thermique de la masse brute entière encore chaude pour compacter le métal. Cette première étape de martelage à chaud est souvent insuffisante pour épurer la matière. Il faut donc mener un travail d'épuration plus poussé qui peut avoir lieu dans un foyer séparé afin de réchauffer la masse brute pour la travailler (P. Fluzin, 2002). La masse est également fragmentée ou découpée afin de faciliter le travail d'épuration (G. Pagès et M. L'Héritier, 2020). Le travail de martelage a lieu sur une enclume, préférentiellement en bois ou en pierre, car une enclume en métal provoquerait des ondes de choc entraînant une désolidarisation du métal encore fragile à ce stade (P. Fluzin, 2002). Ensuite, une succession de corroyages ou de replis successifs permet l'homogénéisation du métal en créant une succession de couches (V. Serneels, P. Merluzzo, et M. Leroy, 2004).

De cette étape d'épuration de la masse brute, qui peut être plus ou moins aboutie, sont issus d'autres demi-produits. En termes de teneur en carbone, ces derniers peuvent être le reflet de l'hétérogénéité de la masse brute si celle-ci est traitée dans son intégralité. Si elle est préalablement fragmentée, les différents fragments qui en sont issus peuvent être triés afin de produire des demi-produits plus homogènes. En termes de qualité inclusionnaire et de mise en forme, plus l'épuration de la masse brute est aboutie et plus le métal est exempt d'inclusions de scories. Cette étape est généralement chronophage et énergivore. Elle est considérée comme le facteur limitant du processus. Le temps de travail consacré à la phase d'épuration dépend de la qualité initiale de la masse brute. Plus la masse est « sale », plus le temps de travail dédié à son épuration compactage sera important. D'après des études expérimentales menées par Peter Crew (P. Crew, 1991), l'épuration se produit en trois phases. La première étape consiste à dégrossir et à compacter la masse brute pour évacuer les plus grosses inclusions. Son aspect externe reste très grossier. La seconde étape, le compactage, permet d'évacuer la majorité des scories et de souder sur elles-mêmes les porosités. Elle peut d'ores et déjà donner naissance à

un demi-produit primaire. Enfin, le stade final d'épuration consiste à donner une forme particulière, cela peut être une étape de préformage. La qualité inclusionnaire initiale de la masse brute va aussi influencer sur la quantité de déchets produits lors de la phase d'épuration. Des expérimentations ont permis de montrer qu'une masse brute « sale » perd 80% de son poids initial tandis qu'une propre perd 50% de son poids initial (P. Fluzin, 2002). Les déchets issus de cette phase sont, des fragments métalliques riches en scories, parfois appelés *gromps* (E.-M. Nosek, 1994), des battitures, des scories en culots, des scories coulées ... Des chutes de demi-produit visant à le régulariser avant export, des fragments métalliques diverses, et/ou des soies de préhension peuvent être également des déchets caractéristiques de cette phase et renseigner sur la nature du métal travaillé (P. Fluzin, 2002).

Ainsi, les natures et les formes des demi-produits vont dépendre d'une part de l'hétérogénéité de la masse brute initiale, d'autre part du niveau et du temps de travail dédiés à la phase d'épuration-compactage et à la mise en forme du demi-produit mais aussi des compétences et *desiderata* du forgeron notamment en matière de tri des différents matériaux. Ces facteurs sont liés entre eux.

i) La mécanisation du marteau

L'introduction de l'énergie hydraulique à la chaîne opératoire du fer n'a pas concerné uniquement l'étape de la réduction avec les soufflets de réduction. Avant cela, elle s'est appliquée à l'étape d'épuration via la mécanisation du marteau. Si jusqu'alors, le processus d'épuration était mené à la force humaine, à partir du XII^{ème} siècle, en Europe Occidentale, l'énergie hydraulique permet d'alimenter le marteau dédié à l'épuration et à la mise en forme de ces demi-produits (P. Dillmann et M. L'Héritier, 2017, p.66). D'abord utilisé pour le textile, ce type d'infrastructure s'adapte à la métallurgie et la première mention y faisant écho date de 1135 à l'abbaye de Clairvaux (C. Verna et P. Benoit, 1990). La diffusion de cette technique est peu connue. Il semblerait d'après les sources écrites et archéologiques que l'ordre de Cîteaux soit vecteur du développement de cette innovation. Tout au long du XIII^{ème} siècle et surtout dans la première moitié du XIV^{ème} siècle, les occurrences se multiplient. Les moulins à fer prolifèrent en Ariège et dans la Montagne Noire où la première mouline est signalée en 1283 (J. Cantelaube et C. Verna, 2004). Cette nouvelle énergie va révolutionner les conditions techniques de production. Elle permet de limiter les coûts de production et permet une meilleure capacité de transformation de la matière, contrairement à la force manuelle. Elle permet de soulever des masses importantes et donc de frapper plus rapidement et plus profondément la matière (P. Benoît, 1994). Elle ne semble toutefois pas s'appliquer aux premières étapes de

l'épuration de la masse brute, car celle-ci, trop fragile se briserait. Elle concerne les étapes d'épuration et de mise en forme à un stade plus avancé (M. L'Héritier, 2007; G. Pagès et M. L'Héritier, 2020).

b) Le forgeage

La dernière étape est la phase de forgeage proprement dite. Elle permet la mise en forme finale des objets à partir des demi-produits (P. Fluzin, 2002). Cette étape regroupe les traitements thermomécaniques qui permettent la mise en forme de l'objet et les traitements thermochimiques ou chimiques qui permettent de modifier la structure et la composition du métal (*cf. infra*, §II.B). Les différents traitements opérés vont dépendre de la nature requise et du niveau d'élaboration que l'on souhaite obtenir pour l'objet fini mais également des savoir-faire du forgeron et de la qualité de la matière première dont il dispose pour former l'objet (V. Serneels, P. Merluzzo, et M. Leroy, 2004).

La perte en masse d'un demi-produit bien épuré est estimée à 10 % pour la formation d'un objet (P. Fluzin, 2002). Les déchets caractéristiques de cette phase sont les battitures et les culots de forge¹¹. Egalement, peuvent se trouver des chutes de demi-produits, des chutes de découpe, des soies de préhension, ou des objets en cours de fabrication.

En fonction du contexte, les étapes de post-réduction - d'épuration et de forge - peuvent être séparées dans l'espace et dans le temps ou parfois avoir lieu au sein d'un même foyer et ce de façon simultanée en une seule étape. L'épuration se poursuit même, en moindre mesure, jusqu'à un stade final lors de la phase de forge de l'objet. Il est donc parfois difficile de séparer ces deux étapes car l'attribution des déchets relatives à l'une ou l'autre est ardue (P. Fluzin, 2002).

Enfin, des étapes de réparation et de recyclage peuvent avoir lieu tout au long de la vie de l'objet.

B. Le demi-produit, du site de production à l'objet de commerce

Le demi-produit est une forme intermédiaire donnée au métal après une phase d'épuration/compactage plus ou moins aboutie. Lors des étapes de forge, visant à le transformer, *in fine*, en objet fini, il va subir de nombreuses modifications qui vont changer sa nature et sa forme, en vue de l'adapter plus spécifiquement à l'usage qui va en être fait. Au vu

¹¹ Les battitures sont des petites écailles d'oxydes se formant à la surface du métal lors des phases de chauffe, les culots de forge correspondent à un agrégat de matière s'accumulant au fond du foyer de forge et formant une scorie, prenant la forme d'une calotte plus ou moins hémisphérique (P. Fluzin, 2002, p.68).

de cette définition, une question reste en suspens. Si la nature du métal est amenée à changer lors des étapes de forge, si le forgeron peut en modifier son essence, quel est l'intérêt de l'évaluer au stade du demi-produit ?

L'étude des natures du métal au stade du demi-produit se justifie, en partie, par le fait que ce produit est un objet de commerce. Véritable réserve de métal, il est amené à circuler, et semble, de fait, posséder une valeur marchande.

La chaîne opératoire telle que présentée ci-dessus semble linéaire. Dans la réalité, elle est le plus souvent fragmentée, spatialement et temporellement (P. Fluzin *et al.*, 2011).

Certains ateliers étant dédiés à, ou spécialisés dans une des étapes de cette chaîne opératoire. Ainsi, il n'existe pas une chaîne opératoire type mais plusieurs variantes (P. Fluzin, 2002). Les étapes de réduction et de post-réduction peuvent avoir lieu dans des ateliers identiques (Figure 1 – Exemple 1) ou distincts (Figure 1 – Exemple 2). Si ces activités sont physiquement séparées, ceci implique la mise en circulation de masses brutes. Les étapes de post-réduction - d'épuration et de mise en forme et celles de forge d'objets finis - peuvent aussi être rassemblées au sein d'un même atelier ou disjointes (Figure 1 – Exemple 3). Dans le dernier cas de figure, ceci suppose la mise en circulation de demi-produits plus ou moins épurés et mis en forme. De plus, les étapes d'épuration peuvent elles aussi avoir lieu en différents lieux (Figure 1 – Exemple 4). Elles ne constituent pas une unique étape de la chaîne opératoire, c'est une étape qui peut se répéter. Un demi-produit peut être mis en circulation, puis retravaillé à nouveau, dans un autre atelier, pour donner un second demi-produit qui donnera à son tour un objet. Chaque rupture de cette chaîne va ainsi donner naissance à différentes morphologies de demi-produits et différentes natures de métal et entraîner la mise en circulation de demi-produits plus ou moins travaillés (C. Verna, 2001, 2011; S. Bauvais et P. Fluzin, 2006; G. Pagès, 2008, 2014; M. Berranger, 2009). De fait, l'acquisition de la matière sur les ateliers de forge peut se faire à un stade plus ou moins avancé de la phase d'épuration et de mise en forme du demi-produit.

La forme et la nature de ces matériaux, produits intermédiaires entre les acteurs du marché, ne sont donc pas figées (Pagès, 2008, p. 196). Au cours de sa vie, le demi-produit peut circuler et être commercialisé sous différentes formes dépendantes du niveau auquel il se situe dans la chaîne opératoire et posséder différentes natures. D'après Vincent Serneels, la multiplicité des demi-produits en circulation permettrait de répondre à des attentes différentes et à des demandes de qualité de métal différentes (V. Serneels, 1993). Dans ce grand marché des demi-produits ferreux, des consommateurs spécifiques, les artisans du fer, peuvent donc *a*

priori choisir en fonction de leur besoin, le matériau qu'ils souhaitent travailler¹² (G. Pagès, 2008). Les sources écrites, pour les périodes où elles existent, montrent, par ailleurs, que dès l'Antiquité, les savants, praticiens et commerçants savaient distinguer, reconnaître et identifier différentes natures de métal (*cf.* Introduction). En effet, Pline distingue différentes variétés de fers qu'il réserve à différents usages en fonction de leurs propriétés mécaniques (Pline, Histoire Naturelle, livre XXXIV, §XLI ed. H. Le Bonniec, Paris, 1953). Au XV^{ème} siècle, en Méditerranée Nord-Occidentale, les qualités des fers issus de certains ateliers étaient réputées (C. Verna, 2009). Une qualité semble donc déjà requise dès le stade du demi-produit.

Pour ces raisons, le demi-produit est un objet d'étude pertinent pour saisir les différentes natures de métal en circulation pour différentes époques et pour différents contextes chronoculturels. Pister les savoir-faire et les différentes natures de métal permet de comprendre les mécanismes d'échanges. Situé à un stade intermédiaire entre la masse brute et l'objet fini, selon son degré d'avancement, le demi-produit permet de caractériser un peu plus l'une des différentes étapes de réduction ou de forge et de comprendre l'évolution des natures de métal au sein de la chaîne opératoire.

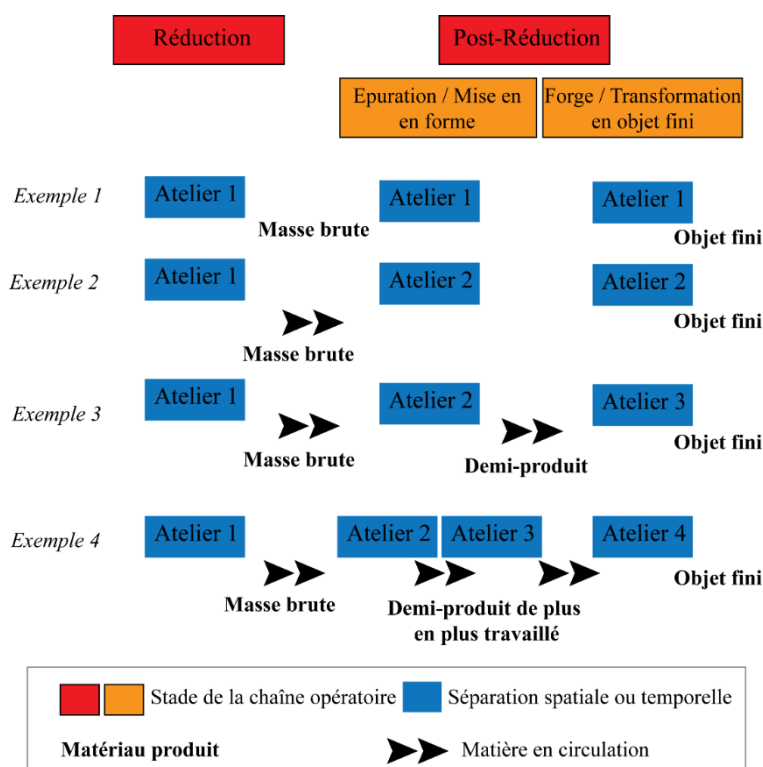


Figure 1 : Schéma d'organisation théorique et simplifié de la chaîne opératoire.

¹² Par exemple, pour les deux Âges du Fer, ce choix va être également orienté en fonction de leur moyens, de leur compétences techniques et de leur accès aux différents réseaux d'échanges commerciaux (S. Bauvais, 2007, p.408).

II. Les demi-produits : état de l'art

Conscients du potentiel d'étude relatif à ce type de produits, les archéométallurgistes ont porté un intérêt croissant aux demi-produits à partir du début du XX^{ème} siècle. Ces études, dont nous restreignons les limites géographiques à celles de l'Europe, se placent au cœur de problématiques diverses. Les premières d'entre elles se sont principalement intéressées à la morphologie des demi-produits, tentant d'établir des typologies. Non sans lien avec leur forme, la fonction de ces demi-produits a également été questionnée. Les aires de diffusion et la circulation de ces demi-produits, s'inscrivant au cœur des réseaux d'échanges, ont également fait partie des problématiques majeures dont l'intérêt a été renouvelé avec l'apport de nouvelles méthodologies concernant les études de provenance. Ainsi, si comme le précise Gaspard Pagès, l'étude de la circulation des matières premières repose le plus souvent sur l'étude des contenants¹³ (G. Pagès, 2008, p.194), l'analyse ne peut se limiter à une seule approche morphologique. Le contenu, c'est-à-dire la nature du métal, peut aussi être étudié (G. Pagès, P. Fluzin, et L. Long, 2011). Les demi-produits en fer ont l'avantage d'être « un contenu ayant la forme d'un contenant » (G. Pagès, 2008, p.194). La morphologie du demi-produit étant sa partie visible, il est légitime de s'interroger sur ses caractéristiques cachées, en interrogeant les relations entre nature de métal et typologie. C'est pourquoi ces dernières années, grâce à la microscopie optique et à la métallographie, l'étude de la structure interne des demi-produits s'est amplifiée en complément d'une étude morphologique et métrologique. Si les premières analyses étaient restreintes à un nombre limité d'objets par site et à de faibles surfaces d'analyses, la découverte de corpus de demi-produits numériquement bien représentés et le développement de nouvelles méthodologies d'analyses a encouragé les archéomètres à explorer davantage la structure interne de la matière, permettant des études statistiquement significatives. D'abord descriptives et possédant un caractère parfois subjectif, les études métallographiques se sont ensuite basées sur des analyses permettant de quantifier les différents paramètres permettant de décrire la nature du métal. Elles autorisent ainsi l'inter-comparaison entre les produits. En France, le laboratoire LMC-IRAMAT a centralisé de nombreux travaux de thèse qui se sont intéressés à l'étude des demi-produits (S. Bauvais, 2007; G. Pagès, 2008; M. Berranger, 2009).

¹³ Par exemple, la circulation du vin (contenu) a été étudiée par le biais d'études portant sur les amphores (contenant).

A. Des aires spatiales et temporelles privilégiées

Les lieux de découverte des demi-produits sont variés. Un demi-produit peut être trouvé dans trois principaux types de lieux : des espaces de production/transformation, des espaces de stockage et des espaces de circulation (S. Bauvais et P. Fluzin, 2006; G. Pagès, 2014). Dans d'autres cas, principalement pour les deux Âges du Fer, les demi-produits peuvent être retrouvés en contexte votif mais ces derniers sortent des logiques techniques (S. Bauvais, 2007, p.408). Toutefois, étant amenés à circuler et à être transformés en objets finis, ils ne sont pas destinés à rester sur les sites de production ou de transformation. Leur découverte reste donc relativement rare et revêt toujours un caractère exceptionnel. Sur les sites de transformation/production, les demi-produits sont le plus souvent retrouvés sous forme de chutes, négatifs du produit entier qui a été travaillé. Leur importance n'est pas à négliger. Bien qu'incomplets, ils sont le reflet de la production et de la nature du métal qui était travaillé ou qui circulait depuis ce site. Ils permettent d'appréhender la gestion de la matière première et portent le plus souvent les traces du travail du métal. Un demi-produit entier retrouvé sur les sites de production pose question. Il peut avoir été perdu ou bien placé volontairement en rejet de la production car il ne correspondait pas aux attentes en termes de nature de métal. Il peut aussi quelquefois avoir été stocké ou être en attente d'utilisation, sur place, pour des besoins propres à l'atelier. Pour les espaces de stockage ou de circulation, le demi-produit est, le plus souvent, retrouvé entier. Il peut avoir été stocké en attente d'être transformé plus tard sur place ou ailleurs. Il peut être également retrouvé directement en contexte de circulation dans le cadre de pertes accidentelles.

Les contextes protohistoriques ont livré des corpus importants de demi-produits entiers car ces derniers sont souvent regroupés sous forme de dépôts métalliques très fréquents à partir du V^{ème} siècle avant notre ère pour le fer (M. Berranger, 2004, 2009; S. Bauvais, 2007; S. Bauvais *et al.*, 2017). Les premières études portant sur ces demi-produits se sont développées en Grande-Bretagne et en Allemagne, en raison de leur forte concentration (3800 demi-produits pour l'Allemagne et 1500 pour la Grande-Bretagne, d'après Berranger 2009). En Grande-Bretagne, les études se sont principalement concentrées sur les fers plats à extrémité roulée aussi connus sous le nom de *currency bars* (*cf. infra*, II.B.2.a), car ils sont la forme la plus répandue. Leur analyse s'est avant tout portée sur leur forme et sur leur fonction. Certains auteurs les considèrent comme des proto-monnaies, les identifiant aux *talea ferrae* de César (R.-A. Smith, 1905). Pour d'autres, ces barres sont des produits intermédiaires destinés à être

échangés et transformés, soient des demi-produits (Ehrenreich 1985, Crew 1994). Les recherches concernant ces produits se sont développées avec les travaux de Peter Crew. Son étude systématique de leur forme et de leur dimensionnement (longueur, épaisseur, forme des extrémités), a abouti à une typologie distinguant 18 types principaux. Sa classification permettrait d'établir des liens entre provenance du matériau et forme des demi-produits. De plus, elle relie la forme des barres à la proportion de phosphore qu'elles contiennent (Ehrenreich 1985, Crew 1994). Au moyen de reconstitutions expérimentales, il a également cherché à comprendre quels étaient leurs modes de fabrications. En Allemagne, les fers plats à extrémité roulée appelées *Schwertbarren*, sont peu présents (M. Berranger, 2014, p.23). Les formes les plus répandues sont les bipyramidés, objets dont les extrémités sont étirées à partir d'une épaisse section, pour former deux pointes (M. Berranger, 2014, p.64). Ils ont fait l'objet de plusieurs caractérisations typologiques modulables au gré des découvertes (O. Kleemann, 1961) mais peu d'études métallographiques ont été réalisées. Du moins, le caractère disparate des études n'a pas permis de tirer de conclusions générales sur ce type de demi-produits. En France, quelques premières études se sont consacrées à l'analyse des demi-produits protohistoriques. On peut citer à titre d'exemple, les premières analyses menées par Albert France Lanord, dans les années 1960, sur deux lingots (A. France-Lanord, 1963). Il est l'un des premiers à établir une différenciation entre les demi-produits, basée non plus seulement sur la forme, mais sur la nature du métal qu'ils renferment. Il distingue alors les bipyramidés, produits bruts nécessitant une phase de travail supplémentaire, des fers plats à extrémité roulée, produits plus affinés pouvant être directement forgés en objets finis. Cependant, ces études, bien qu'elles permettent d'apporter un premier éclairage sur la nature de ces produits, sont souvent ponctuelles et restreintes à l'échelle d'un unique site. Il faut attendre les travaux de thèse menées par Sylvain Bauvais et Marion Berranger (S. Bauvais, 2007; M. Berranger, 2009), pour aboutir à une synthèse générale, concernant les demi-produits des deux Âges du Fer, du VII^{ème} siècle au I^{er} siècle avant notre ère, pour plusieurs sites principalement en France mais aussi en Europe (Figure 2 et *cf. infra*, §II.B.2a). Les demi-produits proviennent aussi bien de contextes artisanaux, d'ateliers, de sites de production, de contextes de circulation ou encore de dépôts. Leurs études se poursuivent encore aujourd'hui.

Pour les périodes concernant le II^{ème} siècle avant notre ère au V^{ème} siècle après notre ère, le sud de la Gaule est l'espace géographique ayant livré le plus de demi-produits (*cf.* chapitre II). Les demi-produits découverts dans le Midi Méditerranéen¹⁴ (Figure 2) se répartissent sur

¹⁴ Nous reviendrons davantage sur ces découvertes dans le chapitre II, ce contexte spatio-temporel faisant partie de notre cadre d'étude.

différents sites archéologiques en contexte maritime ou fluvial, concentrés majoritairement aux alentours du delta du Rhône, entre Arles, Palavas et Fos-sur-Mer (M. Feugère et V. Serneels, 1998; G. Pagès, 2014). D'autres découvertes plus isolées se situent au cap Sud de la Corse et dans un des étangs devant Narbonne. Les premières analyses se sont elles aussi attardées sur la forme des demi-produits, leur fonction et leur valeur, sans qu'une analyse métallographique n'ait été avancée (Y. Solier, 1981; L. Monguilan, 1987; C. Doswald, 1994; L. Long, D. Djaoui, et C. Rico, 2005). C'est principalement, dans les années 1990, suite à la découverte, par Luc Long, des barres de fer issues des épaves romaines échouées au large des Saintes-Maries-de-la-Mer, dans les Bouches-du-Rhône, que de plus amples connaissances ont été apportées sur les demi-produits en circulation pour cet espace. Ce corpus est le plus nombreux des demi-produits antiques permettant ainsi d'établir des statistiques représentatives sur les demi-produits en circulation pour une période s'étendant du II^{ème} siècle avant notre ère au II^{ème} siècle après notre ère. L'étude menée par Luc Long s'est avant tout portée sur la forme de ces demi-produits, ce qui l'a conduit à établir une typologie distinguant 8 formes de barres (*cf. infra*, §II.B.2b). Si certaines études se sont attachées à déterminer la provenance de ces barres pour étudier les réseaux d'échanges (M.-P. Coustures *et al.*, 2006), et si quelques analyses métallographiques ont été réalisées (J.-F. Maréchal, 1998), il faut attendre les travaux de thèse de Gaspard Pagès pour avoir une connaissance de la nature de ces demi-produits (G. Pagès, 2008 et *cf. infra*, §II.B.2b). Ses études, qui se poursuivent encore aujourd'hui, se sont également intéressées à d'autres demi-produits, découverts en contexte terrestre ou maritime pour des contextes de circulation ou de forge et situés sur le pourtour méditerranéen ou au sein de régions plus éloignées (G. Pagès, 2014, 2010, G. Pagès *et al.*, 2020, 2005 et *cf. chapitre II*) Pour ces mêmes périodes, d'autres régions en France, ont également fait l'objet d'études concernant la production et la circulation des demi-produits. L'une d'entre elle a concerné la région du Haut-Auxois, pour questionner, entre autres, via l'analyse de demi-produits, les savoir-faire et la spécialisation des artisans, considérant différents ateliers au sein de plusieurs sites dont notamment celui d'Alésia (P. Fluzin, 2000 a; M. Mangin *et al.*, 2000; R. Pleiner *et al.*, 2003). D'autres études se sont portées sur la nature des demi-produits, issus des sites de production de Semlach/ Eisner et de la région du Magdalensberg et du Hüttenberg, en Autriche, entre la fin du I^{er} siècle avant notre ère et le IV^{ème} siècle de notre ère (B. Cech, 2014; T. Birch, 2017).

Plus rares sont les masses brutes à avoir été étudiées. Pour ces périodes, on peut citer, par exemple, les études menées sur le site de production de Piani d'Erna en Italie (P. Fluzin, 2006), celles découvertes en contexte d'*oppida* à d'Entremont dans les Bouches-du-Rhône (M.

Berranger et P. Fluzin, 2007) ou encore celle du camp gallo-romain de la Bure en Lorraine (G. Tronquart, 1986).

Pour les périodes plus tardives, au VI^{ème} siècle de notre ère, l'étude du site de l'agglomération perchée du Roc de Pampelune (Hérault) et de ses produits a permis d'éclairer l'organisation de ses productions et la place de la métallurgie dans cet établissement (G. Pagès, L. Schneider, et P. Fluzin, 2005). Puis, pour la période comprise entre le VI^{ème} siècle et le VII^{ème} siècle de notre ère, des informations ont pu être apportées par l'analyse d'un site, celui de Develier-Courtételle (L. Eschenlohr *et al.*, 2007). Aucun demi-produit entier n'a été découvert, mais, ce site a permis d'établir une typologie complète des chutes dont certaines peuvent être assimilées aux chutes de demi-produits. Les études métallographiques de ces chutes se sont inscrites dans les problématiques générales, plus larges, ciblées sur l'organisation de la production du site, et sur sa nature.

Pour les siècles suivants de la période médiévale, les données concernant les études de demi-produits sont plus restreintes. Ces derniers sont principalement issus de contextes de production ou de transformation, et non plus de dépôts ou de circulation¹⁵. Une exception est celle des épaves, échouées au large de la côte Carmel, en Israël, qui ont fourni un corpus important de demi-produits, pour le XII^{ème} siècle. Une récurrence morphologique a également été mise en évidence et quelques demi-produits ont fait l'objet d'une analyse complète visant à définir leur nature mais aussi leur provenance et la compréhension des réseaux de circulation (E. Galili *et al.*, 2015).

Pour les autres sites de cette période, on note également que les demi-produits se présentent majoritairement sous forme de chutes et non plus sous forme de demi-produits entiers. Pour la période du XIII^{ème} siècle au XVI^{ème} siècle, des données ont été apportées par l'analyse de quelques artefacts sur le site de production de Castel-Minier¹⁶ situé sur l'actuelle commune d'Aulus-les-Bains, en Ariège (P. Dillmann, F. Tereygeol, et C. Verna, 2006 a; S. Leroy, 2010). Si au cours de la thèse de Stéphanie Leroy, quelques études de la nature des demi-produits ont été réalisées, l'intérêt de son étude portait avant tout sur l'établissement d'une signature chimique des matériaux du Comté de Foix et sur leur réseau de circulation et d'échange (S. Leroy, 2010). Pour cet espace jusqu'alors, les données concernant les produits et leur nature étaient principalement issues de sources écrites et historiographiques (C. Verna,

¹⁵ Si les dépôts sont moins fréquents pour ces périodes, la quasi-absence de demi-produit en contexte de circulation peut être due à un effet de source.

¹⁶ Castel-Minier fera l'objet d'une description plus complète dans le chapitre II, étant l'un des sites sur lequel se porte notre étude, au même titre que Glinet, mentionné ci-après.

2001) et non de l'étude métallographiques de produits archéologiques. Dans le même ordre d'idée, pour la fin du XV^{ème} siècle et le XVI^{ème} siècle, quelques demi-produits du site de production de Glinet, situé à cheval sur les communes actuelles de Compainville et de Beaussault (Haute-Normandie) ont été étudiés par Anne-Marie Desaulty, pour établir une signature chimique propre au Pays de Bray (A.-M. Desaulty, 2008). Pour l'étude d'autres demi-produits, il faut quitter la France (Figure 2), et l'on peut citer à titre d'exemple les analyses menées sur le site de production de Kakü en Estonie, actif entre le XIV^{ème} siècle et le XVI^{ème} siècle (R. Saage et P. Peetsalu, 2018). En revanche, pour cette même période, des données numériquement représentatives ont été obtenues à partir de l'étude de renforts en fer architecturaux. Si ces demi-produits sont en contexte d'utilisation et sont donc à rapprocher de la catégorie des objets finis, ces fers, sous forme de barres ou d'agrafes peu travaillées, ne sont pas très élaborés (mécaniquement ou thermochimiquement) et peuvent donc être considérés comme relativement proches du demi-produit. Les données ont donc été collectées sur plus d'une quinzaine de monuments architecturaux en France (P. Dillmann *et al.*, 2003; A. Disser *et al.*, 2014; A. Juhin, 2005; M.L'Héritier, 2007; M.L'Héritier *et al.*, 2013, 2005; M. L'Héritier et P. Dillmann, 2011) mais aussi en Belgique et aux Pays-Bas (C. Maggi *et al.*, 2012).

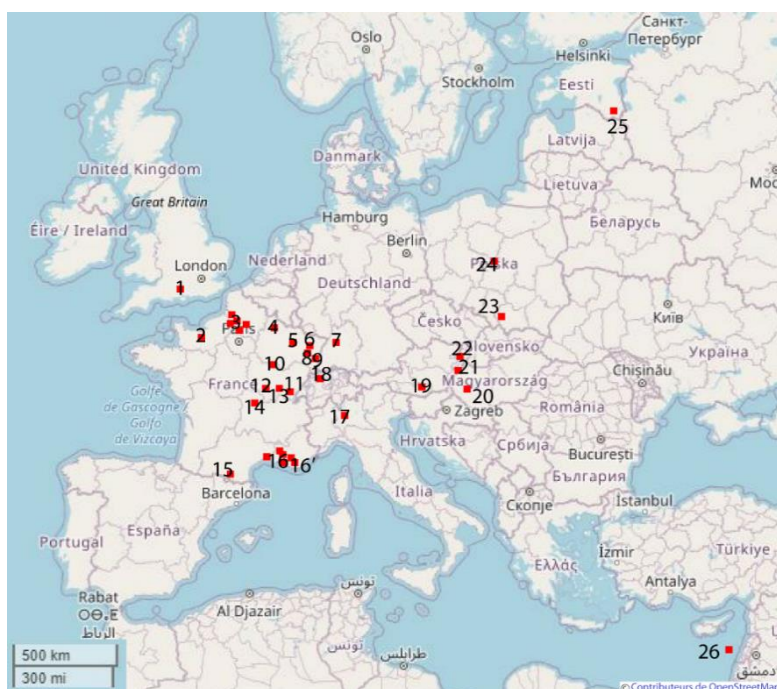


Figure 2 : Carte de répartition des lieux de découvertes de demi-produits, analysés métallographiquement et pris en compte dans le cadre de notre étude, 1) Houghton Down 2) Villade Touffréville 3) Ensemble de sites du bassin parisien ayant livré des demi-produits appartenant au Second Âge du Fer 4) Acy-Romance 5) Marsal 6) Saint-Dizier 7) Renningen 8) Alésia 9) Dépôt du Durrenentzen 10) Forge de Montagney 11) Chatillon 12) Glux-en-Glenne Bibracte 13) Bragny-sur-Saône 14) Vichy 15) Castel-Minier 16) Ensemble de site du bassin méditerranéen ayant livré des demi-produits antiques, parmi eux 16' Saintes-Maries-de-la-Mer¹⁷, 17) Piani d'Erna 18) Develier-Courtételle 19) Sendlach/Eisner 20) Somogy 21) Sopron 22) Strebersdorf 23) Cracovie 24) Wittow 25) Kakü 26) Carmel Coast, Israël

¹⁷ Une vue détaillée est fournie au chapitre II.

B. Définir la nature du métal des demi-produits :

1. Des paramètres d'évaluation communs pour définir la nature du métal

Depuis de nombreuses années, les chercheurs se sont intéressés à standardiser les méthodes d'analyses métallographiques employées pour caractériser la nature du métal, mais aussi, la retranscription des informations qui en sont extraites, afin que ces méthodes et leurs résultats puissent être utilisés par tous et permettent des intercomparaisons. Si pour certains la possibilité de comparer les différents résultats passent par une standardisation totale des modes opératoires (J. Piaskowski, 1984), d'autres se sont vus plus nuancés¹⁸ en laissant une liberté d'exécution aux opérateurs mais en les incitant à suivre quelques règles de base (R. Pleiner, 1984; M. L'Héritier, 2007; G. Pagès, 2008). Par la suite, des protocoles d'évaluation des différentes natures de métal ont été proposés. Les études métallographiques menées sur les demi-produits se basent donc sur des critères d'évaluation communs pour définir la nature des alliages. Parmi ceux-ci sont considérés le type d'alliage, la propriété inclusionnaire et les traitements thermiques ou thermochimiques appliqués au métal¹⁹. Ces critères, liés à la microstructure et à la composition du métal, vont définir leur comportement mécanique. Celui-ci peut être approché par des mesures de microdureté Vickers, méthode d'analyse des propriétés mécaniques la plus répandue en archéométaballurgie, ou encore par des essais de traction uniaxiale qui sont, quant à eux, encore faiblement pratiqués. Ce comportement mécanique peut potentiellement dicter des usages préférentiels pour chaque type de demi-produits.

a) Type d'alliage

i) Des fers et des aciers

Le carbone est l'élément d'alliage par excellence pour les alliages ferreux. En fonction de la teneur en carbone dans la matrice métallique, on différencie différents types d'alliages. D'après les définitions fournies par la métallurgie contemporaine, le fer est un matériau qui à basse température (< 912°C), possède une maille élémentaire cubique centrée et est constitué uniquement de fer alpha ou ferrite²⁰, et dont la teneur en carbone est inférieure à 0,02%_{mass} de

¹⁸ Ces derniers prétendent que les dispositifs propres à chaque laboratoire n'étant pas équivalents, il semble difficile d'atteindre une standardisation universelle qui permettent de satisfaire les trois piliers de la recherche archéométaballurgique : l'analyse des natures, qualités et modes de production des matériaux ; les questions liées à la provenance et enfin la physique des métaux anciens.

¹⁹ La méthodologie employée pour déterminer ces paramètres sera détaillée dans le chapitre IV.

²⁰ La ferrite correspond à la solution solide (d'insertion) de carbone dans le fer alpha.

carbone. Cette limite est celle de la solubilité du carbone²¹ dans le fer alpha. Dès lors que cette teneur dépasse celle pouvant être dissoute dans la ferrite, il se forme des cristaux non métalliques très durs, des carbures de fer (Fe_3C), nommés cémentite et comportant 6,67% de carbone. La fonte, quant à elle, possède une teneur en carbone supérieure à 2,1% et peut atteindre 6,7% *massique*. En termes de teneur en carbone, entre la ferrite et la fonte, se trouve l'acier, un matériau dont la teneur en carbone peut varier entre 0,02 et 2,1% *massique* (G. F. Vander Voort, 2004, p.1441).

Au-dessus de 912°C ; le fer connaît une transformation allotropique. Les cristaux de fer s'organisent en une maille élémentaire cubique faces centrées : il s'agit du fer gamma ou de l'austénite²². Cette structure est stable jusqu'à 1394°C²³. En fonction de la teneur en carbone et de la vitesse de refroidissement à partir du domaine austénitique, différents constituants peuvent être présents dans les aciers. Lors d'un refroidissement dans les conditions de l'équilibre thermodynamique vers une température ambiante, à partir du domaine austénitique, il se forme de la perlite. Ce composé eutectoïde correspond à un agrégat formé d'une juxtaposition de lamelles de cémentite et de ferrite. Dès lors que la teneur en carbone dans les aciers est inférieure à 0,8% *massique*, la perlite est accompagnée de ferrite dite proeutectoïde car formée avant la perlite²⁴. Il s'agit alors des aciers proeutectoïdes. Dès lors qu'elle excède 0,8% *massique*, la perlite s'accompagne de cémentite proeutectoïde. Il s'agit des aciers hypereutectoïdes.

Selon la teneur en carbone dans le métal et les conditions de refroidissement, la forme de la cémentite peut varier. Elle est le plus souvent présente sous forme de lamelles dans la perlite lamellaire. Plus la vitesse de refroidissement est rapide, plus les lamelles de cémentite seront rapprochées (A. Cornet et F. Hlawka, 2010, p.65). Dans le cas d'un maintien prolongé à une température proche de A_{c1} , il y a coalescence de la perlite et la cémentite prend la forme de petits globules, c'est la perlite globulaire (Figure 3).

Dans le cadre d'un refroidissement relativement rapide à partir du domaine austénitique, des structures particulières dites de Widmanstätten (Figure 3) peuvent apparaître. Elles correspondent à un développement de la ferrite selon des aiguilles ; on parle de ferrite aciculaire (A. Cornet et F. Hlawka, 2010, p.70)

²¹ La solubilité du carbone est amenée à varier en fonction des changements d'état cristallographiques du fer (Murry, 1993).

²² L'austénite correspond à la solution solide (d'insertion) de carbone dans le fer gamma.

²³ Au-delà, il retrouve une structure cubique centrée (fer delta).

²⁴ La ferrite se forme, au cours du refroidissement, dès lors que l'on dépasse la courbe Ar_3 sur le diagramme fer-carbone, tandis que pour former la perlite, il faut dépasser Ar_1 .

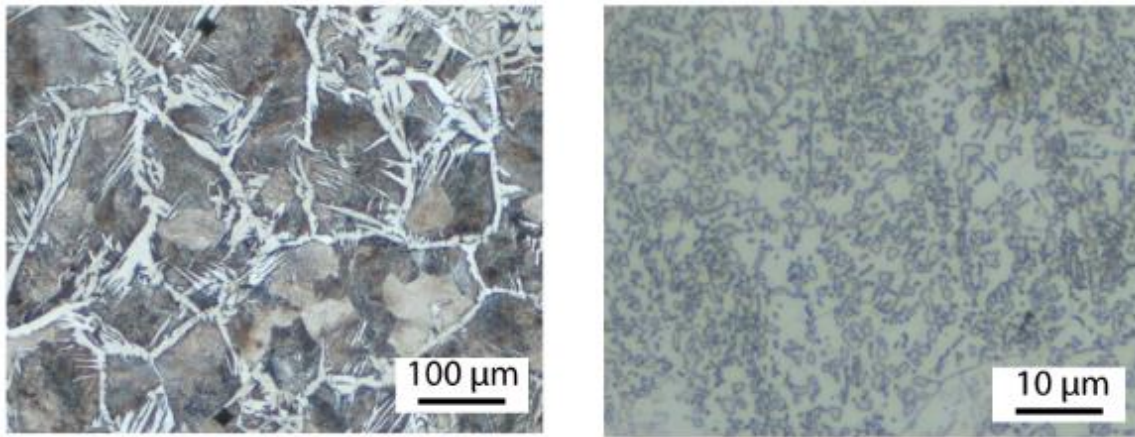


Figure 3 : Structures de Widmanstätten observées sur le demi-produit 13570/3 de Castel-Minier (à gauche) et perlite globulaire (à droite) sur le fer de hache 13396-1 de Castel-Minier.

Les teneurs en carbone vont modifier de façon drastique les propriétés mécaniques des matériaux tels que la ductilité, la dureté ou encore la ténacité²⁵ (A. Cornet et F. Hlawka, 2010, p.79).

La ferrite est un métal de faible dureté (80-120 HV), particulièrement ductile. Sa résistance mécanique est faible, autour de 300 MPa (A. Cornet et F. Hlawka, 2010, p.79). Elle est facilement déformable. Seul un durcissement par effet de solution solide²⁶ ou la finesse des grains de ferrite peut améliorer ses propriétés (G. Murry, 1993).

L'acier, quant à lui, est dur mais cassant. La dureté des aciers augmente avec leur teneur en carbone liée à la proportion de perlite²⁷ et la déformabilité diminue. Pour une même teneur en carbone, les propriétés de la perlite dépendent de l'espacement inter-lamellaire (G. Murry, 1993). Plus les lamelles de perlite sont rapprochées, plus la dureté est forte. Cette caractéristique est vraie également pour la résistance maximale à la rupture, qui varie entre 500 MPa pour une perlite grossière et 1100 MPa pour une perlite fine (A. Cornet et F. Hlawka, 2010, p.79). La présence de perlite globulaire est signe d'une baisse de la dureté, de la limite d'élasticité, et de la résistance à la traction (J. Philibert *et al.*, 1998, p.631). Les structures de Widmanstätten augmentent la dureté du matériau. Pour les aciers hypereutectoïdes, la dureté continue de croître

²⁵ La ductilité d'un matériau correspond à sa capacité à se déformer sans se rompre, la dureté correspond à sa capacité à résister à la pénétration extérieure d'un autre matériau et la ténacité correspond à la capacité du matériau à résister à la propagation d'une fissure.

²⁶ Certains éléments comme le phosphore, le chrome ou le nickel peuvent s'insérer en solution solide dans la matrice métallique fer. La taille de leur atome étant différente de celle des atomes de fer, il se crée des distorsions élastiques. Une figure, ne pouvant être reproduite, indiquant l'influence des éléments d'insertion sur la dureté de la ferrite, est présente dans l'article Murry, 1993.

²⁷ Les aciers dont la teneur en carbone est inférieure à 0,3% de carbone possèdent des propriétés mécaniques proches de celles de la ferrite.

et le matériau est de plus en plus difficile à déformer. Enfin, la fonte est dure et cassante. Il est presque impossible de forger l'alliage sans le briser.

Attendu les conditions thermodynamiques régnant dans le fourneau (*cf. supra* §I.A.2), les alliages ferreux anciens sont très hétérogènes et peuvent présenter des teneurs en carbone variant de celles de la ferrite à celles de la fonte dans une même masse brute. Les variations des teneurs en carbone peuvent être séparées de quelques dizaines de micromètres. Comme les conditions permettant l'équilibre thermodynamique ne sont pas respectées, l'apparition de structures hors équilibre est assez fréquente. Ainsi, la présence de carbone, sa teneur mais aussi sa répartition au sein des objets sont les premiers paramètres à prendre en compte pour définir la nature des alliages ferreux et leur comportement mécanique. Ceci se fait en estimant le pourcentage surfacique carburé, soit le pourcentage de la surface de l'échantillon étudié dont la teneur en carbone est supérieure à 0,3% de carbone, et en estimant un taux de carbone moyen²⁸ (G. Pagès, 2008). Toutefois, les conditions de refroidissement ayant une importance significative (*cf. supra*), il est également pertinent de s'intéresser à la microstructure du métal. C'est pourquoi la forme de la perlite et la présence de structures hors-équilibre comme celles de type Widmanstätten doivent être relevées.

La teneur, la répartition et la forme du carbone ne sont pas les seuls paramètres à prendre en compte pour définir la nature de métal. D'autres éléments d'alliages, fréquemment rencontrés dans les aciers contemporains peuvent modifier leur comportement. Nous nous attardons ici uniquement sur deux d'entre eux, couramment rencontrés dans les alliages ferreux et pertinents dans le cadre de notre étude.

²⁸ Le taux de carbone moyen est établi en considérant différentes gammes de teneur en carbone au sein de l'échantillon du fait de son hétérogénéité. Le taux de carbone moyen est calculé en effectuant une moyenne, en pondérant la valeur moyenne de chaque gamme par la surface de l'échantillon occupée par chacune des gammes. Nous reviendrons sur leur calcul dans la partie Méthodologie (chapitre IV).

ii) Le phosphore

Le second élément d'alliage le plus fréquemment rencontré est le phosphore. Sa présence dans la matrice métallique est à relier à l'emploi d'un minerai phosphoreux, comme par exemple, la minette de Lorraine²⁹. Comme les premiers procédés d'affinage industriel ne permettaient pas d'éliminer le phosphore de la matrice métallique, de nombreux auteurs contemporains ont affirmé que ce type de minerai ne pouvait être exploité avant l'apparition du procédé Thomas à la fin du XIX^{ème} siècle, permettant l'affinage des fontes phosphoreuses (M. Leroy, 1993). Pourtant, les études métallographiques tendent à prouver le contraire. Le phosphore est présent dans de nombreux fers anciens, à des teneurs pouvant atteindre l'ordre du pourcent, et ce dès les premiers Âges du Fer.

Tout comme le carbone, le phosphore va modifier les propriétés mécaniques du fer (E. Vega *et al.*, 2003). Il augmente la fragilité du métal, le rendant cassant, notamment lors du forgeage à froid (M. Goodway et R. M. Fisher, 1988) et peut diminuer la cohésion aux joints de grains provoquant des ruptures intergranulaires (J. Le Coze, 2019). De ce fait, en métallurgie contemporaine, il a mauvaise réputation et les teneurs supérieures à 0,05%_{massique} de phosphore sont proscrites (V. Serneels, 2011). Dès les années 1910, il est défini comme « traître » par Stead. En contrepartie, il a pour avantage d'entraîner une augmentation significative de la dureté des alliages ferreux. La mobilité du phosphore étant très faible dans le fer, il a l'effet durcissant le plus fort parmi les autres éléments durcissant (*cf.* Figure 5 et Le Coze, 2019). Les atomes de phosphore en substitution vont former un nuage dit nuage de Cottrell encerclant les dislocations et freinant donc leur propagation (A. Thiele et J. Hosek, 2015).

iii) Le manganèse

Certains minerais possèdent des teneurs élevées en manganèse, ils sont dits manganésifères. Ce type de minerai est particulièrement fréquent dans certaines régions telles que les Alpes lombardes, l'Italie du Nord, la Montagne Noire, les Pyrénées centrales et Orientales ou en Norique. Par ailleurs, d'après les sources historiographiques, celles-ci sont réputées pour être des régions productrices d'acier (P. Dillmann, L. Perez, et C. Verna, 2011). Ce constat a poussé certains auteurs à établir une corrélation directe entre la qualité du minerai employé et la nature du métal obtenu. Certaines régions ou certains sites seraient davantage enclins à produire une certaine nature de métal et de fait, il existerait une filière acier et une filière fer bien distincte. A l'heure actuelle, aucune étude n'a permis de montrer que le

²⁹ Le charbon de bois utilisé peut être une source de phosphore, mais elle est souvent négligeable dans le métal.

manganèse pénètre la matrice métallique. Si tel est le cas, les minerais manganésifères pourraient être à l'origine d'une filière acier car cet élément pourrait jouer un rôle carburigène en réduction directe. En effet, en métallurgie contemporaine, on lui attribue plusieurs rôles principaux : celui d'agent carburant du fer, celui d'agent désulfurant ou désoxydant, celui de fondant pour les laitiers et celui d'élément d'alliage (E. Truffaut, 1994). Ce dernier rôle lui permettrait de conférer des propriétés mécaniques particulières au métal, le rendant plus dur et plus résistant.

En réduction directe, il semblerait qu'on puisse lui attribuer un rôle de catalyseur car il favoriserait le captage de l'oxygène, la réduction du fer et donc la pénétration du carbone dans le métal. Il semblerait que sous certaines conditions de température et de pression atteintes dans le bas fourneau, la réduction partielle du manganèse soit possible, et il se formerait des carbures mixtes de fer-manganèse. Ces derniers permettraient une carburation du fer et la formation d'acier naturel. Ce phénomène n'est cependant pas décrit de façon précise et l'action de cet élément reste controversée parmi les auteurs.

b) Les traitements appliqués au métal

Le métal peut subir différents traitements en vue d'une modification de ses propriétés mécaniques provoquée par une modification structurale. Ils peuvent être de trois types : thermiques, chimiques ou mécaniques. Dans le cas des alliages ferreux anciens, ces traitements sont généralement appliqués lors des étapes de post-réduction.

i) Traitements mécaniques :

Les traitements mécaniques ont lieu lors de la mise en forme du métal. Ils regroupent l'ensemble des opérations de martelage, découpe, pliage ... Ces traitements peuvent avoir lieu à chaud ou à froid. S'ils ont lieu à froid, à une température inférieure à 650°C, une diminution de la taille des grains et un écrouissage des grains peuvent avoir lieu suite à un martelage intense (Figure 4). L'intensité de l'écrouissage est proportionnelle à l'intensité des chocs mécaniques et à leur durée. Le nombre de dislocations va augmenter par écrouissage et faire augmenter la limite d'élasticité. Travailler à froid permet de renforcer la dureté pour des aciers très faiblement carburés (T. Iung et J.-H. Schmitt, 2017).

La taille des grains a une influence sur les propriétés mécaniques des alliages telles que sa dureté, sa limite d'élasticité et la résistance à la rupture. Plus les grains sont de petite taille, plus le matériau est dur. Cela peut s'expliquer par la multiplication des joints de grains, gênant

le mouvement des dislocations (M. Durand-Charre, 2003, p.254). La relation entre propriété mécanique et taille des grains est exprimée par la loi de Hall-Petch (Murry, 1993) :

$$Re = \sigma_0 + k\sqrt{d_m}$$

Avec Re la limite d'élasticité (MPa), k et σ_0 des constantes dépendantes de l'acier concerné et d_m le diamètre moyen du grain ferritique (mm).

Un traitement thermique par refroidissement rapide entraîne également une taille de grains faible (P. Fluzin, 1983).

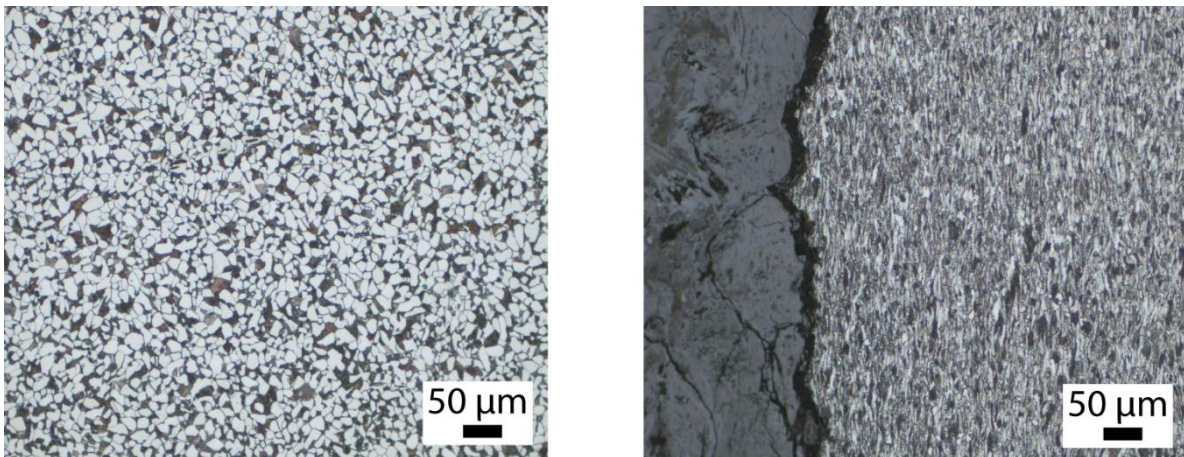


Figure 4 : Exemple d'une structure à 0,2 % de carbone environ à grains équiaxes (à gauche) et d'une structure écrouie (à droite) sur la pointerolle CL12830 de Castel-Minier.

ii) Traitements thermiques :

D'autres types de traitements peuvent modifier la structure du métal : il s'agit des traitements thermiques et thermochimiques. Ces traitements entraînent une modification de la structure du métal, sans pour autant changer sa composition, générant une modification de ses caractéristiques mécaniques (P. Fluzin, 1983). Ils comprennent une succession d'opérations de chauffe, et de maintien isothermes, suivies d'un refroidissement plus ou moins rapide de la matière (P. Fluzin, 1983). Les facteurs d'influence de ces traitements sont principalement la vitesse de refroidissement, les temps de maintien et la composition chimique initiale du métal (T. Iung et J.-H. Schmitt, 2017).

- La trempe :

Un exemple de traitement thermique est la trempe, destinée à renforcer la dureté du métal. Elle diminue la résilience et l'allongement à la rupture. Elle consiste à chauffer un métal pour le conduire dans le domaine austénitique, à le maintenir à cette température pour favoriser

l'homogénéisation de la structure et à le refroidir rapidement dans un liquide. Si le refroidissement a lieu à l'air, alors il est relativement lent (de l'ordre de cinq degrés par seconde), et toute l'austénite se transforme en perlite. La distance entre les lamelles de cémentite dans la perlite sera d'autant plus faible que la vitesse de refroidissement est rapide. En revanche, en plongeant le métal dans un liquide tel que l'eau ou l'huile³⁰, la vitesse de refroidissement est considérablement augmentée (plusieurs centaines de degrés par seconde). Cette forte vitesse de refroidissement empêche la diffusion des atomes de carbone dans la matrice métallique. L'austénite ne se transforme pas, ou pas totalement, en perlite (G. Murry, 1998). Le carbone sature au niveau des grains d'austénite, créant des composés métastables « hors-équilibres » tels que la bainite, la martensite ou la perlite nodulaire³¹ (Figure 6). Ce sont ces composés qui contribuent à l'augmentation de la dureté du matériau³². La martensite sous forme d'aiguilles ou de lattes, possède des duretés pouvant atteindre les 900 HV. Sa dureté est liée à la teneur en carbone initiale. La bainite se présente sous forme d'un agrégat de plaquettes de ferrite et de particules de cémentite dont l'aspect diffère selon la température à laquelle il est formé (T. Iung et J.-H. Schmitt, 2017). La dureté de la bainite est plus faible que celle de la martensite.

L'obtention de ces composés et leur répartition sont fonctions des vitesses de refroidissement (dépendantes du liquide), de la façon d'opérer la trempe et de la teneur en carbone initiale. La nature des composés obtenus peut être déduite de l'étude des diagrammes temps-températures-transformations – TTC - ou des diagrammes de refroidissement continu - TRC (Figure 5). La perlite nodulaire correspond à une vitesse de refroidissement moyenne et peut être obtenue par refroidissement à l'air libre. La bainite est générée quand la vitesse de refroidissement est assez rapide (ou moyennement rapide 100°C/min) et la martensite à une vitesse très rapide (P. Fluzin, 1983). Pour que la trempe soit efficace, il faut que les aciers possèdent des teneurs en carbone supérieures à 0,2-0,3% de carbone: ils sont dits « trempables » (V. Serneels, 2011).

³⁰ Une trempe à l'huile entraîne un refroidissement plus lent qu'une trempe à l'eau.

³¹ Anciennement appelée « troostite ».

³² Le lecteur pourra se référer Murry, 1993 pour davantage de figures, celles-ci ne pouvant être reproduites.

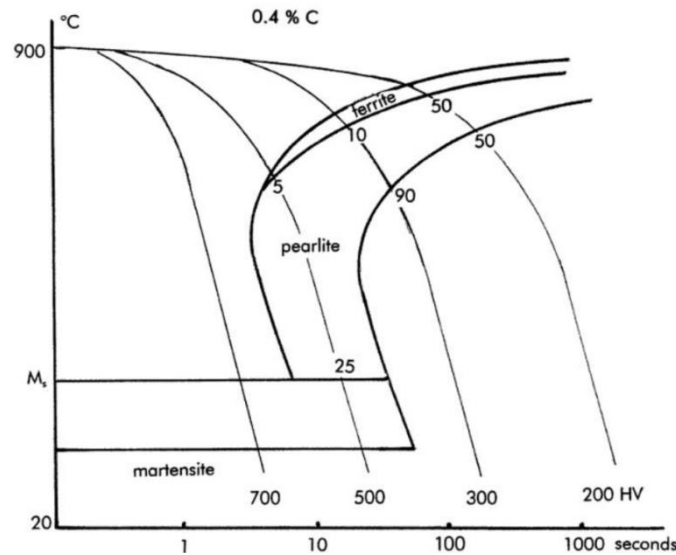


Figure 5 : Diagramme TRC pour un acier à 0,4% de carbone d'après Buchwald, 2005

La trempe est observée pour de nombreux aciers anciens. Dû au caractère hétérogène des teneurs en carbone, de la vitesse de refroidissement, et de la façon dont la trempe a été opérée, elle peut être inhomogène, c'est-à-dire que toutes les structures peuvent ne pas être trempées. Elle peut avoir été réalisée sur une partie spécifique de l'artefact visant à le durcir.

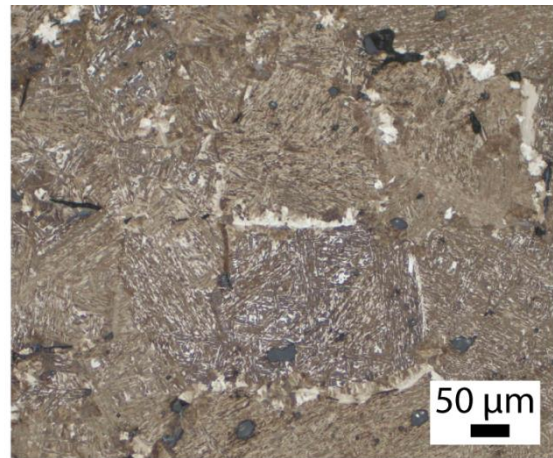
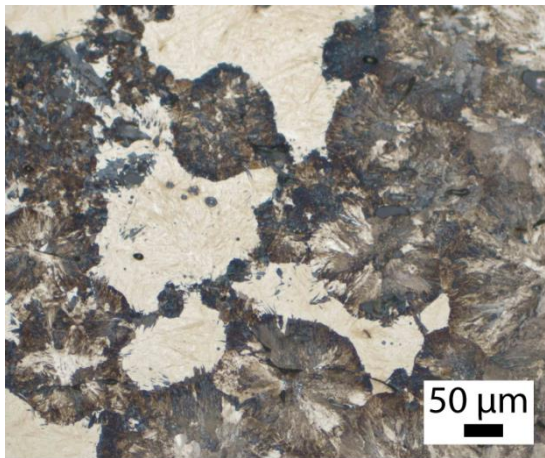


Figure 6 : Exemples de structures de trempage – Martensite, bainite et perlite nodulaire - révélées par attaque Nital sur la pointerolle 12687 à Castel-Minier

- Le revenu :

Un des inconvénients de la trempe est que la martensite obtenue est cassante et entraîne une baisse de plasticité du matériau (G. Murry, 1993). Le traitement ultérieur d'adoucissement appelé revenu peut pallier ce problème. Il permet de trouver un équilibre entre les caractéristiques de résistance et de ténacité, tout en conservant dans une moindre mesure la dureté conférée par la trempe (P. Fluzin, 1983; G. Murry, 1993). Le revenu augmente la résilience, l'allongement à la rupture (A%) et par conséquent la ductilité, mais diminue la dureté

et la résistance à la rupture (R_m). Il se compose d'une montée en température inférieure à celle de la formation de l'austénite, d'un maintien à cette température et d'un refroidissement lent jusqu'à température ambiante (G. Murry, 1998). Ce revenu provoque la précipitation intragranulaire du carbone sous forme de carbures qui permet de diminuer la densité des dislocations réduisant ainsi la résistance et la dureté du matériau (T. Jung et J.-H. Schmitt, 2017). Cependant, il doit être bien maîtrisé, car un revenu trop poussé annule totalement les effets du durcissement. Un revenu à haute température donne une structure homogène. Si le revenu est trop poussé, la structure obtenue se compose de petits carbures sphériques répartis uniformément dans la matrice ferritique (G. Murry, 1998).

- Le recuit

Le recuit est un autre traitement thermique dit d'adoucissement. Il permet d'amener un acier à sa structure d'équilibre, annulant les effets de traitements thermiques ou mécaniques antérieurs. Il se traduit par une phase de chauffe supérieure à celle de la formation de l'austénite, d'un maintien isotherme afin d'homogénéiser la structure, puis d'un refroidissement lent à température ambiante (P. Fluzin, 1983). Selon la durée de l'opération, la température ou encore le taux d'écrouissage, il est possible d'observer une recristallisation ou une croissance des grains. Dans certains cas, la perlite peut se transformer en perlite globulaire. Les carbures prennent la forme de petits globules dispersés dans la matrice métallique.

iii) Traitements chimiques (ou thermochimiques) :

Les traitements chimiques ou thermochimiques sont effectués à des températures suffisamment élevées pour permettre la migration d'un élément chimique au sein ou au dehors de la matrice métallique en vue d'un changement de sa composition chimique entraînant une modification de son comportement mécanique (G. Murry, 1993, p.22). Ces traitements ne sont pas des traitements dans la masse mais visent à modifier seulement la couche superficielle des alliages sur une profondeur dépendante de la durée de l'opération (J. Philibert *et al.*, 1998, p.735). Ils créent une hétérogénéité voulue au sein de la pièce afin de combiner résilience et résistance à l'usure. Ces opérations sont principalement de deux types. Lorsque l'élément migrant est le carbone, on parle de cémentation tandis que lorsqu'il s'agit de l'azote on parle de nitruration. Nous développerons ici seulement la cémentation.

- Cémentation :

Cette opération consiste, par chauffage à une température supérieure à 900°C et par diffusion du carbone, à obtenir une carburation superficielle d'un élément ferreux en le plaçant dans un milieu riche en carbone, le ciment (P. Fluzin, 1983). La diffusion se produit à l'interface des deux milieux. La diffusion ayant lieu dans un solide, elle est lente et il apparaît alors un gradient des teneurs en carbone de la zone en contact du ciment, teneurs les plus fortes, vers le cœur de la pièce, teneurs les plus faibles. L'opération consiste à chauffer la pièce pour atteindre le domaine austénitique et à la maintenir à cette température pour une durée dépendante du ciment utilisé et de la profondeur de pénétration du carbone souhaitée. L'opération est généralement longue (entre 10 et 20 heures). A 920°C, la cémentation permet un apport à hauteur de 0,02% de carbone sur un millimètre et demi en une heure (P. Fluzin, 1983). La diffusion est facilitée par une hausse de la température. Afin d'augmenter de façon significative la dureté, elle doit être combinée à une trempe afin de durcir davantage la partie cémentée du matériau tout en conservant la résilience de la partie interne du métal (J. Philibert *et al.*, 1998, p.735). Le processus contraire est la décarburation. Elle consiste à exposer la pièce ferreuse à la chaleur oxydante du foyer de forge.

La cémentation était bien connue et maîtrisée pour les sociétés anciennes et ce dès les périodes protohistoriques (M. Berranger, S. Bauvais, et P. Fluzin, 2007). D'une part, des objets montrent des traces de cémentation. C'est par exemple le cas pour les pointes de flèches, du I^{er} siècle avant notre ère, sur le site d'Uxellodunum. Leur augmentation de dureté superficielle permet de faciliter leur pénétration (G. Renoux *et al.*, 2004). D'autre part, des textes médiévaux en délivrent les « recettes » (*cf.* Introduction et N. Dieudonné-Glad, 2011).

- Les soudures :

Les soudures consistent à joindre deux pièces métalliques entre elles pour n'en former plus qu'une. Une soudure parfaitement réalisée est une preuve d'habileté et de maîtrise technique de la part du forgeron. En effet, pour que la soudure soit bien réalisée il faut atteindre la température du blanc soudant et ce pendant une durée correspondant à celle du palier de soudabilité. Le palier de soudabilité est compris entre 1200° et 1300°C pour une soudure fer/fer et entre 830°C et 1000°C pour une soudure acier/acier (P. Fluzin, 1983). Pour une soudure fer/fer ou acier/acier, les températures et les paliers à atteindre sont identiques entre les deux feuilles mais pour une soudure fer/acier, l'opération est plus complexe. Il faut amener chacune des deux composantes en même temps à leur palier de soudabilité. Afin d'éviter la formation

d'oxydes gênant pour le contact des deux éléments métalliques, du sable peut être ajouté à la surface des pièces pour éliminer la couche d'oxydes. Ceux-ci, s'alliant au sable, peuvent rester piégés dans les lignes de soudure et les rendre davantage visibles (I. Guillot et P. Fluzin, 1987).

Les soudures peuvent refléter différentes techniques de mise en forme des demi-produits. Ils peuvent être issus de la déformation d'une seule masse métallique engendrant des soudures d'extension limitée correspondant à la fermeture des porosités sur elles-mêmes, de l'assemblage de feuilles ou chutes de natures différentes ou non et d'un corroyage par replis successifs d'une masse métallique, s'identifiant par des lignes de soudures superposées. Les soudures sont souvent visibles sur les demi-produits témoignant de leur mise en forme (Berranger, 2009, p. 61 ; Pagès, 2008, p. 223).

c) Inclusions et porosités :

Un autre critère primordial dans la caractérisation des natures de métal est le pourcentage inclusionnaire³³, défini par la proportion d'inclusions ou de porosités piégées au sein de la matrice métallique. En effet, selon la proportion, la taille et la répartition des inclusions et des porosités, leur rôle est déterminant sur les propriétés physiques des métaux. Ce sont des matériaux durs représentant des points de faiblesse dans le métal et influant directement sur la déformabilité de l'acier à chaud ou à froid (A. Pokorny et J. Pokorny, 1998). Ils peuvent jouer le rôle de sites d'amorçage de la rupture dans le métal (G. Murry, 1993, p.19). C'est pourquoi dans les alliages ferreux contemporains, ces défauts sont considérés comme rédhibitoires et les procédés actuellement mis en œuvre visent à les éliminer presque entièrement (V. Serneels, 2011). Or, les inclusions sont une composante majeure des alliages ferreux anciens. En effet, quel que soit le procédé mis en œuvre, une des étapes (réduction ou affinage) a lieu à l'état solide. Ces étapes entraînent l'apparition de particules de seconde phase réparties, une fois encore, de façon inhomogène au sein de la matrice métallique.

Pour le procédé de réduction direct, les inclusions piégées dans la matrice métallique sont issues principalement de l'étape de réduction. Elles se composent de la gangue du minerai non réductible mais aussi des éléments provenant du charbon de bois ou de la paroi du four (P. Fluzin, 1983). Pour le métal issu du procédé indirect, les inclusions proviennent de la deuxième étape du procédé, l'affinage, se déroulant à l'état solide et pendant lequel des scories et du combustible sont réinsérés. Le processus d'épuration ne permet pas une élimination totale de ces inclusions. D'autres ajouts, facilitant les soudures au moment des étapes de post-réduction,

³³ Son calcul est explicité au chapitre IV.

peuvent former des inclusions. Les porosités, quant à elles, sont issues des porosités de la masse brute initiale non totalement refermées. D'abord ouvertes au début de la phase d'épuration, elles sont refermées et s'affinent progressivement. Certaines porosités montrent par ailleurs des replis témoignant de la coalescence de la matière sur elle-même (P. Fluzin, 2002).

Le pourcentage inclusionnaire renseigne sur l'état d'avancement de la phase d'épuration. Le taux de porosités et d'inclusions initial influence directement la conduite des opérations de post-réduction et le temps de travail que le forgeron devra consacrer à ces étapes. Pour les demi-produits antiques, Gaspard Pagès précise donc que le degré d'épuration constitue une valeur ajoutée au métal, d'autant plus élevée que le pourcentage inclusionnaire est faible (G. Pagès, 2008). Pour les demi-produits des deux Âges du Fer, Marion Berranger considère ce paramètre comme un moyen de mesure de l'investissement du forgeron dans son travail (M. Berranger, 2009, p.57). Il faut toutefois nuancer ce point car selon la qualité du produit de départ, l'investissement à apporter ne sera pas identique. Cependant, les masses brutes sont rarement exemptes d'inclusions et de porosités et une excellente qualité d'épuration pour le demi-produit témoigne généralement d'un investissement technique poussé (M. Berranger, 2009, p.54).

Les différents paramètres évoqués ci-dessus permettent de relier les propriétés physiques des alliages à leur composition chimique élémentaire et par conséquent de définir, par leur évaluation, la nature du métal. Les différents paramètres ne peuvent être considérés individuellement, c'est la combinaison croisée de tous ces facteurs qui va permettre de définir la nature du métal. Les possibilités de combinaison sont multiples, offrant une large gamme d'alliages ferreux en circulation. C'est également à partir de l'évaluation de ces facteurs que des classifications peuvent être proposées.

2. Evaluation et classification des natures de métal dans différents contextes anciens

Trois grands exemples d'études de corpus de demi-produits, statistiquement significatifs, vont désormais être présentés. Il s'agit des demi-produits des deux Âges du Fer en France, des barres de fer des Saintes-Maries-de-la-Mer en Gaule du Sud pour la période Antique, et des renforts en fer employés dans les constructions monumentales pour les périodes

médiévale et moderne. Nous nous attacherons particulièrement à décrire la démarche employée par les auteurs, démarche qui leur a permis, à partir de l'évaluation des différents facteurs précédemment évoqués, d'évaluer les différentes natures de métal en circulation pour leur contexte d'étude et de définir différentes catégories de demi-produits.

a) Les demi-produits des deux Âges du Fer

Pour cette période, si plusieurs études se sont intéressées à ces demi-produits en Europe (A. France-Lanord, 1963; C. Doswald, 1994; P. Crew, 1994), rappelons que ce sont les travaux de thèse de Sylvain Bauvais (S. Bauvais, 2007) et principalement ceux de Marion Berranger (M. Berranger, 2009) qui ont permis d'apporter un éclairage global sur la nature de ces demi-produits et ont proposé des modèles de classification tenant compte des différents critères précédemment évoqués (*cf. supra* §II.A). L'étude de Marion Berranger concerne 1042 objets provenant de 128 sites représentant des contextes artisanaux ou non. 174 ont été étudiés par analyse métallographique.

i) Typologie

La première étape du travail de recherche mené par Marion Berranger dans le cadre de sa thèse est l'analyse morphologique des différents demi-produits permettant d'aboutir à une typologie (M. Berranger, 2009, p.55).

Cinq catégories se distinguent (*Figure 7*):

- Les bipyramidés désignent des demi-produits comportant deux extrémités étirées en forme de pointe à partir d'une section épaisse. Ils sont tous massifs, pesant plus de 390 g.
- Les *Hooked Billets* font référence à des produits métalliques constitués d'un corps épais, avec une base large carrée, dont la section se rétrécit régulièrement vers l'autre extrémité, partiellement repliée sur elle-même.
- Les demi-produits quadrangulaires désignent des produits dont les extrémités sont resserrées en parallélépipède. Les surfaces sont régulières mais les extrémités sont souvent brutes.
- Les demi-produits à soie désignent des objets dont l'extrémité se termine en soie, étirée à partir d'un long fer plat.
- Enfin, les demi-produits à extrémité roulée se présentent sous la forme de longs fers plats dont l'extrémité est roulée. Ce groupe contient les fameux *currency bars*.

99% des spécimens connus sont des bipyramidés ou à extrémités roulées (M. Berranger et P. Fluzin, 2013).

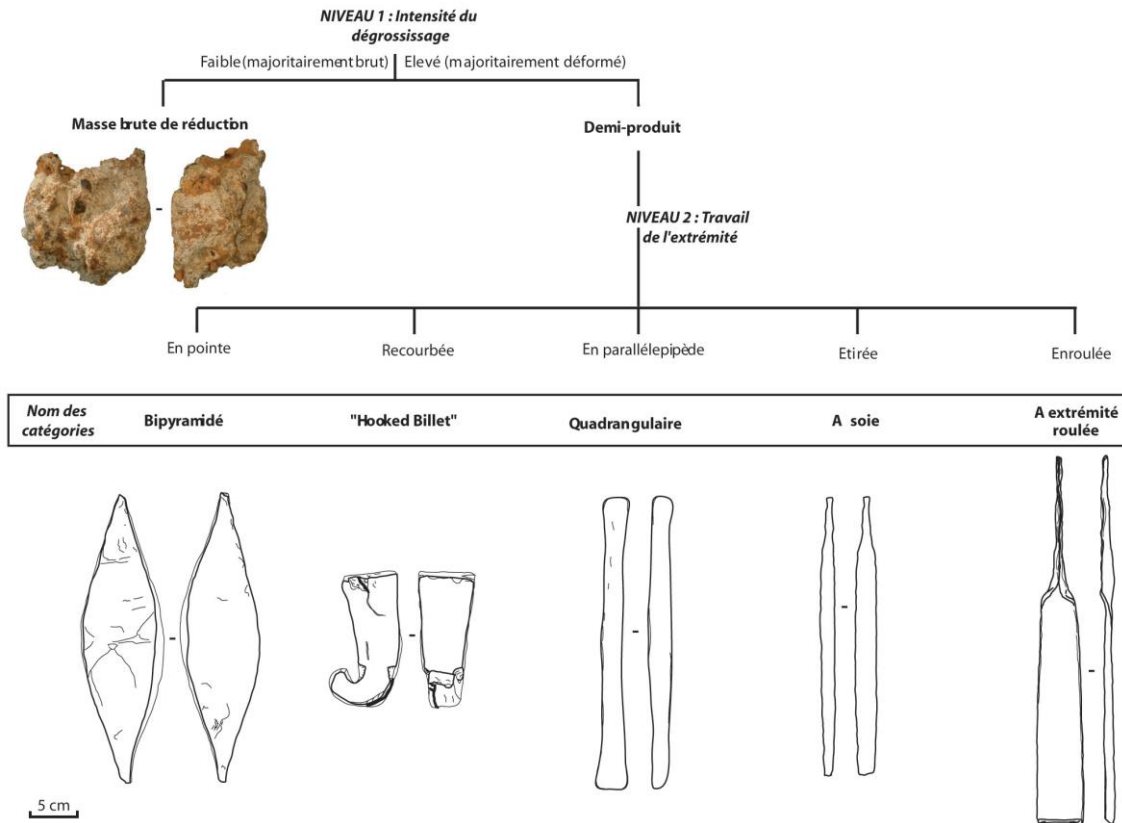


Figure 7 : Typologies des matières premières métalliques pour les deux Âges du Fer en France d'après Berranger, 2013

Parmi ces catégories, un premier niveau de différenciation basé sur la masse, distingue deux types : les barres ébauches (< 153 g) et les barres (> 296 g). Ces différences de masses distinguent leur possibilité d'utilisation (M. Berranger, 2009, p.57).

Au sein de ces catégories, la diversité des formes et la morphologie de détail est importante forçant à sous-diviser la classification en variantes morphologiques. Pour ce faire, le niveau 2 de la classification repose sur la forme des extrémités, le niveau 3 sur la forme du corps, le niveau 4 sur la forme des sections et enfin le niveau 5 sur le traitement des extrémités. Tous les niveaux ne se sont pas considérés pour chacune des catégories. Un exemple³⁴ de classification en variante, pour les barres à extrémité roulée est présenté en Figure 8.

³⁴ La classification complète peut être retrouvée dans la thèse de Marion Berranger (Berranger, 2009).

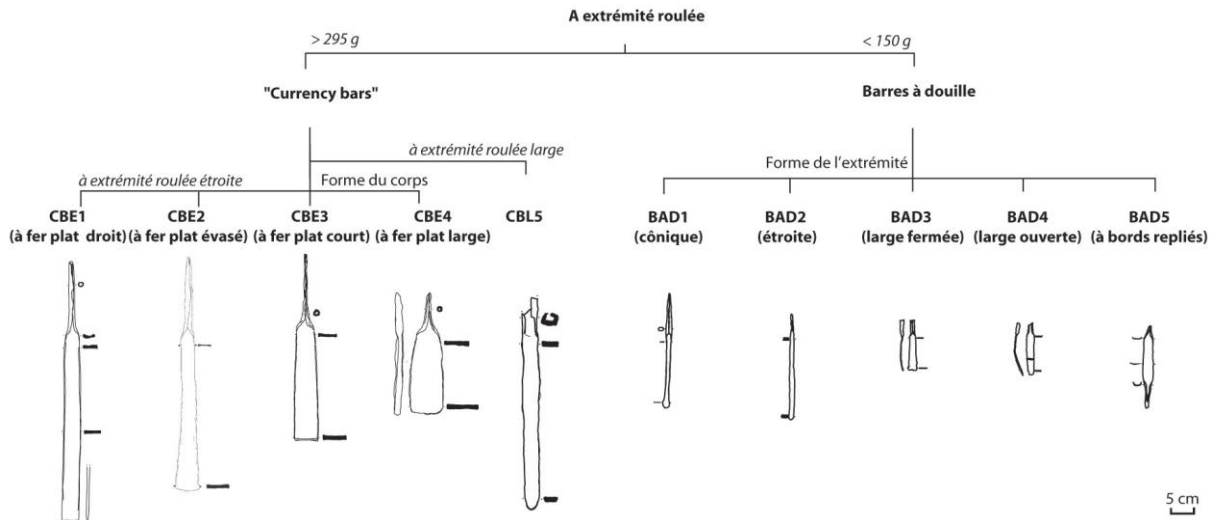


Figure 8 : Sous-division en variantes pour la catégorie demi-produit à extrémité roulée d'après Berranger, 2013

A la suite de ces observations morphologiques et en se basant sur une étude métrologique (taille des sections, masse et longueur), l'auteure propose une classification des demi-produits des Âges du Fer en trois groupes :

- Groupe 1 : produits lourds et courts encore proches de l'état brut
- Groupe 2 : produits lourds et longs
- Groupe 3a : produits longs et légers
- Groupe 3b : produits courts et légers

Les groupes 1 et 2 se composent de masses brutes, de bipyramidés, de *Hooked Billets* et de barres quadrangulaires. Le groupe 3 contient les demi-produits à extrémité roulée et les barres à soie (M. Berranger et P. Fluzin, 2013).

Son analyse s'est ensuite portée sur la répartition spatiale et chronologique de ces différentes catégories. Pour le premier Âge du Fer, entre le VII^{ème} siècle et le V^{ème} siècle avant notre ère, les formes majoritairement retrouvées sont les bipyramidés et en moindre mesure les *Hooked Billets*. Des masses brutes de réduction sont aussi échangées. Pour cette période, d'après la documentation, les matières premières métalliques en circulation sont donc peu travaillées (M. Berranger et P. Fluzin, 2012).

Pour le second Âge du Fer, entre le V^{ème} siècle et le III^{ème} siècle avant notre ère, le nombre de bipyramidés en circulation chute et de nouvelles formes de métal apparaissent. A partir du IV^{ème} avant notre ère, apparaissent les demi-produits à extrémité roulée et quadrangulaires alors qu'en parallèle se maintient la diffusion de *Hooked Billet*, des bipyramidés et des masses brutes mais

en nombre plus réduits. Cela pourrait laisser supposer un élargissement de la gamme des qualités disponibles en circulation et des volumes de métal (M. Berranger et P. Fluzin, 2013). A la fin du second Âge du Fer, à partir du III^{ème} siècle avant notre ère, le nombre de demi-produit à extrémité roulée s'accroît. Un nouveau type fait son apparition celui des barres à soie. Ceci peut en partie s'expliquer par une spécialisation des ateliers. Après la conquête romaine, seules les barres quadrangulaires, aux métrologies différentes semblent s'être conservées.

Pour les deux Âges du Fer, la question de la distribution des demi-produits et de leur zone de production a été abordée pour les bipyramidés et les demi-produits à extrémité roulée car leur prépondérance numérique se prêtait à ce type d'étude. Les similitudes, tant bien morphologiques que compositionnelles entre ce type de demi-produits en France et en Europe ont permis leur comparaison à une échelle plus large, celle de l'Europe. L'analyse s'est portée sur une aire géographique s'étendant de la Grande Bretagne à la Pologne, zones où a été retrouvé ce type de demi-produits. Pour ces découvertes, le contexte est principalement celui du stockage, il ne reflète pas directement une logique de consommation ou de production des demi-produits. La question abordée est donc la question de la diffusion du métal. L'étude de la distribution des demi-produits a montré que des catégories morphologiques sont associées à des régions particulières (M. Berranger et P. Fluzin, 2012). En Grande-Bretagne, les demi-produits à extrémité roulée sont abondants mais les bipyramidés sont mal représentés. Il est possible de penser que ce type de demi-produit n'était pas fabriqué dans cette zone. En revanche, les bipyramidés sont très représentés au Nord-Ouest de la France, au Sud-Ouest de l'Allemagne et au Nord de la Suisse (M. Berranger et P. Fluzin, 2013). Certaines de ces zones ne sont pas incompatibles avec la présence de *currency bars* mais elles ne sont pas majoritaires sur la zone. Plus particulièrement encore, il semble que certaines aires géographiques coïncident avec la présence de variantes particulières. Pour prendre le cas des barres à extrémité roulée, pour le IV^{ème} siècle avant notre ère, il s'avère que certaines variantes (CBL5, cf. Figure 8) se concentrent exclusivement dans l'Ouest de la France tandis que d'autres (CBE1) se situent au nord-est de la France, en Suisse et dans l'ouest de l'Allemagne. Cette ségrégation géographique des demi-produits par variante laisse supposer des aires de production et de diffusion proches et témoigne d'une circulation à l'échelle régionale (M. Berranger, 2009, p.89). Les différences typologiques de détail peuvent dans ce cas laisser entrevoir une tradition d'ateliers et le partage de savoir-faire au sein d'une même communauté.

ii) Classification des natures de métal

Trois critères principaux d'évaluation ont été employés afin de définir la nature du métal : la qualité inclusionnaire (nature, proportion et taux d'écrasement des porosités), la composition du métal, et les différents traitements subis et les techniques de mise en forme (soudure de plusieurs masses brutes, déformation d'une masse unique, cémentation ...) (M. Berranger et P. Fluzin, 2012).

Pour chacun des objets étudiés, la « qualité inclusionnaire » est définie en fonction de cinq groupes (Tableau 1) (S. Bauvais, 2007; M. Berranger, 2009). Plus le taux d'inclusions et de porosités est élevé, moins l'état d'avancement du processus d'épuration compactage est abouti. Les premiers stades « très médiocre » et « mauvais » reflètent un état proche de la matière brute ou très sommairement aggloméré et mis en forme.

Marion Berranger propose ensuite de relier le pourcentage inclusionnaire, couplé aux techniques de mise en forme plus ou moins élaborées des demi-produits, à un degré d'avancement dans la chaîne opératoire et à un temps de travail. Plus le matériau est épuré, et plus les techniques de mise en forme appliquées sont complexes, plus le temps passé au travail du demi-produit est important et suggère un investissement technique plus poussé de la part du forgeron.

Tableau 1 : Classes de qualité inclusionnaire, d'après Bauvais 2007, Berranger 2009

Qualité inclusionnaire	% Inclusions et porosités
Très médiocre	>25%
Mauvaise	Entre 15 et 25%
Moyenne	Entre 10 et 15%
Bonne	Entre 5 et 10%
Excellente	Entre 0 et 5%

Concernant les teneurs en carbone, une teneur moyenne pondérée (*cf. supra* §II.B.1) n'a pas été calculée. L'auteure a donc distingué quatre classes : la ferrite, les aciers doux (0,05-0,5% C), les aciers riches en carbone (0,6-0,9%) et les aciers très riches en carbone (> 0,9%). La présence de l'une de ces catégories dans un échantillon est indiquée en précisant si cette classe est majoritaire ou minoritaire sur l'ensemble de la surface.

iii) Nature de métal et correspondances typologiques :

La récurrence morphologique des demi-produits a entraîné la question d'une nature de métal spécifique à chaque typologie. L'analyse interne a montré des caractéristiques communes aux objets d'une même variante voire d'une même catégorie. Ce lien entre typologie et degré d'avancement était déjà pressenti rien que par l'aspect extérieur, mais il fallait tout de même le vérifier par une caractérisation interne.

Les masses brutes sont les produits les plus mal épurés. Leur qualité inclusionnaire est toujours médiocre. Elles sont issues d'un investissement technique peu poussé puisqu'elles sont issues d'un simple dégrossissage par martelage à chaud.

Les bipyramidés courts sont les plus proches des masses brutes dans la chaîne opératoire. Ils sont des objets relativement mal épurés témoignant d'un processus d'épuration très sommaire visant à mettre en forme le demi-produit sans mener un travail d'épuration poussé. Leur forme est encore relativement simple. Ils sont principalement ferritiques, ou à faible teneur en carbone. Certaines variantes sont formées par compactage d'une unique masse de métal sur elle-même préalablement dégrossie, tandis que d'autres présentant une qualité inclusionnaire légèrement meilleure, sont formées de plusieurs masses assemblées. Les bipyramidés longs, en revanche, se situent à un stade de compactage et de mise en forme plus avancé. La qualité inclusionnaire reste moyenne mais la mise en forme spécifique témoigne d'un temps de travail plus important. Les *Hooked Billets*, suivent ce même modèle (M. Berranger et P. Fluzin, 2013). Les barres quadrangulaires sont la forme la plus simple à obtenir, elles sont issues de la déformation d'une unique masse de métal. La qualité d'épuration est bonne malgré la persistance de certaines zones brutes. Pour ces deux dernières catégories, les résultats doivent être confirmés par un nombre d'analyses plus conséquent.

Les demi-produits à extrémité roulée (*currency bars* et barres à douilles) présentent un tout autre profil. Il s'agit de demi-produits à un stade plus avancé, quasiment celui du préformage. Marion Berranger annonce qu'il s'agit de demi-produits de très haute qualité résultant d'un processus long et d'un savoir-faire technique complexe. Il s'agit d'une production spécifique. Elles sont obtenues par déformation d'une unique masse de métal ou de plusieurs masses assemblées dans le cas des *currency bars* et par replis successifs pour les barres à douille. La qualité d'épuration est bonne à excellente, leur épuration est avancée jusqu'à un stade quasiment final. Elles sont majoritairement ferritiques ou à faible teneur en carbone. En

revanche, une variante (BAD1) se distingue car elle est plus carburée que les autres, une cémentation étant systématiquement menée (M. Berranger, 2009, p.81).

Les barres à soie sont, elles aussi, très bien épurées. Cependant, peu d'exemplaires ont été étudiés.

iv) Nature de métal et classification

Marion Berranger propose ensuite une classification plus large en reprenant individuellement chacune des caractéristiques internes des demi-produits (Tableau 2).

En termes de qualité inclusionnaire, trois groupes principaux se dessinent. Les demi-produits du groupe 1 sont bruts et peu transformés. Ils sont encore proche du stade de la réduction. Leur qualité inclusionnaire est majoritairement très médiocre (> 25%). Il s'agit des masses brutes de réduction, des *Hooked Billet* et des bipyramidés courts, de variante BCS1 et BCS2, et longs de variante BLD1 et BLD2. Les demi-produits du groupe 2 montrent une amélioration de la qualité inclusionnaire, cependant elle est très variable d'une catégorie à l'autre et les demi-produits restent incomplètement épurés. Ils sont représentés par les barres quadrangulaires et les bipyramidés courts de variante BCS3 et longs de variante BLS4. Le troisième groupe comprend des demi-produits dont la qualité inclusionnaire est le plus souvent jugée bonne (5 à 10%) ou excellente (0 à 5%) et se compose des barres à soie et à extrémité roulée (M. Berranger et P. Fluzin, 2012).

En croisant les données relatives à la qualité inclusionnaire, les techniques de mise en forme des demi-produits et en s'appuyant sur des reconstitutions expérimentales, les demi-produits ont pu être replacés en fonction de leur degré d'avancement dans la chaîne opératoire. En attribuant à chaque étape de travail une unité de temps, une mesure de l'investissement du forgeron et de la complexité technique dans la réalisation des demi-produits a permis de définir différents groupes (M. Berranger, 2009, p.84). Les masses brutes sont les plus simples à mettre en œuvre et sont celles qui requièrent le moins d'investissement technique. Les bipyramidés courts sont les plus proches de la masse brute dans la chaîne opératoire. Ils nécessitent un compactage et une déformation simple, éventuellement des soudures d'assemblage, qui leur confèrent un niveau technique plus important. Viennent ensuite les bipyramidés longs, les *Hooked Billet* issus d'un stade de mise en forme plus avancé. Leur qualité inclusionnaire reste moyenne, mais la forme spécifique témoigne d'un temps de travail plus important. Au même niveau se placent les barres quadrangulaires. Si leur forme est aussi relativement simple, elles

possèdent une qualité inclusionnaire plus élevée qui retranscrit un temps de travail plus important.

Au contraire les demi-produits à extrémité roulée et les barres à soie témoignent d'une réelle maîtrise et d'un savoir-faire technique du forgeron. Elles sont à un stade très avancé dans la chaîne opératoire, celui de la préforme. La cémentation des barres de variante BAD1 reflète un investissement plus important puisque ce travail est particulièrement chronophage (M. Berranger, S. Bauvais, et P. Fluzin, 2007).

On remarque donc ici, comme attendu, une amélioration de la qualité inclusionnaire, lié au degré de mise en forme du demi-produit, et de l'investissement technique du forgeron.

Concernant le type d'alliage, la séparation est moins flagrante. La structure des matières premières étudiées est relativement homogène. Les masses brutes sont toutes formées d'une unique masse brute repliée sur elle-même, de carburation proche de 0,8% de carbone et surtout elles sont systématiquement trempées. Concernant les demi-produits, ils sont presque tous majoritairement ferritiques avec quelques zones d'acier localisé. Quand l'acier est présent, sa teneur n'excède souvent pas plus de 0,5 % de carbone mais certaines zones peuvent atteindre 0,9 % de carbone. Du fait qu'elles soient cémentées, les barres à douilles de variante BAD1 sont plus carburées que les autres demi-produits. Deux groupes principaux se dessinent donc. Le premier comprend des produits peu carburés représentés par les demi-produits mis en forme. Le second rassemble des produits plus carburés, représentés par les masses brutes et les barres à douilles de variantes BAD1 (M. Berranger, 2009, p.87).

b) Les demi-produits antiques romains en Méditerranée Nord-Occidentale : le cas des barres des Saintes-Maries-de-la-Mer

Pour le cas de la Gaule Méditerranéenne antique, ce sont des pertes accidentelles lors de la circulation des demi produits qui ont permis d'apporter des informations sur la morphologie des demi-produits pour cette période et cette aire géographique (G. Pagès *et al.*, 2011). La découverte³⁵ des épaves romaines chargées de fer, au large des Saintes-Maries-de-la-Mer, dans les années 1980, par Luc Long, a mis en évidence la circulation de demi-produits sous forme de barres (L. Long, D. Djaoui, et C. Rico, 2005; L. Long et G. Duperron, 2014, 2016). L'analyse métallographique des demi-produits de cette période, en France, a principalement été menée dans le cadre des travaux de thèse de Gaspard Pagès (Pagès, 2008). Cinquante-quatre demi-produits représentant les types morphologiques 1 à 6 (Tableau 3), et provenant de six épaves, ont été étudiés (Gaspard Pagès, 2008, p. 219).

i) Typologie

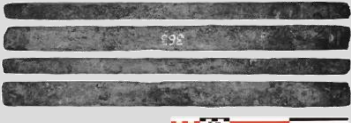

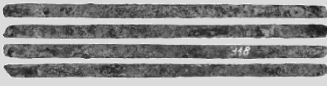

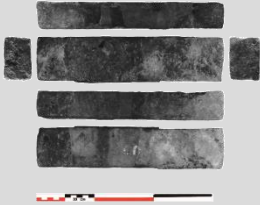
Les études réalisées par Luc Long (DRASSM) ont montré une récurrence morphologique dans la forme de ces barres de laquelle a découlé une typologie (L. Long, D. Djaoui, et C. Rico, 2005). Cette typologie, comprenant huit types caractéristiques, repose sur la longueur des demi-produits et sur leur section. La nomenclature employée pour désigner ce type de barre se compose d'un chiffre faisant référence au type, issu de la section, et d'une lettre faisant référence au sous-type et renseignant sur la longueur (C pour courte, M pour moyenne et L pour longueur). Les morphologies et métrologies sont très diverses allant de la barre au lopin pour des longueurs comprises entre 20 cm et 200 cm et des masses comprises entre 1,5 kg et 33 kg (Tableau 3).





De nombreux autres demi-produits antiques peuvent être rapprochés de la typologie basée sur les morphologies des barres des Saintes-Maries-de-la-Mer. Ainsi, les gisements métalliques de Bagaud 2, Bonifacio, Arles, Saint-Gervais I, Dramont C et Cap Gros présentent des demi-produits dont la morphologie peut s'exprimer par un des types de la typologie des Saintes-Maries-de-la-Mer (G. Pagès, 2008, p.213, 2014). Il semble que la présence de certains types puisse elle aussi être attribuée à une période. Les découvertes relatives aux demi-produits dans la Gaule du Sud, se rapportent toutes majoritairement à l'Antiquité romaine, entre la seconde moitié de II^{ème} siècle avant notre ère et celle du II^{ème} siècle de notre ère (E. Delqué-

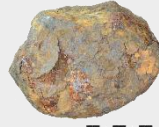
³⁵ Nous ne détaillerons pas dans ce chapitre le contexte général de la découverte, ce propos fera l'objet d'un paragraphe plus complet dans le chapitre II.

Koli Č *et al.*, 2017). Pour la période du II^{ème} siècle à la seconde moitié du I^{er} avant notre ère, seuls les types 1L, 1M, 2M et 4C ont été retrouvés, les types 4C et 2M étant les plus représentés. Pour la période suivante, jusqu'au II^{ème} siècle après notre ère toutes les typologies ont été observées cependant les types 1L, 1M, 2M et 4C sont toujours majoritaires. Il semble donc exister une homogénéité chronologique et spatiale quant à l'existence de ces barres pour ce contexte spatio-temporel précis (G. Pagès, 2008, p.212).

Tableau 3 : Caractéristiques métrologiques des barres pour chacun des types des Saintes-Maries-de-la-Mer d'après Luc Long (Photographies : Gaspard Pagès). L'échelle vaut 30 cm sauf pour le type 8 où elle vaut 5 cm.

Forme		Section : l x e (cm)	Longueur (cm)	Masse (kg)	Illustrations
1	Profil aplati.	1M	54-61	2,5-4	
		1L	75-140	8-11	
2	Barreaux minces dont la section relativement fine est carrée ou proche du carré.	2M 3,5 (±0,5) x 2,5 (±0,5) Si l>3,5 cm alors e<3 cm	40-71	1,5-5	
3	Barres, barreaux et pains parallélépipédiques de section pseudo carrée qui est intermédiaire entre les formes 2 et 4.	3C 4 (±0,5) x 3,5 (±0,5) Si l=4,5 cm alors e<3,5 cm	30-38	1,5-4,5	
4	Pains et barres parallélépipédiques très massives, la largeur et la hauteur, qui mesurent	4C 6 (±1,5) x 5 (±1,5) l/e<1,8	20-30	2-7	

	respectivement en moyenne 6 et 5 cm, peuvent accuser des variations de $\pm 1,8$ cm dans un cas, à de $\pm 1,5$ cm	4L		76-191	22-33	
5	Barre Pain d'aspect renflé, volonté délibérée du métallurgiste, relativement proche de la forme 3. Elle s'en distingue cependant par un épaississement de sa partie médiane, qui dans tous les cas ne dépasse pas 1/3 de la largeur des extrémités	5C	$5 (\pm 0,5) \times 3,5 (\pm 0,5)$	26-31	3	
6	Pain aplati, sorte de plaque très large aux extrémités parfois arrondies.	6C	$10 (\pm 0,5) \times 3,7 (\pm 0,7)$	27-33	4-8	
7	Grandes barres allongées très fines	7L	$1,2 \times 1,5$	150		

8	Lopins circulaires	8	8,5 x 4,0	105	2	
---	--------------------	---	-----------	-----	---	---

ii) Classification des natures de métal

L'étude de la nature de ces barres, par Gaspard Pagès, s'est portée sur l'analyse des matériaux mis en œuvre et le travail de mise en forme (G. Pagès, 2008). Le premier critère étudié est le nombre de masses brutes associées : les barres peuvent être de type mono-loupes ou multi-loupes, c'est-à-dire formées à partir d'une seule loupe ou bien à partir de plusieurs loupes soudées entre elles. Le type d'alliage est défini par l'utilisation conjointe de la proportion des zones aciérées (> 0,2% de carbone) et du taux de carbone moyen³⁶ (Pagès *et al.* 2008, L'Héritier *et al.* 2013). Concernant la carburation, les barres sont hétérogènes et leur composition peut varier de la ferrite à l'acier hypereutectoïde. Cependant, si l'on considère la proportion de chaque phase, ferritique ou aciérée, pour chaque demi-produit, des tendances se dégagent. L'auteur propose de distinguer quatre classes pour qualifier les différents alliages ferreux sans pour autant les hiérarchiser (G. Pagès, 2008, p.208):

- entre 0 et 20 % d'acier les demi-produits sont qualifiés de ferritiques. Leur teneur en carbone pondérée dépasse rarement 0,3 %.
- entre 20 et 40 % d'acier, des demi-produits sont qualifiés d'hétérogènes. Leur teneur pondérée en carbone peut atteindre 0,6 %.
- entre 40 et 70 % d'acier, les demi-produits seront qualifiés d'aciérés composites. La teneur pondérée en carbone peut atteindre 0,8 %.
- entre 70 et 100 % d'acier, les demi-produits seront qualifiés d'aciérés. La teneur pondérée en carbone peut atteindre 0,8 %.
- entre 50 et 100 % d'un alliage avec une forte proportion de phosphore, les demi-produits seront qualifiés de phosphoreux.

En termes de qualité inclusionnaire, Gaspard Pagès propose la classification présentée dans le Tableau 4 (G. Pagès, 2008). Pour ce dernier, la qualité inclusionnaire (au même titre que le nombre et la qualité des soudures) constitue une valeur ajoutée au demi-produit. Plus celle-ci sera élevée, plus le matériau possèdera une valeur ajoutée importante, relative à un temps de travail et un investissement du forgeron plus important. Elle est un « critère subsidiaire » au type d'alliage.

³⁶ Le taux de carbone moyen est établi en considérant différentes gammes de teneur en carbone au sein de l'échantillon du fait de son hétérogénéité. Le taux de carbone moyen est calculé en effectuant une moyenne, en pondérant la valeur moyenne de chaque gamme par la surface de l'échantillon occupée par chacune des gammes. Nous reviendrons sur leur calcul dans la partie Méthodologie (chapitre IV).

Tableau 4 : Classe de propreté inclusionnaire d'après Pagès, 2008

Propreté inclusionnaire	% inclusions et de porosités des sections polies
Très élevée	< 1%
Elevée	Entre 1 et 2%
Moyenne	Entre 2 et 3%
Basse	Entre 3 et 4%
Très basse	> 4%

iii) Nature de métal et correspondance typologique

Les premières hypothèses face à la régularité des formes produites tournaient autour de la provenance des barres ou encore de leur masse ou de leur volume, renvoyant à des normes fiscales régissant le commerce. Les études menées par Gaspard Pagès ont permis de montrer que cette normalisation reflétait, en réalité, une correspondance entre forme de la barre et qualité du métal. Au sein des types, les écart-types à la moyenne, en terme de surface aciérée, sont parfois importants, mais des tendances peuvent tout de même se dégager (Pagès, 2008, p. 227).

Le type 1M regroupe des demi-produits composés à 47% d'acier en moyenne, et de teneur en carbone pondéré autour de 0,4 – 0,5%. Ils sont composés d'une unique loupe dont la propreté inclusionnaire est très élevée.

Le type 1L est composé à 46% d'acier en moyenne, et de teneur en carbone pondéré autour de 0,4%. Il est composé de deux loupes soudées bout à bout. Sa propreté inclusionnaire est élevée.

Le type 2M rassemble des barres ferritiques à hauteur de 85% en moyenne, mono-loupe et à la propreté inclusionnaire moyenne.

Les barres de type 3C se composent également de ferrite à hauteur de 87% en moyenne, et possèdent une propreté inclusionnaire basse. Elles sont mono-loupes.

Le type 4C rassemble des barres composées à 45% d'acier à 0,4%C pondéré, mono-loupe et de propreté inclusionnaire jugée comme moyenne.

Le type 4L se compose de barres phosphoreuses, de propreté inclusionnaire jugée moyenne. Elles se composent de quatre loupes soudées bout à bout, leur conférant une très grande longueur.

Le type 5C regroupe des barres composées en moyenne à 30% d'acier, de teneur en carbone pondéré 0,3%, mono-loupes, à la propreté inclusionnaire très basse.

Enfin, les barres du type 6C sont composées en moyenne à 80% de ferrite, elles sont mono-loupes et possèdent une propriété inclusionnaire très élevée (G. Pagès, P. Fluzin, et L. Long, 2011).

iv) Nature de métal et classification

A partir de ces observations concernant le type d'alliage, le nombre de loupes mises en œuvre et la propriété inclusionnaire, afin de rassembler et de comparer les différents critères exprimés pour chacune des typologies, une typo-métallographie a vu le jour (Tableau 5) (G. Pagès *et al.*, 2011). Elle concerne d'abord la nature de l'alliage, exprimée en fonction de la teneur en carbone pondérée, et du pourcentage surfacique carburé qui permet de déterminer des familles d'alliages (*cf. supra*). Chaque type de barre contient une proportion d'alliage majoritaire. Chacune de ces familles a ensuite été sous-divisée en tenant compte de la valeur ajoutée (qualité inclusionnaire, nombre de loupes et qualités des soudures). Comme pour chaque typologie particulière était attribuée une nature de métal particulière, les différents demi-produits issus des Saintes-Maries-de-la-Mer ont pu ainsi être classés par typologie, selon ce modèle, permettant ainsi leur comparaison. Au sein des demi-produits de la famille « ferritique », se trouvent les types 2M, 3C et 6C. Tous sont formés d'une unique loupe mais la valeur ajoutée pour le type 6C est plus forte que pour les types 2M et 3C car sa propriété inclusionnaire est très élevée. Pour la famille des acierés composites, comprenant les typologies 1M, 1L et 4C, c'est le type 1L qui possède la valeur ajoutée la plus forte, car sa propriété inclusionnaire est élevée et il est composé de l'assemblage de plusieurs fragments de masses brutes. Aucune typologie ne s'apparente à la famille « aciérée » mais quelques demi-produits individualisés, en marge de leur famille, s'en apparentent. Enfin, un seul type est phosphoreux : le type 4L (G. Pagès, P. Fluzin, et L. Long, 2011). Pour chacune de ces typologies, auxquelles sont associées une famille – relative au type d'alliage- et une valeur ajoutée – dépendant du nombre de loupes, de la qualité inclusionnaire et de la qualité des soudures – des domaines de destination fonctionnelle ont pu être définis. Ils permettent de définir un domaine d'usage large d'emploi de ces demi-produits, considérant leur nature, sans les restreindre à un unique usage spécifique.

Tableau 5 : Classement typo-métallographique des demi-produits assimilés à la typologie des Saintes-Maries-de-la-Mer, d'après Pagès, 2008 - Volume 2 p.229

Types morphologiques	Synthèse des analyses métallographiques			Classement typo-métallographique		Domaines de destination fonctionnelle
	Matériaux mis en oeuvre		Travail de mise en forme et d'épuration	Familles	Valeurs ajoutées	
	types d'alliage	nombre de loupes mises en oeuvre	propretés inclusionnaires			
3C	87 % de ferrite (0,02 % de C)	1	basse	ferritique	basse	tout ou partie d'objets ductiles demi-produit ferritique "de base"
2M	85 % de ferrite (0,02 % de C)	1	moyenne			
6C	80 % de ferrite (0,02 % de C)	1	très élevée			
5C	30 % d'acier à 0,3% de C pondéré	1	très basse	hétérogène	basse	tout venant hétérogène
4C	45 % d'acier à 0,4 % de C pondéré	1	moyenne	aciérée composite	moyenne	demi-produit aciéré "de base"
1L	46 % d'acier à 0,4 % de C pondéré	2	élevée		très élevée	tout ou partie d'objets résistants et durs destiné aux pièces très longues (plus d'1 m) et résistantes, ex : essieux, bandages de roues, ...
1M	47 % d'acier à 0,4-0,5 % de C pondéré	1	très élevée			
4L	83% en alliage phosphoreux (0,1% < P < 0,6%)	4	moyenne	phosphoreux	élevée	éléments métalliques de gros œuvre

Cette relation entre typo-morphologie et typo-métallographie ne concerne pas uniquement les demi-produits des Saintes-Maries-de-la-Mer (G. Pagès, 2008, p.227, 2014). Elle a également pu être vérifiée pour d'autres demi-produits de la Méditerranée Nord Occidentale (cf. *infra*, chapitre II).

c) Les renforts en fer des édifices monumentaux médiévaux et modernes

Pour les périodes médiévale et moderne, les demi-produits découverts et étudiés sont très rares (cf. *supra*, §II.A). A défaut de ceux issus des sites de production, les demi-produits en contexte d'utilisation, quand ils sont peu travaillés, et donc proches de leur état lors de la mise en circulation à la sortie du site, peuvent fournir des informations sur la nature du métal (cf. *supra*). Ceux-ci sont présents en grandes quantités dans l'architecture des cathédrales. Ils y jouent plusieurs rôles de la simple agrafe, à l'attache de statues, au tirant de fer dont la longueur peut parfois atteindre plusieurs mètres... (M. L'Héritier, P. Dillmann, et P. Benoit, 2007). Leur

forme et les techniques de leur élaboration, très simples, permettent de les considérer comme proches de la forme du demi-produit à partir duquel ils ont été forgés.

L'étude des fers des cathédrales soulève de nombreuses questions auxquelles tentent de répondre les archéomètres depuis les premières études menées sur la cathédrale de Beauvais dans les années 1990 (M. L'Héritier *et al.*, 2005). Les études se sont principalement portées sur des églises ou cathédrales de la période médiévale ou moderne en France : Notre-Dame, Saint-Ouen et Saint-Maclou à Rouen, Saint-Pierre, Saint-Paul, Saint-Urbain, Saint-Jean-au-Marché, Sainte-Madeleine à Troyes, le Palais des Papes d'Avignon, les cathédrales de Reims, de Coutances, d'Amiens et Rouen, l'église Saint-Gervais-Saint-Protais de Paris, le donjon du château de Vincennes ou la basilique Saint-Denis (M. L'Héritier, P. Dillmann, et P. Benoit, 2005, 2007; M. L'Héritier, 2007; M. L'Héritier *et al.*, 2013; A. Dissler *et al.*, 2014) et les monuments de Rouen et de Troyes ont été l'objet d'un sujet de doctorat mené par Maxime L'Héritier (M. L'Héritier, 2007).

i) Nature de métal et classification

Les analyses concernant la nature du métal des fers des cathédrales se sont attachées à déterminer la carburation, la propreté inclusionnaire, à détecter la présence de phosphore et l'application de traitements particuliers.

L'ensemble des analyses menées sur les fers des cathédrales ont montré des teneurs en carbone hétérogènes (M. L'Héritier et P. Dillmann, 2011). Parmi les échantillons étudiés, la grande majorité est de structure principalement ferritique. Certaines zones localisées peuvent contenir des teneurs en carbone plus importantes et peuvent atteindre l'eutectoïde. Cependant, ces zones sont minoritaires, elles n'occupent généralement pas plus de 10% de la surface. D'autres échantillons sont majoritairement aciérés.

Prenons l'exemple des églises du Nord du Royaume pour Rouen et Troyes. Sur les 81 sections étudiées, la grande majorité d'entre elles présentent des structures ferritiques. 55 sont majoritairement constituées d'une matrice dénuée de carbone. Les zones carburées peuvent atteindre l'eutectoïde, mais ne dépassent généralement pas 10% de la surface étudiée. 19 d'entre elles sont essentiellement ferritiques. Les 26 autres sections sont davantage carburées avec plus de 50% de leur surface composée d'acier (M. L'Héritier et P. Dillmann, 2011).

Le phosphore est présent dans de nombreux spécimens analysés. Les fers étudiés présentent des teneurs en phosphore forte dans la matrice métallique caractérisées par la présence de

structures fantômes³⁷ (M. L'Héritier *et al.*, 2005). La teneur en phosphore est également élevée dans les inclusions.

En ce qui concerne la propreté inclusionnaire, les inclusions sont toujours visibles à l'œil nu sur tous les spécimens étudiés. Leur taille varie du micromètre au millimètre. Les teneurs en inclusions sont jugées comme moyennes à mauvaises, et peuvent varier de 2% à 15% témoignant d'un cinglage insuffisant de la matière lors de la phase d'épuration. De grands écarts sont toutefois à observer entre les différents échantillons (S. Aumard, P. Dillmann, et M. L'Héritier, 2011).

Pour les fers des cathédrales, aucun traitement particulier n'a été constaté. Certaines rares structures de trempe sont parfois détectées mais au vu de leur emplacement dans la barre, elles semblent plutôt accidentelles et non destinées à durcir le matériau. Leur positionnement n'est, en effet, d'aucune utilité à la pièce. De plus, pour un même type d'objet (attache, tirant, goujons ...), les structures observées ne sont jamais localisées au même endroit (M. L'Héritier *et al.*, 2005). Dans le cas des spécimens aciérés, la distribution est aléatoire. Les structures aciérées et ferritiques orientées en bande sont simplement le reflet d'une masse brute hétérogène qui a été aplatie par martelage et ne reflètent pas une technique de mise en forme particulière.

Un axe d'étude inédit a été développé à partir des grands renforts de cathédrales : celui de l'étude de leur comportement mécanique via des essais de traction (A. Juhin, 2005; M. L'Héritier, I. Guillot, et P. Dillmann, 2019). Les auteurs ont tenté de relier le comportement mécanique observé en traction à la nature du matériau. Toutefois, au vu de l'hétérogénéité des fers anciens, il semble complexe de pouvoir prédire les propriétés mécaniques des matériaux à partir de leur structure. Différents paramètres peuvent intervenir dans le phénomène de rupture et ces paramètres ne sont pas sans interdépendance. Les inclusions semblent toutefois jouer un rôle majeur dans l'amorce des ruptures.

Les résultats précédemment résumés ont incité les archéomètres à définir les alliages ferreux employés dans les cathédrales comme des matériaux « ordinaires » pour les périodes médiévale et moderne. Aucun soin particulier n'a été apporté au matériau pendant ces étapes de préparation. Il n'a pas fait l'objet de tri, n'est pas particulièrement bien épuré et n'a pas subi de traitements thermochimiques ou mécaniques particuliers. La structure hétérogène est proche de celle du demi-produit de fer à un stade précoce de l'épuration. Le travail du forgeron semble

³⁷ Révélées par attaque au réactif Oberhoffer, elles correspondent à une ségrégation préférentielle du phosphore dans la ferrite par rapport à l'austénite, lors du refroidissement du métal depuis le domaine de coexistence de la ferrite et de l'austénite. Davantage de précisions sont données au chapitre IV.

s'être limité à celui de la mise en forme (M. L'Héritier et P. Dillmann, 2011). Cependant, il semble que cette nature de métal « simple » soit suffisante à l'usage qui lui est destiné.

Une exception a toutefois pu être constatée au Palais des Papes à Avignon. Les fers employés y sont de deux types. Le premier type est un matériau « ordinaire » comme décrit ci-dessus. Pour le Grand Promenoir en revanche, les fers sont composés d'acier homogène et bien épuré. D'après les registres des comptes de la construction, ces barres coutaient deux fois et demie le prix des barres de fer standard (P. Dillmann, P. Fluzin, et P. Bernardi, 2003).

d) Synthèse des différents modes de classification

La présentation précédente a mis en lumière la diversité des modes de classifications des alliages ferreux anciens à partir des demi-produits de trois grands corpus d'étude. Ces différences sont d'une part dues à la chronologie des études. Les méthodes d'analyses ont évolué, et ceci a permis d'intégrer d'autres paramètres d'évaluation. Mais, cette diversité est aussi due au corpus d'étude en lui-même. En effet, considérant les problématiques en jeu pour chacun des corpus et la diversité des natures de métal observées, les classifications des alliages ferreux sont spécifiques à un contexte et un corpus donné.

En ce qui concerne la description de la nature du métal se basant sur la présence, la distribution et la teneur en carbone, les premières évaluations étaient descriptives. Les métallographes constataient les hétérogénéités de la matrice, indiquaient les différentes gammes de teneur en carbone présentes mais n'estimaient pas la proportion de chacune d'entre elles. Des cartographies représentatives de l'hétérogénéité des teneurs en carbone ont pu être établies à partir de photographies de la section étudiée mais la résolution ne permettait pas de définir des gammes fines de teneurs en carbone. Il était possible de différencier néanmoins les zones carburées des zones ferritiques. C'est dans cette optique que, afin de rendre compte de la nature de l'intégralité de la section de l'objet, à partir de l'observation macroscopique des barres intégrales, Gaspard Pagès a défini un pourcentage surfacique carburé (G. Pagès, 2008) comme étant le pourcentage de la surface occupé par un acier dont la teneur est supérieure à 0,2 – 0,3% de carbone et a défini différentes classes d'alliages : ferritiques, hétérogènes, composites et aciérés (*cf. supra et* Figure 9C). Dans le même ordre d'idée, Marion Berranger a proposé, en réalisant des allers-retours entre l'échelle macroscopique et microscopique, de renseigner la composition majoritaire de l'artefact parmi différentes gammes (Figure 9B) : ferritiques, acier doux, acier riche en carbone, et acier très riche en carbone (M. Berranger, 2009).

Puis, un changement radical dans les interprétations des teneurs en carbone intervient lors de la motorisation des platines de microscopie, engendrant la possibilité de réaliser une cartographie imagée (mosaïque) de l'ensemble de la section à une résolution suffisante pour pouvoir distinguer différentes gammes de teneurs en carbone, plus fines, au sein de l'échantillon. Cette approche a permis à Gaspard Pagès de définir un taux de carbone moyen propre à chaque échantillon en évaluant la proportion de la surface occupée par chaque classe de teneur en carbone et en les moyennant par la valeur moyenne de la classe (G. Pagès, 2008). Cette teneur en carbone a pu être reliée au pourcentage surfacique carburé pour classer les différents alliages (Figure 9C). Les différentes classes ont été amenées à changer au cours du temps. Les classes employées ces dernières années sont indiquées sur la première ligne de la frise de la Figure 9. Pour certains auteurs, ce mode de classification n'était pas suffisant car il ne tenait pas assez compte de l'hétérogénéité des teneurs en carbone (S. Leroy *et al.*, 2017). Une dizaine d'année plus tard, un nouveau paramètre a donc été intégré : un écart type moyen à la teneur en carbone a été considéré. Considérant l'écart-type et le taux de carbone moyen, un nouveau mode de classification a vu le jour (Figure 9D). Elle permet de répartir les échantillons, sur une courbe d'hétérogénéité fer-carbone, selon leur degré d'homogénéité d'une part et leur carburation d'autre part (S. Leroy *et al.*, 2017).

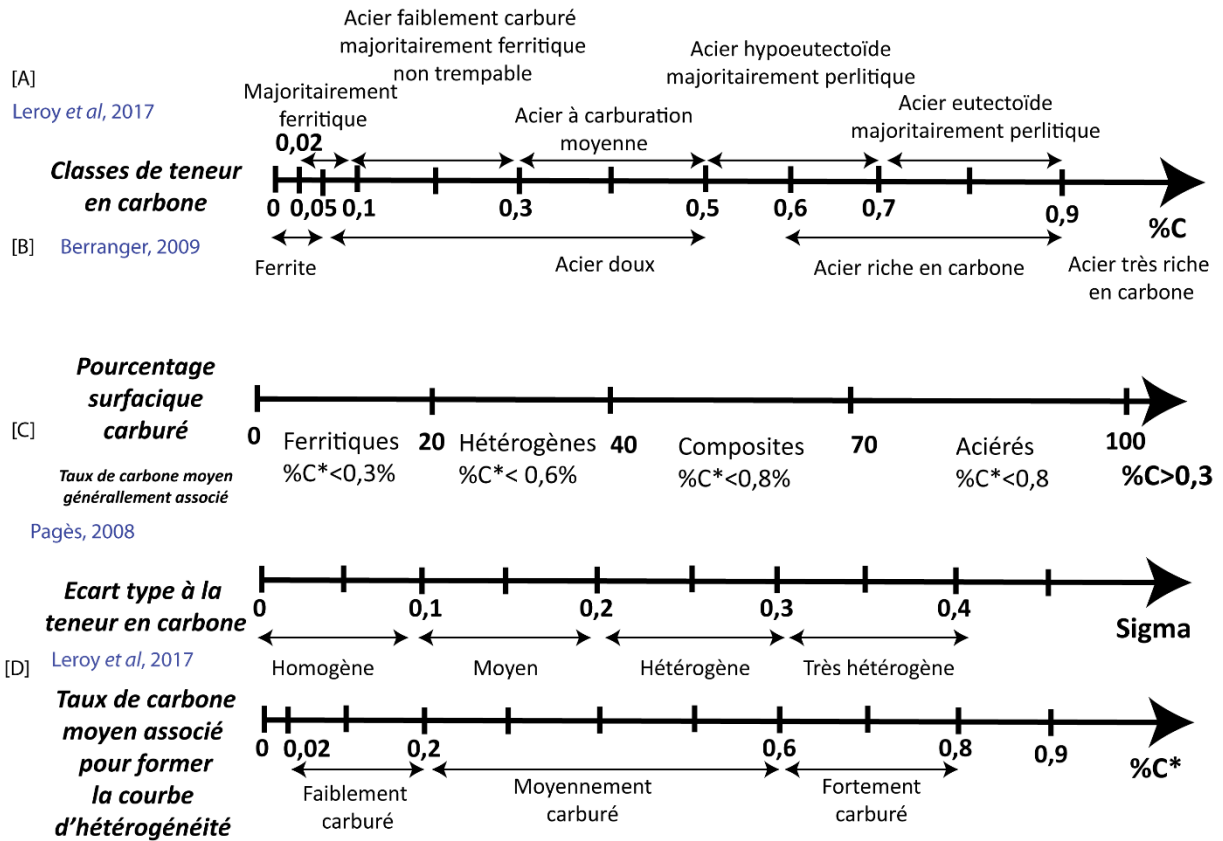


Figure 9: Comparaison des différentes classifications établies pour définir la nature du métal du demi-produits à partir de trois grands corpus d'études

Concernant le pourcentage inclusionnaire, les premières évaluations étaient descriptives. A partir d'un scan de la surface polie ou d'analyses d'images jugées représentatives de l'ensemble de l'échantillon, un pourcentage inclusionnaire était estimé. Sa fiabilité était relative car la technique ne se base pas sur l'étude de l'échantillon entier mais permettait tout de même de donner un ordre d'idée de cette propriété inclusionnaire. Une des méthodes utilisées par Maxime L'Héritier par exemple sur les fers des cathédrales dans le cadre de ses travaux de doctorat est l'utilisation de la norme AFNOR NF A04-106 corrigée d'un facteur 10. La comparaison entre les images acquises en métallographie agrandies d'un facteur 10 et les images de référence de la norme AFNOR issues d'aciers modernes permet d'attribuer à chaque image un numéro renseignant de sa propriété inclusionnaire (M. L'Héritier, 2007). Par la suite, avec l'avancée de la microscopie optique, le pourcentage inclusionnaire a pu être exprimé de manière plus représentative. L'acquisition de mosaïques métallographiques couplées à un logiciel de traitements d'images permettait de déterminer un pourcentage inclusionnaire pour l'ensemble de la section. Nous pouvons constater en Figure 10 que l'écart entre la gamme proposée par Marion Berranger et Sylvain Bauvais (obtenue à partir de l'observation de quelques images représentatives) et celle proposée par Gaspard Pagès

(observation de l'échantillon entier et analyse par logiciel de traitement d'image) est important. Dans la première classification, un échantillon a une qualité inclusionnaire excellente s'il contient un pourcentage inclusionnaire compris entre 0 et 5%, alors que pour la seconde classification, dépasser 4%, classe déjà la propreté inclusionnaire de ce dernier dans la catégorie très basse. Les gammes ont été établies à partir d'un type de demi-produits particuliers. Alors, il est difficile de savoir si ces écarts de gamme sont dus aux échantillons étudiés, à une interprétation propre du contexte ou si les techniques de mesures ont évolué rendant l'analyse plus fine et précise.

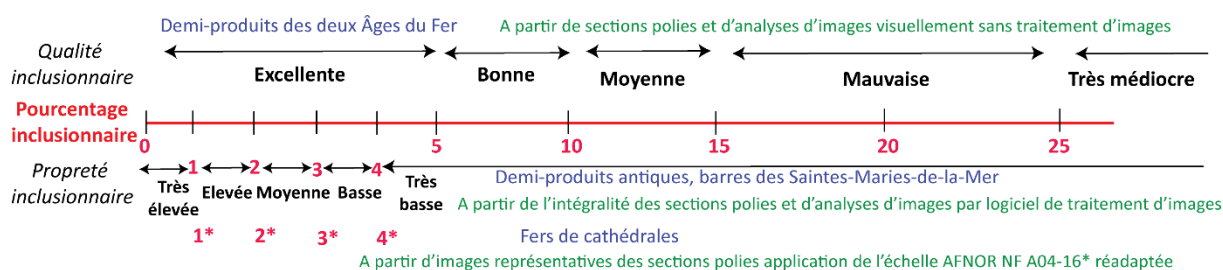


Figure 10 : Comparaison des différentes classifications établies pour le pourcentage inclusionnaire à partir de trois grands corpus d'études, en vert la méthode employée, en bleu le corpus d'application considéré.

III. Problématiques et axes de recherche

A la lumière des études menées par nos prédécesseurs et des connaissances acquises sur les demi-produits, l'approche que nous avons choisie de mener s'articule autour de deux axes principaux.

Le premier consiste à approcher la nature du demi-produit du point de vue du matériau.

Les études menées par nos prédécesseurs ont permis de montrer la multiplicité des formes et des natures des demi-produits en circulation. Cependant, sauf quelques rares études se voulant plus globales (M. L'Héritier, 2007; S. Bauvais, 2007; G. Pagès, 2008; M. Berranger, 2009), l'étude des demi-produits a souvent été réalisée de façon ponctuelle, restreinte à l'échelle d'un site, d'une région et/ou d'une courte période temporelle. De plus, certaines périodes sont particulièrement dépourvues de données, peu de demi-produits ont été analysés. C'est le cas principalement pour les périodes médiévale et moderne³⁸. De fait, aucune étude ne s'est intéressée jusqu'alors à la diversité des natures de métal, produites et en circulation, sur un temps long. Ainsi, par l'apport de données inédites relatives à l'étude métallographique de nouveaux demi-produits issus de différents sites en France, en complément des données

³⁸ Si l'on exclut les renforts en fer des édifices architecturaux.

acquises par la littérature, nous souhaitons approcher la question de la diversité des natures de métal disponibles sur le marché, d'un point de vue statistique, du II^{ème} siècle avant notre ère au XVI^{ème} siècle.

Pour ce faire, ceci suppose de s'appuyer sur une méthodologie et des critères d'évaluation de la nature du métal quantifiables et reproductibles pour permettre une classification des différentes natures d'alliages. Certains modèles de classification des demi-produits, en fonction de leur nature, ont été proposés par nos prédécesseurs. Si les modes opératoires peuvent parfois se recouper, la transcription des informations, les modes de quantification et d'évaluation des facteurs, dépendent des pratiques de chacun mais sont aussi dépendantes du matériel de mesure à disposition. Les niveaux d'information peuvent donc s'avérer disparates pour différentes études. De plus, ceci dépend également de la chronologie des études, du corpus considéré et des problématiques qui leur sont spécifiquement dédiées et qui ont pu évoluer au fil des années. De fait, certaines classifications peuvent être applicables uniquement à une catégorie de demi-produit particulière, ou à un contexte d'étude particulier. Nous souhaitons donc, en s'appuyant sur les modèles précédemment proposés, définir un modèle de classification des demi-produits basé de leur nature, en tenant compte de leur diversité, et applicable sur des temps longs.

Cette approche vise également à questionner les propriétés mécaniques de ces demi-produits en relation avec leur nature et leur forme, et à les intégrer au modèle de classification. Il est en effet légitime de penser que si les natures et les formes de métal échangées sont si variables, c'est pour répondre à des besoins spécifiques dès ce stade de la chaîne opératoire. C'est ce constat qui a entraîné l'idée des domaines de destinations fonctionnelles (G. Pagès, 2008; M. Berranger, 2009). Certaines natures de métal vont être plus appropriées pour tel ou tel type d'objet. Elles ne peuvent être destinées aux mêmes usages. Nous souhaitons donc questionner la prédisposition de certains demi-produits à certains usages. Sont-ils des matériaux tout venant ? Possèdent-ils des prédispositions spécifiques ? Sont-ils loin, en termes de nature de métal requise, de l'usage qui leur incombe ?

Cependant, ces considérations sur la qualité et la nature de métal ne peuvent être détachées du contexte historico-technique dans lequel se trouve le demi-produit au moment de son élaboration et de sa mise en circulation. C'est pourquoi, le second axe de cette recherche vise à rattacher ces questionnements matériels aux questionnements historiques en replaçant davantage le demi-produit dans son cadre d'étude.

La première problématique se rapporte alors aux évolutions techniques de la chaîne opératoire. En effet, nous avons vu qu'une des mutations les plus importantes qu'ait connu la métallurgie du fer est sa mécanisation par le biais de l'introduction de l'énergie hydraulique. Elle s'est faite en deux étapes, la première permettant de passer d'un martelage manuel à un martelage hydraulique, la seconde, permettant d'activer les soufflets de la réduction et entraînant un passage du procédé direct au procédé indirect (*cf. supra* §I.A.2 et 3). Si ces transformations ont entraîné des modifications majeures dans la façon de produire le fer, quelles ont alors été les répercussions de ces changements sur la nature du métal ?

Nous avons également évoqué que, selon la conduite de la réduction, et selon les conditions thermodynamiques du fourneau, différentes natures de métal pouvaient être produites. Certaines études ont montré que le minerai pouvait influencer sur la nature du métal produit, laissant entendre que certains sites seraient davantage enclins à fournir une production spécifique. Si cela ne fait aucun doute quant à la production d'une nature de métal spécifique, à partir d'un minerai phosphoreux, qu'en est-il des minerais manganésifères ? Sont-ils à l'origine d'une production aciérée ? Existe-il des filières aciers différenciées des filières fers ? Existe-il une spécialisation des sites de production et des ateliers en termes de nature de métal produite et travaillée ?

Nous souhaitons également nous interroger sur la part de responsabilité de l'artisan du fer dans la nature du métal engendrée lors de la réduction et lors des étapes de post-réduction, se demander quelle est la répercussion des choix techniques effectués sur la nature de la production. Lors des étapes de post-réduction, les études précédentes ont montré que le forgeron, peut conférer au métal une nature spécifique, une valeur ajoutée³⁹, en fragmentant ou non la masse brute pour sélectionner certaines natures de métal, en l'épurant jusqu'à un stade plus ou moins avancé pour fournir différentes variétés de demi-produits, et en procédant à des traitements thermiques ou thermochimiques. La nature du métal semble être contrôlée dès les tout premiers stades de la chaîne opératoire. A n'en pas douter, les forgerons anciens savaient reconnaître les natures de métal qu'ils travaillaient et qui plus est savaient les adapter à un usage spécifique ou les modifier pour les y rendre aptes. Il convient alors ici de se demander sur quels principes se basait cette reconnaissance. De plus, le demi-produit pouvant être un objet de commerce, un intermédiaire entre les différents intervenants du marché, comment les acquéreurs s'assuraient-ils de la nature du métal qu'ils allaient se procurer ? Les études menées par nos prédécesseurs montrent que la forme des demi-produits, ce contenant visible, pouvait

³⁹ D'après la définition donnée par Pagès, 2008.

être un indicateur de leur qualité interne, de leur contenu. Elle pouvait être un code tacite entre l'acquéreur et le producteur. Pour les deux Âges du Fer par exemple, l'aspect extérieur peut d'ores et déjà renseigner sur le niveau de travail du forgeron et sur les qualités internes du demi-produit en établissant des corrélations entre la forme et la qualité d'épuration (M. Berranger, 2009). Cependant, certaines formes « standardisées », comme celles des Saintes-Maries-de-la-Mer pour la période antique, pouvaient, elles aussi, renseigner de la qualité inclusionnaire mais aussi du type d'alliage (G. Pagès, 2008). Cependant est-ce systématiquement le cas ? Existe-t-il inévitablement un lien entre forme et qualité ? Ceci amène à s'interroger sur l'existence d'autres « normes » potentielles régissant la production et le commerce des demi-produits.

Afin de répondre à ces différentes problématiques, nous nous appuyons sur l'analyse d'un corpus numériquement conséquent de demi-produits, de la masse brute aux demi-produits mis en forme, permettant une approche statistique. La méthodologie employée, inspirée de celle mise en place par nos prédécesseurs, repose sur la mesure systématique de critères objectifs permettant de définir la nature du métal de ces demi-produits et autorisant les intercomparaisons. Les demi-produits sélectionnés permettent d'aborder les problématiques précédemment exposées, pour différents espaces géographiques en France et pour une large période temporelle correspondant à différents contextes technico-économiques. Ils se divisent en trois grands corpus :

- ceux correspondant à la période antique, période pour laquelle les demi-produits étudiés proviennent principalement d'un contexte de circulation, autour du Bassin Méditerranéen

- ceux correspondant à la période médiévale, entre la fin du XIII^{ème} siècle et le XV^{ème} siècle, et le début de l'époque moderne (XVI^{ème} siècle), pour un site de production employant le procédé direct, sans puis avec emploi de l'énergie hydraulique, dans les Pyrénées.

- ceux correspondant à la fin de la période médiévale et le début de la période moderne, entre la fin du XV^{ème} siècle et le XVI^{ème} siècle, pour un site de production en Pays de Bray, employant le procédé indirect.

Chapitre II :

Choix des aires d'études et **présentation des sites**

Dans le chapitre I, nous avons vu qu'au cours des siècles, de nombreuses évolutions techniques dans la façon de réduire le minerai et de forger le fer ont eu lieu. Nous nous basons sur ces différents contextes techniques spécifiques de production du fer pour segmenter notre étude en trois fenêtres temporelles afin de traiter la question des qualités des alliages ferreux par une approche diachronique. Durant la première période étudiée, le fer était produit par procédé de réduction direct avec ventilation manuelle. Elle concerne, dans la présente étude, l'Antiquité, de la fin du II^{ème} siècle avant notre ère au V^{ème} siècle, et le début du Moyen Âge, de la fin du XIII^{ème} au XIV^{ème} siècle. La seconde période est marquée par l'introduction de l'énergie hydraulique dans les systèmes de production au sein du monde médiéval. Elle concerne pour notre étude le XV^{ème} et le XVI^{ème} siècle. Enfin, la dernière voit apparaître le procédé indirect. Elle se limite, dans notre étude, à la fin du Moyen Âge et au début de l'époque moderne, entre la fin du XV^{ème} siècle et le XVI^{ème} siècle.

Dans ce chapitre II, pour chacune des fenêtres, les aires géographiques choisies sont délimitées et la chronologie est affinée. Au sein de ces espaces, des sites représentatifs ont été choisis afin d'illustrer chacun des contextes techniques. La première partie de ce chapitre est consacrée à la Gaule du sud et aux sites du bassin nord méditerranéen durant l'Antiquité, sites dont le plus important est celui des Saintes-Maries-de-la-Mer en termes de nombre de demi-produits retrouvés, principalement sous forme de barres. La seconde partie est consacrée aux Pyrénées centrales et au site de Castel-Minier entre la fin du XIII^{ème} siècle et le XVI^{ème} siècle.

et enfin la dernière est consacrée au Pays de Bray (Haute-Normandie) et au site de Glinet entre la fin du XV^{ème} siècle et le XVI^{ème} siècle.

Les différents sites de notre étude sont localisés en Figure 11. Les filières de production employées sur ces sites sont présentées en Figure 12, en tenant compte de la chronologie.

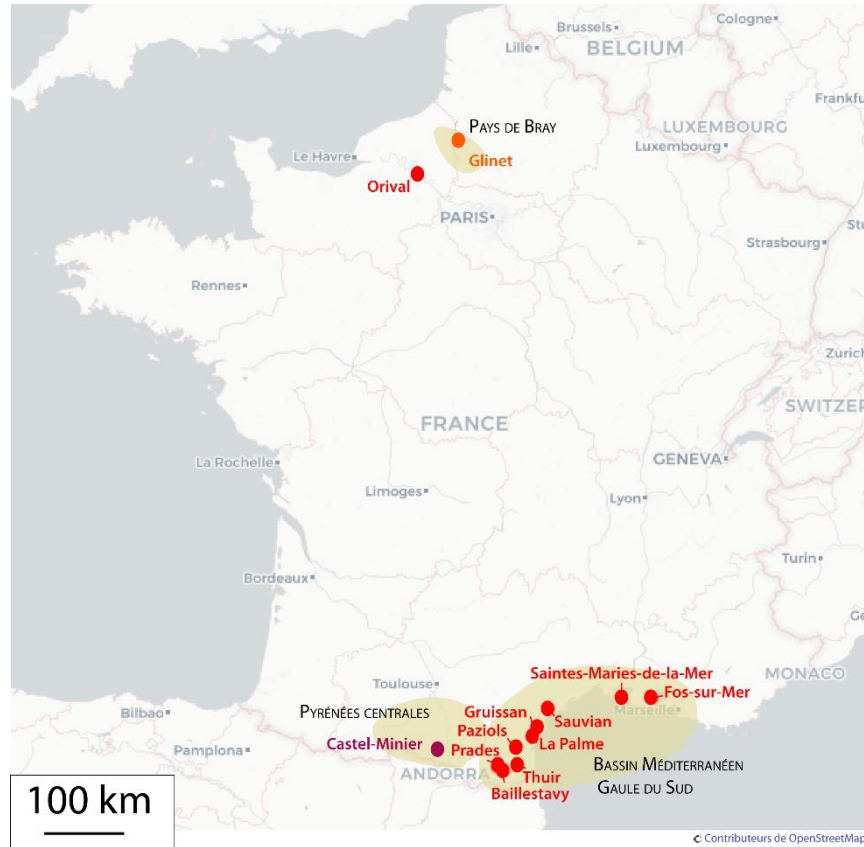


Figure 11 : Aires géographiques et sites concernés par l'étude

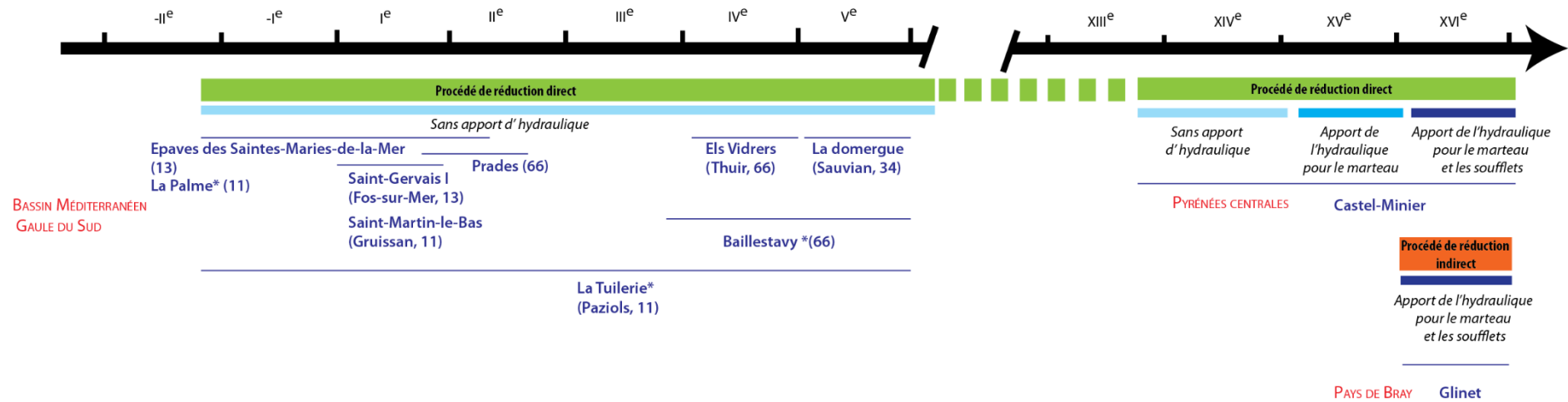


Figure 12 : Procédé en vigueur pour chacun des sites considérés en fonction de la chronologie. (Les sites indiqués par une étoile font référence aux demi-produits dont la datation a été estimée grâce à la typologie, ou grâce au contexte de la découverte, la fourchette chronologique considérée est donc large)

I. La Gaule du Sud et les sites du bassin nord méditerranéen : espaces de production et de circulation des demi-produits issus du procédé direct pendant l'Antiquité

La Gaule du Sud et le bassin nord-occidental méditerranéen correspondent à un espace de production, de commerce et de circulation intense des matières métalliques. Des espaces de réduction aux forges de demi-produits et aux forges de transformation en objets finis, la matière circule sous différentes formes en suivant un schéma organisationnel qui a varié au cours des siècles. Les études menées tendent à montrer qu'au sein de cet actif réseau de production et de distribution, faisant intervenir de multiples opérateurs, les natures de métal en circulation sont très diverses et que la qualité de la matière, ainsi que son identification, occupent une place primordiale (G. Pagès, 2008, 2014).

Afin de mesurer la variabilité des natures de métal produites et distribuées, et d'évaluer l'importance de la place accordée à la qualité du métal au sein de ces réseaux, il convient, dans un premier temps, de revenir sur l'organisation des productions du fer et des réseaux de distribution du Haut-Empire à l'Antiquité tardive, et d'y replacer le demi-produit. L'ensemble des lieux qui seront cités dans la suite du texte sont référencés sur la carte en Figure 13.



Figure 13 : Zones de production majeures (Montagne Noire, Massif du Canigou et Hautes-Corbières) et sites de réduction du fer pour la période Antique (orange) : 1-Domaine des Forges (Les Martyrs) 2-Laprade-Basse 3-Co d'Esperou 4-Camp Naout 5-Baillestavy - Sites ayant livré des demi-produits antiques (rouge) 1-Llobregat (Les Sorres) 2-Almassara (Ben Aféli) 3-Antibes (Cap Gros) 4-Hyères (Bagaud 2) 5- Hyères (Cap des Médès) 6-Saint-Raphaël (Dramont C) 7-Bonifacio 8- Arbalax (Bellavista) 9-Sassari (Capo Testa) 10- Saintes-Maries-de-la-Mer 11-Arles (Trinquetaille) 12-Fos-sur-Mer (Saint-Gervais I) 13-Palavas-les-flots 14-Frontignan (Aresquier 5) 15-Gruissan (Mateille A) 16-Port Vendres (Port Vendres III) 17- Giglio porto 18-Tarquiniia (Gravisca) 19-Syracuse (Preminino) 20-Lunel-viel 21-Roc de Pampelune 22-Auribelle-Basse d'après Pages,2014

A. La Gaule du Sud et le bassin nord méditerranéen

1. Une zone majeure de production du fer

a) Durant le Haut-Empire

Durant le Haut-Empire, la production des métaux connaît un essor considérable. C'est notamment le cas en Gaule du Sud, autour du bassin nord méditerranéen, où les activités de réduction directe du minerai de fer, peu développées jusqu'alors, s'implantent dès la fin du II^{ème} siècle avant notre ère, probablement sous l'impulsion romaine, et s'amplifient considérablement au cours des siècles suivants (G. Pagès, 2014, p.51).

Les espaces producteurs sont tous regroupés, majoritairement autour des départements actuels de l'Aude (11)⁴⁰ et des Pyrénées-Orientales (66), entre la Montagne Noire, le massif des Hautes-Corbières et le Canigou (66) (Figure 13). Les espaces de production sont d'abord organisés sous forme dispersée, entre le II^{ème} siècle et le I^{er} siècle avant notre ère, et sont composés de simples ateliers de réduction souvent réunis autour d'un même espace topographique riche en minerai de fer. Ces ateliers se composent d'un bas-fourneau, d'un ferrier et éventuellement d'un foyer de forge d'épuration. Les zones de production se présentent ensuite sous une forme concentrée, regroupant des centres sidérurgiques dont la particularité est l'emploi de bas fourneaux en batterie visant à augmenter la capacité de production (G. Pagès, 2008, p.247). Le domaine des Forges (Les Martyrs, 11) est l'exemple le plus emblématique et le plus connu (C. Domergue, 1993) de cette production intensive parmi les autres exploitations en activité comme celles de Laprade-Basse (11), Camp Naout (11), Co d'Espérou (11), Carreleit (11), ou Baillestavy (66).

b) Du Bas-Empire à l'Antiquité tardive

Durant cette période, la production du fer reste intense même si la région connaît une réorganisation en termes de répartition spatiale de ses moyens de production. Ces derniers ne sont plus concentrés, ni d'un point de vue organisationnel, ni d'un point de vue géographique. Ils ne sont plus uniquement situés autour du Canigou, de la Montagne Noire et des Hautes-Corbières. Au contraire, les initiatives métallurgiques sont dispersées et se multiplient dès le début du III^{ème} siècle de notre ère dans toute la Narbonnaise, des Pyrénées aux Alpes (G. Pagès,

⁴⁰ Dans cette partie, les chiffres entre parenthèses font référence au numéro des départements.

2008, p.252). Toutefois, on ne sait si ces zones de production ont fonctionné de manière concomitante.

2. La production de demi-produits

Durant l'Antiquité, les lieux où le minerai est réduit et ceux où le métal est forgé en demi-produits semblent avoir tendance à être dissociés (G. Pagès, 2008, p.236). Ce constat s'appuie sur l'observation d'une sectorisation des tâches faisant appel à des compétences particulières et des installations spécifiques pour chacune des étapes de la chaîne opératoire (G. Pagès, 2008, p.248). Si cette sectorisation des tâches s'accompagne d'une dissociation géographique, ceci signifie que dès les premiers stades de cette chaîne, la matière peut donc être amenée à circuler à plus ou moins grande distance, des centres de production vers les centres de fabrication de demi-produits. Toutefois, pour la période considérée, aucune masse brute en contexte de circulation n'a jusqu'alors été découverte.

a) Durant le Haut-Empire

Durant cette période, les masses brutes, probablement issues de plusieurs centres de réduction⁴¹, sont épurées, compactées, mises en forme et transformées en demi-produits, de façon sérielle, au sein de manufactures ou de fabriques spécialisées. Les emplacements de ces manufactures ne sont pas connus. Elles se situent probablement entre les centres d'exploitation du minerai et les aires de distribution de demi-produits ou les ateliers intermédiaires (G. Pagès, 2014, p.59). Dans ces ateliers, les demi-produits sont remodelés pour être plus adaptés aux besoins métallurgiques des forges de campagne narbonnaises (G. Pagès, 2008, p.250), comme c'est le cas à l'Auribelle-Basse (34).

b) Du Bas-Empire à l'Antiquité tardive

Durant ces périodes et notamment à partir du V^{ème} siècle, en conséquence de la dispersion des espaces de réduction et de la diminution de leur capacité de production unitaire, les échanges sont majoritairement régionaux. La sectorisation des tâches est toujours existante, mais cette nouvelle organisation des moyens de production entraîne une diminution des distances entre les lieux de réduction et ceux de forge. Deux cas de figure semblent se distinguer

⁴¹ Les études de provenance renforcent ce point puisque l'analyse d'une barre des Saintes-Maries-de-la-Mer (13) (voir *infra* A.3) montre qu'elle est composée de l'assemblage de quatre fragments de masses brutes d'origine différente (Pagès, 2008, p. 237).

alors : si l'atelier est proche du site de réduction, le forgeron peut directement s'approvisionner en masses brutes au sortir du fourneau. S'il est plus éloigné, le forgeron s'approvisionne en demi-produits issus des forges de fabrication de demi-produits et distribués à l'échelle régionale (G. Pagès, 2008, p.255).

3. Une zone dynamique de commerce et d'utilisation des demi-produits

Durant le Haut-Empire, comme pendant le Bas-Empire puis l'Antiquité tardive, une fois les demi-produits mis en forme, ils sont exportés et mis en circulation pour rejoindre les forges et les ateliers où ils seront transformés en objets finis, ou remodelés en d'autres demi-produits plus adaptés à certaines destinations fonctionnelles plus ou moins spécifiques. C'est la raison pour laquelle la découverte de demi-produits peut être associée à différents contextes : à la sortie des manufactures de demi-produits (en contexte de fabrication), le long des voies de diffusion terrestres et maritimes (en contexte de circulation) ou encore dans les ateliers de forge (en contexte d'utilisation). Toutefois, les demi-produits étant par nature destinés à être transformés, leur découverte est rare et revêt toujours un caractère exceptionnel.

a) Les demi-produits en contexte d'utilisation

Dans les ateliers de forge, les demi-produits sont plus difficilement reconnaissables car ils sont souvent débités et peuvent être ainsi confondus avec des fragments métalliques plus grossiers. D'autres ont été remodelés sous diverses formes plus variées et sont par là même plus difficilement identifiables (G. Pagès, 2008, p.250). De plus, le contexte artisanal de la forge n'est pas toujours bien connu. La distinction entre ateliers de fabrication de demi-produits et ateliers de fabrication d'objets finis est parfois complexe. Elle ne peut pas, en tout cas, être établie à partir des déchets que ces ateliers génèrent car ils sont similaires.

Quelques rares exemples de demi-produits ont pu être retrouvés en contexte d'utilisation dans les forges de campagnes de Narbonnaise, comme à Lunel-Viel (34).

S'il est moins aisé d'identifier les demi-produits en contexte d'utilisation ou de fabrication, ils sont plus facilement identifiables quand ils sont encore entiers, en contexte de circulation par voie terrestre, maritime ou fluviale.

b) Les demi-produits en contexte de circulation

Les réseaux de distribution par voie terrestre des matériaux ferreux sont peu connus. Les demi-produits empruntent très probablement les mêmes voies de diffusion que les autres marchandises, et parmi ces voies, la voie domitienne. Cet axe majeur, traversant stratégiquement la Narbonnaise, est l'axe le plus important de Gaule permettant de relier l'Italie à l'Espagne.

Les voies terrestres ne sont pas les seules à assurer la diffusion des marchandises. Complémentaires, les voies maritimes et fluviales assurent en Gaule un rôle majeur dans la distribution des marchandises et notamment celle des produits ferreux (D. Djaoui, 2017 a, p.63). Les nombreuses découvertes subaquatiques faites dans le bassin méditerranéen témoignent de ce ballet incessant des navires chargés de marchandises destinées à alimenter la Gaule, l'Italie, l'Espagne et l'ensemble des régions situées au pourtour du bassin méditerranéen. Elles permettent d'en apprendre davantage sur ces axes de diffusion (P. Fiori, 1973; Y. Solier, 1981; L. Monguilan, 1987; J.-P. Joncheray, 1994; M. Feugère et V. Serneels, 1998; A. Tchernia, 1999; L. Long, D. Djaoui, et C. Rico, 2005; G. Pagès, 2014). La majorité des découvertes est attribuée au Haut-Empire. Les découvertes les plus anciennes, remontant à la fin du II^{ème} siècle avant notre ère, indiquent un sens de circulation des produits ferreux majoritairement d'ouest en est, entre l'Espagne et l'Italie (G. Pagès, 2014, p.255). Pour les périodes légèrement plus tardives, entre le I^{er} siècle avant notre ère et le I^{er} siècle de notre ère, les épaves découvertes, chargées de fer, marquent le trajet depuis Narbonne vers d'autres destinations du bassin méditerranéen et principalement vers le delta du Rhône. Les centaines de barres de fer retrouvées au large des Saintes-Maries-de-la-Mer (13) par Luc Long (DRASSM) dès le début des années 1990, et qui feront l'objet d'analyses ultérieures dans cette étude, livrent de riches informations sur le commerce du fer en méditerranée nord-occidentale par voie maritime, notamment entre Narbonne et le delta du Rhône, espaces décrits ci-après (L. Long, D. Djaoui, et C. Rico, 2005; L. Long et G. Duperron, 2014, 2016).

i) Narbonne et ses avant-ports

Narbonne est le port principal d'exportation des demi-produits. Stratégiquement situé près d'une ouverture à la mer et au croisement des échanges sur la voie domitienne et la voie aquitaine, il se place à l'interface entre voie maritime et voie terrestre. Strabon, historien et géographe grec, le considère comme le premier *emporion*⁴² de la Gaule (Strabon, *Géogr.*

⁴² Emporion est le terme grec désignant un port de commerce, le plus souvent rattaché à une cité.

,IV,1,6). Narbonne se compose d'un port fluvial situé au cœur de la cité. Sur l'actuel quai d'Alsace, un entrepôt a été découvert confirmant ainsi la présence d'un port urbain antique sur la rive gauche du fleuve (C. Sanchez et M.-P. Jézégou, 2014). Pour compléter l'axe de liaison avec la mer, le complexe portuaire de Narbonne se compose également de trois avant-ports répartis autour de la lagune : Gruissan (île Saint-Martin), Port-la-Nautique et Castelou-Mandirac lesquels ont livré des demi-produits (Mateille A –Gruissan).

ii) *Le delta du Rhône, Arles et ses avant-ports*

Depuis Narbonne, une partie des navires chargés de demi-produits se dirige vers le delta du Rhône. Ce delta qui s'étend de l'actuel Grau-du-Roi (30) à l'Ouest, à Fos-sur-Mer (13) à l'est, tient une place privilégiée dans ce schéma commercial de diffusion et de circulation des marchandises autour du bassin méditerranéen. En effet, le Rhône et ses affluents constituent un axe nord-sud majeur pour la pénétration des demi-produits, depuis la Méditerranée vers l'intérieur de la Gaule, le Nord et les Germanies. En rejoignant le Rhin puis la Moselle, les marchandises pouvaient atteindre la Seine, et enfin l'actuelle Grande-Bretagne (D. Djaoui, 2017 a, p.63). Les marchandises pouvaient également suivre un flux de circulation inverse, des pays du Nord et des régions de la Gaule du Nord vers les régions du bassin méditerranéen.

A la tête du delta, la cité fluviale d'Arles (Bouches-du-Rhône) occupe, comme Narbonne, une place privilégiée à l'interface des navigations maritimes et fluviales. Dans ses écrits datant de la seconde moitié du I^{er} siècle avant notre ère, Strabon la considère comme le deuxième *emporion* de Gaule après Narbonne. Sur la rive droite du Rhône, dans le quartier de Trinquetaille, des entrepôts antiques ont été découverts (L. Long et G. Duperron, 2016, p.208). De plus, la présence de millions d'amphores dans le lit du fleuve ainsi que d'une dizaine d'épaves atteste de l'existence d'un dépotoir urbain, et fait d'Arles une zone de rupture de charge⁴³, un carrefour de grande ampleur pour les échanges de marchandises (D. Djaoui, 2017 a, p.68). Conséquence du trafic important sur l'axe rhodanien, Arles et le delta du Rhône vont connaître des aménagements conséquents afin de fluidifier la circulation (L. Long et G. Duperron, 2016, p.200). Pour remonter vers Arles depuis la Méditerranée, il existait trois bras du Rhône⁴⁴ aujourd'hui comblés (D. Djaoui, 2017 b, p.124). Le bras central est le bras du Rhône Saint-Ferréol (*Ostium Metapinum*), le bras du Rhône oriental est le bras d'Ulmet (*Gradus Massaliticum*) probablement relié au canal de Marius. Enfin, à l'Ouest, se trouve le bras

⁴³ Une rupture de charge correspond à une étape durant laquelle les marchandises sont transbordées d'un moyen de circulation à un autre plus adapté aux contraintes liées au transport.

⁴⁴ Une hypothèse a été envisagée proposant que chacun des bras du Rhône était dédié à la circulation d'un type de marchandise (D. Djaoui, 2017 a, p.67).

d'Albaron-Daladel (*Ostium Hispaniense*). A cause de leur gabarit et de leur chargement, tous les navires⁴⁵ ne peuvent rejoindre Arles. Pour certains, il faut procéder à des ruptures de charge avant de pouvoir emprunter ces bras. Comme pour Narbonne, afin de surmonter les contraintes naturelles, des avant-ports sont créés et reliés au port fluvial urbain, et forment un véritable complexe portuaire. Parmi ceux-ci se trouvent les Saintes-Maries-de-la-Mer et Fos-sur-Mer. Nous allons dès à présent uniquement nous intéresser aux Saintes-Maries-de-la-Mer car elles ont livré un corpus remarquable permettant d'attester de l'importance du delta du Rhône au sein des échanges et de mieux cerner les modes de circulation des demi-produits ferreux.

(a) Les Saintes-Maries-de-la-Mer

- *Une zone portuaire au large de la Camargue*

Parmi l'ensemble des découvertes du delta du Rhône, une des découvertes majeures se situe au large de la Camargue, à l'embouchure de l'ancien bras du Rhône Saint-Ferréol, face aux Saintes-Maries-de-la-Mer dans les Bouches-du-Rhône (13), localisées en Figure 13.

Cette zone a révélé lors des fouilles, par 9 à 10 m de fond, des jas d'ancre antiques ainsi que la présence d'éléments de bâtis dispersés (blocs en calcaire) pouvant symboliser la présence d'installations portuaires légères, et de hangars pour le stockage des marchandises au cœur d'une vaste zone de mouillage et de circulation (L. Long et G. Duperron, 2014, p.907). A ces installations est associé un riche dépotoir portuaire (nommé gisement SM0) composé de céramiques et d'amphores renforçant l'idée d'une activité portuaire à cette embouchure du Rhône et témoignant d'une zone de rupture de charge. La diversité des provenances des amphores traduit l'intensité des échanges commerciaux de la fin du VI^{ème} siècle avant notre ère jusqu'au milieu du VI^{ème} siècle de notre ère (L. Long et G. Duperron, 2016, p.204). En effet, ces dernières contenaient de l'huile, du vin, des salaisons de poisson ou des sauces, provenant de Gaule, de Tarraconaise, de Bétique, de Lusitanie et d'Afrique.

Les fouilles réalisées permettent de considérer cette zone comme étant un des avant-ports d'Arles, une zone de mouillage pour les navires et une zone de rupture de charge avant la remontée des bateaux vers le Rhône ou leur descente vers la mer. Ce site portuaire est d'une importance majeure pendant toute la période antique (L. Long et G. Duperron, 2016, p.212).

⁴⁵ Des informations plus détaillées peuvent être trouvées dans les articles suivants (D. Djaoui, 2017 a, p.69; S. Marlier, 2018)

- *Des épaves et des barres de fer*

Ce qui fait de cet espace un site remarquable, en plus du riche dépotoir et des infrastructures, c'est la concentration exceptionnelle d'épaves localisées à l'embouchure du Rhône Saint-Ferréol, face aux Saintes-Maries-de-la-Mer, et découvertes par Luc Long à partir des années 1980. En effet, trente-neuf épaves romaines ont été localisées au large de la Camargue, entre l'Espiguette à l'Ouest et les Saintes-Maries-de-la-Mer à l'Est. Il s'agit d'une des plus importantes concentrations d'épaves antiques du monde romain (L. Long et G. Duperron, 2016, p.212). Parmi ces épaves, dix d'entre elles sont situées très au large et attestent d'un commerce entre la Gaule et l'Espagne (non visibles en Figure 14). Les autres épaves (Figure 14) se sont échouées plus près du rivage, à 200 m dans 2 m d'eau, sur des bancs de sables qui ceinturaient l'embouchure et qui étaient de véritables pièges à bateaux (L. Long et G. Duperron, 2014, p.906). Elles sont aujourd'hui localisées dans un rayon de 4 à 5 km au large des côtes, suite au recul régulier du rivage, et par 12 à 14 m de fond. Leur position indique que ces navires cherchaient probablement à remonter vers Arles par le bras du Rhône Saint-Ferréol, ou qu'ils cherchaient à transborder leur cargaison dans le site portuaire des Saintes-Maries-de-la-Mer (Long et Duperron, 2016, p. 202). D'autres navires pouvaient, au contraire, avoir descendu le Rhône et poursuivre leur route vers d'autres régions du pourtour méditerranéen. C'est le cas de l'épave SM1 dont la cargaison se compose de plomb d'origine germanique (Djaoui, 2017a, p. 66). Les navires retrouvés transportaient des matières premières de nature et d'origine diverses (Figure 14).

En plus d'être concentrées dans une zone géographique très restreinte, ces épaves se placent dans une fourchette chronologique très serrée. Elles appartiennent toutes principalement à la période comprise entre la fin du II^{ème} siècle avant notre ère et le début du II^{ème} siècle de notre ère (E. Delqué-Koli Č *et al.*, 2017).

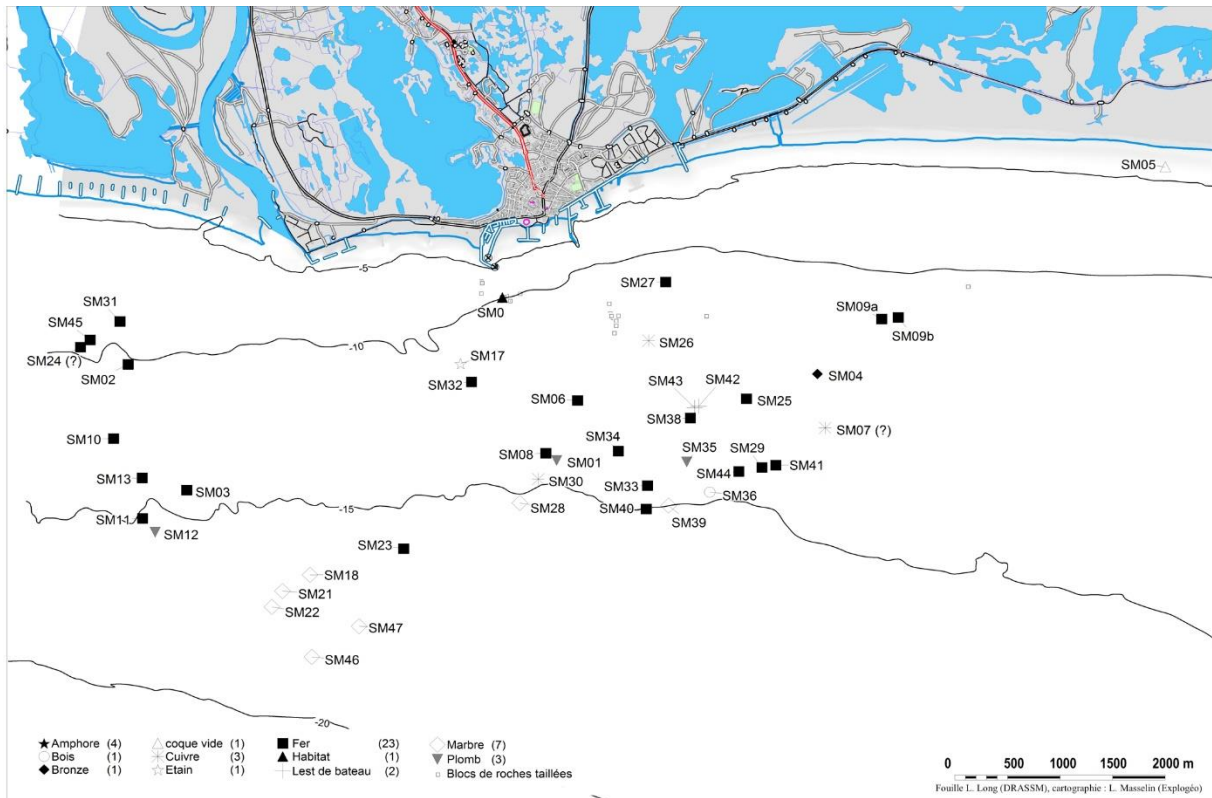


Figure 14 : Localisation des différentes épaves échouées au large de la Camargue face aux Saintes-Maries-de-la-Mer (Crédits : Luc Long et Luc Masselin)

Les vingt-trois épaves chargées de barres de fer sont particulièrement intéressantes pour cette étude. Leurs chargements sont massifs, entre 20 et plus de 100 tonnes de barres de fer par vaisseau. On estime à 500 tonnes, la quantité de fer échoué au large des Saintes-Maries-de-la-Mer (G. Pagès *et al.*, 2011). Bien que ce nombre soit probablement sous-estimé, il permet de rendre compte de l'importance du commerce et de la diffusion du fer en Gaule par cette voie maritime. Les études montrent que le métal constituant ces barres est originaire pour partie de la Montagne Noire, mais aussi très probablement des Corbières et du Canigou (M.-P. Coustures *et al.*, 2006; G. Pagès *et al.*, 2011).

Les épaves et les barres découvertes au large des Saintes-Maries-de-la-Mer forment un corpus d'étude exceptionnel. Elles livrent des informations sur le conditionnement et la circulation maritime des demi-produits ferreux au début de l'empire romain (L. Long et G. Duperron, 2014, p.906). De plus, admirablement bien conservées, ayant résisté à l'épreuve du temps et des marées contrairement aux cargaisons les plus fragiles (amphores, petits objets ...), elles sont le corpus le plus nombreux et le plus représentatif de demi-produits antiques, permettant ainsi d'établir des statistiques représentatives sur les demi-produits en circulation.

- *Des récurrences morphologiques à l'établissement d'une typologie et d'une typométallographie : correspondance entre forme de la barre et nature du métal*

Les épaves des Saintes-Maries-de-la-Mer ont laissé entrevoir des récurrences morphologiques dans la forme des barres de fer qu'elles ont livrées. Cette récurrence a conduit Luc Long à proposer une typologie (*cf.* chapitre I, Tableau 3 et *infra* Figure 15) dite des Saintes-Maries-de-la-Mer (L. Long, D. Djaoui, et C. Rico, 2005).

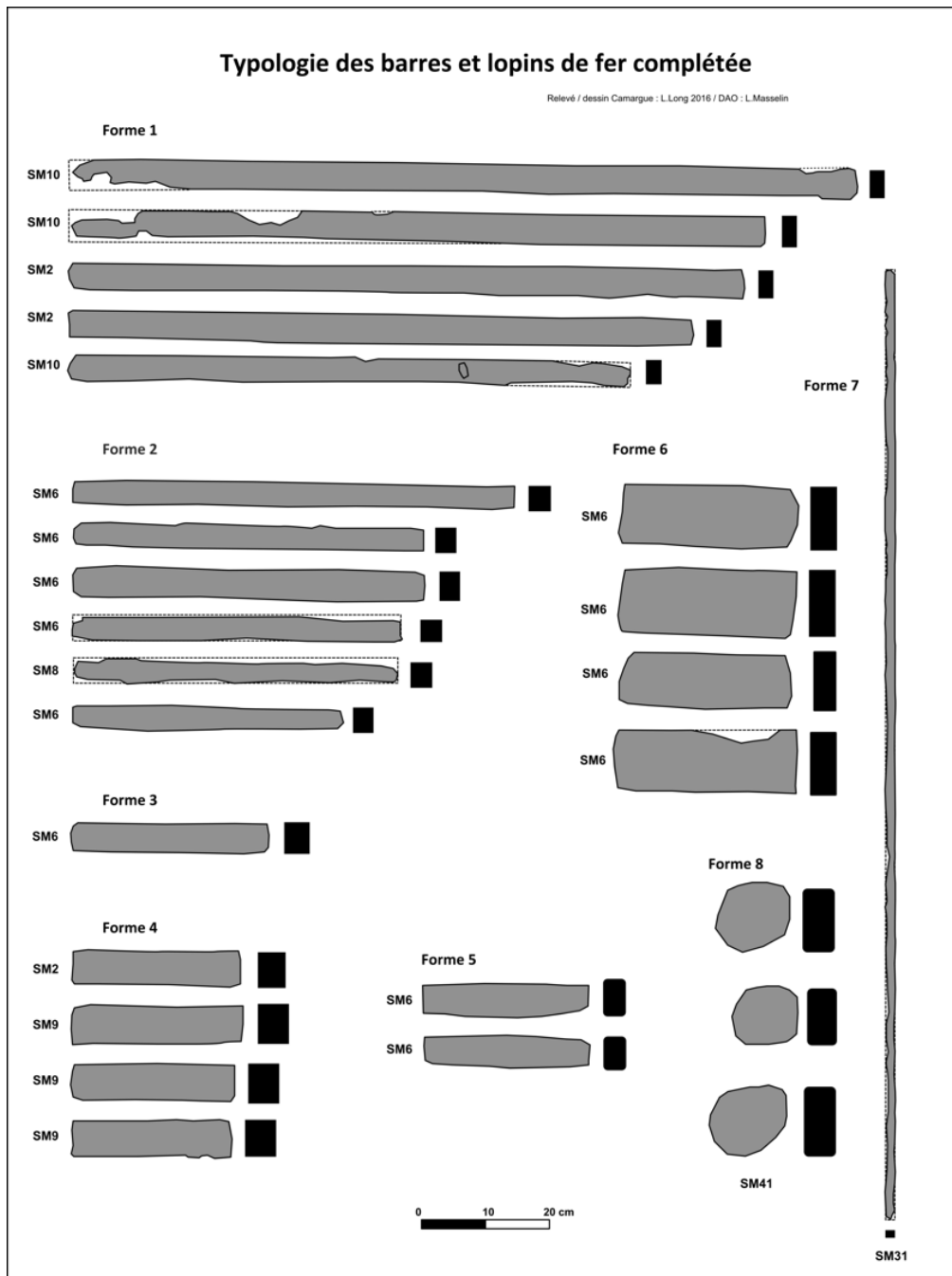


Figure 15 : Typologie des Saintes-Maries-de-la-Mer établie par Luc Long

Il s'est avéré que cette typologie pouvait s'étendre à d'autres découvertes issues du bassin méditerranéen (Figure 13). Les plus anciens demi-produits pouvant s'apparenter à la typologie des Saintes-Maries-de-la-Mer remontent à la fin du II^{ème} siècle avant notre ère et attestent d'un commerce entre l'Espagne et l'Italie. Il s'agit des barres de fer issues des épaves de Cap Gros (Antibes, 06), Bagaud 2 (Hyères, 83) et Cap des Mèdes (Hyères, 83), localisées entre Hyères (83) et Saint-Raphaël (83) sur la côte varoise, des épaves de Les Sorres et Ben-Aféli sur la côte espagnole orientale, et des épaves de Bonifacio en Corse et Arbatax et Sassari en Sardaigne (M. Feugère et V. Serneels, 1998; G. Pagès, 2014). Pour les périodes postérieures au I^{er} siècle avant notre ère, les barres de fer des épaves Mateille A (Gruissan, 11), Aresquier 5 (Frontignan, 34), Saint-Gervais (Fos-sur-Mer, 13) et celles de Palavas-les-Flots (34) peuvent également être apparentées aux types des barres des Saintes-Maries-de-la-Mer. Ces barres reflètent, elles aussi, non seulement le commerce depuis Narbonne vers le delta du Rhône mais aussi vers d'autres provinces (Tarraconaise) comme c'est le cas pour l'épave Port Vendres III (66) (G. Pagès, 2014).

En contexte terrestre, des demi-produits assimilés au type 2M ont été découverts à Lunel-Viel (34) en contexte d'utilisation (G. Pagès, 2008, p.218) ou, de façon exceptionnelle, dans des aires géographiquement éloignées du bassin méditerranéen comme à Vichy dans l'Allier (G. Pagès, 2010 a).

Il semblerait donc que le commerce méditerranéen soit régi par un système d'uniformisation morphologique où les demi-produits répondent à un système de normalisation répandu au sein des divers ateliers de fabrication.

Les études menées par Gaspard Pagès ont permis de montrer que cette normalisation reflétait, en réalité, une correspondance entre forme de la barre et qualité du métal. Chaque type de barre renferme une qualité de métal propre (*cf.* chapitre I, Tableau 5), c'est-à-dire une nature d'alliage et une propreté inclusionnaire spécifique (G. Pagès, 2008, 2014; G. Pagès *et al.*, 2011). La normalisation des formes de barres permet donc aux acquéreurs de reconnaître visuellement la nature du métal qu'ils vont se procurer (G. Pagès, 2014, p.56). Elle correspond à un langage tacite entre les intervenants du commerce du fer, qui comme noté précédemment, peuvent être nombreux et intervenir à différents stades de la chaîne opératoire.

Cette standardisation est ancrée dans les réseaux de distribution car cette corrélation entre forme et qualité s'applique également à d'autres demi-produits du bassin méditerranéen comme ceux de Bagaud 2 (Hyères, 83).

Il semblerait donc que ces normes morphologiques couplées à une standardisation liant forme et qualité, régissent le commerce d'une grande partie du bassin nord méditerranéen entre la fin de la République et le Haut-Empire (G. Pagès, 2008, p.241).

Pour le Bas-Empire et pour l'Antiquité tardive, les découvertes se font plus rares. Aucun corpus de l'ampleur de celui des Saintes-Maries-de-la-Mer n'a, à l'heure actuelle, été découvert et il est plus difficile de mettre en évidence des récurrences dans les formes ou les qualités. Aucun demi-produit affilié à la typologie des Saintes-Maries-de-la-Mer n'a, pour le moment, été mis en évidence pour ces périodes plus tardives. Toutefois, cela ne signifie pas pour autant une absence de normes dans la production et la mise en forme des demi-produits.

Un exemple pour l'Antiquité tardive, celui des demi-produits découverts sur le Roc de Pampelune, laissent penser qu'une autre forme de standardisation existe, différente de celle régissant le Haut-Empire. Ces demi-produits paraissent être conformes à un gabarit (G. Pagès, L. Schneider, et P. Fluzin, 2005)

Ainsi, par leur actif réseau de production et de distribution régi par un système de standardisation liant forme et qualité, et par la richesse du matériel qu'ils ont livré, la Gaule du Sud et le bassin Méditerranéen sont un cadre d'étude pertinent pour mesurer la variabilité des natures de métal, et l'appréhension de la qualité par les sociétés anciennes entre la fin de la République et la fin de l'Antiquité tardive.

Plus récemment, de nouveaux sites autour du bassin méditerranéen ont livré du matériel antique permettant d'enrichir les connaissances acquises via les précédentes études. Ces sites vont à présent être décrits.

B. Les sites

Les sites décrits ci-après concernent aussi bien le Haut-Empire, que le Bas-Empire et l'Antiquité tardive. Ils livrent des demi-produits, ou des masses en cours de compactage, issus de différents contextes, et qui sont précieux pour étudier la diversité des qualités en contexte de fabrication, d'utilisation ou de circulation des demi-produits. Parmi ces sites, les contextes de circulation sont majoritaires. Les différents sites seront présentés en fonction de leur contexte et de leur situation géographique. Leur localisation géographique est indiquée en Figure 16.



Figure 16 : Localisation des sites antiques (en rouge) ayant livré du matériel retenu pour étude

1. Des contextes de production

i) Prades, rue de la Basse :

Prades est située dans les Pyrénées-Orientales (66). Les fouilles préventives réalisées en 2014 sous la direction de Jérôme Kotarba, dans le cadre de l'agrandissement de la maison de retraite de Prades, ont permis la découverte d'un site d'occupation romaine. Le lieu d'intérêt est situé en plein cœur de la ville, rue de la Basse (J. Kotarba et T. Wibaut, 2014, p.41). Sur le site, de nombreuses scories de réduction ont été découvertes. La présence de ces déchets Rue de la Basse atteste de la proximité d'un site de réduction mais aussi potentiellement d'un atelier de fabrication de barre. En effet, le site a également livré deux masses en cours de compactage et une barre en cours de compactage pouvant être attribuées au dernier quart du I^{er} siècle de notre ère ou au courant du II^{ème} siècle (J. Kotarba, communication personnelle).

Ainsi, par sa localisation dans l'arrière-pays narbonnais, au cœur des sites de réduction du fer, et par la découverte de ces masses et de cette barre en cours de compactage, découverte particulièrement rare, Prades (rue de la Basse) mérite d'être retenue dans le cadre de cette étude.

- *Saint-André, Baillestavy*

Le site de Saint-André de Baillestavy est situé dans les Pyrénées-Orientales (66), sur la rive gauche de la vallée de la Lentillà. Il a fait l'objet d'une série de fouilles menées par G. Mut de 1986 à 1994. Le site connaît plusieurs phases d'occupation, de l'Antiquité au Moyen Âge, du moins de la fin du II^{ème} siècle avant notre ère au XIII^{ème} siècle de notre ère. On ne sait si les phases d'occupation ont été contiguës. Pour ce qui concerne la période Antique, l'activité concerne la réduction du minerai de fer. Deux fours de réduction ont été découverts ainsi qu'un ferrier de 15000 m³. Les sondages réalisés tout autour de l'église construite sur le ferrier antique, ont révélé des parois de four, des fragments de tuyères et des scories de réduction (J. Kotarba, G. Castellvi, et F. Mazière, 2007).

A l'interface entre les niveaux tardo-antiques et médiévaux, une barre pouvant s'apparenter à un type 1M y a été découverte. Elle pourrait être un exemple de la production du site.

2. Des contextes de commerce et de circulation ...

a) ... Proches des complexes portuaires, au cœur des échanges maritimes et fluviaux

- *Les Saintes-Maries-de-la-Mer et leurs épaves chargées de fer*

Les Saintes-Maries-de-la-Mer ont été décrites dans la partie précédente (voir *supra* §I.A.3.b.ii.a). Pour rappel, ce lieu, considéré comme l'un des avant-ports principaux d'Arles, se place au cœur des échanges commerciaux comme l'attestent les nombreuses découvertes subaquatiques d'amphores aux provenances diverses. Il doit son caractère exceptionnel, à la présence d'une trentaine d'épaves échouées face à l'embouchure du Rhône Saint-Ferréol. Parmi elles, vingt-trois sont chargées de barres de fer. Elles offrent le corpus le plus complet livrant des informations sur le conditionnement et la circulation maritime des demi-produits ferreux au début de l'empire romain (L. Long et G. Duperron, 2014, p.906). De plus, ces barres de fer présentent la particularité d'être standardisées (*cf. supra*).

Parmi ces épaves chargées de fer, huit ont été retenues, car le matériel qu'elles ont livré, composé de formes déjà connues ou totalement inédites, permet d'enrichir les connaissances

actuelles sur cette correspondance entre forme et qualité. Il s'agit des épaves SM29, SM31, SM32, SM33, SM34, SM41, SM42 et SM43⁴⁶ (Figure 17).

L'épave SM29, contient des barres quadrangulaires de type 2M, 2L et 3M anépigraphes. Une coupe à boire prise dans la masse en sigillée italique de type Goudineau 32 produite entre 0/15 et 30 de notre ère est le seul élément apportant un indice de datation pour cette épave.

L'épave SM31 repose à 9 m de fond, très légèrement à l'Ouest du petit Rhône. Les fragments de panses d'amphores se rapprochant des Pascual 1 ou des Dressel 2/4 de Tarraconaise, permettent d'estimer la date du naufrage au I^{er} siècle de notre ère (Luc Long, communication personnelle). Ce navire contient, en fond de cale, et conditionnées en fagots, des barres très allongées et très fines anépigraphes, représentant le type 7L de la typologie des Saintes-Maries-de-la-Mer (Figure 15). Cette épave est la seule, à l'heure actuelle, à avoir livré ce type de barre. Les barres de type 7L n'ont jusqu'alors jamais été étudiées.

L'épave SM32, reposant à 15 m de fond, contient un ensemble de barres anépigraphes de type 2M et 5L ou M incomplètes. La période du naufrage n'a pas pu être datée précisément mais ce dernier est estimé, comme pour les autres navires, entre le I^{er} siècle avant notre ère et le I^{er} siècle de notre ère. En effet, les fragments de panse retrouvés autour du site⁴⁷ correspondent à des productions de Dressel 1, D2/4, D20 et de Beltran 2A.

L'épave SM33 est localisée à 14,7 m de fond, et à 3 km du bord face à la plage Est et au Trabas de Jusiou. Elle se compose de cinq grandes concrétions juxtaposées. Le débitage de quatre d'entre elles a permis de révéler des barres de forme 2M marquée des lettres GALLICVM, indiquant une provenance gauloise.

L'épave SM34, localisée à 2,7 km du bord et à 15 m de fond, se compose de concrétions rassemblées sur 10 m de long. Elles renferment des barres plates de type 1M et des barres de type 4C. Aucune d'entre elles ne portent de marque.

L'épave SM41, échouée aux alentours du I^{er} siècle de notre ère, est localisée près des épaves SM9 et SM29 (Figure 17). La présence d'un sigillée sud gaulois dans cette épave permet d'avancer qu'elle est datée du I^{er} siècle. Dans cette épave, se trouvait un tonneau rempli de lopins, définissant la forme 8 de la classification établie par Luc Long, c'est à dire des petits

⁴⁶ Les différentes informations relatives à ces épaves sont issues d'un échange mené avec Luc Long.

⁴⁷ Il faut toutefois noter que, d'après Luc Long, les fragments d'amphores n'appartenaient pas forcément à cette épave.

blocs circulaires dont certains sont estampillés (Figure 15). Cette épave est la seule connue pour avoir livré ce type de matériel. Aucun lopin de ce type n'a encore été étudié jusqu'alors.

Enfin, pour les épaves SM42 et SM43, un filet de pêche avec des pesons et avec un col de Dressel 20, possiblement employé comme peson, permet de fixer un terminus *ante quem* au I^{er} siècle et au plus tard au II^{ème} siècle de notre ère (Luc Long, communication personnelle). Au niveau de chacune de ces épaves, se trouvent alignés sur le sol marin, des blocs amoncellés pris dans la concrétion. Leur arrangement quasi régulier a d'abord conduit les plongeurs responsables des découvertes (opérations dirigées par Luc Long, DRASSM) à penser qu'il s'agissait de blocs de pierre constituant des aménagements de quai ou d'autres types de bâtiments. Mais, ces blocs se sont révélés être en réalité des masses de fer. Les épaves SM42 et SM43 étaient donc chargées de blocs de fer brut. Cette révélation est exceptionnelle car la découverte de masses brutes pour la période antique est extrêmement rare et dans ce contexte, totalement inédite. Elles sont la preuve que la matière circulait dès les premiers stades de la chaîne opératoire, au même titre que les demi-produits mis en forme.

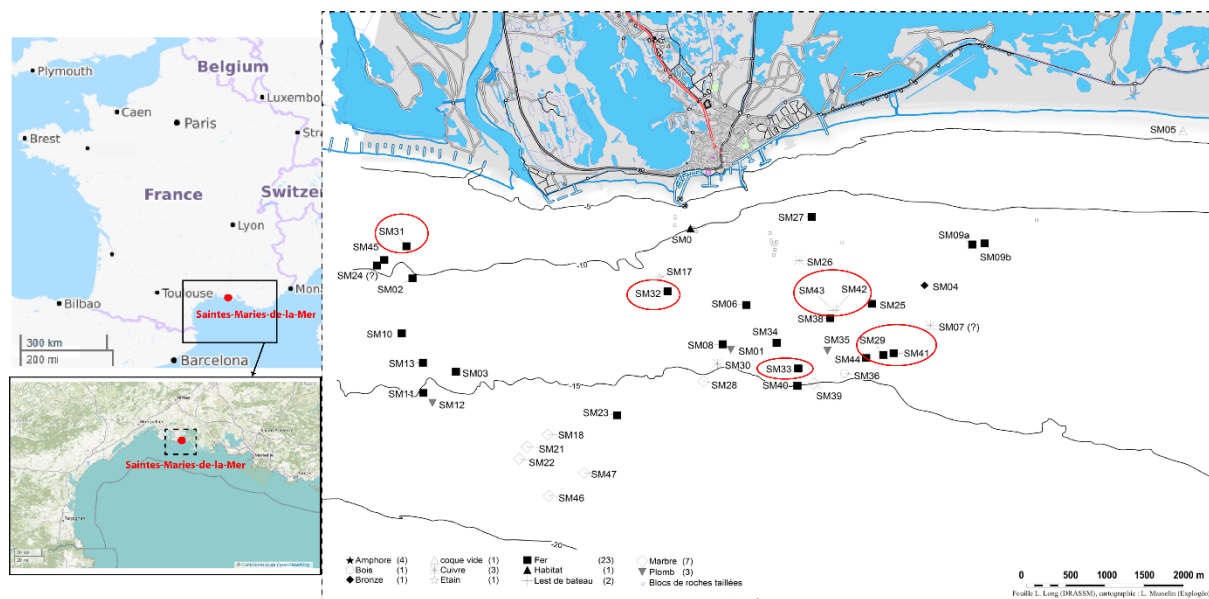


Figure 17 : Localisation des Saintes-Maries-de-la-Mer (13) et des épaves des Saintes-Maries-de-la-Mer au large de la Camargue (d'après L.Long et L.Masselin), les épaves ayant livré du matériel retenu pour étude sont encerclées en rouge

- Fos-sur-Mer et l'épave de Saint-Gervais I

Fos-sur-Mer, dont le rattachement territorial la plaçait au sein de l'administration arlésienne et aujourd'hui localisée dans le département actuel des Bouches-du-Rhône (13), est considérée, pour la période antique, comme un avant-port maritime d'Arles (D. Djaoui, 2017

a, p.66). Effectivement, dans le golfe de Saint-Gervais, la découverte de deux ensembles quadrangulaires (hangars), la présence d'amphores en dépotoir et de sept épaves couvrant huit siècles d'histoire, renforce l'idée qu'il existait, à Fos-sur-Mer, un port qui pourrait être assimilé à la *Fossae Marinae* des textes. Si l'activité commerciale y est importante dès le milieu du I^{er} siècle avant notre ère, comme l'attestent les diverses provenances des amphores recensées, elle l'est nettement moins à partir du III^{ème} siècle (L. Long et G. Duperron, 2016, p.208). Bien que l'activité y soit de plus courte durée, cet avant-port est complémentaire de celui des Saintes-Maries-de-la-Mer. Il est une zone de mouillage pour les navires, leur permettant de rejoindre un des bras alternatifs au Rhône Saint-Ferréol, celui d'Ulmet. Il pouvait aussi représenter une étape vers Marseille et l'Italie. L'avant-port de Fos-sur-Mer était donc bien ancré au cœur des échanges commerciaux.

Face à la ville de Fos-sur-Mer se trouve l'épave de Saint-Gervais I. Ce navire s'est échoué aux alentours de 140 de notre ère (L. Monguilan, 1987). Son chargement de plus d'une tonne, se compose principalement de barres de fer et de lingots de plomb. L'intérêt de ces barres de fer, est qu'elles se placent dans un contexte similaire à celui des barres de fer des Saintes-Maries-de-la-Mer et que, de plus, leur forme est assimilée à celle du type 2M. Elles semblent alors témoigner de la diffusion de ce type de barre par d'autres voies du Rhône.

- *L'établissement antique de Saint-Martin (Gruissan)*

L'établissement littoral antique de Saint-Martin est situé au lieu-dit Saint-Martin-Le-Bas, sur la commune de Gruissan, dans le département de l'Aude (11), à une dizaine de kilomètres au sud-est de Narbonne (Figure 16). Sa fouille programmée s'inscrit dans le cadre du Programme Collectif de Recherche « Les ports antiques de Narbonne » coordonné par Corinne Sanchez, Marie-Pierre Jézégou et Guillaume Duperron. Les fouilles y sont conduites depuis 2011. L'étude des établissements littoraux narbonnais, et parmi eux celui de Gruissan, a été motivée par la volonté de comprendre comment s'organisait le vaste complexe portuaire autour de Narbonne, zone de redistribution des demi-produits (*cf. supra* I.A.3.b.i). La position stratégique de cet établissement, à l'entrée de la lagune, et l'ampleur de sa structure, témoignent de son importance au sein du système portuaire et amène à considérer la zone de l'île Saint-Martin comme étant un des avant-ports d'Arles (G. Duperron, 2015).

L'établissement se compose de plusieurs petites pièces, à vocation potentiellement administrative liée aux transactions commerciales, et d'une grande salle de stockage pour les marchandises échangées, l'ensemble étant organisé autour d'une cour centrale. Le bâtiment, sous cette fonction, est occupé de la fin du II^{ème} siècle avant notre ère jusqu'au milieu du V^{ème} siècle (G. Duperron, 2015). Un second bâtiment plus imposant servait aux actions commerciales. La présence d'une forge est attestée par la découverte de nombreuses scories ferreuses aux alentours. Elle est la seule activité artisanale exercée sur place.

Dans un remblai de nivellement constitué à la fin du chantier de construction sous le règne de Tibère (15/25 de notre ère) a été découverte une barre de fer (US⁴⁸ 1604) dont la typologie pourrait, à première vue, l'apparenter au type 2M des Saintes-Maries-de-la-Mer.

Stratégiquement positionné au sein du système portuaire de Narbonne, cet établissement se place ainsi au cœur des échanges commerciaux, aux portes des voies de diffusion maritimes, rendant cohérente l'analyse de son mobilier pour la présente étude. Mobilier qui, de plus, semble apparenté à la typologie des Saintes-Maries-de-la-Mer.

b) ... Au cœur de l'arrière-pays Narbonnais, entre les grands sites de production et les ports

i) La Palme

La Palme est un village actuel situé dans le département de l'Aude (11). En périphérie de ce village, au bord de la voie domitienne, et à dix mètres au Sud d'un établissement antique, un lot de trois demi-produits a été découvert de façon fortuite lors de l'arrachage d'une vigne. Il se compose d'une masse de fer en cours de compactage et de deux barres de type apparenté 4C à la typologie des Saintes-Maries-de-la-Mer. Cette découverte est inédite car il s'agit des seuls exemplaires de ce type retrouvé en circulation, en contexte terrestre.

Si la localisation de ces demi-produits en bordure d'un axe de circulation majeur et à proximité d'un établissement antique pouvait présager de leur datation, la forme de la barre confirme qu'ils sont antiques.

⁴⁸ US = Unité Stratigraphique

ii) *L'établissement rural Antique de Els Vidrers*

Le site de Els Vidrers est situé dans les Pyrénées-Orientales, à quelques centaines de mètres au sud-ouest de la ville de Thuir (66). Des prospections inventaires en 1994 ont permis sa découverte, puis en 2012, le site a été fouillé lors d'une fouille préventive sous la direction de Cédric Da Costa (INRAP). Cet établissement rural antique s'étale sur une superficie de 0,5 à 2 ha. Les vestiges d'occupation mis à jour couvrent des périodes très larges : Haut-Empire, Bas-Empire, Moyen Âge, et quelques traces du second Âge du Fer, de la République romaine et des époques moderne et contemporaine.

Associées à la période d'occupation du site pendant le Bas-Empire, deux courtes barres de fer parallélépipédiques, morphologiquement identiques, ont été retrouvées dans un silo (FS1051) comportant un mobilier important et diversifié principalement constitué de rejets liés à une activité domestique. L'étude du mobilier céramique, également présent dans cette fosse, indique une datation courant IV^{ème} siècle de notre ère.

En revanche, aucune scorie, battiture, ni foyer n'ont été retrouvés indiquant une mise en forme ou une future transformation sur place des produits ferreux (C. Da Costa, 2014). La découverte de ces deux barres parallélépipédiques mises en forme, attestent de la circulation des demi-produits dans cette zone géographique. La proximité avec le massif du Canigou pourrait être une hypothèse quant à leur origine. Ces demi-produits étaient très probablement stockés dans l'attente d'une remise en circulation.

Ce site apporte donc, grâce à la découverte de ces deux barres, des informations précieuses sur les demi-produits en contexte de circulation pour le Bas-Empire, période pour laquelle la découverte de demi-produits est plus rare que pour le Haut-Empire. De plus, la forte similitude morphologique entre ces deux barres interroge sur l'existence potentielle de nouvelles normes ou d'une évolution des normes anciennes. Ce point sera discuté par la suite.

- *La Tuilerie, Paziols*

Paziols est situé dans le département de l'Aude (11). Sur le lieu-dit « La Tuilerie », une barre a été découverte de façon fortuite, également lors de l'arrachage d'une vigne. Pour celle-ci, aucun contexte précis n'est donc associé, mais le cadre général de sa découverte mérite qu'une attention particulière lui soit portée. La forme de cette barre, proche de celles d'autres

demi-produits antiques découverts en Gaule, à Aoste (38) et à Chilly-Mazarin (91), laisse penser qu'elle est probablement issue d'une production antique (J. Rougier, 1987; M. Berranger, 2013). Nous y reviendrons dans le chapitre III, quand cette barre fera l'objet d'une description morphologique plus complète. D'autre part, la proximité de « La Tuilerie » avec l'importante zone de production sidérurgique qu'étaient les Hautes Corbières pourrait conforter l'hypothèse que cette barre est liée à la production et à la diffusion du fer de cet espace.

3. Des contextes d'utilisation

- La Domergue:

A la Domergue, à Sauvian, dans l'Hérault (34), se trouve une villa réoccupée qui possède une forge en activité autour du V^{ème} siècle de notre ère (O. Ginouvez, H. Pomarèdes, et M. Feugère, 1998; G. Pagès, 2010 b). La découverte de cette villa s'est effectuée dans un contexte de fouilles préventives en 1994, menées par O. Ginouvez (INRAP). Ce site a été retenu dans notre étude car il permet d'étendre la période chronologique considérée, en fournissant un demi-produit en contexte de forge pour la fin du Bas-Empire. Pour cette période, leur découverte est extrêmement rare.

4. Au-delà du bassin méditerranéen

La découverte de demi-produits étant rare, le corpus de sites a été enrichi par l'étude d'un site, celui de la villa gallo-romaine du Grésil, éloignée du bassin méditerranéen, contexte de cette étude. Géographiquement opposé⁴⁹ et chronologiquement plus ancien, mais dans un contexte de forge similaire à celui de la Domergue mentionné précédemment, la présence de ce site se justifie par l'intérêt du matériel qu'il livre.

- La villa gallo-romaine du Grésil

La villa gallo-romaine du Grésil est localisée en Haute-Normandie, dans le département de la Seine Maritime (76), sur la commune d'Orival, au lieu-dit le « Grésil » (Figure 18). Cet habitat rural en plein cœur de la forêt domaniale de la Londe/Rouvray est localisé à 14 km de Rouen. Cette villa fait l'objet de fouilles dans le cadre de fouilles programmées pluriannuelles

⁴⁹ Ce site se trouve également dans un contexte spatial et géologique proche de celui de Glinet (*cf. infra*), mais plus de quinze siècles séparent les périodes d'occupation de ces deux sites.

sous la direction de Jérôme Spiesser. Elle a été construite au cours de la période augustéenne. La fouille des derniers niveaux d'occupation a mis au jour des tessons de céramiques du III^{ème} siècle de notre ère laissant supposer que le site a été abandonné dans la première moitié de ce siècle. La particularité de cet établissement rural est qu'il est situé dans une zone contraignante à tous types d'activités agricoles, mais à proximité d'une voie de communication importante du secteur, rendant les échanges commerciaux locaux possibles et pertinents. En effet, la villa est située dans la cité antique des Véliocasses dont le chef-lieu était Rotomagus. A 400 m à l'Est du site se situe la voie qui reliait Rotomagus (Rouen) à Uggate (Caudec-lès-Elbeuf). Les sites antiques à proximité de la villa sont nombreux mais peu documentés et correspondent principalement à des habitats ruraux à vocation agricole (J. Spiesser, 2014).

Parmi tous les éléments métallurgiques retrouvés sur le site, les éléments ferreux sont les plus représentés. Ces éléments font essentiellement partie du mobilier domestique : clou de charpente, huisserie, serrurerie, ameublement, habillement ... Seules, quelques scories ont été retrouvées dans le sondage 501 du secteur 5. Leur faible présence n'exclut cependant pas l'hypothèse de la présence d'une forge à proximité. En effet, les déchets étaient très souvent évacués de la zone de travail. Le doute subsiste et il n'est guère possible de conclure pour la villa du Grésil si les scories retrouvées témoignent « d'une activité pérenne ou un reliquat dispersé d'une activité temporaire » de la métallurgie du fer (Pagès in Spiesser, 2014)

Un demi-produit y a été retrouvé. Le cadre de sa découverte permet une datation située entre la seconde moitié du II^{ème} siècle de notre ère et le début du III^{ème} siècle de notre ère. Il se présente sous la forme d'une courte barre dont la typologie laisse à penser qu'il pourrait s'agir d'un représentant du type 2M. Si tel est le cas, cela pourrait indiquer que, dans les forges de la Gaule du Nord, par-delà les limites du bassin méditerranéen, la production des demi-produits est également régie par le même système que celui connu pour les Saintes-Maries-de-la-Mer, liant forme et qualité.

Ainsi, même si la situation géographique de ce site l'éloigne de celle de notre étude, sa place dans ce corpus se justifie par la présence de cette barre, véritable opportunité pour explorer les éventuelles correspondances entre forme et qualité pour d'autres régions de la Gaule.

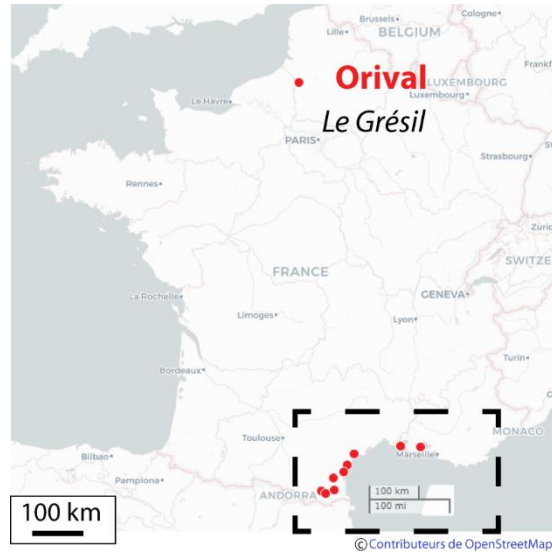


Figure 18 : Localisation de la villa du Grésil, Orival par rapport aux sites du bassin nord méditerranéen

Le Tableau 6 reprend les caractéristiques principales de ces sites.

Tableau 6 : Tableau récapitulatif des différents sites retenus pour étude

Nom du site / Lieu -dit	Commune	Département	Chronologie	Contexte
Epaves des Saintes-Maries-de-la-Mer	Saintes-Maries-de-la-Mer	Bouches-du-Rhône	I ^{er} siècle avant notre ère –II ^{ème} siècle après notre ère	Circulation
Epave de Saint-Gervais I	Fos-sur-Mer	Bouches-du-Rhône	I ^{er} siècle de notre ère	Circulation
Saint-Martin-Le-Bas	Gruissan	Aude	15-25 de notre ère	Circulation ?
Els Vidrers	Thuir	Pyrénées-Orientales	IV ^{ème} siècle de notre ère	Circulation
Prades, rue de la Basse	Prades	Pyrénées-Orientales	Dernier quart I ^{er} siècle de notre ère-courant II ^{ème} siècle de notre ère	Production
La Domergue	Sauvian	Hérault	V ^{ème} siècle de notre ère	Contexte de forge ou de circulation
La Tuilerie	Paziols	Aude	Antiquité	Circulation
La Palme	La Palme	Aude	Haut Empire	Circulation
Baillestavy	Baillestavy	Pyrénées-Orientales	Antiquité tardive	
Le Grésil	Orival	Seine-Maritime	Seconde moitié du II ^{ème} siècle de notre ère	Contexte de forge ou de circulation

II. Les Pyrénées centrales et le site de Castel-Minier : la production de demi-produits par différents appareils hydrauliques entre le XIII^{ème} siècle et le XVI^{ème} siècle

La deuxième fenêtre sur laquelle s'ouvre notre étude fait un bond en avant dans le temps pour se placer au cours du Moyen Âge, et plus précisément entre le XIII^{ème} siècle et le XVI^{ème} siècle. Elle permet d'examiner les qualités des fers produits par procédé de réduction direct, dans un premier temps, sans emploi de l'énergie hydraulique et dans un second temps avec l'apport de cette énergie. Le fort potentiel sidérurgique de la région, son passé marqué par les mutations techniques dans les systèmes de production, l'ouverture de ses produits aux échanges, ainsi que la richesse de la documentation, aussi bien écrite que matérielle, ont naturellement dirigé l'étude vers les Pyrénées Centrales et l'Ariège⁵⁰, autour du comté de Foix et de la vicomté de Couserans. Si par rapport à la première fenêtre de notre recherche, la chronologie diffère, l'aire géographique ici considérée est proche de celle du Bassin Méditerranéen, bassin qui reste actif au cours de la période médiévale (C. Verna, 2011).

A. Les Pyrénées centrales

1. Un espace au potentiel sidérurgique bien exploité

Les Pyrénées centrales correspondent à un grand bassin sidérurgique à l'échelle des Pyrénées et du Languedoc (C. Verna, 2001, p.16). Plus étroitement, le Haut-Sabarthès et la vallée de Vicdessos en constituent le cœur, abritant la mine de Sem située sur le Mont Rancié, et dépendante du comté de Foix (Figure 19). Dès la fin du XIII^{ème} siècle, les textes montrent que la communauté de cette vallée extrait le minerai de la montagne, montagne qualifiée de *montaigne toute de fer*⁵¹, et le réduit sur place (C. Verna, 2001, p.11).

Le bassin regroupe différents territoires politiquement indépendants du comté de Foix : la vicomté de Couserans et la seigneurie de Mirepoix (Figure 19). L'environnement proche de la vicomté de Couserans ne lui permet pas de profiter d'un accès aux ressources minières sidérurgiques. Son approvisionnement repose donc sur un système d'échange entre la

⁵⁰ Lorsque nous parlons de l'Ariège pour cette période, nous faisons référence à la zone correspondant aux limites actuelles de l'Ariège.

⁵¹ Arch. dép. Haute-Garonne, B 2304, fol. 127v°

communauté de Sem et celle de la vicomté de Couserans, deux communautés pourtant séparées par une frontière politique comme géographique. Dès 1348, s'établit un contrat établissant un échange minéral de fer contre charbon de bois (C. Verna, 2001). Les vallées de la vicomté de Couserans ne sont pas les seules à profiter de l'approvisionnement en minerai de la vallée de Vicdessos puisque celle-ci alimente également d'autres vallées du pays d'Olmes et parfois même celle du Minervois (P. Dillmann, F. Tereygeol, et C. Verna, 2006 b). La place importante occupée par le minerai du Mont Rancié pour les fournitures des installations sidérurgiques du Haut-Sabarthès et de la vicomté de Couserans a été confirmé par les travaux de thèse de Stéphanie Leroy (S. Leroy, 2010, p.327). Toutefois, cette dernière précise que certains sites de la région étaient approvisionnés en fer issu des productions situées en dehors de la zone correspondant aux limites actuelles de l'Ariège. Les nouvelles prospections menées dans la région depuis 2017 montrent, de plus, que d'autres mines ont pu être susceptibles d'avoir fourni les installations sidérurgiques⁵² (A. Dissier, 2019).

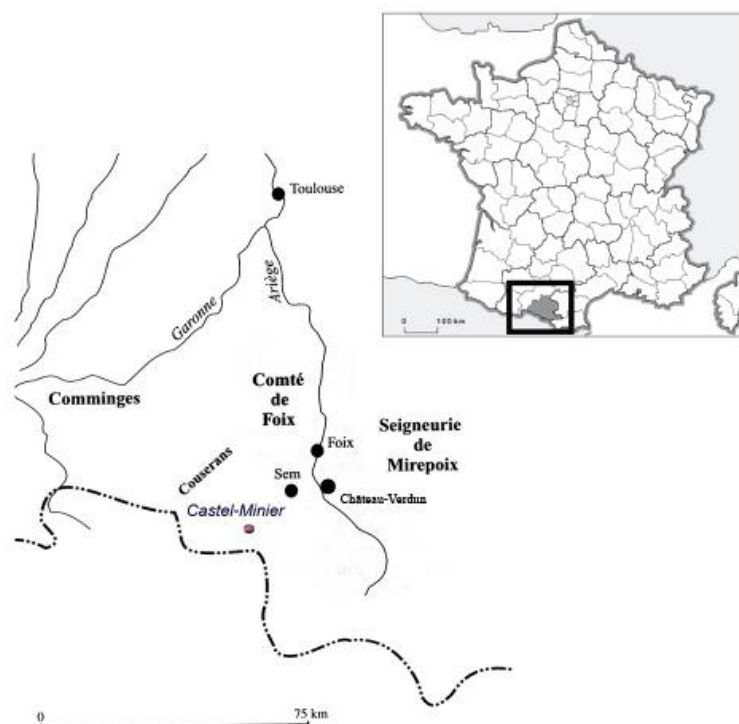


Figure 19 : Le bassin sidérurgique autour de la mine de Sem d'après Verna, 2001 et Tereygeol, 2017.

⁵² On peut citer à titre d'exemple les gisements ferrifères proches de la vallée de l'Aston, comme à Larcart ou à Château-Verdun, ou encore dans les vallées de Massat, de la Courbière et du Saurat (A. Dissier, 2019).

Parmi les nombreuses et puissantes mines du comté de Foix, les deux mines médiévales les plus importantes mentionnées dans les textes sont celles de Sem, précédemment citée, et de Château-Verdun (C. Verna, 2001, p.44). Les minerais de ces mines, et de celles de la vallée de Vicdessos, sont réputés pour être des minerais de bonne qualité (C. Verna, 2001, p.60). Ces qualités étaient reconnues dès le Moyen Âge. En effet, le comte de Foix, au milieu du XV^{ème} siècle, en vante les mérites en annonçant que, parmi toutes les mines du comté de Foix, il existe celle de « Vic De Solz dont se tire le meilleur fer du monde et est presque aussi bon que acier⁵³ » (C. Verna, 2001, p.65). Ainsi, les mines du Haut-Sabarthès réputées pour leur richesse, l'étaient aussi pour leur propension à fournir, en réduction directe, de l'acier. C'est pourquoi, le minerai de ces mines était nommé par les hommes du Moyen Âge, *mineriis de ferro calybe vel axero* ou « mine d'acier » par opposition aux « mines de fer » (C. Verna, 2001, p.65).

La richesse de ces gisements couplée à la qualité de son minerai va permettre à la vallée de Vicdessos, structurée autour de la mine de Sem, de se développer grandement (C. Verna, 2001, p.67). Autour du Haut-Sabarthès, se mettent en place des espaces majeures de réduction, de production de fer et surtout d'acier, mus par des modifications dans les systèmes de production.

2. Un espace marqué par des modifications dans les systèmes de production

Si l'espace pyrénéen présente un intérêt particulier pour l'histoire de la sidérurgie au Moyen Âge et pour l'étude de la variabilité des qualités de métal en fonction du système de production, c'est parce qu'il est un espace marqué par de nombreux changements techniques dans les infrastructures de production et ce notamment à partir de la fin du XIII^{ème} siècle, et que ces transformations peuvent être suivies au travers des textes ou des découvertes de terrain (*cf. infra*, II.B).

Une des modifications majeures consiste dans l'emploi de la force hydraulique qui constitue une rupture dans l'histoire de la sidérurgie et qui l'ouvre à l'ère de la mécanisation (C. Verna, 2001, p.69). D'abord employée pour actionner le marteau, cette énergie va par la suite alimenter les soufflets de réduction (*cf. chapitre I*). Grâce à cette irruption va se répandre un nouvel appareil dans tout un espace circonscrit : la mouline. D'après les travaux de Catherine

⁵³ Arch. dép. Haute-Garonne, B 2304, fol. 82v°.

Verna menés à partir des sources documentaires et des archives, la mouline est « une forge de réduction directe munie d'un ou de plusieurs bas fourneaux et utilisant la force hydraulique, incontestablement pour mouvoir le marteau, assurément pour actionner les soufflets à partir du XV^{ème} siècle, sans doute dès l'origine de son implantation » (C. Verna, 2001, p.88).

Déjà installée au cœur de la Montagne Noire, la mouline s'implante durablement dans le comté de Foix et ses marges dès la fin du XIII^{ème} siècle. Elle apparaît dans le Haut-Sabarthès, aux portes de la communauté de Vicdessos, à Luzenac ou Junac vers 1300 et dans la seigneurie de Château-Verdun. A partir de ces deux zones, la mouline se diffuse en s'installant près des torrents. Elle se propage de vallée en vallée, dans le comté de Foix, dans la vicomté de Couserans et dans la seigneurie de Mirepoix, bénéficiant de facteurs géologiques, économiques et politiques favorables, notamment promue par les volontés seigneuriales (C. Verna, 2001chap.III).

Plus tardivement, la mouline s'effacera peu à peu du paysage pyrénéen pour laisser sa place à la forge à la catalane⁵⁴, qui lui succèdera et qui connaîtra un essor important au XVII^{ème} siècle au cœur des Pyrénées centrales et dans le comté de Foix.

Ces adaptations locales ont joué un rôle fondamental dans l'organisation économique et sociale des vallées des Pyrénées centrales à la fin du Moyen Âge. Autour de la mine de la communauté de Vicdessos, s'organise ainsi une industrie du fer, qui d'après les dires est pourvoyeuse d'acier, et qui alimente le marché dépassant la sphère régionale.

3. Un espace actif, au cœur des échanges et du commerce des matériaux ferreux

Dans les Pyrénées centrales, entre le milieu du XIII^{ème} siècle et le XIV^{ème} siècle, l'extraction minière intense d'un minerai de grande qualité et la prolifération des moulins aux bords des rivières, entraînent une augmentation de la production et génèrent une intensification des échanges et du commerce dans le comté de Foix et la seigneurie de Mirepoix (C. Verna, 2001, p.137). Les métaux, et plus particulièrement les produits ferreux, occupent de plus en

⁵⁴ Nous ne développerons pas ici la forge à la catalane car elle se place dans un contexte chronologiquement trop éloigné de notre contexte d'étude. Toutefois, le lecteur pourra se référer aux articles et ouvrages suivant : (J. Cantelaube, 2005), (J. Cantelaube et O. Codina, 2011)

plus de place dans les échanges commerciaux sans toutefois égaler la part des produits alimentaires et textiles (C. Verna, 2001, p.140). Grâce à sa qualité, le fer des moulins des Pyrénées centrales s'ouvre au marché du royaume de France, au Toulousain et à l'ensemble du Languedoc.

Au cours du XIV^{ème} siècle, le fer issu de la production des moulins du comté de Foix est présent sur le marché toulousain, mais ne le domine pas. Il est concurrencé par les fers des régions voisines et notamment ceux du Quercy (C. Verna, 2001, p.151). Pour se distinguer des autres fers, le fer de Foix est porteur d'une marque, trois barres qui permettent d'indiquer son origine et donc probablement sa qualité.

Dès le début du XV^{ème} siècle, contrairement aux autres régions attenantes, l'industrie du comté de Foix se maintient et ne s'effondre pas avec la crise économique que la guerre de Cent ans suscite. Le « fer de Foix » exerce sur le marché toulousain un véritable monopole par sa capacité à répondre à un marché qui dépasse sa zone de production et par sa qualité propre (Verna, 2001, partie 2, chap II). Depuis Toulouse, il est utilisé sur place ou redistribué sur le marché régional vers la Gascogne, le Languedoc, le Périgord, le Rouergue, les ports de la Méditerranée (Narbonne et Montpellier) et peut être même Andorre et l'Aragon ... La zone de diffusion est large mais limitée par les zones de diffusion des fers concurrents, roussillons et basques (Verna, 2001, partie 2, chap II). Il est toutefois difficile d'identifier pleinement la part du fer du comté sur le marché car il n'est pas toujours désigné comme « fer de Foix ».

Au milieu du XV^{ème} siècle, ce monopole s'interrompt quand les fers voisins, et notamment ceux de la vicomté de Couserans lui font concurrence sur le marché toulousain. Ces fers, issus rappelons-le de la réduction d'un minerai commun à ceux du « fer de Foix », sont de qualité probablement similaire mais ont surtout l'avantage d'être beaucoup moins chers que le « fer de Foix » (Verna, 2001, partie 2, chap II). En 1447, le fer de la vicomté de Couserans envahit alors le marché de Toulouse.

Ainsi, les fers des Pyrénées, et particulièrement le « fer de Foix » ont occupé pendant plus de deux siècles une place importante au sein du marché toulousain et au-delà. Ils devaient posséder des qualités propres qui ont justifié leur expansion au travers des espaces de diffusion. Cependant, que sait-on de ces fers et pourquoi ont-ils pris une place si importante sur le marché ?

Une des raisons qui pourrait contribuer à l'essor du marché du fer dans la région, à cette époque, est la prolifération des moulins, augmentant la production (C. Verna, 2001, p.137). Si

l'on se réfère aux versements que l'amodiataire doit fournir au propriétaire de la mouline, la forge hydraulique produit du fer en barres qui peuvent être rondes – les *barra ferri rotonda* - ou plates - les *marlana ferri, merlaria* et des *merlais*. Elle produit également des tiges ou des verges en fer dont certaines sont plates – les *virgae ferreae, virgae platae*, et des morceaux de fer ou des ébauches pour fabriquer des socs et des houes - les *scapolones pro vomeribus, des scapolones vomorum et ligonum*. Elle produit également du fer en plaque- *plata* - qui n'apparaît dans les textes qu'à partir du XV^{ème} siècle (C. Verna, 2001, p.105). C'est probablement sous toutes ces formes que les demi-produits sont commercialisés.

Ces dénominations qui renseignent sur la forme du demi-produit de la mouline renseignent aussi la plupart du temps sur sa qualité. C'est ainsi qu'au XVI^{ème} siècle, dans les registres de notaires, le fer *verga* serait distingué du fer fort (un fer carburé) auquel il peut être mélangé pour donner du fer *terssat*. Les *merlaria*, quant à elles, d'après l'étude menée par Catherine Verna, correspondraient à des demi-produits sous forme de barres plus ou moins martelées, hétérogènes, et à partir desquelles peuvent être extraits l'acier naturel et le fer. D'après Catherine Verna, c'est d'ailleurs derrière ce terme que pourrait se cacher l'acier dans les leudaires. Dans ces rares écrits qui renseignent du commerce du fer, dans les sources régionales, si le fer marchand est désigné sous le terme générique *ferrum* (C. Verna, 2001, p.151), l'acier n'apparaît jamais clairement.

A chacun des types de produits issus des moulins des Pyrénées centrales, semble donc associée une qualité particulière qui est précisée par la dénomination du matériau, et peut-être aussi par la forme du produit. C'est un point qui sera traité par ailleurs (*cf.* chapitre V). Les fers des Pyrénées et, parmi eux, ceux du comté de Foix pourraient donc présenter différentes qualités. Toutefois, d'après Catherine Verna, dès lors que les fers du comté sont identifiés en tant que « fer de Foix », ils correspondent à une qualité spécifique qui les situent parmi les meilleurs produits délivrés par les moulins du comté (Verna, 2001, partie 2, chap II). Cette identification, souvent corrélée à un prix de vente plus élevé que les autres fers du marché, leur permet de se démarquer face, par exemple, au fer du Comminges, qualifié de dur, et au fer du Minervois qualifié de *mol* au XV^{ème} siècle.

A cette époque, les qualités des fers des Pyrénées étaient donc reconnues sur le marché et clairement identifiées soit par l'appellation du produit, soit par sa forme, soit par les marques qui pouvaient s'y trouver.

On comprend de ce qui précède que, par la spécificité d'un minerai extrait localement et reconnu enclin à fournir de l'acier, par un potentiel sidérurgique bien exploité et faisant appel à des modes de production variant au gré des changements techniques, par la qualité des matériaux sortant des forges et par la place que prenait alors le fer sur le marché, les Pyrénées aient été retenues pour étudier les qualités du fer médiéval dans un contexte de réduction directe avec ou sans emploi de l'hydraulique.

Si les différentes informations relatées ci-dessus, extraites des rares documents d'archives, sont riches, rien ne remplace l'objet dans la compréhension des natures de métal. Pour citer Catherine Verna, « en histoire des techniques, le texte n'est pas tout. L'histoire du fer se construit aussi avec les témoignages matériels (C. Verna, 2001, p.21) [...] et le témoignage c'est aussi l'objet fini ou semi-fini ». Catherine Verna précise également que l'étude des produits, de leur qualité, de leur marché est une autre façon de procéder à une enquête sur la technique puisqu'elle permet d'en interroger les fondements : c'est aussi par la qualité de ses produits qu'une technique trouve sa place et perdure » (Verna, 2001, p. 20). Pour elle, « la qualité du produit et la culture technique des forgers ariégeois [...] sont à l'origine du maintien de la réduction directe en Ariège jusqu'à l'époque contemporaine » (C. Verna, 2001, p.11).

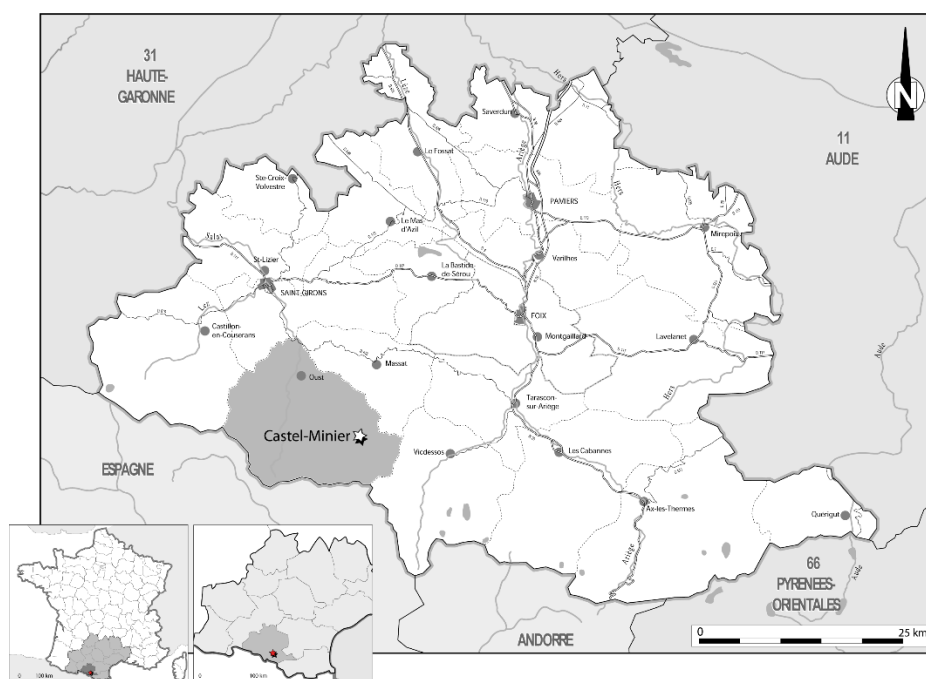
Il faut donc chercher à caractériser cette qualité du produit par l'analyse matérielle. Dans les Pyrénées centrales, les moulins sont difficiles à identifier en raison de la permanence de la sidérurgie moderne. Les installations les plus récentes ont souvent effacé les traces des anciennes activités.

Néanmoins, au cœur de ce paysage, un site, celui de Castel-Minier, déjà bien documenté grâce aux nombreuses fouilles menées par Florian Téreygeol, a livré une grande quantité de matériel. Il permet, pour la première fois, grâce aux données de terrain, de préciser ce que pouvait être la nature de la production d'un site, rythmé par ces mutations techniques, dans une région réputée pour sa production d'acier. C'est donc plus précisément sur l'étude de ce site et sur sa production de demi-produits, que le choix s'est porté pour illustrer cette période médiévale.

B. Castel-Minier : un site de production par procédé de réduction direct, de la forge maréchale au tout hydraulique

1. Présentation générale

Le site de Castel-Minier est situé sur la commune actuelle de Aulus-les-Bains, dans la vallée du Garbet, en Ariège (09), Occitanie (Figure 20). Il est localisé dans la province historique de la vicomté de Couserans, petite entité détachée du comté de Comminges (C. Verna, 2001, p.16) La période d'occupation du site s'étale du XII^{ème} siècle au XVI^{ème} siècle (F. Téreygeol, 2020). Les différentes productions n'ont pas toujours été concomitantes.



Localisation du site de Castel-Minier (Ariège, commune d'Aulus-les-Bains, 09140)
Autorisation n° 82 / 04 - Site n° 09 029 102 AH

Figure 20 : Localisation du site de Castel-Minier (Ariège, commune d'Aulus-les-Bains, 09140).

Castel-Minier est principalement connu pour ses ressources et l'exploitation de l'argent. Dès le début du XII^{ème} siècle, les gisements d'argent sont exploités et cette activité minière importante se poursuit jusqu'au XV^{ème} siècle. Il est aussi le lieu où l'ensemble des minerais exploités dans les vallées du Garbet et de l'Ars convergeait pour être transformé en argent, plomb et cuivre. Le rôle de l'argent est très important pour l'économie médiévale. Cela explique la construction sur place d'une fortification par le vicomte de Couserans. C'est cette fortification qui donnera son nom au site : Castel-Minier (F. Téreygeol, 2011). Les premières

occurrences de ce nom n'apparaissent qu'au XVII^{ème} siècle dans le récit de Jean de Malus (Malus, 1600⁵⁵). Le château existe aussi longtemps que la mine est en activité.

Le site de Castel-Minier est exceptionnel dans le sens où il présente, en plus des installations relatives à la métallurgie des métaux non-ferreux, des unités de production non négligeables liées à l'activité sidérurgique. Ce cumul d'activité témoigne à la fois d'un opportunisme technique, d'une volonté de maximisation des profits et d'une nécessité. En effet, dans les premiers temps de la métallurgie du fer sur le site, cette dernière répondait à des besoins en outillage. Les structures et l'importance de la métallurgie des ferreux n'a fait que s'accroître en s'adaptant au cours des siècles aux différentes mutations techniques (F. Téreygeol, 2013). Dès le XIV^{ème} siècle, c'est la chaîne opératoire complète qui est représentée : de la métallurgie extractive jusqu'à la production d'objets finis.

Rappelons que, comme vu précédemment (*cf. supra* II.A.1), la production de fer est conditionnée et dépendante des vallées voisines (F. Téreygeol, 2007). Castel-Minier bénéficie donc de l'accord passé entre la communauté de Sem et la vicomté de Couserans pour s'approvisionner en minerai extrait de la vallée de Vicdessos.

Les recherches archéologiques ont débuté à Castel-Minier par des sondages menés par Claude Dubois en 1990 et 1991 dans le cadre du projet collectif de recherche « Mines, métallurgie et forêts dans les Pyrénées ariégeoises de l'Antiquité au Moyen Âge ». Par la suite, sous la direction de Florian Téreygeol, des campagnes de prospection et de sondage ont eu lieu de 2003 à 2005. Les fouilles archéologiques, également dirigées par ce dernier, ont débuté en 2006 et se poursuivent encore aujourd'hui dans le cadre d'un programme de recherche pluridisciplinaire portant sur les installations métallurgiques de surface et les réseaux miniers souterrains, ainsi que sur les ressources minières de la vallée du Garbet. Les fouilles ont été consacrées à l'étude complète de l'ensemble de la chaîne opératoire pour les ferreux et non-ferreux tant au niveau des infrastructures que des produits et déchets issus des différentes étapes.

Elles ont permis la découverte d'une grande quantité de matériel ferreux mais aussi de révéler les différents changements techniques, reflétés par les modifications des infrastructures retrouvées. Ces adaptations, comme les modes de gestion de l'entreprise, sont à relier aux

⁵⁵ Jean de Malus est écuyer du roi et maître de la monnaie de Bordeaux, ces propos sont transcrits dans (N. Gobet, 1779)

techniques disponibles, mais peuvent également s'expliquer en partie par l'évolution du contexte politique et économique de la vicomté de Couserans.

Les différentes phases d'occupation du site liées aux activités sidérurgiques vont être détaillées dans les paragraphes suivants. Il est cependant important de garder à l'esprit que le site de Castel-Minier est voué à une activité polymétallurgique. Ses aménagements et ses structures ont été organisés dans ce contexte mais l'ensemble des structures liées à la métallurgie des non-ferreux ne sera pas détaillé par la suite, n'étant pas l'objet de cette étude. Pour plus d'informations concernant la production des non-ferreux sur le site, se référer au manuscrit de thèse de Julien Flament (J. Flament, 2017) et aux différents rapports de fouilles (Téreygeol, 2003-2020).

2. Des périodes d'occupation segmentées par des modifications dans les systèmes de production

Les périodes d'occupation à Castel-Minier pour l'activité de production du fer se divisent en quatre grandes phases, correspondant chacune à des mutations techniques dans les infrastructures et l'appareillage. Cette capacité d'adaptation a permis à Castel-Minier de prospérer sur une période d'un peu plus de deux siècles et demi. Le site illustre de façon rare l'évolution des modes de production du fer depuis la forge à bras jusqu'à la mouline (F. Téreygeol, 2016).

L'ensemble des informations qui figurent ci-dessous, lorsqu'elles ne sont pas référencées, sont extraites du rapport de fouilles de 2017 (F. Téreygeol, 2017).

a) Première période : fin XIII^{ème} siècle – début XIV^{ème} siècle

Même si l'activité de la production d'argent débute à Castel-Minier dès le XII^{ème} siècle, les premières traces d'une activité sidérurgique n'apparaissent qu'à la fin du XIII^{ème} siècle. Il est difficile de statuer quant à une date précise, car le site ayant subi de nombreuses modifications au cours des différentes périodes d'occupation, les aménagements les plus récents ont effacé les traces des activités les plus anciennes.

La première phase d'occupation du site correspond à une activité de forge. Mise à part une zone de grillage de minerai, aucune trace relative à une activité de réduction n'a été mise en évidence.

Cette activité de forge se manifeste par la présence d'un ensemble complet d'une forge maréchale mise au jour par les fouilles (F. Téreygeol, 2017, p.116). Posée à même le sol, elle est composée de deux foyers, d'un amas de scories, d'une zone endurée et d'une dépression étanchéifiée. Plusieurs indices tels que la présence de scories de forge ou le sol de travail jonché de battitures, viennent appuyer la présence d'une forge. Le premier foyer servait très probablement à chauffer à blanc les pièces métalliques qui étaient maintenues au chaud dans le deuxième foyer avant leur étape de forgeage. La dépression peut être interprétée comme une rétention d'eau destinée à la trempe ou plus vraisemblablement au simple refroidissement du métal. Au sein du second foyer, trois lopins de fer et une tôle en cours de travail ont été retrouvés, preuve de l'activité de forge à cet endroit. Au vu des éléments métalliques découverts, l'élaboration d'objets pouvait se faire soit à partir de demi-produits, soit à partir de fers de récupération, probablement issus de la vallée voisine.

Ainsi donc, à ce stade, le fer n'est pas encore au cœur du système économique à Castel-Minier. La présence de la forge maréchale témoigne de la volonté de répondre aux besoins locaux en outillage mais ne témoigne en aucun cas d'une volonté de production destinée à des échanges à l'échelle régionale ou plus large encore.

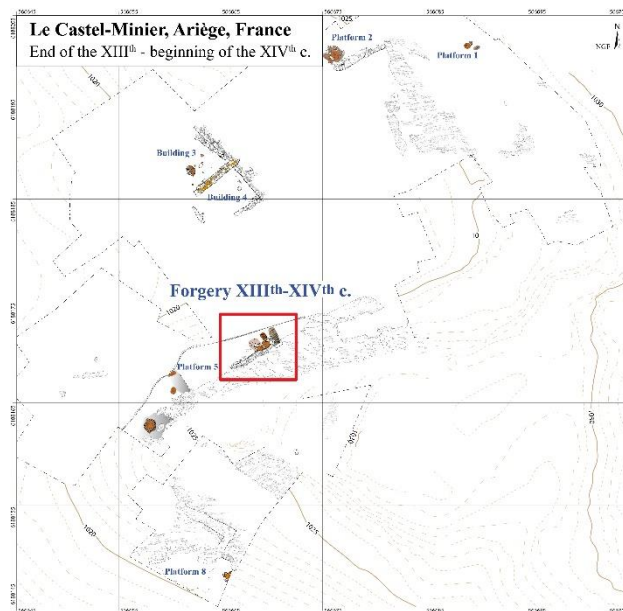


Figure 21 : Plan du site en l'état entre la fin du XIII^{ème} siècle et le début du XIV^{ème} siècle (Crédits : F. Téreygeol et J-C Méaudre).

b) Deuxième période : XIV^{ème} siècle

Des infrastructures du XIV^{ème} siècle pour la métallurgie du fer, il ne reste quasiment aucune trace suite à l'édification de l'ensemble castral à la fin du XIV^{ème} siècle. Le réaménagement de l'espace au cours du XV^{ème} siècle a recouvert les infrastructures plus anciennes. L'ensemble des opérations sidérurgiques se concentre autour du bâtiment 10. La présence du ferrier 2 composé de scories d'épuration et de réduction témoigne d'une activité de réduction pour cette période. La disposition du ferrier permet de dire qu'il n'y a pas encore recours à l'hydraulique.

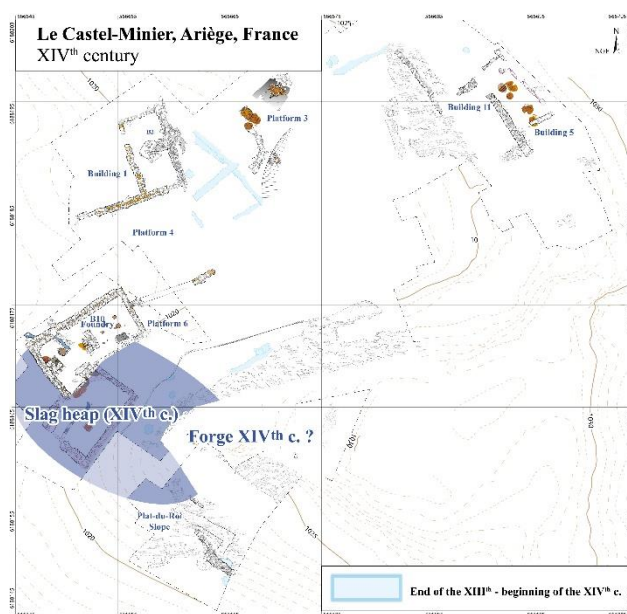


Figure 22 : Plan du site en l'état au XIV^{ème} siècle (Crédits : F.Téreygeol et J-C Méaudre).

c) Troisième période : XV^{ème} siècle

Le XV^{ème} siècle représente un tournant pour l'histoire de la métallurgie des ferreux à Castel-Minier puisqu'est introduite l'énergie hydraulique pour alimenter le marteau. Cette modification technique force le site à se doter d'aménagements d'envergure. Les activités s'organisent autour d'un canal hydraulique (canal du XV^{ème} siècle).

La chaîne de production sidérurgique du minerai au demi-produit est quasi complète pour cette période.

Au sud, un lit de charbon précédé d'une accumulation de minerai grillé témoigne de la présence d'une place de grillage, étape préliminaire à la réduction dans la chaîne opératoire. Les traces de rubéfaction viennent aussi renforcer cette hypothèse. Plus loin, deux stalles de

stockage contenant du minerai de fer oxydé ont été mises à jour. Dans la continuité se révèle un espace de stockage du charbon de bois.

La chaîne opératoire se poursuit par l'étape de réduction. Celle-ci a lieu dans un bas-fourneau de réduction également identifié (F. Téreygeol, 2017, p.190). Il est associé à un ferrier. Sur la face est, une ouverture de ventilation témoignant d'un système de ventilation amovible se dégage. La soufflerie sur bâti a été mise au jour. Il est très probable que deux soufflets, travaillant alternativement, étaient employés. Ces soufflets étaient manœuvrés par la force humaine.

Pour constituer l'ensemble, il manque un foyer de rechauffe permettant de retravailler les loupes sous le marteau, une fois qu'elles ont été préalablement martelées. Cette première étape d'agglomération de la loupe n'avait pas lieu sous le marteau.

La gestion de l'eau est un point primordial pour ces nouveaux appareillages. L'eau est une ressource abondante et accessible à Castel-Minier grâce au torrent situé à proximité : le Garbet. Un canal d'amenée d'eau permettait de conduire l'eau, détournée de son lit, vers un réservoir de stockage uniquement destiné à la freiner dans sa course.

Dans le fond du canal, un cadre en bois, emplacement de la roue actionnant le marteau hydraulique a été découvert. Le marteau hydraulique est posé sur un sol enduré et deux poteaux. Le bras du marteau, soulevé par un arbre de roue doté de cames, aujourd'hui disparu, vient ensuite frapper sur une enclume (F. Téreygeol, 2017, p.210). Le billot de cette enclume a une surface utile de 5000 cm². Il est intéressant de noter que le balancement est relativement proche de la queue du marteau. Ainsi si le levage est plus difficile, la retombée s'effectue avec plus de force garantissant une plus grande puissance lors du martelage. Concernant la taille du marteau, nous savons seulement qu'il était de taille inférieure à celui du XVI^{ème} siècle.

Le comblement de ce canal a livré la majeure partie du mobilier ferreux sous forme de demi-produits (F. Téreygeol, 2017, p.216). La quantité importante de ce mobilier rejeté dans le canal montre que le recyclage et l'économie du fer n'était pas une des préoccupations majeures des travailleurs du fer à Castel-Minier. Plus l'on s'approche du marteau, plus la quantité de matériel ferreux augmente. Ce canal a été remblayé suite à la création du canal du XVI^{ème} siècle.

Cette période voit également apparaître une standardisation morphologique des demi-produits élaborés à Castel-Minier. Ce point sera détaillé davantage au chapitre III.

Les fouilles ont révélé que, durant cette période, la chaîne opératoire décrite ci-dessous est complète.

La première étape de la chaîne est une étape de calcination du minerai, qui a lieu dans un foyer ouvert. Le minerai est ensuite réduit dans un bas-foyer. Le bas-foyer, inscrit dans un massif rapporté, en forme de type « trou de serrure », est composé d'une cuve circulaire. Un couloir donne accès au creuset relativement bien marqué d'où part un canal de coulée.

Le système repose principalement sur l'énergie hydraulique qui assure le bon fonctionnement de ses deux éléments constitutifs principaux : le bas-foyer de réduction, par le biais de l'alimentation des soufflets, et le marteau. Ainsi, les infrastructures du XVI^{ème} siècle, s'articulent autour d'un nouveau canal dont le débit est contrôlé par un réservoir qui permet de stocker l'eau, acheminée depuis le Garbet, de gérer le flux et de ralentir sa course. La nécessité de stocker l'eau est primordiale car un arrêt d'alimentation conduirait à un arrêt de ventilation et provoquerait donc une chute des températures entraînant une perturbation importante pour la phase de réduction.

Dans ce canal, sont installées deux roues permettant pour l'une d'actionner le marteau et pour l'autre d'alimenter les soufflets. C'est un système de doubles soufflets alimenté par un jeu de cames.

La soufflerie est située à une distance plus importante du four qu'au XV^{ème} siècle. Cela entraîne une diminution de la puissance de la ventilation qui alimente le four. Elle est séparée du bas-foyer de réduction par un mur assurant un rôle de protection thermique. Au sol de la soufflerie, un système de drainage permet d'évacuer l'eau susceptible de pénétrer le massif du bas-foyer, toujours par souci de ne pas perturber le bon déroulement de la réduction.

L'opération se poursuit par martelage sous le marteau hydraulique. Celui-ci est composé d'une roue actionnée par l'eau du canal, d'un arbre à cames qui entraîne un bras à l'extrémité duquel est fixée la tête de marteau venant heurter l'enclume d'une surface de 1600 cm² (F. Téreygeol, 2013).

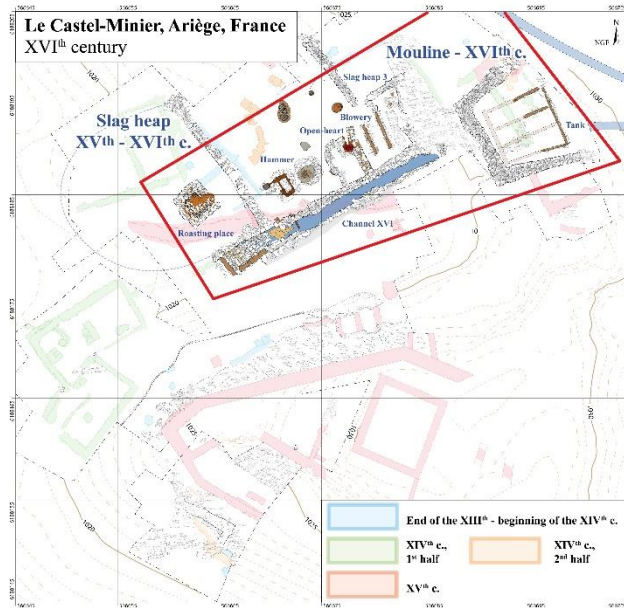


Figure 24 : Plan du site en l'état au XVI^{ème} siècle (Crédits : F.Téreygeol et J-C Méaudre)

Ainsi c'est bien la capacité d'adaptation du site de Castel-Minier aux différentes mutations techniques qui lui a permis de bénéficier d'une activité prospère et florissante pour la métallurgie des ferreux de la fin du XIII^{ème} siècle au début du XVI^{ème} siècle. D'abord destiné à une demande locale, le fer d'Aulus s'est ensuite tourné vers l'exportation, s'intégrant au marché. L'étude de sa production permet pour la première fois de caractériser la nature des produits, au Moyen Âge et au début de la période moderne, pour un site pyrénéen. Elle vise à savoir si le minerai extrait des Pyrénées Centrales au cours du Moyen Âge, et tant convoité à cette époque, à la fois combiné à un mode de production et à un savoir-faire particulier, aboutit à une qualité spécifique du demi-produit : celle du (ou des) fer(s) et des aciers des Pyrénées centrales.

L'ensemble des différentes mutations techniques qu'a connu le site est résumé par la Figure 25 et la Figure 26.

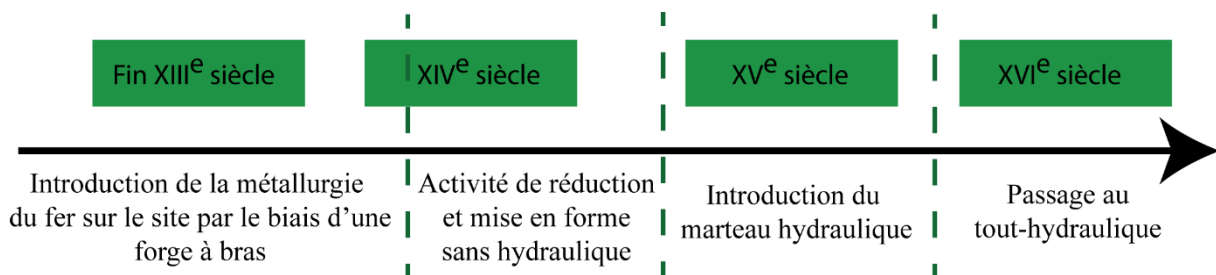


Figure 25 : Frise chronologique des différentes mutations sur le site de Castel-Minier

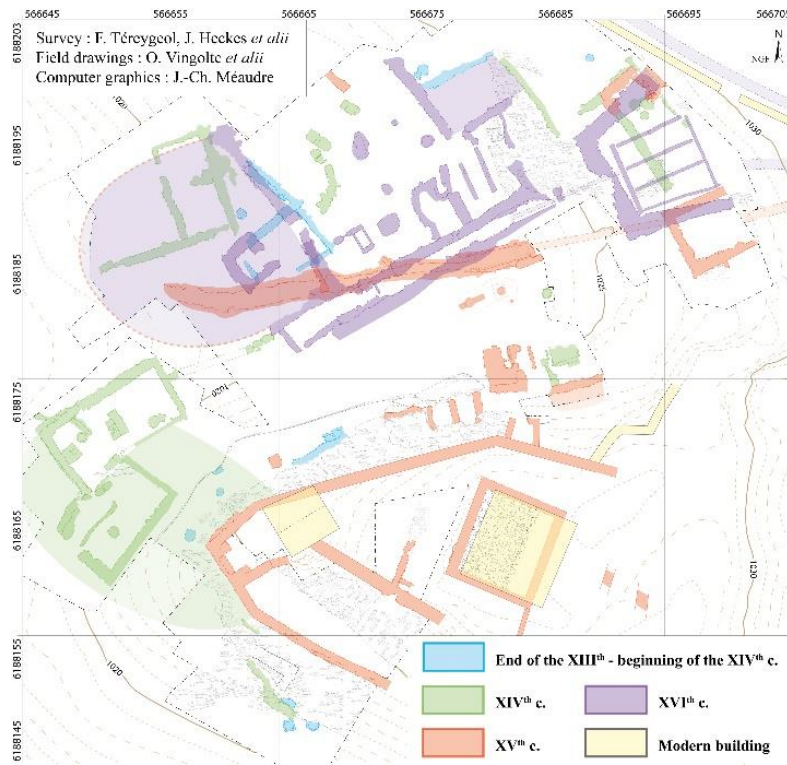


Figure 26 : Evolution des infrastructures par période d'occupation pour le site de Castel-Minier (Crédits: F.Térégeol et J-C Méaudre)

III. Le pays de Bray et le site de Glinet : la production de demi-produits par procédé indirect de la fin du XV^{ème} siècle au XVI^{ème} siècle

La dernière fenêtre de notre étude se distingue des deux précédentes par la filière technique de production du fer employée. En effet, elle est caractérisée par l'introduction du procédé indirect dans sa forme dite « wallonne » dans le Nord de la France à la fin du XV^{ème} siècle et par son développement au cours du XVI^{ème} siècle. Le pays de Bray, étape majeure de la diffusion de ce nouveau procédé entre la Wallonie et l'Angleterre, et qui possède les ressources minières nécessaires à son implantation, constitue un cadre d'étude privilégié.

A. Le pays de Bray

1. Une région dotée d'un potentiel sidérurgique exploité bien avant l'apparition de l'indirect

Le pays de Bray se divise entre le Bray Normand à l'Ouest, en Normandie, au niveau du département actuel de la Seine-Maritime (76), et le Bray Picard, à l'Est, en Picardie ou plus exactement en Beauvaisis, dans le département actuel de l'Oise (58) (D. Arribet-Deroin, 2010).

Riche de ses ressources naturelles, il s'est naturellement imposé comme un endroit propice au développement de l'activité sidérurgique. Même si la région n'est pas réputée pour être une zone principale d'extraction du fer en France, le pays de Bray, boutonnière géologique, dispose de ressources en minerais suffisantes grâce aux terrains du Wealdien (D. Arribet-Deroin, 2010, p.153). Les forêts et les bois environnants permettent l'approvisionnement en combustible, et la proximité des cours d'eau, comme par exemple celui de la Béthune, permet de fournir l'énergie hydraulique parfois nécessaire à l'alimentation des infrastructures⁵⁶. Ce sont tous ces facteurs combinés qui ont permis le développement d'une activité sidérurgique en pays de Bray. La sidérurgie a aujourd'hui disparu de la région, mais de nombreux indices ont permis de détecter le potentiel de cette région et permettent de la considérer comme un ancien pays du fer et ce, bien avant l'introduction du procédé indirect sur les lieux.

⁵⁶ C'est le cas pour la roue actionnant le marteau et les soufflets quand ils sont mus par l'énergie hydraulique

En effet, si dès la fin du Moyen Âge, la sidérurgie indirecte apparaît sur le territoire, le procédé direct d'élaboration du fer est déjà bien implanté. La toponymie⁵⁷ suggestive des lieux, quelques documents d'archives et la présence de ferriers ne laissent aucun doute sur l'existence antérieure d'une industrie du fer (D. Arribet-Deroin, 2001 a, p.110-115). Des études plus récentes menées par Christophe Colliou (C. Colliou, 2005) et des fouilles menées à Forges-les-Eaux ont mis en évidence des fours à scories piégées datés de la Tène, et des fours à scories coulées de la période gallo-romaine. D'autres bas fourneaux présents sur place semblent dater du Moyen Âge.

Cependant, si le pays de Bray nous intéresse dans le cadre de cette étude, c'est pour la période où le procédé indirect s'y est implanté et s'y est développé. On connaît peu de choses concernant l'étape de transition entre les deux procédés dans la zone géographique. On ne sait s'il existait, comme à Castel-Minier, une sidérurgie directe employant l'énergie hydraulique. En revanche, concernant le procédé indirect, c'est principalement dans les années 1970, grâce aux recherches de Brian Awty concernant les vestiges de cette sidérurgie, que ce nouveau procédé a été dévoilé au grand jour pour la région (D. Arribet-Deroin, 2010, p 151).

2. L'apparition et la diffusion du procédé indirect

Le pays de Bray est un des lieux qui a accueilli le nouveau procédé indirect dès les années 1450. Il s'implante d'abord en Bray Picard, suite au déplacement de spécialistes venus de Wallonie, vecteurs de diffusion, et détenteurs d'un savoir-faire recherché (D. Arribet-Deroin, 2001 b, p.26).

Le premier ensemble haut fourneau et affinerie est bâti en 1451 au Becquet, dans la paroisse de Saint-Paul, près de Beauvais, par Henri le Féron et Pierre le Fondateur, respectivement originaires de Jausse dans le comté de Namur et Franchimont dans la principauté de Liège, en association avec Henri Malherbe⁵⁸ (B. G. Awty, 2007, p.799). Du Bray Picard, le procédé de réduction indirect se diffuse au Bray Normand par le déplacement des

⁵⁷ Dans le pays de Bray, les toponymes des villes laissent fortement suggérer le poids de l'ancienne activité sidérurgique sur ces lieux comme par exemple « ferrière » (lieu d'extraction ou de transformation du minerai) comme Ferrières-en-Bray par exemple, ou « minière » (c'est-à-dire lieu d'extraction). Peuvent parfois être trouvés les termes « forges » de préférence au pluriel et « fourneaux », ainsi que d'autres variantes, comme à Forges-les-Eaux (D. Arribet-Deroin, 2001 b, p.17)

⁵⁸ Arch. dép. Oise, H 7541 et Arch. nat., P 1461, fol. 149.

hommes (D. Arribet-Deroin, 2010, p.155). Potentiellement présentes avant cette date, les usines à fer n'apparaissent dans les écrits qu'à partir de 1482 pour le Bray Normand (D. Arribet-Deroin, 2010, p.154). Les premiers indices via un accord notarié font mention en 1486, d'une forge à Neuville Ferrières (76) et d'une fonderie à Hodeng (76).

L'installation du nouveau procédé en pays de Bray, est retranscrite dans les textes par l'emploi d'un vocabulaire spécifique qui traduit la duplicité des ateliers fonctionnant de pair. Il est d'abord fait mention de *moulin à faire fer* ou de *ferronnerie*, puis, le vocable devient plus évocateur avec l'emploi du terme « fonderie » qui désigne l'atelier fournissant du « fer de fonte » ou des « gueuses de fer » et celui de « forge » pour désigner l'atelier délivrant du fer battu ou fer affiné en barre ou en tôle. A la lumière des connaissances actuelles, la fonderie désigne le haut fourneau tandis que le forge évoque l'affinerie (D. Arribet-Deroin, 2010, p.154). La mention de travailleurs issus d'autres régions d'Europe Occidentale, et majoritairement de Wallonie, atteste également de la diffusion du procédé et du transfert technique par migration des savoir-faire. Associés aux noms des travailleurs, des qualificatifs de métiers comme « le Fondateur » ou « l'Affineur », se rapportant à l'une ou l'autre des étapes de réduction ou d'affinage, indiquent l'introduction de l'indirect dans le Nord de la France (D. Arribet-Deroin, 2001 a, p.68).

Le procédé s'ancre alors dans le pays de Bray. A partir des années 1480, on dénombre vingt-cinq affineries, haut-fourneaux et ateliers installés dans le long des rivières et principalement dans la vallée de la Béthune comme le montre la Figure 27 (D. Arribet-Deroin, 2010, p.156). En effet, l'énergie hydraulique est le facteur conditionnant le bon fonctionnement de ces usines régies par le procédé indirect.

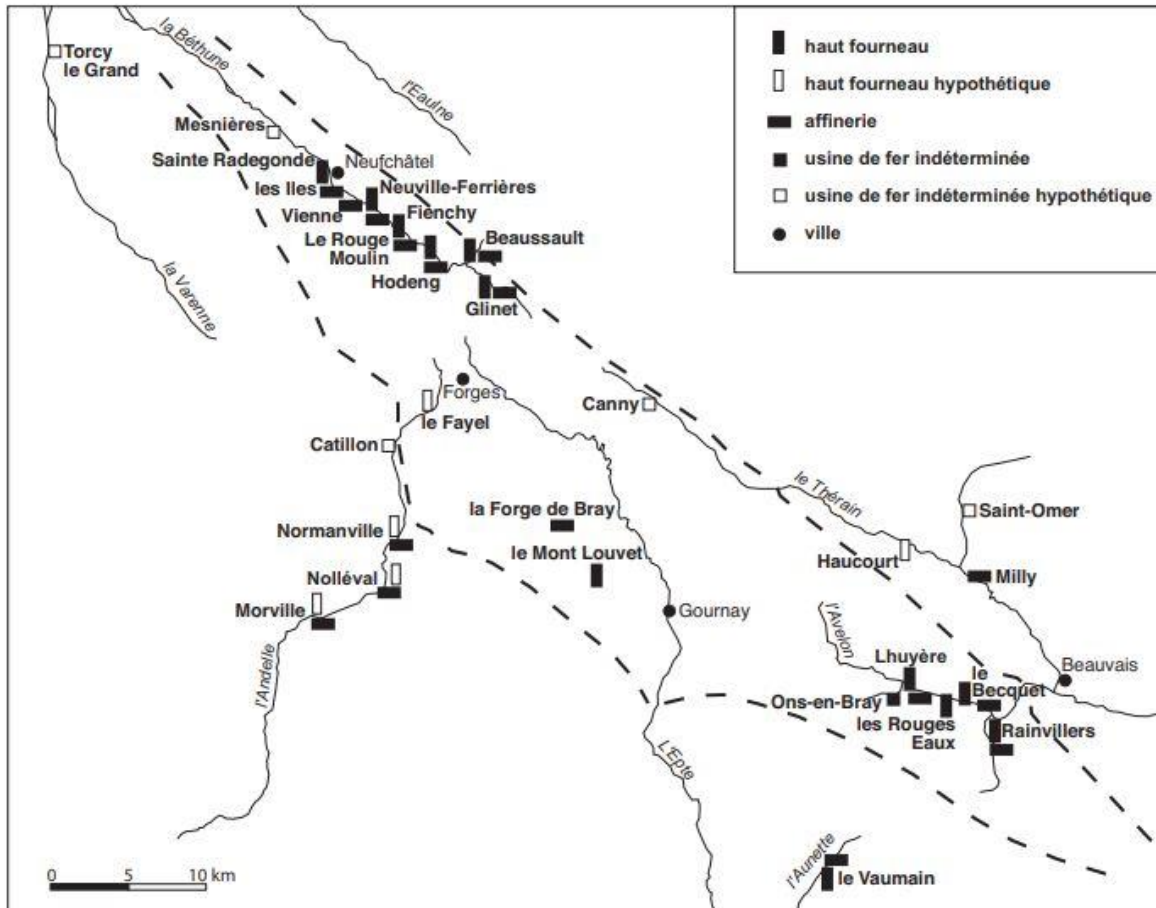


Figure 27 : Hauts fourneaux et affineries du Pays de Bray et de ses marges, d'après Arribet-Deroin, 2010

Cette expansion a été favorisée par le contexte économique local. Pendant et à la fin de la guerre de Cent Ans, la main d'œuvre est relativement rare. Or les besoins en fer sont importants et le combustible est disponible. L'implantation de ce nouveau procédé en pays de Bray a donc été facilitée par sa propension à permettre de produire du fer, en grande quantité, sans qu'une main d'œuvre importante ne soit nécessaire. Il faut également mentionner le rôle des nobles locaux qui ont facilité l'installation des établissements sur leurs terres (D. Arribet-Deroin, 2010, p.155).

L'activité s'éteint pourtant, au milieu du XVI^{ème} siècle pour le Bray Picard. A cette même période, dans le Bray Normand, seules deux usines subsistent, celles de Glinet-Beaussault et Neuville-Ferrières (D. Arribet-Deroin, 2001 a, p.163). Cette disparition trouve probablement sa cause dans le manque de bois et donc dans la hausse du prix du combustible dans la région.

Toutefois, si le caractère de cette sidérurgie y est fugace et si la persistance de ses installations ne dépasse pas la seconde moitié du XVII^{ème} siècle, le pays de Bray a été une étape

importante dans la diffusion du procédé indirect. En effet, dès le début du XVI^{ème} siècle, depuis la Normandie, ce dernier se diffuse au-delà de la Manche vers le sud-est de l'Angleterre, dans le Weald, en raison du départ massif des travailleurs brayons (Figure 28). Ces travailleurs sont à leur tour vecteurs de transmission des savoir-faire, comme l'ont été les forgerons wallons en pays de Bray (B. G. Awty, 1981). Ils donneront naissance à la sidérurgie indirecte anglaise (D. Arribet-Deroin, 1998).

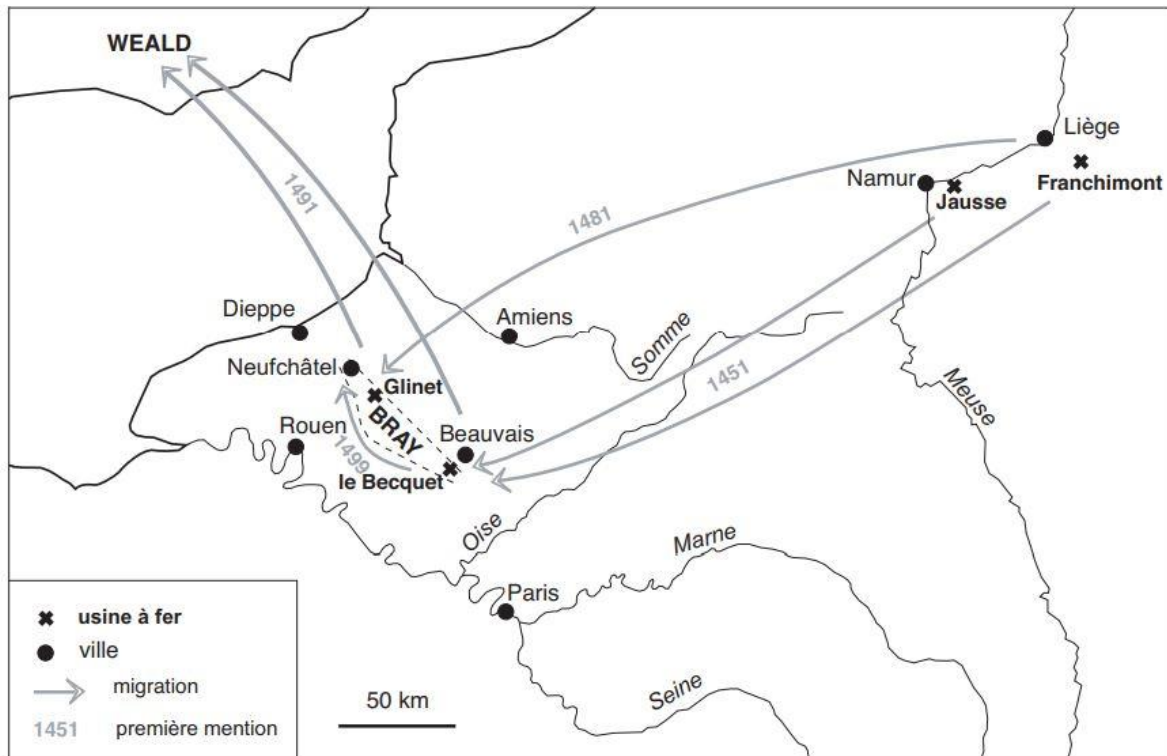


Figure 28 : Migrations des travailleurs du fer depuis la Wallonie jusqu'au Weald, d'après Arribet-Deroin, 2010

Le pays de Bray constitue donc une étape importante dans la diffusion du procédé indirect, de la Wallonie jusqu'à l'Angleterre. Il s'inscrit au cœur d'une histoire européenne, par la migration des travailleurs et la transmission de leur savoir-faire (D. Arribet-Deroin, 2010, p.152).

Les textes apportent peu d'informations sur les processus techniques du procédé Wallon dans le Bray Picard et Normand. Les informations disponibles doivent être enrichies des données apportées par le terrain, à l'échelle d'un établissement, en s'attachant aux vestiges matériels. C'est par la fouille que de nouveaux indices peuvent être apportés tant sur la

compréhension des installations et les conditions de production que sur la quantité, la qualité et l'utilisation des matériaux produits, et sur le lien unissant gestes techniques, savoir-faire et nature de la production.

Parmi toutes les usines brayonnes installées le long de la Béthune, témoins des premiers temps de ce nouveau procédé dans la région, c'est celle de Glinet qui a été retenue pour étude.

B. Le site de Glinet

1. Présentation générale

L'usine à fer de Glinet est située sur le lieu-dit Glinet, dans la haute vallée de la Béthune, à cheval sur les communes de Compainville et de Beaussault, en Seine-Maritime (Figure 29).

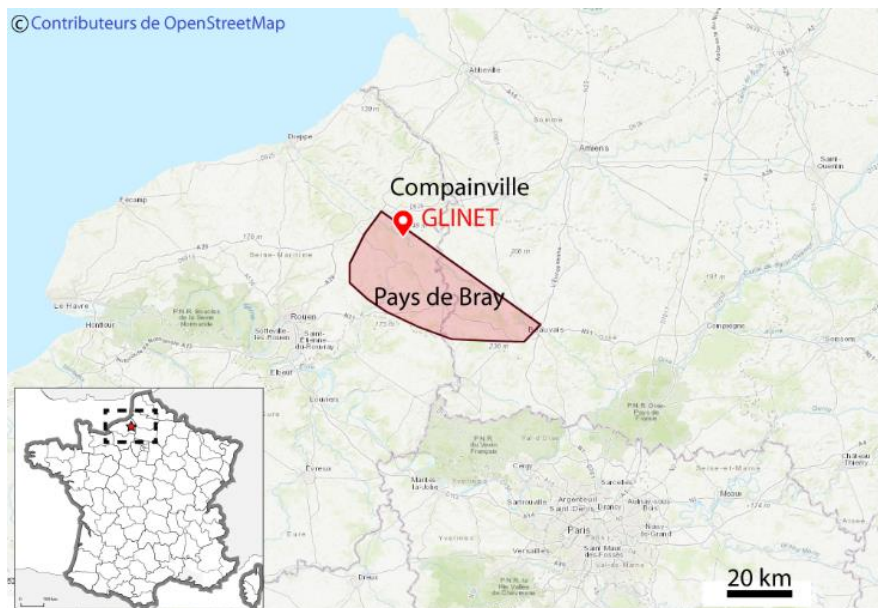


Figure 29 : Localisation du site de Glinet

Ce site de production du fer, par procédé de réduction indirect wallon, est actif entre 1480 et 1580 au moins. Il accueille une usine à fer complète composée d'un haut fourneau et d'une forge d'affinerie (chaufferie et forge) (D. Arribet-Deroin 2010, p159). Sa période d'installation correspond aux prémices de l'implantation du procédé indirect dans le pays de Bray. Au cœur du pays de Bray normand, Glinet est donc un témoin des premiers temps de cette mutation technique dans la région. Il se place au cœur d'une histoire brayonne mais aussi

d'une histoire européenne, en tant qu'étape de diffusion du procédé entre la Wallonie et l'Angleterre.

Dans les années 1970, suite aux recherches de Brian Awty portant sur les forgerons brayons ayant migré en Angleterre (B. G. Awty, 1981), et grâce à la lecture des actes notariés dans le tabellionage de Neufchâtel, le site de Glinet a pu être identifié. L'étude de l'usine à fer de Glinet s'est ensuite inscrite dans le cadre d'une recherche universitaire menée par Danielle Arribet-Deroin, débutée au milieu des années 1980, et alliant étude des textes et fouilles sur le terrain, portant sur l'étude de l'industrie du fer en Pays de Bray au temps du procédé indirect (D. Arribet-Deroin, 1986, 1987, 2001 a). La connaissance archéologique du site s'est ainsi enrichie au fil des années grâce aux campagnes de fouilles programmées menées de 1992 à 2000 puis de 2003 à 2011. Le site de Glinet a donc fait l'objet de treize campagnes de fouilles, désormais achevées. Grâce à celles-ci, un nombre important d'objets ferreux ont été extraits, fournissant un corpus numériquement significatif et permettant ainsi de pouvoir évaluer la nature des fers produits à Glinet.

Parmi toutes les usines brayonnes, celle de Glinet a été choisie pour la fouille grâce à la lisibilité de ses infrastructures. Le site n'a pas connu de transformations majeures, il n'a été que très peu modifié depuis l'arrêt de son activité (D. Arribet-Deroin *et al.*, à paraître, p. 11). Ce n'est pas le cas des autres usines du pays de Bray qui n'ont pu être retenues pour étude, car elles sont difficilement identifiables ou désormais occupées par des moulins (D. Arribet-Deroin, 2010, p.159). Enfin, ce site, même s'il n'est pas le mieux documenté, est connu des textes, ce qui permet de comparer la documentation écrite et la réalité matérielle.

Dans les textes, l'usine à fer de « Guelinay » ou « Glinay », (Glinet selon l'orthographe actuelle), est mentionnée entre 1486 et 1569 (D. Arribet-Deroin, 2010, p.159). Toutefois, la documentation est lacunaire et précise mal la nature des infrastructures. Dans le contrat passé entre Jean Bridouillet et un propriétaire de Bouelles pour l'extraction du minerai en 1486, il est fait mention pour la première fois du haut fourneau de Glinet. Sans pour autant mentionner Glinet, le texte mentionne Jean de Bridouillet, connu pour être « maître ferronnier » de Glinet entre 1486 et 1514. On ne sait si une forge d'affinerie existait de façon concomitante au haut fourneau pour cette période. Durant la période où Jean de Bridouillet est maître de forge, les textes font mention de nombreux tumultes et de dettes. A cette date, l'entreprise de Glinet, semble peu prospère. Les mentions dans les textes sont absentes autour de 1520, période pour laquelle il est possible que l'activité ait été mise en suspens. Glinet réapparaît dans les textes en 1530, montrant la présence d'un nouveau maître de forge Nicolas Hue dit le Blanc (D. Arribet-

Deroin, 2010, p.162). A partir de cette date, les maîtres de forge de Glinet et de Beaussault apparaissent très souvent associés dans les actes. Pendant la suite de la période d'activité de Glinet, il semble que les deux sites aient toujours fonctionné de pair. A partir de 1563, les deux établissements sont affermés à Pierre et François de Cléry.

Si les textes apportent quelques informations sur l'activité du site, c'est la fouille qui a permis de connaître réellement la nature des installations à Glinet.

2. Glinet et ses infrastructures

L'usine à fer de Glinet se présente sous la forme d'une usine complète (Figure 30), composée d'un haut fourneau et d'une forge d'affinerie (chaufferie et forge), installée au bord de la Béthune, dès le début des années 1480.

L'énergie hydraulique est indispensable au bon fonctionnement des appareils. Ainsi, des travaux conséquents ont eu lieu sur le site. Une digue a été construite afin de créer une retenue d'eau à proximité du site.

Glinet présente une organisation linéaire des ateliers dans l'ordre de la chaîne opératoire. C'est donc dans cet ordre que les différentes infrastructures seront présentées ci-après.

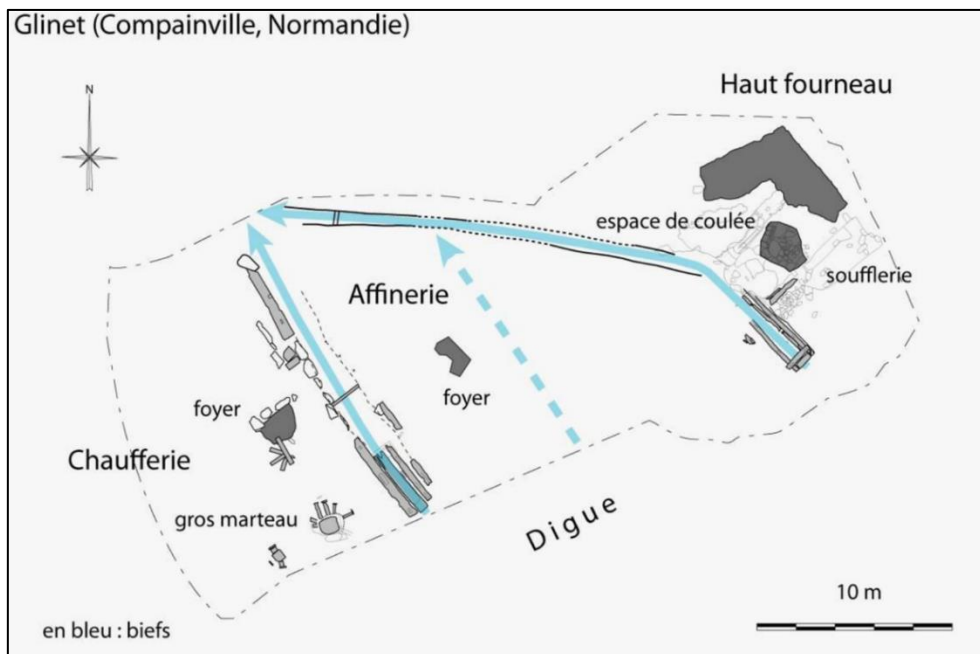


Figure 30 : Plan d'ensemble du site de Glinet, d'après Arribet-Deroin et al., à paraître

a) Le haut fourneau

La première étape de la chaîne opératoire consiste en la réduction du minerai de fer dans un haut fourneau.

Le haut fourneau a été mis à jour à Glinet dès les premières campagnes de fouilles en 1992 (D. Arribet-Deroin *et al.*, à paraître). Sa présence est attestée dans les textes dès 1486. La datation par dendrochronologie du coffrage de la roue indique qu'il s'installe sur le site dès 1480. Si le haut fourneau a connu de nombreuses rénovations et modifications, son emplacement et son orientation sur le site sont restés identiques (D. Arribet-Deroin *et al.*, à paraître., p. 101). Il est séparé de la Béthune par une levée de terre sur laquelle il prend appui. Cette surélévation permet d'éviter tous types d'accidents liés à une montée des eaux qui provoquerait l'arrêt de la campagne du feu (D. Arribet-Deroin, 2010, p.162). Il présente une structure classique, similaire aux hauts fourneaux de la même période, de type wallon. Il présente un important massif de maçonnerie, dont la structure de base est trapézoïdale⁵⁹. Pour les dernières périodes d'occupation du site, la hauteur du haut fourneau est estimée à cinq mètres.

Au niveau du massif, deux embrasures juxtaposées, rejoignant le cœur du fourneau, se distinguent (D. Arribet-Deroin, 1998). L'une, par laquelle les deux soufflets s'insèrent, apportant l'oxygène nécessaire à la réduction, est l'embrasure de la soufflerie (D. Arribet-Deroin, 2010, p.162). Ces soufflets, situés entre le massif et la digue, sont activés grâce à l'énergie hydraulique fournie par la roue tournant dans un coffrage en bois et alimentée directement par l'eau venant de la digue. Cette force hydraulique permet d'atteindre des températures suffisamment élevées au sein du fourneau pour produire la fonte. S'il ne reste rien des soufflets, les infrastructures en bois de la roue ont été retrouvées.

La seconde embrasure, par laquelle les fondeurs ont accès au creuset en grès réfractaire, est l'embrasure de travail. C'est par cette embrasure qu'a lieu périodiquement la coulée de la fonte devant le haut fourneau (D. Arribet-Deroin, 2010, p.162). Elle est toujours coulée en gueuse dans un sillon de forme oblongue creusée à même le sol et servant de moule (Arribet-Deroin *et al.*, à paraître., p. 102).

Le haut fourneau connaît quatre états principaux faisant suite à des étapes de rénovation de son installation dans les années 1480 jusque l'arrêt de son activité autour des années 1560,

⁵⁹ Cette structure est en général carrée ou rectangulaire pour les hauts fourneaux de type wallon.

suite probablement à un incendie accidentel de la soufflerie. Le premier remaniement, autour des années 1500, consiste principalement à agrandir l'espace de travail, c'est-à-dire l'espace de coulée et à insérer une première fausse paroi visant à protéger le massif. En effet, les températures atteintes dans l'espace intérieur du fourneau étant élevées (1500°C), une paroi circulaire est installée pour doubler la paroi du four et protéger le massif en atténuant la diffusion de la chaleur (Arribet-Deroin *et al.*, à paraître, p. 123). Le second remaniement, autour des années 1540, entraîne une modification de la soufflerie et du cœur du fourneau. L'espace de travail est plus spacieux. Enfin, le dernier remaniement entraîne un élargissement de la partie avant du massif.

Le minerai alimentant le haut fourneau est local, issu de la minéralisation de fer ou de nodules ferrugineux contenus dans les niveaux géologiques du Wealdien (A.-M. Desaulty, 2008). Un mélange de trois types de minerais a été utilisé : deux sortes de grès ferrugineux et des nodules. Il est important de noter que le minerai employé est phosphoreux (D. Arribet-Deroin *et al.*, à paraître, p. 344).

b) La forge d'affinerie

A la sortie du haut fourneau, la fonte devait ensuite être affinée puis mise en forme pour pouvoir être commercialisée sous forme de demi-produits en fer. Les infrastructures liées à ces étapes sont inconnues des textes à Glinet (D. Arribet-Deroin *et al.*, à paraître, p. 190). A partir de 2003, les fouilles de terrain ont révélé leur existence et leur mode de fonctionnement. L'étape post-réduction se divise en deux sous-étapes matérialisées par deux ateliers constituant la forge d'affinerie. Il s'agit de l'affinerie et de la chaufferie situées à 15 mètres de la digue et séparées par un bief (D. Arribet-Deroin, 2010, p.164). Par la dualité de ces ateliers, la forge d'affinerie de Glinet est similaire à la forge wallonne.

La fonte est d'abord affinée dans le foyer d'affinerie pour donner du fer. Les vestiges de cette structure sont maigres. C'est l'absence de marteau pour ce foyer qui a conduit à identifier cet espace comme l'affinerie (D. Arribet-Deroin *et al.*, à paraître, p. 192). Seule la présence de culots et de battitures au sol témoigne de cette activité (D. Arribet-Deroin, 2010, p.164). Le foyer d'affinerie se devine mais il est difficilement identifiable, du moins dans les premiers stades de son installation (D. Arribet-Deroin *et al.*, à paraître, p. 196).

Les étapes suivantes ont lieu dans l'atelier de chaufferie situé de l'autre côté du bief. Cet atelier se compose d'un foyer de chaufferie, posé à même le sol, dans lequel les masses de

fer obtenues après affinage étaient réchauffées et d'un gros marteau hydraulique sous lequel les masses réchauffées étaient épurées, compactées et mises en forme pour donner des demi-produits destinés à être commercialisés.

D'après les indices archéologiques, le foyer d'affinerie et la chaufferie (foyer de chaufferie et marteau) ont toujours fonctionné de pair. La forge d'affinerie (foyer d'affinerie et chaufferie) connaît au cours de la période d'activité du site, quatre états faisant suite à des rénovations majeures. Le premier état correspond à celui de son installation. D'après les datations dendrochronologiques des bois d'un des poteaux de l'affinerie et du stock du marteau, la forge d'affinerie s'installe en même temps que le haut fourneau au début des années 1480. Dès les années 1500, elle connaît une réorganisation spatiale de ses infrastructures et principalement de la chaufferie. Le foyer de chaufferie et le marteau sont déplacés. Ils sont rapprochés de la digue, mais restent distants entre eux (plus de 5 mètres). Le marteau est un marteau à soulèvement latéral (D. Arribet-Deroin *et al.*, à paraître, p. 293). A partir de cette période, la position de la chaufferie reste inchangée et les modifications se font sur place. L'affinerie est quant à elle agrandie. A cette période, la forge d'affinerie pourrait avoir connu une interruption de sa production.

Vers 1540, un nouveau remaniement du système hydraulique et du marteau a lieu. Le marteau devient un marteau à drôme, typique des forges wallonnes. Il s'agit d'un marteau à soulèvement latéral. La roue alimentée par l'énergie hydraulique actionne un arbre à cames parallèle au manche du marteau (D. Arribet-Deroin, 1998). Ce dernier est soulevé au niveau de la tête par les cames avant de retomber sous l'effet cumulé de son propre poids et d'un ressort sur le fer à marteler (D. Arribet-Deroin *et al.*, à paraître, p. 242). Le marteau possède une charpente dite « à drôme ». L'enclume est un tronc en bois dressé verticalement sur le plancher. Le système hydraulique est réaménagé, l'orientation du bief est modifiée. Le foyer d'affinerie est à nouveau reconstruit.

Une dernière étape de modification a lieu vers 1560 caractérisée par la reconstruction du marteau et du foyer de chaufferie, qui restent sur le même modèle que celui de la phase précédente.

La date de fin de l'activité sidérurgique à Glinet reste floue. Les dernières datations dendrochronologiques laissent penser qu'elle pourrait se situer autour des années 1570. L'arrêt de l'activité pourrait être liée à un incendie accidentel au niveau de la soufflerie du haut fourneau (Arribet-Deroin *et al.*, à paraître., p. 189).

L'usine à fer de Glinet représente donc un exemple intéressant de ces usines installées le long de la Béthune, témoin de la sidérurgie brayonne et de la diffusion du procédé de réduction indirect (D. Arribet-Deroin, 2001 a, p.51). Elle présente de nombreuses caractéristiques proches des usines de type wallon trahissant la filiation et le savoir-faire apporté par les forgerons wallons. Le pays de Bray et plus particulièrement le site de Glinet, via l'étude de sa production, permettent de s'interroger sur les natures de métal issues de cette filière indirecte mais aussi sur les savoir-faire et les gestes techniques des hommes wallons, transmis aux hommes du pays de Bray, tous deux promoteurs dans la diffusion de ce nouveau procédé.

Chapitre III :

Corpus d'étude

Dans ce chapitre, vont être décrits les différents artefacts ferreux retenus pour étude pour chacun des sites présentés dans le chapitre II. Lorsqu'un processus d'échantillonnage a été nécessaire au sein des sites, la méthodologie de sélection est exposée avant la description du matériel.

Si certaines illustrations sont proposées dans ce chapitre, l'ensemble des descriptions et des illustrations concernant ces objets figure dans le volume Annexes.

I. Sélection et description du mobilier antique

A. Méthodologie générale

La découverte de demi-produits antiques revêt toujours un caractère exceptionnel dû à leur rareté. Les demi-produits qui composent notre étude sont donc le fruit des découvertes et de la disponibilité du matériel. Sur les sites antiques, les artefacts découverts sont souvent des *unicum*. Pour les dix sites retenus pour étude (*cf.* chapitre II), la quantité de demi-produits ferreux dépasse rarement le nombre de trois. De ce fait, la logique de constitution du corpus antique est différente de celle des corpus de Castel-Minier et de Glinet qui seront détaillés par la suite. Contrairement à ces deux derniers sites qui ont livré une quantité importante d'artefacts ferreux nécessitant une sélection, le processus d'échantillonnage n'a pas été nécessaire au sein des sites antiques, à l'exception de celui des Saintes-Maries-de-la-Mer, qui se différencie par la richesse numérique et la diversité du mobilier. Cette sélection sera précisée ci-après.

Notre corpus d'étude s'organise autour de trois critères principaux qui sont : le stade de la chaîne opératoire, la chronologie et la typologie des demi-produits.

Les produits en circulation peuvent être issus de différents stades de la chaîne opératoire. Afin de mesurer la variabilité des natures de métal produites et en circulation à cette époque, nous avons sélectionné des demi-produits reflétant les différents degrés d'avancement du travail de la matière, allant de la masse brute peu compactée, à la barre aux six faces parallèles et martelées. Le corpus comporte donc six masses en cours de compactage, deux barres en cours de compactage, deux lopins, et trente barres (Figure 31). Un même site peut parfois livrer deux demi-produits issus de différents stades de la chaîne opératoire. Pour ceux découverts en contexte de production ou de forge, la comparaison entre ces deux types de produits permettra de mieux appréhender, pour un même site, l'évolution de la nature du métal au sein de la chaîne opératoire. Dans le cas de figure où ces éléments ont été découverts en lot, en contexte de circulation, la diversité des produits sera étudiée dans l'optique de comprendre à quelles attentes pouvaient répondre ces différents produits.

La nature du métal en circulation doit aussi être prise en considération en tenant compte de la chronologie. Afin d'observer d'éventuelles variations, les demi-produits que nous avons sélectionnés permettent de couvrir une période chronologique étendue, du I^{er} siècle avant notre ère au V^{ème} siècle de notre ère. Parmi ces demi-produits, ceux du Haut-Empire sont les plus

représentés numériquement, contrairement à ceux des périodes plus tardives (Bas-Empire et Antiquité tardive) qui ne comportent que quatre représentants (Figure 31). Pour le Bas-Empire et l'Antiquité tardive, seules les barres et les lopins sont représentés.

Une des questions liées au corpus d'étude est celle de la standardisation des demi-produits. Pour rappel, une récurrence morphologique a été mise en évidence parmi les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer (L. Long, D. Djaoui, et C. Rico, 2005). Elles reflètent une correspondance systématique entre forme et qualité (Pagès *et al.*, 2008). De ce fait, les barres à étudier ont été sélectionnées également en fonction de leur typologie.

Afin de développer et d'enrichir une recherche dans la suite des données acquises par Gaspard Pagès (G. Pagès, 2008), vingt-deux barres des Saintes-Maries-de-la-Mer, de différents types, ont été sélectionnées. Pour les types 1M, 1L, 2M, 4C, 4L, 6C, l'intérêt de leur étude est double. Elle permet d'apporter de nouvelles données, issues de l'analyse à l'échelle microscopique, pour ce type de barre dont la correspondance entre forme et qualité est déjà connue, mais aussi d'apporter des informations inédites sur leurs propriétés mécaniques en les soumettant à des essais de traction uniaxiale. Deux nouveaux types ont également été étudiés, il s'agit du type 7L représenté par des barres très fines et très longues et du type 8 représenté par des lopins.

Afin de déterminer si la correspondance entre forme et qualité observée sur le site des Saintes-Maries-de-la-Mer peut être généralisée à un plus grand nombre de demi-produits du Bassin méditerranéen, des barres issues d'autres sites, et dont la forme pouvait être apparentée à la typologie des Saintes-Maries-de-la-Mer ont enrichi le corpus. Dans cette même optique, un demi-produit, celui du Grésil, en Haute-Normandie et qui présente lui aussi, une forme apparentée à celle du type 2M des Saintes-Maries-de-la-Mer a été sélectionné (*cf.* chapitre II).

La standardisation inhérente aux barres des Saintes-Maries-de-la-Mer n'était sûrement pas la seule à être appliquée dans le bassin méditerranéen pour l'époque romaine et l'Antiquité tardive. Alors, pour comprendre la variabilité des formes et des normes et analyser les potentiels autres standards en circulation, une barre datée du Haut-Empire et dont la forme ne faisait référence à aucun des types connus a été sélectionnée. Deux barres datées du Bas-Empire et deux datées de l'Antiquité tardive, ont également été retenues pour étude, afin de comprendre si pour ces périodes également, la production des demi-produits est organisée autour d'une standardisation de la matière liant forme et qualité. Au cours de cette période, les demi-produits en circulation présentent-ils des formes dérivées de celles de la typologie des Saintes-Maries-de-la-Mer, ou des formes totalement différentes ?

La Figure 31 donne une vue d'ensemble de la répartition du corpus, pour chacun des sites, en fonction des trois critères principaux précédemment évoqués qui sont : la place dans la chaîne opératoire, la chronologie et la typologie. Pour chacune des périodes concernées, est indiquée la place des objets dans la chaîne opératoire, puis, pour chaque étape, le site d'appartenance et pour chaque site le nombre d'artefacts correspondant, ou étant assimilé (indiqué par une astérisque) à une forme spécifique de la typologie des Saintes-Maries-de-la-Mer.

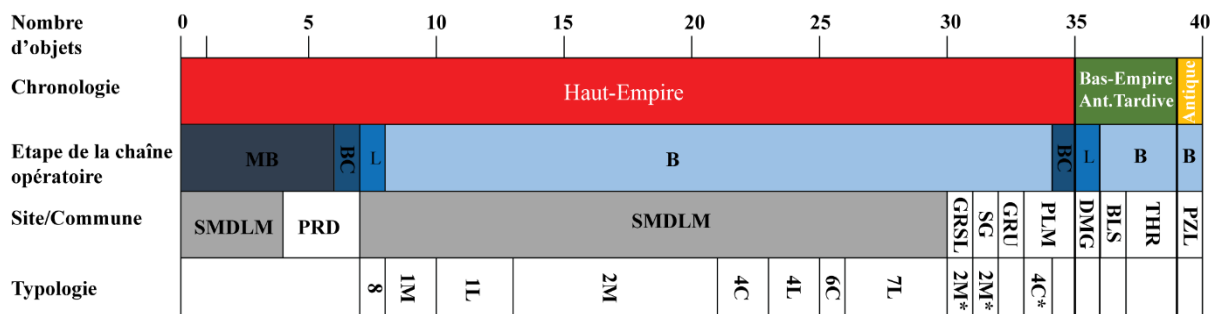


Figure 31 : Distribution du corpus en fonction de la chronologie, de la place dans la chaîne opératoire (MB : masse brute ou fragment de masse brute en cours de compactage, BC : Barre en cours de compactage, L : Lopins et B : Barres), du site d'appartenance (SMDLM : Saintes-Maries-de-la-Mer - PRD : Prades - GRSL : Orival, Le Grésil – SG : Saint-Gervais I, Fos-sur-Mer - GRU : Gruissan - DMG : Sauvian, La Domergue - THR : Els Vidrers, Thuir – BLS : Baillestavy – PLM : La Palme – PZL : La Tuilerie, Paziols) et de la typologie

L'ensemble des sites d'étude et les objets qui y sont associés sont présentés en Figure 32 et Figure 33.

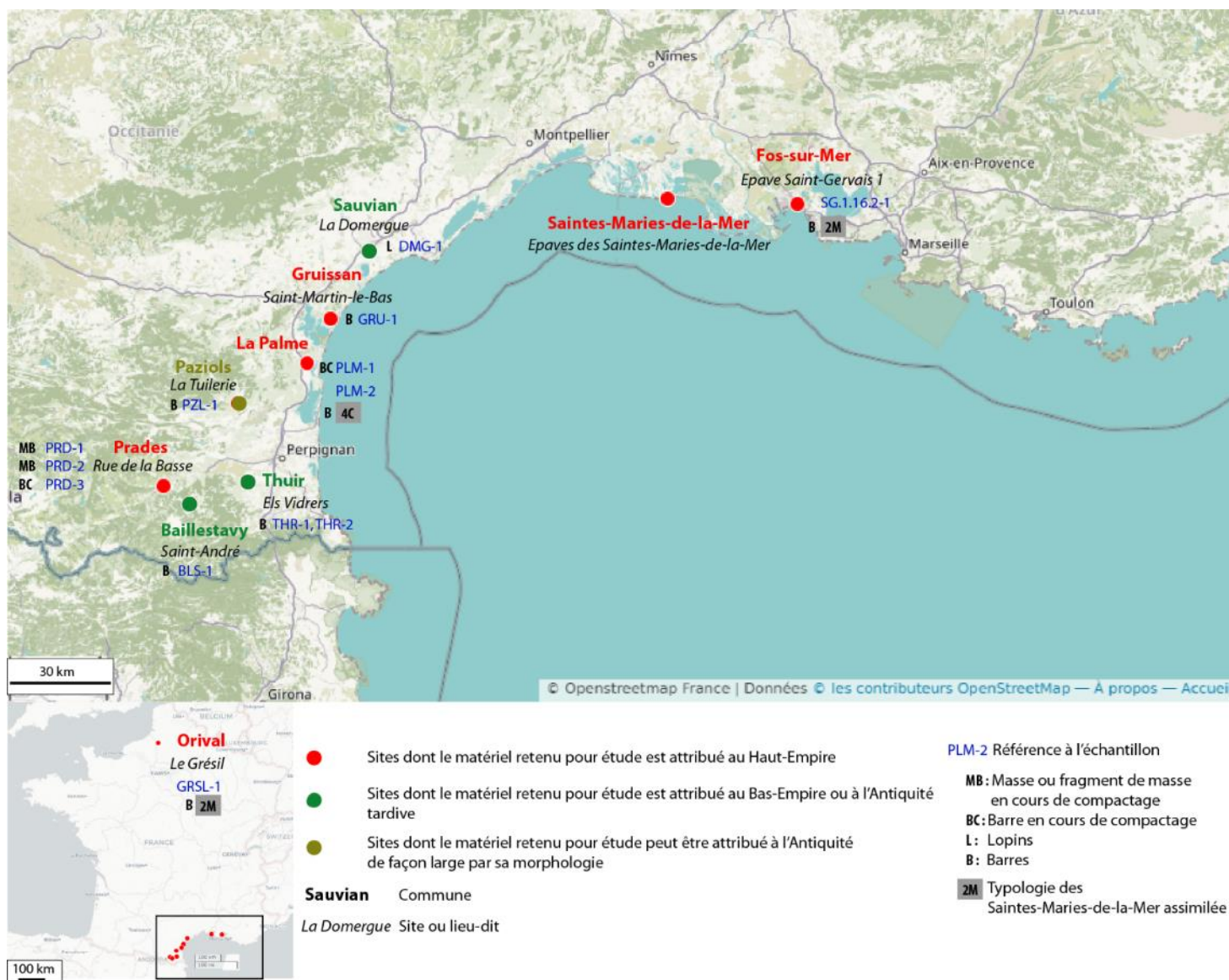


Figure 32 : Distribution des demi-produits étudiés autour du Bassin méditerranéen (et en Haute-Normandie)

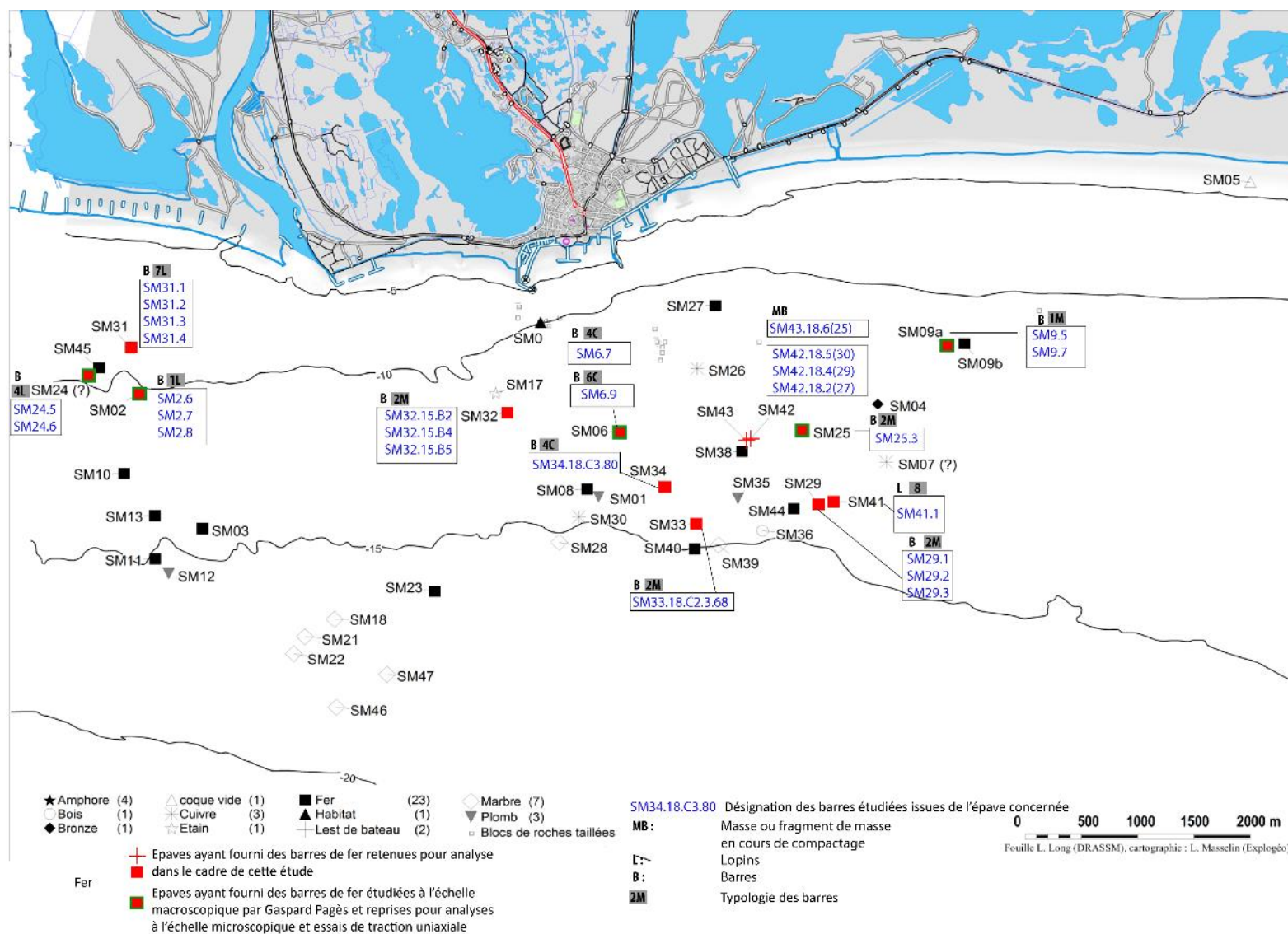


Figure 33: Localisation des différentes épaves aux Saintes-Maries-de-la-Mer et indication des épaves renfermant les barres sélectionnées pour étude, d'après une carte de L. Long et L. Masselin

L'ordre de présentation des artefacts ferreux constituant ce corpus sera celui de leur place dans la chaîne opératoire, des objets les moins mis en forme à ceux les plus martelés.

B. Le corpus

1. Les masses en cours de compactage

La découverte de masses brutes pour la période antique et donc la possibilité de leur étude, est extrêmement rare. Leur absence en contexte de circulation a longtemps laissé croire que la matière ne circulait pas sous cette forme. Les découvertes exceptionnelles des masses brutes des Saintes-Maries-de-la-Mer permettent aujourd'hui de reconsidérer la question (*cf.* chapitre II).

Les masses en cours de compactage se présentent sous la forme de masses de fer grossières relativement informes, présentant quelques aplats sur leur surface qui reflètent une première phase de martelage qui reste sommaire. Elles correspondent à l'étape consécutive à la réduction, c'est-à-dire à la mise en forme et au compactage de la masse brute de réduction. Leur étude permet donc de caractériser la matière aux tous premiers stades de la chaîne opératoire.

Six masses ont été sélectionnées pour étude. Quatre proviennent des épaves des Saintes-Maries-de-la-Mer (Bouches-du-Rhône) et deux de Prades (Pyrénées-Orientales).

a) Les masses en cours de compactage des Saintes-Maries-de-la-Mer

Les quatre masses en cours de compactage issues des Saintes-Maries-de-la-Mer proviennent de deux épaves différentes, datées du I^{er} siècle et au plus tard du II^{ème} siècle de notre ère, et qui contiennent exclusivement, et en grand nombre, ce type de matière métallique (*cf.* chapitre II, I.B.2.a). Trois proviennent de l'épave SM42 et une de l'épave SM43.

Les masses sélectionnées sont de dimensions et de masses variables (Figure 34 et Tableau 7). Leur longueur et leur largeur varient de 20 à 40 cm et leur masse de 11 à 54 kg. Pour deux d'entre elles - SM42.18.2(27) et SM42.18.4(29) - leur aspect extérieur est difficilement descriptible car leur surface est entièrement recouverte de concrétions marines. Elles se présentent sous la forme de grosses sphères plus ou moins allongées (Figure 34).

Pour les deux autres- SM.42.18.5(30) et SM43.18.6(25) - de nombreuses protubérances et cavités sont visibles à la surface, témoignant d'un état encore très brut de la matière. La masse SM43.18.6(25) est allongée et deux de ses faces semblent avoir été aplanies par martelage, tandis que la masse SM42.18.5(30) est de forme sphérique (Figure 34). Quelques traces de martelage sont visibles, par endroits, à sa surface. Leur aspect extérieur amène à penser que ces deux masses possèdent sur leur surface des traces d'un premier martelage sommaire visant à compacter légèrement les massiaux au sortir du fourneau.

Afin de pouvoir étudier la nature du métal de ces masses et dégager leur partie métallique de la concrétion entourant deux d'entre elles, un tronçon a été prélevé en leur centre à l'aide d'une scie à ruban⁶⁰. La découpe par les moyens conventionnels en laboratoire était impossible du fait de leur volume important.

⁶⁰ Les découpes ont été réalisées par l'entreprise Nicot usinage à Chilly-Mazarin (91).

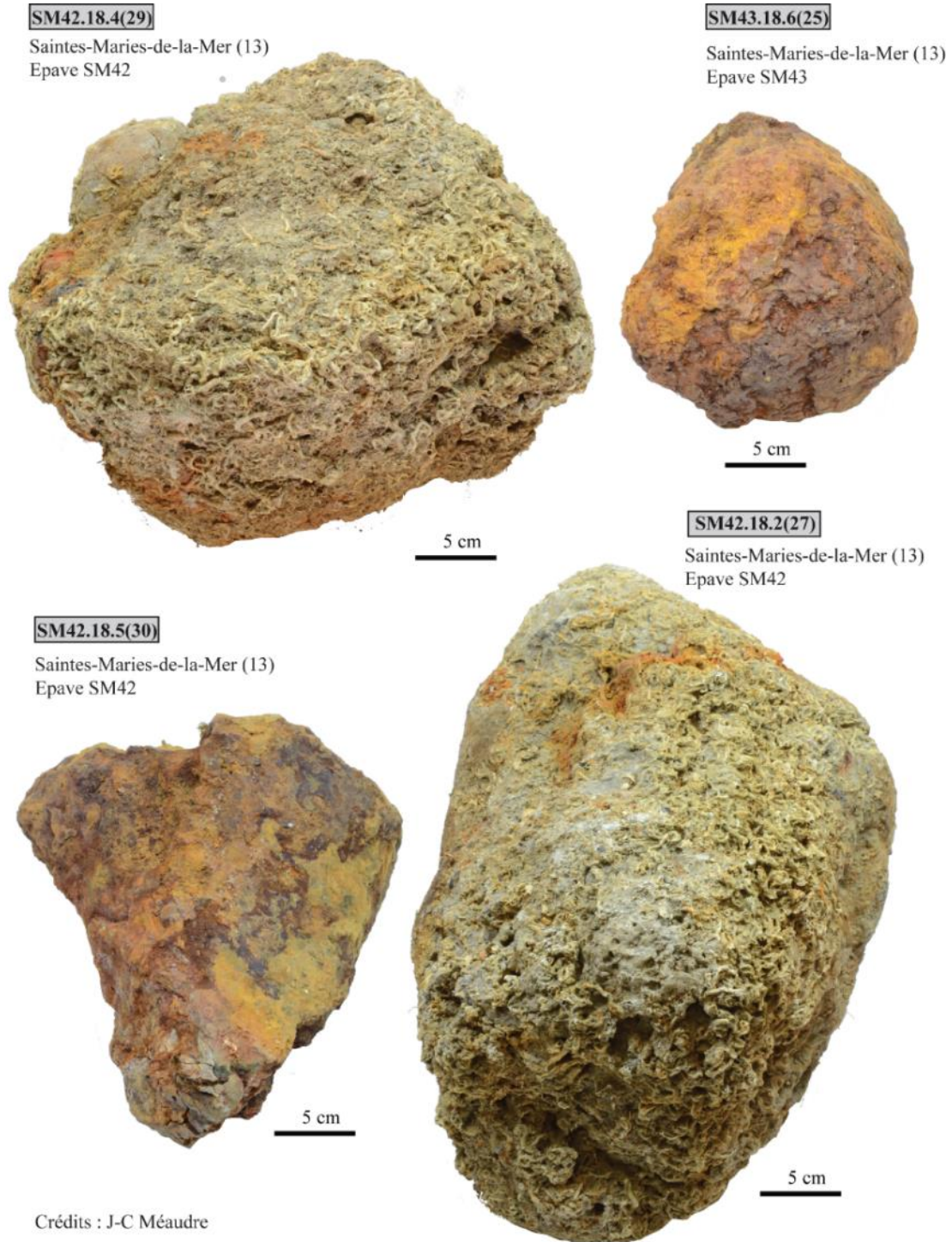


Figure 34 : Masses brutes en cours de compactage retenues pour étude métallographique, issues de l'épave SM42 et SM43 des Saintes-Maries-de-la-Mer (13)

b) Les masses en cours de compactage de Prades

Deux masses en cours de compactage ont été retrouvées, rue de la Basse, à Prades (Figure 32), dans les Pyrénées-Orientales. Elles sont issues de l'unité stratigraphique 73, et

attribuée au dernier quart du I^{er} siècle de notre ère ou au courant du II^{ème} siècle de notre ère (*cf.* chapitre II, §I.B.1).

Ces masses sont de plus faibles dimensions que celles des Saintes-Maries-de-la-Mer, leur longueur et leur largeur n'excèdent pas 10 cm et leur masse, également plus faible, est de 1,5 kg. De façon générale, les deux masses sont relativement informes. Les surfaces sont irrégulières et leur lecture est rendue complexe par la couche d'oxydes et de concrétions les englobant. Une étape préliminaire de sablage a été effectuée pour remédier à ce problème. Il est indéniable que ces masses portent les traces d'un martelage ayant déjà débuté. La masse PRD-1 possède trois faces martelées. L'une est particulièrement lisse et plane (Figure 35). Au vu de l'aspect extérieur, il semblerait que cette masse ait été repliée sur elle-même et que la zone du repli ait ensuite été martelée. La masse PRD-2 semble avoir été moins martelée. Elle possède seulement deux faces planes, les autres sont irrégulières. Considérant leur faible masse et leur aspect extérieur présentant des traces de martelage, ce sont des fragments de masse brute en cours de compactage et non pas des masses brutes entières. Il est intéressant de remarquer que ces deux fragments possèdent des dimensions et des masses très similaires.

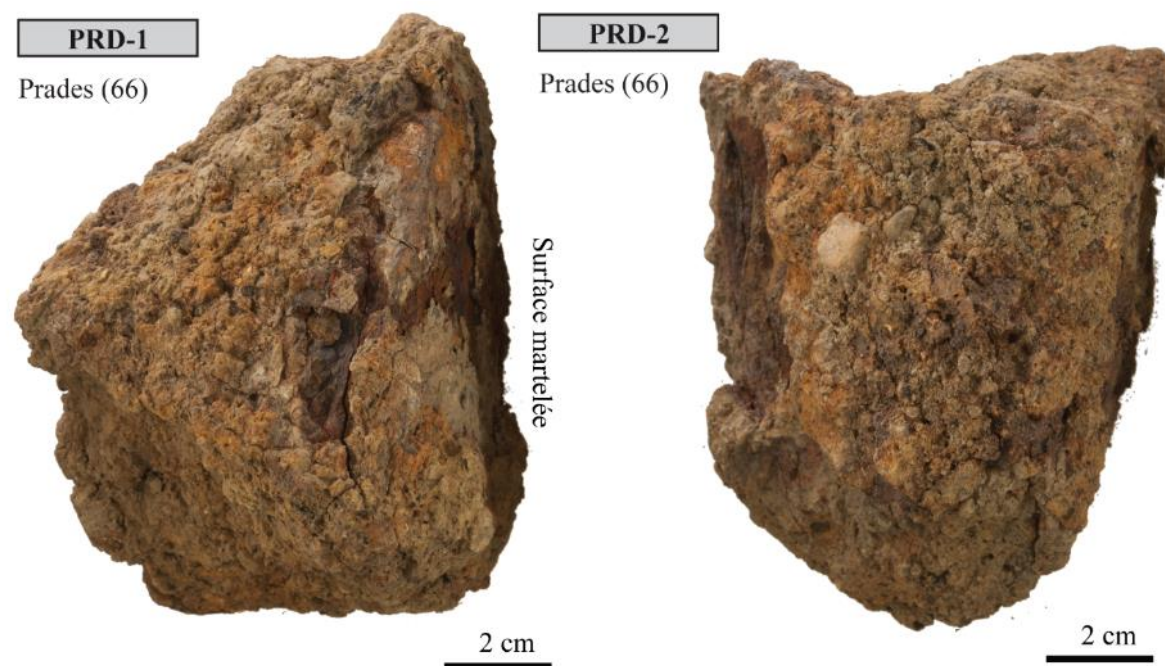


Figure 35 : Masses en cours de compactage issues de la rue de la Basse, à Prades

Tableau 7: Caractéristiques métrologiques des masses en cours de compactage étudiées

Référence	Site/Lieu-dit	Commune	Contexte	Chronologie	L(mm)	l(mm)	e(mm)	m(kg)
SM43.18.6(25)	Saintes-Maries-de-la-Mer Epave 43	Saintes-Maries-de-la-Mer (13)	Circulation	I ^{er} – II ^{ème} siècle de notre ère	210	180	190	11
SM42.18.5(30)	Saintes-Maries-de-la-Mer Epave 42	Saintes-Maries-de-la-Mer (13)	Circulation	I ^{er} – II ^{ème} siècle de notre ère	360	220	160	16
SM42.18.4(29) ⁶¹					370	300	270	35
SM42.18.2(27)					410	300	320	54
PRD-1	Prades, rue de la Basse	Prades (66)	Stockage	Fin du I ^{er} siècle de notre ère. Début du II ^{ème} siècle de notre ère	100	80	90	1,5
PRD-2					110	80	60	1,6

⁶¹ Pour les masses SM42.18.4(29) et SM42.18.2(27), les prises de mesure ont été réalisées avant dégagement de la concrétion

2. Les barres en cours de compactage

La chaîne opératoire n'est pas linéaire. Elle peut être morcelée dans l'espace et dans le temps (P. Fluzin *et al.*, 2011). A chaque rupture de la chaîne, entre l'étape de réduction aboutissant à la masse brute et les étapes de forge donnant un demi-produit mis en forme, se trouvent des demi-produits dont les formes peuvent être très variables en fonction du degré de mise en forme (*cf.* chapitre I). La barre en cours de compactage découverte à la Palme, dans l'Aude et celle de Prades (Figure 32), dans les Pyrénées-Orientales sont des preuves de l'existence de ces produits intermédiaires. La barre de la Palme atteste qu'ils étaient amenés à circuler.

a) La barre en cours de compactage de la Palme

Cette barre (PLM-1) est une découverte fortuite faisant suite à l'arrachage de vignes, en bordure de route, sur l'ancienne voie domitienne. Elle est attribuée au Haut-Empire (*cf.* chapitre II, §I.A.3.b).

Le produit PLM-1 se présente sous la forme d'une « galette » de 20 cm de long et de 8 cm de large. Elle est aplatie, son épaisseur ne dépasse pas 4 cm. Ses deux faces les plus larges sont martelées et convexes (Figure 36). Une des extrémités est aussi martelée mais présente encore quelques irrégularités de surface. Les autres faces et la dernière extrémité n'ont pas été mises en forme et sont encore très irrégulières. L'aspect extérieur de cette barre la place donc à un stade de mise en forme intermédiaire, étant issue d'une étape de compactage et de mise en forme plus aboutie que celle inhérente aux masses ou aux fragments de masses en cours de compactage, mais moins aboutie que celle relative aux barres aux six faces martelées qui vont être décrites par la suite.



Figure 36 : Barre en cours de compactage de la Palme

b) La barre en cours de compactage de Prades

Cette barre (PRD-3) a été retrouvée, rue de la Basse, à Prades, dans les Pyrénées-Orientales, au même titre que les deux masses en cours de compactage mentionnées au paragraphe B.1.b (*cf. supra*). Elle est issue de l'unité stratigraphique 69 et est également datée du Haut-Empire (*cf. chapitre II, §I.B.1*).

Sa longueur est de l'ordre de 14 cm, sa largeur et son épaisseur sont respectivement de 4 et 3,5 cm. Sa surface est fortement recouverte de corrosion, mais, après dégagement à la sableuse, elle laisse tout de même entrevoir que ses faces ont été martelées (Figure 37). Une des extrémités paraît avoir été tranchée à chaud. Contrairement aux autres barres de ce corpus, décrites par la suite, elle ne présente pas de surfaces aussi lisses et des arrêtes aussi franches. Elle est donc un exemple de ces demi-produits intermédiaires entre masses en cours de compactage et demi-produits mis en forme. En comparaison à la barre en cours de compactage de la Palme, elle semble issue d'un stade plus avancé dans la chaîne opératoire car toutes ses faces sont martelées.



Figure 37 : Barre en cours de compactage retrouvée Rue de la Basse, à Prades (66)

Tableau 8 : Caractéristiques métrologiques des barres en cours de compactage étudiées

Référence	Site/Lieu-dit	Commune	Département	Contexte	Chronologie	L (mm)	l (mm)	e (mm)	m (kg)
PLM-1	La Palme	La Palme	Aude	Circulation/stockage, bord de route	Haut Empire	205	80	40	2,5
PRD-3	Prades, rue de la Basse	Prades	Pyrénées-Orientales	Stockage	Fin du I ^{er} siècle de notre ère - Début du II ^{ème} siècle de notre ère	140	40	35	1,4

3. Les lopins

Les lopins sont des courts blocs de forme relativement circulaire, présentant deux faces parallèles martelées. Deux artefacts correspondant à cette définition, ont été retenus pour étude. Cette dernière doit permettre de préciser la spécificité de cette forme, plus grossière que celles des barres. Sous-entend-elle forcément une qualité inclusionnaire plus basse? Ces lopins sont-ils propres à l'emploi, ou nécessitent-ils une phase d'épuration supplémentaire afin de pouvoir être transformés en objets finis ?

a) Les lopins des Saintes-Maries-de-la-Mer

Le premier lopin retenu (SM41.1) est issu de l'épave SM41 des Saintes-Maries-de-la-Mer (13), datée du I^{er} siècle de notre ère. Il fait partie d'un lot de plusieurs lopins du même type retrouvés dans un tonneau de cette épave (*cf.* chapitre II §I.B.2.a).

Ce lopin, comme ses homologues, se présente sous la forme d'un bloc relativement circulaire et présente deux faces parallèles planes. Toutefois, deux dépressions sont visibles sur la tranche gauche gâchant sa circularité (Figure 38- gauche). Cette forme définit la forme 8 de la classification établie par Luc Long. Ce lopin n'est pas estampillé contrairement à certains autres contenus dans ce tonneau.

Aucun lopin de ce type n'a encore été étudié en métallographie, son analyse est totalement inédite.

b) Le lopin de la Domergue

Le second lopin retenu pour étude a été retrouvé, dans la villa de la Domergue à Sauvian, dans l'Hérault. Il est daté du V^{ème} siècle de notre ère (*cf.* chapitre II §I.B.3) Ce lopin était le seul de ce type sur le site.

Sa morphologie le place à la limite entre le lopin et la barre. En effet, il se présente sous la forme d'un parallélépipède, aux six faces relativement planes, mais les angles de ses arêtes sont émoussés, lui donnant un aspect légèrement arrondi (Figure 38-droite). De ce fait, nous avons choisi de le placer dans la catégorie des lopins. L'une de ses faces est concave tandis que l'autre est convexe. Des dépressions ont été remarquées sur la surface concave. Il ne présente pas de traces de découpe.

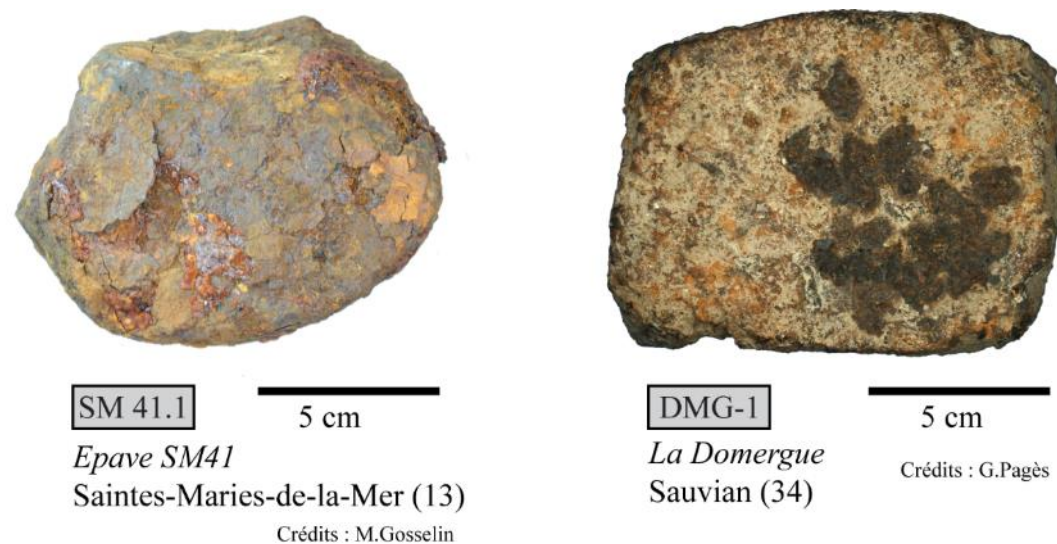


Figure 38 : Clichés des deux lopins étudiés issus pour l'un de l'épave SM41.1 des Saintes-Maries-de-la-Mer, Bouches-du-Rhône et pour l'autre de la villa de la Domergue, Sauvian, Hérault

Tableau 9 : Caractéristiques métrologiques des lopins étudiés

Référence	Site/Lieu-dit	Commune	Contexte	Chronologie	L (mm)	l (mm)	e (mm)	m (kg)
SM41.1	Saintes-Maries-de-la-Mer, épave 41	Saintes-Maries-de-la-Mer (13)	Circulation	I ^{er} siècle de notre ère	105	85	40	1,6
DMG-1	La Domergue	Sauvian (34)	Forge	V ^{ème} siècle de notre ère	113	84	38	1,9

4. Les barres

Les barres sont présentées par typologie et par ordre chronologique, de la fin de la République à la fin de l'Antiquité tardive. La première partie regroupe les barres issues des épaves des Saintes-Maries-de-la-Mer et d'autres barres du Haut-Empire, issues d'autres sites, et dont la typologie est apparentée à celle des Saintes-Maries-de-la-Mer. La seconde partie questionne la variabilité des formes vis-à-vis de la typologie des Saintes-Maries-de-la-Mer pour le Haut-Empire et l'évolution des standards pour le Bas-Empire et l'Antiquité tardive au travers de la présentation inédite de cinq barres.

a) Les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer et les barres de typologie apparentée

i) Les barres de type 7L des Saintes-Maries-de-la-Mer

Au fond de la cale d'une unique épave, la SM31 (Figure 33), et dont le naufrage est estimé aux alentours du I^{er} siècle de notre ère, ont été retrouvées des vergettes représentant le type 7L de la classification établie par Luc Long (*cf.* chapitre I, §II.B.2.b).

Ce type est représenté par des barres anépigraphes très allongées, pouvant atteindre 1,50 m de long, et très fines, de section 12 x 15 mm, ce qui le différencie grandement des autres types de barres des Saintes-Maries-de-la-Mer (Figure 40). Au sortir de l'eau, ces vergettes présentaient des traces de martelage sur deux faces opposées (L. Long, communication personnelle), qui ne sont plus visibles aujourd'hui, du fait de leur très mauvais état de conservation. La finesse de ces éléments métalliques a rendu leur analyse complexe. Une première tentative a consisté à fraiser la surface de la barre sur toute une longueur pour permettre une analyse complète. Cependant, cette technique s'est avérée chronophage et finalement difficile à mettre en œuvre sur un corpus numériquement important, car les surfaces étaient trop irrégulières. De ce fait, seules cinq vergettes, dont les caractéristiques sont rassemblées dans le Tableau 10, ont été sélectionnées pour étude. L'étude de barres de ce type est totalement inédite.

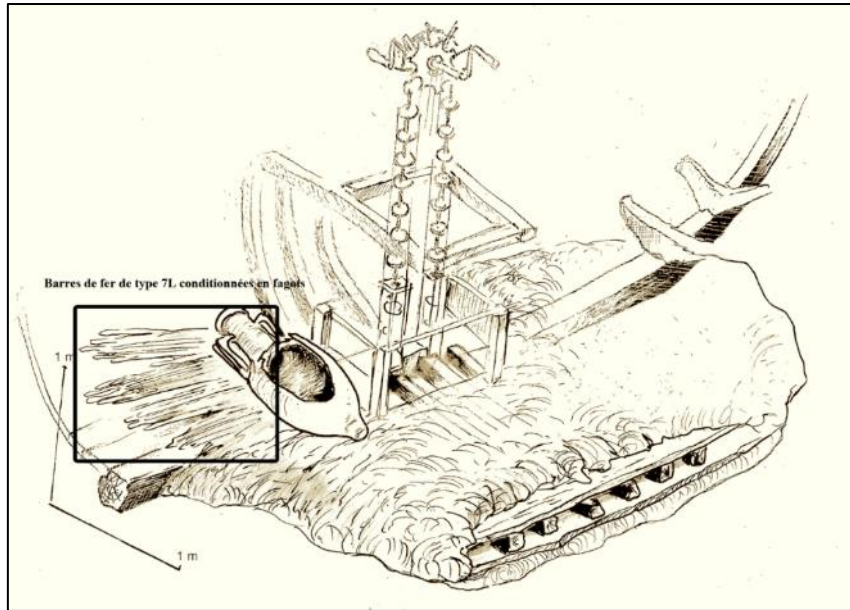


Figure 39 : Epave SM31 - Restitution du puits de l'archipompe conservé dans les concrétions du chargement de barres de fer (dessin : L.Long,2015)

Tableau 10 : Caractéristiques métrologiques des barres 7L des Saintes-Maries-de-la-Mer retenues pour étude

Référence	Site/Lieu-dit	Commune	Département	Contexte	Chronologie	L(mm)	l(mm)	e(mm)	m(g)	Typologie
SM31.1	Saintes-Maries-de-la-Mer Epave 31	Saintes-Maries-de-la-Mer	Bouches-du-Rhône	Circulation	I ^{er} siècle de notre ère	930	23	20	610	7L
SM31.2	Saintes-Maries-de-la-Mer Epave 31	Saintes-Maries-de-la-Mer	Bouches-du-Rhône	Circulation	I ^{er} siècle de notre ère	820	14	12	415	
SM31.3	Saintes-Maries-de-la-Mer Epave 31	Saintes-Maries-de-la-Mer	Bouches-du-Rhône	Circulation	I ^{er} siècle de notre ère	713	15	12	220	
SM31.4	Saintes-Maries-de-la-Mer Epave 31	Saintes-Maries-de-la-Mer	Bouches-du-Rhône	Circulation	I ^{er} siècle de notre ère	800	18	12	385	
SM31.5	Saintes-Maries-de-la-Mer Epave 31	Saintes-Maries-de-la-Mer	Bouches-du-Rhône	Circulation	I ^{er} siècle de notre ère	1050	23	17	705	

Epave SM31
Saintes-Maries-de-la-Mer (13)



Figure 40 : Barres de type 7L de l'épave SM31 des Saintes-Maries-de-la-Mer

Pour toutes les barres de type 1M, 1L, 4L, 6C, et quelques barres du type 4C et 2M, qui seront présentées par la suite, la logique de sélection est légèrement différente des autres barres du corpus. En effet, nous rappelons qu'au-delà de l'apport de nouvelles données, issues de l'analyse à l'échelle microscopique, elles permettent d'apporter des informations inédites sur leurs propriétés mécaniques. De ce fait, la sélection⁶² de ces barres s'est donc avant tout basée sur leur gabarit, afin de pouvoir extraire des éprouvettes nécessaires aux essais de traction, et sur la nature du métal qui les compose afin d'établir des relations entre structures et propriétés pour ces matériaux hétérogènes. Pour satisfaire ce dernier point, les barres ont été choisies parmi les échantillons ayant déjà fait l'objet d'une étude à l'échelle macroscopique⁶³ par Gaspard Pagès (Pagès, 2008, vol. Annexes).

ii) Les barres de type 1M des Saintes-Maries-de-la-Mer

Les barres de type 1M sont des barres de section rectangulaire, définies par une largeur de 40 mm (+/- 5) et une épaisseur de 20 mm (+/- 5). Leur longueur est comprise entre 50 et 60 cm et leur masse peut varier entre 2,5 et 4,2 kg. Les quatre faces et les extrémités sont martelées jusqu'à l'obtention de surfaces parfaitement planes (Long *et al.*, 2005; Pagès, 2008, vol. Annexes, p.203). Les deux barres sélectionnées pour ce type répondent à ces caractéristiques. Elles proviennent toutes deux de l'épave SM9 (Figure 33).

Tableau 11 : Caractéristiques métrologiques des barres 1M des Saintes-Maries-de-la-Mer retenues pour étude

Référence	Site/Lieu-dit	L(mm)	l(mm)	e(mm)	m(kg)	Typologie
SM9.5	Saintes-Maries-de-la-Mer, Epave 9	665	47	25	3,7	1M
SM9.7		540	44	26	2,5	

iii) Les barres de type 1L des Saintes-Maries-de-la-Mer

Les barres de type 1L sont des barres très allongées dont la longueur peut varier entre 75 et 140 cm. Leur section est rectangulaire et généralement définie par une largeur de 40 mm (+/- 5) et une épaisseur de 20 mm (+/- 5). Les faces sont toutes martelées jusqu'à devenir planes et les extrémités sont mises en forme (L. Long, D. Djaoui, et C. Rico, 2005). Les trois barres retenues pour étude sont issues de l'épave 2. Elles répondent toutes trois aux caractéristiques morphologiques et métrologiques précédemment décrites. Les barres SM2.7 et SM2.6 sont

⁶² La méthodologie de sélection de ces barres sera davantage détaillée dans le chapitre IV.

⁶³ Pour ces barres, l'étude à l'échelle microscopique n'avait pas été réalisée dans le cadre des travaux de thèse de Gaspard Pagès.

fortement corrodées à une extrémité. Les barres SM2.6 et SM2.8 présentent à une de leur extrémité la même estampille dont le motif, répété deux fois, est un timbre rond et un cartouche rectangulaire sans aucune inscription visible (Pagès, 2008, vol. Annexes, p.214).

Tableau 12 : Caractéristiques métrologiques des barres 1L des Saintes-Maries-de-la-Mer retenues pour étude

Référence	Site/Lieu-dit	L(mm)	l(mm)	e(mm)	m(kg)	Typologie
SM2.6	Saintes-Maries-de-la-Mer, Epave 2	971	39	15	3,7	1L
SM2.7		1075	39	13	4,5	
SM2.8		1065	38	17	4,2	

iv) Les barres de type 4L des Saintes-Maries-de-la-Mer

Les barres de type 4L sont les plus massives de la classification. Elles sont très longues (entre 80 et 190 cm) et leur section rectangulaire est également plus importante que pour les autres types. La largeur est de 6 cm (+/- 1) et l'épaisseur de 5 cm (+/- 1). Les quatre faces et les extrémités sont martelées jusqu'à obtention d'une surface plane (L. Long, D. Djaoui, et C. Rico, 2005). Deux barres, issues de l'épave SM24, ont été sélectionnées. Elles ne présentent pas de particularité notable vis-à-vis de la description qui vient d'être faite pour les barres de type 4L à l'exception de la présence d'une estampille composée d'un timbre circulaire encadré de deux timbres rectangulaires. Une des extrémités de la barre SM24.6 est manquante suite à l'action prononcée de la corrosion (Pagès, 2008, vol. Annexes, p.256).

Tableau 13 : Caractéristiques métrologiques des barres 4L des Saintes-Maries-de-la-Mer retenues pour étude

Référence	Site/Lieu-dit	L(mm)	l(mm)	e(mm)	m(kg)	Typologie
SM24.5	Saintes-Maries-de-la-Mer, Epave 24	1352	47	36	13,9	4L
SM24.6		1015	53	29	9,5	

v) Les barres de type 6C des Saintes-Maries-de-la-Mer

Les barres de type 6C sont des barres très courtes, de longueur comprise entre 27 et 33 cm. Leur largeur est de 10 cm (+/- 1) et leur longueur de 4 cm (+/- 1), ce qui leur donne un aspect aplati. La section est donc rectangulaire mais les angles sont généralement arrondis. Toutes les faces sont mises en forme (L. Long, D. Djaoui, et C. Rico, 2005).

Une barre répondant à ces caractéristiques a été sélectionnée. Il s'agit de la barre SM6.9, de l'épave SM6. Cette barre est très fortement corrodée et la lecture de son état de surface est complexe (Pagès, 2008, vol. Annexes, p.261).

Tableau 14 : Caractéristiques métrologiques des barres 6C des Saintes-Maries-de-la-Mer retenues pour étude

Référence	Site/Lieu-dit	L(mm)	l(mm)	e(mm)	m(kg)	Typologie
SM6.9	Saintes-Maries-de-la-Mer, Epave 6	280	115	40	4,9	6C

vi) Les barres de type 2M des Saintes-Maries-de-la-Mer et les barres de type assimilé 2M

(a) Les barres de type 2M des Saintes-Maries-de-la-Mer

Comme indiqué au chapitre II, les barres de type 2M sont des barres allongées, de section plus ou moins carrée, définies par une largeur de 35 mm (+/- 5) et une épaisseur de 25 mm (+/- 5). Leur longueur est comprise entre 400 et 710 mm et leur masse peut varier entre 1,5 et 5 kg (Tableau 3). Les quatre faces sont martelées jusqu'à l'obtention de surfaces parfaitement planes. Les extrémités quant à elles ne sont pas martelées (L. Long, D. Djaoui, et C. Rico, 2005). Les barres de type 2M retenues pour étude proviennent de trois épaves dont les demi-produits n'avaient pas encore été étudiés. Il s'agit de trois barres issues de l'épave SM29 échouée au I^{er} siècle de notre ère, trois de l'épave SM32 et une de l'épave SM33 toutes deux échouées entre le I^{er} siècle avant notre ère et le I^{er} siècle de notre ère (Figure 33). Une des barres de type 2M a été retenue pour étude métallographique et essai de traction. Elle suit la logique de sélection inhérente à ces barres soumises à ce type d'essai (*cf. supra* et chapitre IV). Cette barre est la barre SM25.3, issue de l'épave SM25.

Les barres que nous avons sélectionnées ne présentent pas de particularités notables par rapport à la morphologie générale relative à ce type de barre (Figure 41). Cependant, l'état de corrosion, souvent très avancé, a rendu la prise de mesures difficile et a pu engendrer une surévaluation des dimensions, les surfaces ayant localement gonflé ou éclaté. L'aspect extérieur reste toutefois suffisamment correct pour affirmer qu'aucune d'entre elles ne porte la marque d'une estampille.

(b) La barre de Fos-sur-Mer

La barre de Fos-sur-Mer (13) est issue de l'épave Saint-Gervais 1 (Figure 32) dont le naufrage est daté du II^{ème} siècle de notre ère. Elle s'inscrit dans un contexte spatial et chronologique similaire à celui des barres des épaves des Saintes-Maries-de-la-Mer (*cf.* chapitre II, §I.B.2.a).

Elle se présente sous la forme d'une barre de 54 cm de longueur et de section 40 x 25 mm (Tableau 16). Cette barre avait déjà été usinée au préalable par Luc Long. De ce fait, son épaisseur est sous-évaluée mais la bibliographie indique que l'épave de Saint-Gervais 1 était chargée de barres dont les dimensions s'inscrivaient parfaitement dans les dimensions caractérisant le type 2M (L. Monguilan, 1987). Sur les faces non usinées, la corrosion est importante et a entraîné l'éclatement des surfaces dégradant l'état de surface originel. Ainsi, aucune estampille n'a pu, si elle était présente, être repérée. Un bloc de concrétion marine entoure une des extrémités de la barre (Figure 41).

(c) La barre d'Orival

La barre d'Orival provient de la villa gallo-romaine du Grésil (Figure 32), située en Seine-Maritime (76) (*cf.* chapitre II, §I.B.4). Elle a été découverte dans le secteur 5, au niveau de l'unité stratigraphique 501 (J. Spiesser, 2014) et est datée de la seconde moitié du II^{ème} siècle de notre ère.

Elle se présente sous la forme d'une barre courte de 10 cm de long et de section quadrangulaire 33 x 21 mm (Tableau 16). Quatre faces sont planes suite à une phase de martelage. La barre est légèrement recourbée dans sa longueur. Une des extrémités semble avoir été tranchée, l'autre présente un surplus de matière dans sa partie centrale, formant une petite pointe arrondie (Figure 41). Il pourrait donc s'agir d'un fragment de barre. L'état de conservation de la barre est correct et permet une bonne lecture des surfaces.



Figure 41 : Exemples de barre de type 2M des Saintes-Maries-de-la-Mer et des barres de typologie assimilée 2M de Saint-Gervais I (Fos-sur-Mer) et de la villa du Grésil (Orival)

Tableau 15 : Caractéristiques métrologiques des barres 2M des Saintes-Maries-de-la-Mer retenues pour étude

Référence	Site/Lieu-dit	Commune	Département	Contexte	Chronologie	L(mm)	l(mm)	e(mm)	m(kg)	Typologie
SM29.A	Saintes-Maries-de-la-Mer Epave 29	Saintes-Maries-de-la-Mer	Bouches-du-Rhône	Circulation	I ^{er} siècle de notre ère	515	40	40	2,6	2M
SM9.B	Saintes-Maries-de-la-Mer Epave 29	Saintes-Maries-de-la-Mer	Bouches-du-Rhône	Circulation		510	40	35	2,0	
SM29.C	Saintes-Maries-de-la-Mer Epave 29	Saintes-Maries-de-la-Mer	Bouches-du-Rhône	Circulation		472	40	40	2,4	
SM32.15.B2	Saintes-Maries-de-la-Mer Epave 32	Saintes-Maries-de-la-Mer	Bouches-du-Rhône	Circulation	I ^{er} siècle avant notre ère - I ^{er} siècle de notre ère	512	40	35	2,6	
SM32.15.B4	Saintes-Maries-de-la-Mer Epave 32	Saintes-Maries-de-la-Mer	Bouches-du-Rhône	Circulation		495	35	30	1,8	
SM32.15.B5	Saintes-Maries-de-la-Mer Epave 32	Saintes-Maries-de-la-Mer	Bouches-du-Rhône	Circulation		500	45	40	3,0	
SM33.18.C2.3.68	Saintes-Maries-de-la-Mer Epave 33	Saintes-Maries-de-la-Mer	Bouches-du-Rhône	Circulation		680	25	25	1,7	
SM25.3	Saintes-Maries-de-la-Mer Epave 33	Saintes-Maries-de-la-Mer	Bouches-du-Rhône	Circulation		626	32	32	4,5	
						400- 710	30 à 40	20 à 30	1,5 à 5	Type 2M⁶⁴

Tableau 16 : Caractéristiques métrologiques des barres de typologie apparentée 2M retenues pour étude

Référence	Site/Lieu-dit	Commune	Département	Contexte	Chronologie	L(mm)	L(mm)	e(mm)	m(g)	Typologie apparentée
SG.1.16.2-1	Epave de Saint-Gervais	Fos-sur-Mer	Bouches-du-Rhône	Circulation	I ^{er} siècle de notre ère	540	40	>25 ⁶⁵	/	2M
GRSL-1	La villa du Grésil	Orival	Seine-Maritime		Seconde moitié du II ^{ème} siècle de notre ère	101	33	21	374	

⁶⁴ D'après la typologie établie par Luc Long pour les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer

⁶⁵ Cette barre était déjà découpée dans sa longueur avant notre étude, nous ne disposons donc pas des données exactes concernant la masse et l'épaisseur.

vii) Les barres de type 4C des Saintes-Maries-de-la-Mer et les barres de type assimilé 4C

(a) Les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer

Les barres de type 4C se présentent sous la forme de barres massives relativement courtes, de longueur comprise entre 20 et 30 cm et de section rectangulaire. Leur largeur varie de 45 mm à 75 mm et leur épaisseur de 45 à 65 mm. Leur masse est comprise entre 2 et 7 kg (Tableau 17). Les quatre faces et les extrémités sont mises en forme par martelage pour obtenir une surface plane (L. Long, D. Djaoui, et C. Rico, 2005). La barre retenue pour étude provient de l'épave SM34 (Figure 33), dont les demi-produits qui en sont issus n'ont encore fait l'objet d'aucune étude (*cf.* chapitre II, §I.B.2). Elle possède une largeur et une épaisseur qui la placent parmi les plus petits représentants de cette forme. Elle présente, par rapport aux autres barres de ce type, un niveau de corrosion très avancé (Figure 42). Ainsi, une seule face a conservé une surface lisse et plane, les autres se délitent et sont creusées sous l'effet de la corrosion. Une des extrémités est particulièrement endommagée, probablement suite à une corrosion différenciée. Le mauvais état de conservation n'a pas permis de constater la présence d'une estampille sur cette barre comme il est parfois possible d'en rencontrer pour certaines barres du type 4C. Une des barres de type 4C a été retenue pour étude métallographique et essai de traction. Il s'agit de la barre SM6.7. Elle suit la logique de sélection inhérente à ces barres soumis à ce type d'analyses (*cf. supra*). Cette barre est issue de l'épave SM6 (Figure 33).

(b) La barre de La Palme

La barre de la Palme est issue de la même découverte fortuite dans l'Aude, en bordure de l'ancienne voie domitienne, que la barre en cours de compactage décrite en partie B.2.a (*cf. supra*).

Elle se présente sous la forme d'une barre métallique massive de 10,4 kg, de 29 cm de longueur, de section rectangulaire (66 x 76 mm), et présentant six faces planes martelées (Figure 42). Les extrémités sont, elles aussi, mises en forme par martelage. La partie centrale de la barre est légèrement plus épaisse que ses extrémités. Cette barre est extrêmement bien conservée, ce qui facilite la lecture des surfaces. Elle présente donc des dimensions et une morphologie qui l'apparentent à une barre de type 4C de la typologie des Saintes-Maries-de-la-Mer. Pour rappel, il s'agit du seul exemplaire de ce type découvert en circulation en contexte terrestre.

En plus de sa forme, cette barre est pertinente car elle possède un poinçon circulaire sans inscription, de diamètre 8 mm, qui est centré sur la face la plus large, proche d'une extrémité.

Les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer de type 4C présentent souvent des estampilles sous forme de timbres rectangulaires associés à un poinçon circulaire, indiquant l'origine de l'atelier duquel elles sont issues (M.-P. Coustures *et al.*, 2006). Ces timbres et ces poinçons se situent au centre de la barre. La barre de la Palme ne présente pas ce type de configuration. Le poinçon a été observé seul, aucune estampille n'a été apposée sur ce demi-produit. Quel est donc le rôle particulier de ce poinçon sur cette barre ? Renseigne-t-il lui aussi de l'atelier de fabrication dont la barre est issue ? Indique-t-il au même titre que la forme de la barre, la nature du métal qu'il renferme ? Atteste-t-il d'un contrôle commercial en marquant un point de passage ? Ce poinçon sera à rapprocher du poinçon observé sur la barre de Saint-Martin-le-Bas à Gruissan, en contexte portuaire.



Figure 42 : Barre de type 4C des Saintes-Maries-de-la-Mer et barre de typologie assimilée 4C de la Palme

Tableau 17: Caractéristiques métrologiques des barres 4C des Saintes-Maries-de-la-Mer retenues pour étude

Référence	Site/Lieu-dit	Commune	Département	Contexte	Chronologie	L(mm)	l(mm)	e(mm)	m(kg)	Typologie
SM34.18.C3.80	Saintes-Maries-de-la-Mer Epave 34	Saintes-Maries-de-la-Mer	Bouches-du-Rhône	Circulation		245	45	40	2,1	4C
SM6.7	Saintes-Maries-de-la-Mer Epave 6	Saintes-Maries-de-la-Mer	Bouches-du-Rhône	Circulation		264	63	43	3,8	4C
						200-300	45-75	35-65	2,0-7,0	Type 4C⁶⁶

Tableau 18 : Caractéristiques métrologiques des barres de typologie apparentée 4C retenues pour étude

Référence	Site/Lieu-dit	Commune	Département	Contexte	Chronologie	L(mm)	l(mm)	e(mm)	m(kg)	Typologie apparentée
PLM-2	La Palme	La Palme	Aude	Circulation	Haut-Empire	292	66	76	10,4	4C

⁶⁶ D'après la typologie établie par Luc Long pour les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer

b) Variabilité des formes et adaptabilité des normes vis-à-vis de la typologie des Saintes-Maries-de-la-Mer

i) La barre de Gruissan

Une barre, sans typologie apparentée aux Saintes-Maries-de-la-Mer, a été découverte dans l'établissement littoral antique de Saint-Martin-le-Bas à Gruissan, dans l'Aude (G. Duperron et F. Bigot, 2019). Cette barre est issue de l'unité stratigraphique 1604⁶⁷, comportant du matériel daté de la fin du règne de Tibère, vers 15-25 de notre ère (*cf.* chapitre II, §B.2.a). Elle est donc contemporaine des barres des Saintes-Maries-de-la-Mer.

Initialement englobée sous une couche de concrétion, la barre présente, après dégagement, un état de conservation suffisamment correct pour en définir les surfaces. Contrairement à ce qui aurait pu être pensé avant dégagement, la barre ne s'apparente pas au type 2M des Saintes-Maries-de-la-Mer. Elle se présente sous la forme d'une barre de 23 cm de long et de section rectangulaire très aplatie (30x10 mm) s'amincissant dans sa longueur (Figure 43). Aucune trace de découpe n'est visible sur cette barre qui semble donc entière. Particularité notable, elle présente un poinçon circulaire d'un centimètre de diamètre centré sur une de ses faces les plus larges, à 2,5 cm d'une des extrémités.

Cette barre ne relève d'aucune forme connue se rattachant à la typologie des Saintes-Maries-de-la-Mer. Ainsi, dans le contexte portuaire de Narbonne, au cœur des échanges, là où des barres apparentées à la typologie des Saintes-Maries-de-la-Mer ont été identifiées (G. Pagès, 2014), il semble exister d'autres formes de barres en circulation. Cette forme particulière est-elle le fruit d'une activité de mise en forme spécifique au site de Gruissan ? La présence d'une forge sur le site, seule activité artisanale attestée à Gruissan, pourrait laisser envisager que cette barre ait été travaillée sur place. Toutefois, elle pourrait aussi avoir été mise en forme ailleurs et être destinée à un emploi dans l'établissement de Saint-Martin-le-Bas ou bien y être simplement en transit avant sa redistribution. En ce sens, la présence du poinçon est intéressante, car elle questionne sur le rôle de celui-ci, au même titre que celui observé sur la barre apparentée 4C de la Palme (*cf. supra*, §I.B.4.a.vi.b). Renseigne-t-il sur la qualité du métal que cette barre renferme ? Précise-t-il l'origine de l'atelier de fabrication ou bien indique-t-il

⁶⁷ Cette unité stratigraphique correspond à un remblai de nivellement mis en place à la fin du chantier de construction du début du règne de Tibère (G. Duperron et F. Bigot, 2019)

que cette barre a transité par l'avant-port de Gruissan, le poinçon attestant d'un contrôle commercial ?



Figure 43 : Barre retrouvée à Saint-Martin-le-Bas, Gruissan

Tableau 19 : Caractéristiques métrologiques des barres du Haut-Empire sans typologie apparentées retenues pour étude

Référence	Site/Lieu-dit	Commune	Département	Contexte	Chronologie	L (mm)	l (mm)	e (mm)	m (g)
GRU-1	Saint-Martin-le-Bas	Gruissan	Aude	?	15-25 de notre ère.	230	30	10	565

ii) La barre de Paziols

Une barre a été retrouvée, de façon fortuite, au lieu-dit La Tuilerie à Paziols, dans l'Aude (cf. chapitre II, §I.B.2.b).

La barre mesure 25 cm de long et possède une section rectangulaire 35 x 25 mm (Figure 44 et Tableau 20). Toutes ses faces sont martelées. Une de ses extrémités est effilée tandis que l'autre semble avoir été légèrement repliée puis tranchée à chaud, comme l'indique le plan de surface oblique (Figure 44). Un léger renflement de la matière est visible au centre de la barre. Aucune indication ne permet de dater cette barre. Toutefois, même si la métrologie est différente, sa morphologie la rapproche des formes antiques connues pour les barres d'Aoste (J. Rougier, 1987) datée du Haut-Empire ou de la barre découverte sur le site de Chilly-Mazarin « La Butte aux Bergers IV » (M. Berranger, 2013) et datée du Bas-Empire (IV-V^{ème} siècles de notre ère). Elle peut donc être attribuée à la période antique.

Les dimensions de la barre de Paziols ne sont pas sans rappeler celles des barres de type 2M des Saintes-Maries-de-la-Mer. Sa section s'inscrit parfaitement dans celle du type 2M, mais

la barre est de plus courte longueur. Ceci peut être dû à son débitage. Cependant, sa morphologie générale diffère du type 2M. Si l'on considère sa forme, cette barre se rapproche plutôt du type 5C (L. Long, D. Djaoui, et C. Rico, 2005). La barre de Chilly-Mazarin, à laquelle elle s'apparente, avait d'ailleurs été rapprochée de ce type 5C dans la littérature, aussi bien par sa morphologie que par la nature de son métal (M. Berranger, 2013).

La barre de Paziols pourrait donc représenter une nouvelle forme, potentiellement en circulation durant le Bas-Empire, forme dérivée du type 2M dans sa métrologie et du type 5C dans sa morphologie. L'étude de la nature du métal qu'elle renferme permettra peut-être de la rapprocher davantage d'un des deux types ou au contraire d'en faire un type inédit à part entière.



Figure 44 : Barre de Paziols

iii) La barre de Saint-André de Baillestavy

La barre de Saint-André de Baillestavy a été découverte sur le site de Saint-André à Baillestavy dans les Pyrénées-Orientales, site de réduction du minerai de fer. Elle est datée de l'Antiquité tardive (*cf.* chapitre II, §I.B.1).

C'est une barre de section rectangulaire s'amincissant dans la longueur au niveau d'une de ses extrémités. Ses faces ont été martelées (Figure 45). Une des extrémités n'a pas été mise en forme et est arrondie. Sa section pourrait rappeler celle des types 1M. Elle pourrait donc potentiellement en être une forme dérivée plus tardive et plus courte.



Figure 45 : Barre de Baillestavy

iv) Les barres de Thuir

Sur le site de Els Vidrers, à Thuir, dans les Pyrénées-Orientales, deux courtes barres ont été découvertes dans la fosse FS1051. Elles sont datées du IV^{ème} siècle de notre ère (*cf.* chapitre II, §I.B.2.b).

Ces deux barres présentent de grandes similitudes morphologiques. Elles sont toutes deux des petits blocs parallélépipédiques compactés, courts et massifs, et mis en forme, car les six faces ont été martelées jusqu'à devenir parfaitement planes (Figure 46). Les arrêtes sont franches et les angles droits.

La morphologie et les dimensions quasi identiques de ces deux barres (Tableau 20), amènent à penser que ces similitudes sont le fruit d'un travail de mise en forme visant à obtenir volontairement deux blocs de métal identiques. Ces barres pourraient alors être une preuve de l'existence de formes normalisées en circulation durant le Bas-Empire. L'analyse métallographique des deux barres de Thuir permettra donc de savoir si, en plus des ressemblances morphologiques, les deux blocs présentent une ressemblance en termes de nature de métal, ce qui permettrait de valider totalement l'hypothèse de l'existence de forme standardisée pour ces périodes plus tardives. La véracité de cette hypothèse serait d'autant plus pertinente que ces barres se trouvent en contexte de circulation. Stockées à Thuir, site localisé sur le versant oriental du Canigou, où elles pourraient éventuellement trouver leur origine, ces barres attendaient d'être redistribuées. Il est aussi à noter que la section de ces barres pourrait les apparenter au type 4C des Saintes-Maries-de-la-Mer. Sans pour autant être un nouveau gabarit inédit, il pourrait éventuellement s'agir d'une forme dérivée plus courte et plus tardive du type 4C.

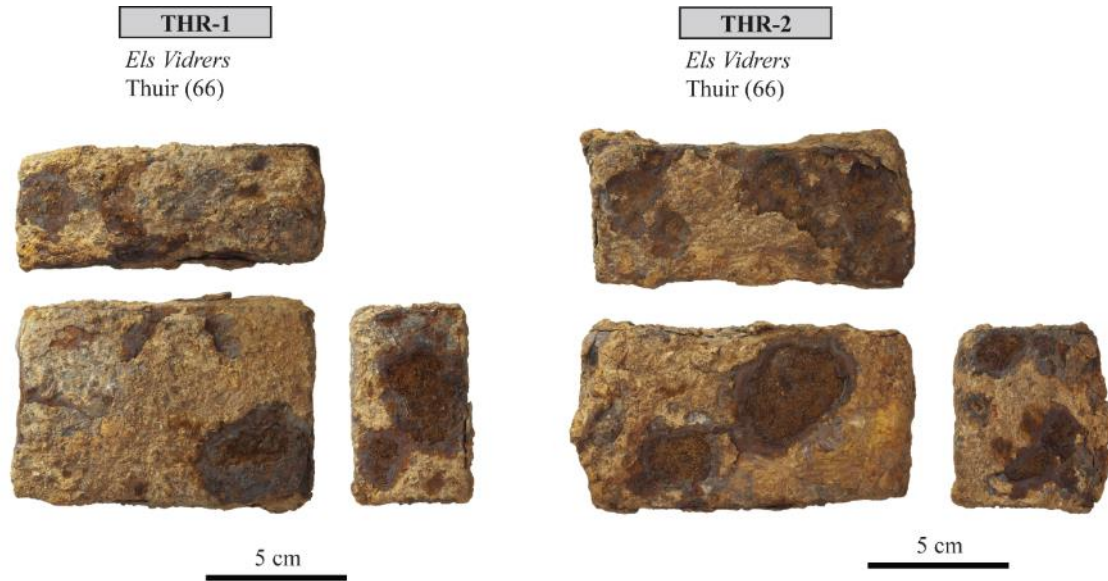


Figure 46 : Les deux barres du site de Els Vidrers à Thuir (66)

Tableau 20 : Caractéristiques métrologiques des barres issues de contextes plus tardifs à celui des Saintes-Maries-de-la-Mer retenues pour étude

Echantillon	Site/Lieu-dit	Commune	Contexte	Chronologie	L(mm)	l(mm)	e(mm)	m(kg)
PZL-1	La Tuilerie	Paziols (11)		Antiquité	252	35	25	1,9
BLS-1	Baillestavy	Baillestavy (66)		Antiquité tardive	345	30	20	1,0
THR-1	Els Vidrers	Thuir (66)		IV ^{ème} siècle de notre ère	105	70	40	1,9
THR-2	Els Vidrers	Thuir (66)		IV ^{ème} siècle de notre ère	115	66	53	1,9

L'ensemble des caractéristiques des différents produits considérés par cette étude sont présentés dans le Tableau 21.

Tableau 21 : Caractéristiques des demi-produits antiques retenus pour étude, les astérisques indiquent que la barre est de typologie apparentée à un type des Saintes-Maries-de-la-Mer

Echantillon	Type	Typologie des Saintes-Maries-de-la-Mer	Site/Lieu-dit	Commune	Chronologie	L(mm)	l(mm)	e(mm)	m(g)
SM43.18.6(25)	Masse brute ou fragment de masse brute en cours de compactage	/	Saintes-Maries-de-la-Mer Epave 43	Saintes-Maries-de-la-Mer (13)	I ^{er} – II ^{ème} siècles de notre ère	210	180	190	11000
SM42.18.5(30)		/	Saintes-Maries-de-la-Mer Epave 42	Saintes-Maries-de-la-Mer (13)	I ^{er} – II ^{ème} siècles de notre ère	360	220	160	16000
SM42.18.4(29)		/				370	300	270	35000
SM42.18.2(27)		/				410	300	320	54000
PRD-1		/	Prades, rue de la Basse	Prades (66)	Fin du I ^{er} siècle de notre ère	100	80	90	1500
PRD-2	/	Début du II ^{ème} siècle de notre ère			110	80	60	1600	
PLM-1	Barre en cours de compactage	/	La Palme	La Palme (11)	Haut Empire	205	80	40	2500
PRD-3		/	Prades, rue de la Basse	Prades (66)	Fin du I ^{er} siècle de notre ère - Début du II ^{ème} siècle de notre ère	140	40	35	1400
SM41.1	Lopins	8	Saintes-Maries-de-la-Mer, épave 41	Saintes-Maries-de-la-Mer (13)	I ^{er} siècle de notre ère	105	85	40	1600
DMG-1		/	La Domergue	Sauvian (34)	V ^{ème} siècle de notre ère	113	84	38	1900
SM31.1	Barre	7L	Saintes-Maries-de-la-Mer Epave 31	Saintes-Maries-de-la-Mer (13)	I ^{er} siècle de notre ère	930	23	20	610
SM31.2					I ^{er} siècle de notre ère	820	14	12	415
SM31.3					I ^{er} siècle de notre ère	713	15	12	220

SM31.4					I ^{er} siècle de notre ère	800	18	12	385
SM9.5	Barre	1M	Saintes-Maries-de-la-Mer Epave 9	Saintes-Maries-de-la-Mer (13)		665	47	25	3700
SM9.7						540	44	26	2500
SM2.6	Barre	1L	Saintes-Maries-de-la-Mer Epave 2	Saintes-Maries-de-la-Mer (13)		971	39	15	3700
SM2.7						1075	39	13	4500
SM2.8						1065	38	17	4200
SM24.5	Barre	4L	Saintes-Maries-de-la-Mer Epave 4	Saintes-Maries-de-la-Mer (13)		1352	47	36	1390
SM24.6						1015	53	29	9500
SM6.9	Barre	6C	Saintes-Maries-de-la-Mer Epave 6	Saintes-Maries-de-la-Mer (13)		280	115	40	4900
SM29.A	Barre	2M	Saintes-Maries-de-la-Mer Epave 29	Saintes-Maries-de-la-Mer (13)	I ^{er} siècle de notre ère	515	40	40	2600
SM9.B					I ^{er} siècle avant notre ère - I ^{er} siècle de notre ère	510	40	35	2000
SM29.C					I ^{er} siècle avant notre ère - I ^{er} siècle de notre ère	472	40	40	2400
SM32.15.B2			I ^{er} siècle avant notre ère - I ^{er} siècle de notre ère		512	40	35	2600	
SM32.15.B4			I ^{er} siècle avant notre ère - I ^{er} siècle de notre ère		495	35	30	1800	
SM32.15.B5			I ^{er} siècle avant notre ère - I ^{er} siècle de notre ère		500	45	40	3000	
						Saintes-Maries-de-la-Mer Epave 32			

SM33.18.C2.3.68			Saintes-Maries-de-la-Mer Epave 33		I ^{er} siècle avant notre ère - I ^{er} siècle de notre ère	680	25	25	1700
SM25.3			Saintes-Maries-de-la-Mer Epave 25			626	32	32	4500
SG.1.16.2-1	Barre	2M*	Epave de Saint-Gervais	Fos-sur-Mer (13)	I ^{er} siècle de notre ère	540	40	>25 ⁶⁸	/
GRSL-1	Barre	2M*	La villa du Grésil	Orival (76)	Seconde moitié du II ^{ème} siècle de notre ère	101	33	21	374
SM34.18.C3.80	Barre	4C	Saintes-Maries-de-la-Mer Epave 34	Saintes-Maries-de-la-Mer (13)		245	45	40	2100
SM6.7	Barre	4C	Saintes-Maries-de-la-Mer Epave 6	Saintes-Maries-de-la-Mer (13)		264	63	43	3800
PLM-2	Barre	4C*	La Palme	La Palme (11)	Haut-Empire	292	66	76	10400
GRU-1	Barre	/	Saint-Martin-le-Bas	Gruissan (11)	15-25 de notre ère.	230	30	10	565
PZL-1	Barre	/	La Tuilerie	Paziols (11)	Antiquité	252	35	25	1900
BLS-1	Barre	/	Baillestavy	Baillestavy (66)	Antiquité tardive	345	30	20	1000
THR-1	Barre	/	Els Vidrers	Thuir (66)	IV ^{ème} siècle de notre ère	105	70	40	1900
THR-2	Barre	/	Els Vidrers	Thuir (66)	IV ^{ème} siècle de notre ère	115	66	53	1900

⁶⁸ Cette barre était déjà découpée dans sa longueur avant notre étude, nous ne disposons donc pas des données exactes concernant la masse et l'épaisseur.

II. Sélection et description du mobilier de Castel-Minier

A. Méthodologie générale

1. Identification des demi-produits

Pour les quatre périodes d'occupation du site, plus de 5300 objets ferreux⁶⁹, ont été recensés lors des fouilles menées à Castel-Minier (Aulus-Les-Bains, 09) de 2006 à 2020. Ce corpus conséquent a permis à Florian Téreygeol, responsable des opérations de fouilles, en menant une approche statistique, de classer les différents artefacts ferreux en tenant compte de leur morphologie et de leur métrologie pour établir une typologie. Nous avons suivi cette classification pour identifier et sélectionner les demi-produits de notre corpus pour Castel-Minier.

A Castel-Minier, les demi-produits n'ont pas vocation à rester sur site, mais à être transformés ou commercialisés. C'est la raison pour laquelle aucun demi-produit entier n'a été retrouvé. Leur identification est donc complexe. Il faut alors chercher parmi les chutes et les déchets liés au travail de forge, ceux qui, par leur dimension ou leur forme, pourraient être assimilés à des fragments de demi-produits⁷⁰. Même si ces derniers ne correspondent qu'à une fraction de l'objet entier, ils permettent tout de même de caractériser la nature de la production.

Parmi l'ensemble de déchets et de chutes retrouvés à Castel-Minier, et témoignant d'un travail de mise en forme du métal (martelage, tranchage à chaud...), Florian Téreygeol propose de distinguer les déchets de réduction, les éclats plats, les chutes facettées, les déchets de forge, les ébauches d'objet et les chutes de demi-produits.

Les déchets les plus grossiers correspondent aux déchets de réduction. Ils correspondent à des fragments de masses brutes en cours de compactage ou à des éclats liés au martelage de la masse brute (*gromps*). Les éclats plats correspondent à des fragments arrachés de l'objet en cours de martelage suite à des chocs mécaniques (F. Téreygeol, 2017, p.217). Ils présentent donc une face plane (déjà martelée) et une face bombée (anciennement attenante à l'objet). Les chutes facettées quant à elles, sont des chutes métalliques présentant au moins deux surfaces planes, parallèles ou non. Les deux dernières catégories comprennent des chutes et des déchets

⁶⁹ Cette donnée est extraite de la base de données (2021) réalisée par Florian Téreygeol et Jean-Charles Méaudre et constituée depuis le début des fouilles de Castel-Minier.

⁷⁰ Lorsque nous ferons référence aux demi-produits retrouvés à Castel-Minier dans ce chapitre et dans les chapitres suivants, il faudra alors comprendre « chutes de demi-produits ».

correspondant à un stade plus avancé du travail du métal. Elles regroupent les déchets de forge qui correspondent à des chutes métalliques déjà élaborées, tranchées lors de la mise en forme d'un objet, et les ébauches d'objets correspondant à des objets en cours d'élaboration.

Les chutes de demi-produits, quant à elles, sont représentées par des fragments présentant un état de mise en forme avancé, quatre faces martelées parallèles le plus souvent et une trace de découpe à une des extrémités. Pour le XV^{ème} siècle, l'identification a été plus aisée grâce au remarquable état de conservation du métal qui présente de façon bien visible des traces de martelage, lors du passage sous marteau hydraulique (*cf.* chapitre II, §II.B.2), et de découpe à chaud. Les chutes de demi-produits retenues pour étude à Castel-Minier correspondent à trois catégories principales. Elles peuvent correspondre aux chutes issues de la découpe d'une des extrémités du demi-produit mis en forme avant sa commercialisation. Elles peuvent alors correspondre à des soies de préhension (Figure 47-n°1). Si elles ne constituent pas directement des demi-produits, elles en sont le prolongement avant découpe, visant à faciliter leur tenue lors de leur mise en forme. L'étude de la partie la plus large de ces soies est donc représentative de la nature du demi-produit. Les demi-produits sélectionnés peuvent également correspondre au surplus de matière issu de la découpe de l'autre extrémité du demi-produit (Figure 47-n°2). Dans ce cas, l'extrémité par laquelle était anciennement lié le demi-produit présente une trace de tranchage à chaud tandis que l'autre extrémité n'est généralement pas mise en forme. Ils peuvent enfin être issus de la découpe volontaire d'un bord du demi-produit pour parvenir à la forme désirée. Certains fragments que nous avons retenus pour étude ne correspondent pas à une découpe d'une partie du demi-produit. Ils sont un fragment s'en étant détaché lors des stades terminaux de sa mise en forme (Figure 47-n°3). Ils ne présentent alors pas de trace de découpe à chaud, mais présentent quatre faces planes et martelées. Ceci permet par ailleurs de les différencier des éclats plats. Même si ces fragments ne reflètent pas exactement les demi-produits dans leur forme finale, ils en sont suffisamment proches pour pouvoir être représentatifs de la nature de ces derniers. C'est la raison pour laquelle ils ont été inclus à l'étude.

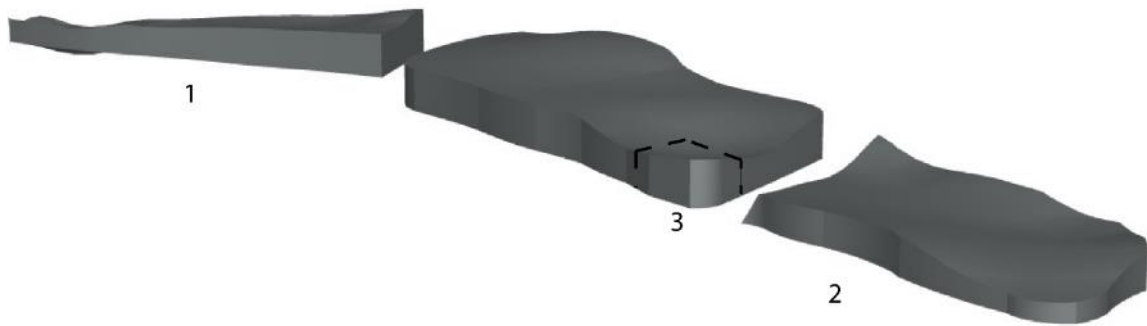


Figure 47 : Chutes de demi-produits pouvant être retrouvées sur les sites de production. L'élément 1 correspond à la soie de préhension, l'élément 2 à la seconde extrémité tranchée du demi-produit et l'élément 3 correspond à un fragment susceptible de se détacher lors des stades terminaux de la mise en forme du demi-produit ou à une découpe volontaire visant à régulariser les bords du demi-produit.

Il faut reconnaître qu'il peut être parfois complexe de distinguer les chutes de demi-produits des ébauches d'objets, ou des chutes issues de la mise en forme d'un objet fini. Cependant, comme elles représentent une étape intermédiaire entre demi-produits et objets finis, ces deux derniers types de chutes ont été inclus à l'étude.

En tenant compte de ces critères, plus de 1200 chutes de demi-produits ont été identifiées. Il a donc fallu affiner davantage la sélection.

2. Une sélection basée sur des critères chronologiques et typologiques

Les demi-produits ont ensuite été classés en fonction de la période d'occupation du site à laquelle ils se rattachent. Le site de Castel-Minier connaît quatre grandes périodes d'occupation s'inscrivant dans des mutations du système technique de production (cf. chapitre II). L'objectif a donc été de sélectionner des demi-produits issus de chacune de ces quatre phases, afin d'étudier la variabilité des natures de métal en fonction des périodes d'occupation et des changements dans les infrastructures de production.

La richesse du mobilier ferreux n'est pas la même pour les différentes périodes d'occupation du site. La sélection du corpus s'est voulue être, autant que possible, représentative de la proportion de demi-produits issus de chaque période.

A Castel-Minier, la période la moins représentée⁷¹ du point de vue des artefacts métalliques est celle comprise entre la fin du XIII^{ème} siècle et le début du XIV^{ème} siècle. Ceci peut s'expliquer par le fait que cette période représente l'introduction de la métallurgie des ferreux sur le site, par le biais d'une forge maréchale. Ainsi, l'activité ne s'inscrit pas dans une optique de production intensive destinée à alimenter le marché régional, mais vise plutôt à répondre aux besoins en outillage du site via une activité de transformation. De ce fait, elle ne concerne que quatre représentants. Aucune sélection n'a été nécessaire, à l'exception de la contrainte technique qui a forcé à exclure un demi-produit présentant un état de corrosion trop avancé pour permettre son étude. Trois objets ont donc été étudiés, soit 75% de l'ensemble des demi-produits relatifs à cette période.

La seconde phase d'occupation, correspondant au XIV^{ème} siècle, période d'introduction de la réduction du minerai de fer, est bien représentée. Un quart des demi-produits retrouvés sur site lui sont associés. Il est cependant à noter que le pourcentage de demi-produits étudiés est plus faible que celui souhaité. En effet, peu de mobilier assurément daté du XIV^{ème} siècle présente un niveau de conservation suffisant pour en permettre l'analyse. Ceci explique donc la sous-représentation du corpus du XIV^{ème} siècle pour notre étude avec l'analyse de seulement cinq demi-produits. Ils ne représentent ainsi que 2% des demi-produits de cette période.

Le mobilier du XV^{ème} siècle est le plus abondant. Un peu plus de la moitié des demi-produits retrouvés est attribuée à cette période, correspondant à l'introduction du marteau hydraulique sur le site. S'il est probable que la production soit déjà tournée vers « l'exportation » au XIV^{ème} siècle, le XV^{ème} siècle en marque l'accélération, elle se destine à être diffusée à une plus large échelle. Le matériau ferreux ne semble pas manquer. C'est ce que laisse du moins suggérer la grande quantité de chutes de demi-produits retrouvées dans le canal du marteau, rejetées sans souci d'économie particulière du matériau (Téreygeol, 2017, p.219). Considérant le nombre élevé de demi-produits découvert, une sélection s'est imposée. Le critère retenu est celui de leur morphologie. En effet, au XV^{ème} siècle, des récurrences morphologiques apparaissent (Téreygeol, 2017, p.220). Ce point sera détaillé dans la sous-partie correspondant à la description du mobilier attribué au XV^{ème} siècle. Ce choix permet alors d'appréhender le lien pouvant exister entre forme et nature du métal et de questionner sur une éventuelle standardisation.

⁷¹ Les statistiques suivantes ont été établies à partir de la base de données (2021) réalisée par Florian Téreygeol et Jean-Charles Méaudre, depuis le début des fouilles de Castel-Minier.

Sur ce critère de sélection, 41 demi-produits ont été retenus pour étude. Ceux-ci représentent 9% de l'ensemble des demi-produits découverts sur le site pour cette période.

Le quart restant est attribué à la dernière phase d'occupation : celle correspondant au XVI^{ème} siècle, période d'introduction de l'énergie hydraulique pour actionner les soufflets à Castel-Minier. 17 demi-produits ont été étudiés, ce qui correspond à 8% de l'ensemble des demi-produits relatifs à cette période. Ils sont issus des études menées par Ivan Stepanov (Téreygeol, 2014, vol. Annexes)

En résumé, en tenant compte de ces critères de sélection, la répartition des demi-produits⁷² étudiés par période d'occupation est la suivante :

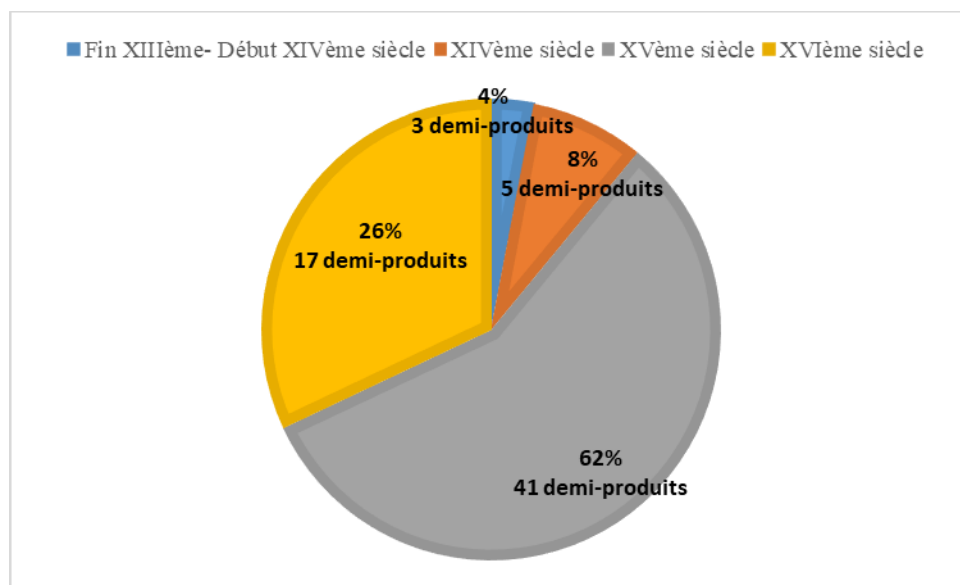


Figure 48 : Répartition des demi-produits (et des ébauches d'objet) étudiés par périodes d'occupation du site

Cette sélection est représentative de la réalité matérielle du site et tient compte de la disponibilité en matériel de chacune des périodes. Les pourcentages de demi-produits retenus pour l'étude, et pour chacune des périodes d'occupation (Figure 48), coïncident avec la façon dont se répartissent les pourcentages de demi-produits découverts sur le site pour chacun des siècles considérés. Le XIV^{ème} siècle fait exception et ce, pour les raisons évoquées précédemment.

La sélection du corpus ne s'est pas limitée aux demi-produits. A Castel-Minier, l'ensemble de la chaîne opératoire est représenté, de la masse brute à l'objet fini, au moins à

⁷² Les ébauches d'objet sont aussi incluses dans cette catégorie

partir du XV^{ème} siècle. Dès que cela a été possible, pour chacune des phases d'occupation, le corpus de demi-produits a été enrichi de masses brutes en cours de compactage et d'objets finis (Tableau 22). La caractérisation des natures de métal au stade premier de la chaîne opératoire n'est pas sans importance. En effet, la nature des demi-produits découle en partie de la nature des masses brutes. Ainsi, leur étude permet d'appréhender davantage les premières étapes de la chaîne opératoire, de mesurer la variabilité des natures de métal à différents stades, et ainsi d'évaluer les filiations en termes de qualité entre masse brute et objet fini. Elle interroge également sur une éventuelle pré-sélection de la matière au stade de la masse brute, afin de fournir des demi-produits aux qualités bien spécifiques. Elle permet enfin d'estimer le travail à fournir pour aboutir au demi-produit.

A l'extrémité de la chaîne opératoire, l'étude des natures de métal au stade de l'objet fini permet de déterminer plus finement la relation liant qualité et usage. Se devant de répondre à une fonction précise, l'étude des objets finis apporte de précieuses informations sur la manière dont les métallurgistes appréhendaient la nature du fer qu'ils produisaient et savaient l'adapter à un usage particulier. Elle permet de mesurer les savoir-faire des forgerons de Castel-Minier. De plus, ils sont un exemple des domaines d'utilisation potentiels des demi-produits conçus sur place.

Ces deux étapes, en amont et en aval, permettent donc de replacer plus finement le demi-produit au sein de la chaîne opératoire, de mieux appréhender la nature du métal qui le compose et d'évaluer les compétences techniques des forgerons.

La répartition du corpus d'étude, en fonction des périodes d'occupation et de la place dans la chaîne opératoire, est détaillée dans le Tableau 22.

Tableau 22 : Vue d'ensemble du corpus sélectionné par périodes

Période	Masse brute	Demi-produits		Ebauches d'objet	Objets finis		Total
Fin XIII^{ème} siècle	/	/		3	/		3
XIV^{ème} siècle	/	3		2	Pointerolles	4	9
XV^{ème} siècle	1 (fragment)	Fers plats	29		Pointerolles	5	50
		Fers ronds	12		Fer de hache	1	
					Eléments de chaînage	2	
XVI^{ème} siècle	5 (fragments)	17		/			22
Total	6	61		5	12		84

B. Le corpus

1. Les demi-produits et les ébauches⁷³

a) Première période d'occupation (fin XIII^{ème} siècle – début XIV^{ème} siècle)

Comme vu précédemment, les demi-produits sont très peu représentés pour cette période qui correspond à l'introduction de la métallurgie des ferreux sur le site. Seuls, quatre demi-produits ont été retrouvés, abandonnés à même la sole du foyer 6016, localisé sur la Figure 49 (F. Téreygeol, 2017, p.117).

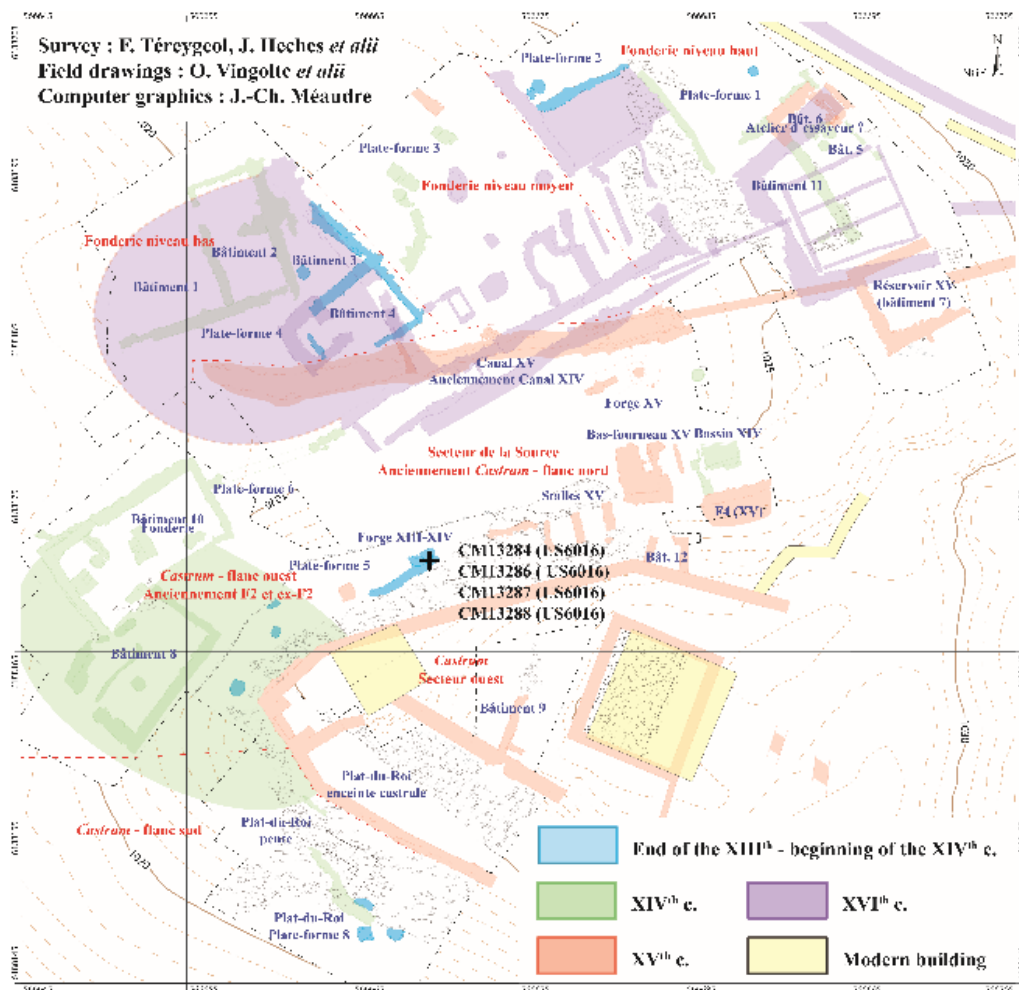


Figure 49 : Localisation des demi-produits pour la fin du XIII^{ème} siècle et le début du XIV^{ème} siècle

⁷³ Comme il était parfois difficile d'établir une limite franche entre demi-produits et ébauches, nous avons choisi de les présenter conjointement, et de mettre en lumière, au moment voulu, les différentes caractéristiques de chacun.

Morphologiquement, ces demi-produits sont différents (Figure 50). Cependant, ils présentent tous le point commun d'avoir été travaillés et ne sont pas au stade premier du demi-produit. En effet, des traces de martelage, découpe, écrasement et percement sont visibles sur chacun de ces demi-produits (Figure 50).

L'un - CL13288 (CM16⁷⁴,US6016) - est une tôle percée sur les deux tiers de sa surface. Elle est composée d'au moins un repli. Une trace de découpe est visible dans le sens de la largeur. Cette tôle s'apparente à une râpe. A cause de son état de corrosion avancé, son étude n'a pu être effectuée. L'étude métallographique s'est donc portée sur les trois objets suivants.

Le premier - CL13284 (CM16, US6016) – d'une longueur de 12,5 cm et de section 3,4 x 0,7 cm est un fragment de barre dont les extrémités ont été martelées, pour l'une sur la tranche, afin de former une tête, pour l'autre à plat afin de l'amincir. Un pincement est visible au niveau de sa partie latérale droite (Figure 50).

Le second - CL13286 (CM16, US6016) -, plus proche d'un objet fini, également d'une longueur de 12,5 cm et d'une section de 7 x 0,5 cm, présente un percement et une trace de découpe en biseau sur une partie de son extrémité gauche. La trace d'un second percement est visible à l'extrémité droite du fragment sur la Figure 50.

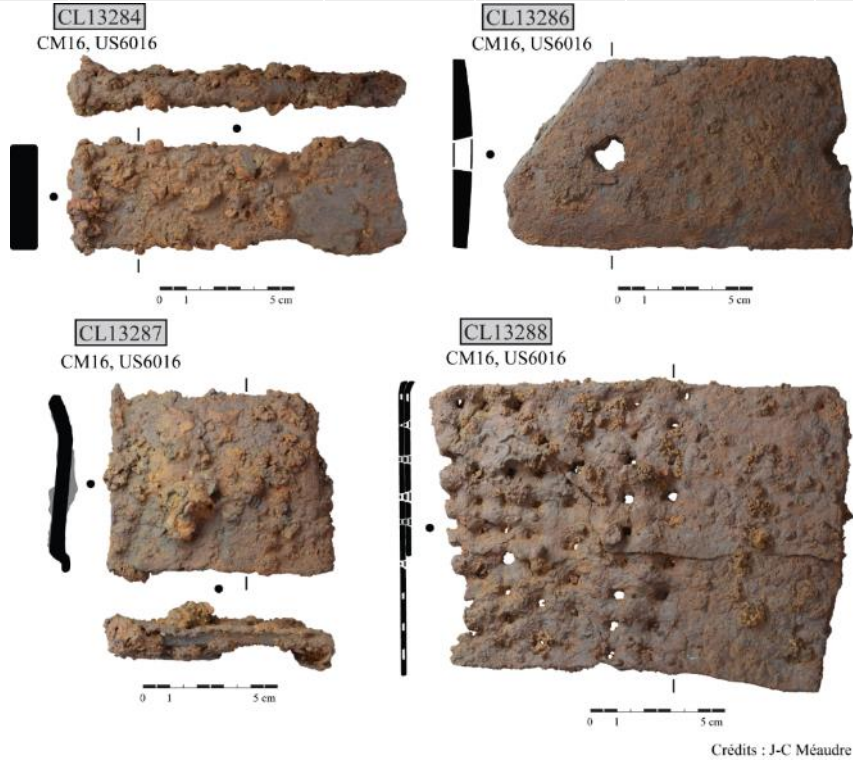
Enfin, le dernier -CL13287 (CM16, US6016) - est un fragment de tôle fine de 4 mm repliée à une des extrémités et dont deux de ses côtés sont découpés sur toute la longueur. Celle-ci est de 8 cm pour une largeur de 6,5 cm.

Tableau 23 : Caractéristiques métrologiques du mobilier pour la fin du XIII^{ème} siècle, début du XIV^{ème} siècle

Code Labo	US	Secteur	Longueur (mm)	Largeur (mm)	Epaisseur (mm)	Masse (g)	Analysé
13284	6016	Forge XIII ^{ème} siècle- XIV ^{ème} siècle, foyer 6016	125	34	7	271	Oui
13286	6016	Forge XIII ^{ème} siècle- XIV ^{ème} siècle, foyer 6016	125	70	5	291	Oui

⁷⁴ Tout au long du manuscrit nous utiliserons ce mode de référencement pour identifier les objets de Castel-Minier. Il suit la logique employée par F. Téreygeol pour le référencement du matériel issu des fouilles : Numéro du Code Laboratoire (Année de découverte, Numéro de l'Unité Stratigraphique). Ainsi, il faut comprendre ici que la tôle percée CL13288 (CM16, US6016) a pour numéro de référencement, le numéro 13288 et qu'elle a été trouvée, lors des fouilles menées en 2016, au niveau de l'US 6016.

13287	6016	Forge XIII ^{ème} siècle- XIV ^{ème} siècle, foyer 6016	80	65	4,6	179	Oui
13288	6016	Forge XIII ^{ème} siècle- XIV ^{ème} siècle, foyer 6016	140	110	2,4	315	Non



Crédits : J-C Méaudre

Figure 50 : Mobilier ferreux correspondant à la première période d'occupation (Fin XIII^{ème} siècle - Début XIV^{ème} siècle.)

Ces caractéristiques morphologiques pourraient être mises en lien avec le rôle de la métallurgie pour cette période à Castel-Minier. Il est possible que ces demi-produits aient été mis en forme afin de répondre aux attentes des besoins en outillage sur le site. Dans ce cas, la frontière entre demi-produits et objets finis est mince. En ce sens, ces objets s'apparentent morphologiquement à des ébauches d'objets ou à des objets finis fragmentaires. L'analyse de la nature de leur métal permettra de connaître les besoins du site, et de savoir si un soin particulier, comme la présence de traitements thermiques, a été apporté à ces objets. Ceci permettrait de statuer sur leur place dans la chaîne opératoire et sur leur éventuelle fonction.

b) Deuxième période d'occupation (XIV^{ème} siècle)

L'inventaire du mobilier de Castel-Minier attribué au XIV^{ème} siècle comprend de nombreux fragments ferreux dont l'état de conservation altéré ne permettait pas une bonne identification de leur nature et empêchait toute analyse métallographique.

Cinq demi-produits, relativement bien conservés, ont pu être identifiés et ont donc également été sélectionnés pour étude. Ils proviennent du secteur du *castrum* flanc ouest au niveau de la fonderie (Bâtiment 10) à l'exception d'une barre, qui elle, provient du secteur du *castrum* flanc sud au niveau du plat-du-roi (Figure 51). Il s'agit de la chute de barre CL13376/5 (CM16, US3214). Elle est de section rectangulaire. Une de ses extrémités est tranchée à chaud. De cette extrémité à l'autre, l'épaisseur de la barre diminue tandis que la largeur augmente. Il s'agit probablement d'une soie de préhension.

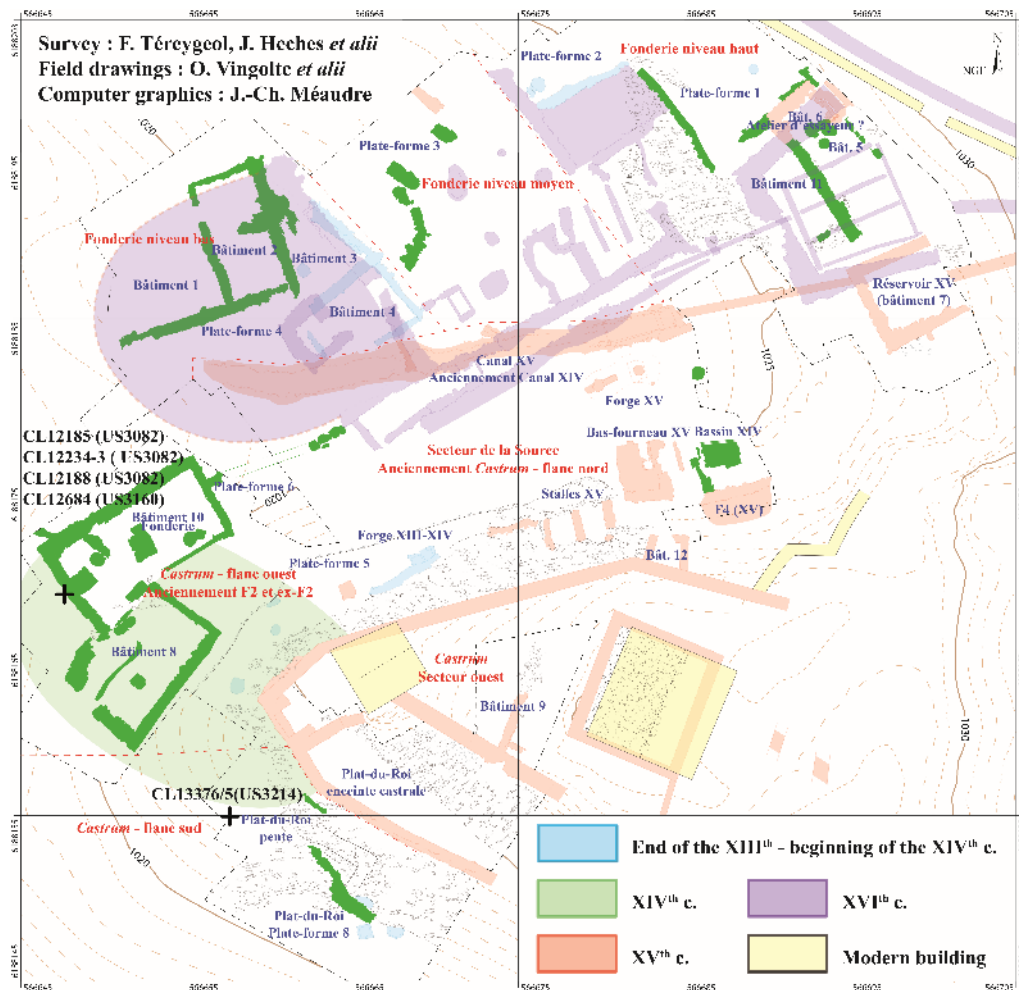


Figure 51 : Localisation des demi-produits découverts pour le XIV^{ème} siècle

Parmi les quatre demi-produits issus du *castrum* flanc ouest, trois font partie d'un lot retrouvé adossé au mur de la fonderie, au niveau de l'unité stratigraphique 3082 (F. Téreageol, 2014, p.60). Ce lot se compose de demi-produits de types fragments de barres ou chutes de barres, de deux potentielles ébauches de soc, d'une petite enclume-tas, d'un lingot naviforme et d'ébauches d'outil. De ce lot, une chute de barre courte (CL 12188) et deux barres (CL12234/3 et CL12185) s'apparentant à des ébauches d'objet ont été retenues pour étude (Figure 52).

La barre CL12188 (US3082, CM14) est courte et de section hexagonale.

L'objet CL12234/3 (US3082, CM14) se présente sous la forme d'une petite masselotte pyramidale. Sa section rectangulaire arrondie aux angles diminue en largeur d'une extrémité à l'autre. Une des extrémités possède une tête plate et martelée. Aucune trace de découpe n'est visible.

L'objet CL12185 (US3082, CM14) se présente également sous la forme d'une barre de section rectangulaire dont la largeur diminue d'une extrémité à l'autre. La partie de plus faible largeur présente également une épaisseur plus faible et semble légèrement recourbée. L'extrémité la plus large présente une trace de tranchage à chaud. Il pourrait s'agir d'une tête de marteau ou d'un coin.

La dernière barre issue du *castrum* flanc ouest, CL12684 (US3160, CM15), provient de l'unité stratigraphique 3160. Elle se présente sous la forme d'un fragment de barre de section quasi circulaire, dont les deux extrémités sont tranchées à chaud. Cette barre est fortement oxydée (Figure 52).

L'étude des demi-produits et des ébauches attribués au XIV^{ème} siècle, permet de s'interroger sur la nature du métal produit sur le site à cette époque, époque d'autant plus remarquable qu'elle correspond à l'introduction de l'activité de réduction à Castel-Minier. Le regroupement des demi-produits de l'US3082 en lot adossé au mur M59 questionne quant à la particularité de ces objets, et à la volonté de les distinguer du reste de la production. Ce lot répond-il à une qualité particulière ou à une production spécifique? Son étude permettra de trancher sur le statut et la fonction de ces ébauches d'objets. Enfin, la multiplicité des types de produits (chutes de barre, ébauche d'outil, lingots ...) dans le lot permet de s'interroger sur la variabilité des natures de métal entre stades plus ou moins avancés de la chaîne opératoire.

Tableau 24 : Caractéristiques métrologiques du mobilier étudié pour le XIV^{ème} siècle

Code Labo	Désignation	US	Secteur	Longueur (mm)	Largeur (mm)	Epaisseur (mm)	Masse (g)
12185	Ebauche	3082	Castrum flanc ouest (Bât.10)	92	16-44	22	292
12234/3	Ebauche	3082	Castrum flanc ouest (Bât.10)	80	18-35	10-30	268
12188	Chute de barre	3082	Castrum flanc ouest (Bât.10)	78	21	21	171
12684	Chute de barre	3160	Castrum flanc ouest (Bât.10)	90	15	10	52
13376/5	Chute de barre	3214	Castrum flanc sud (Plat-du-Roi)	79	25-31	3-13	53



Crédits : J-C Méaudre

Figure 52 : Mobilier ferreux étudié pour la seconde période d'occupation (XIV^{ème} siècle.)

c) Troisième période d'occupation (XV^{ème} siècle)

Comme vu précédemment, pour le XV^{ème} siècle, le nombre de chutes de demi-produits retrouvées est beaucoup plus important que pour les deux premières périodes.

L'essentiel des découvertes se concentre principalement au niveau du canal du XV^{ème} siècle, correspondant à une zone de rejet des déchets du marteau⁷⁵ (F. Téreygeol, 2017, p.219). La majorité des demi-produits retenus pour étude sont issus des unités stratigraphiques 6015 et 2529 correspondant au niveau de fonctionnement de ce canal. Elles sont d'une grande richesse et ont livré un matériel en excellent état de conservation. De plus, la question de l'identification des produits métalliques est moins problématique pour ces éléments car ils portent des traces de martelage bien visibles, conséquence du passage sous le marteau. Ils sont donc le reflet de la production du marteau destinée à être commercialisée. Moins représentés numériquement, quelques demi-produits ont également été retrouvés au contact du marteau et au niveau de la soufflerie. Les autres demi-produits sélectionnés pour le XV^{ème} siècle proviennent du secteur du *castrum* flanc sud ou du *castrum* secteur ouest au niveau du plat du roi, du *castrum* flanc ouest au niveau du ferrier 2 ou encore du secteur de la source (Figure 53).

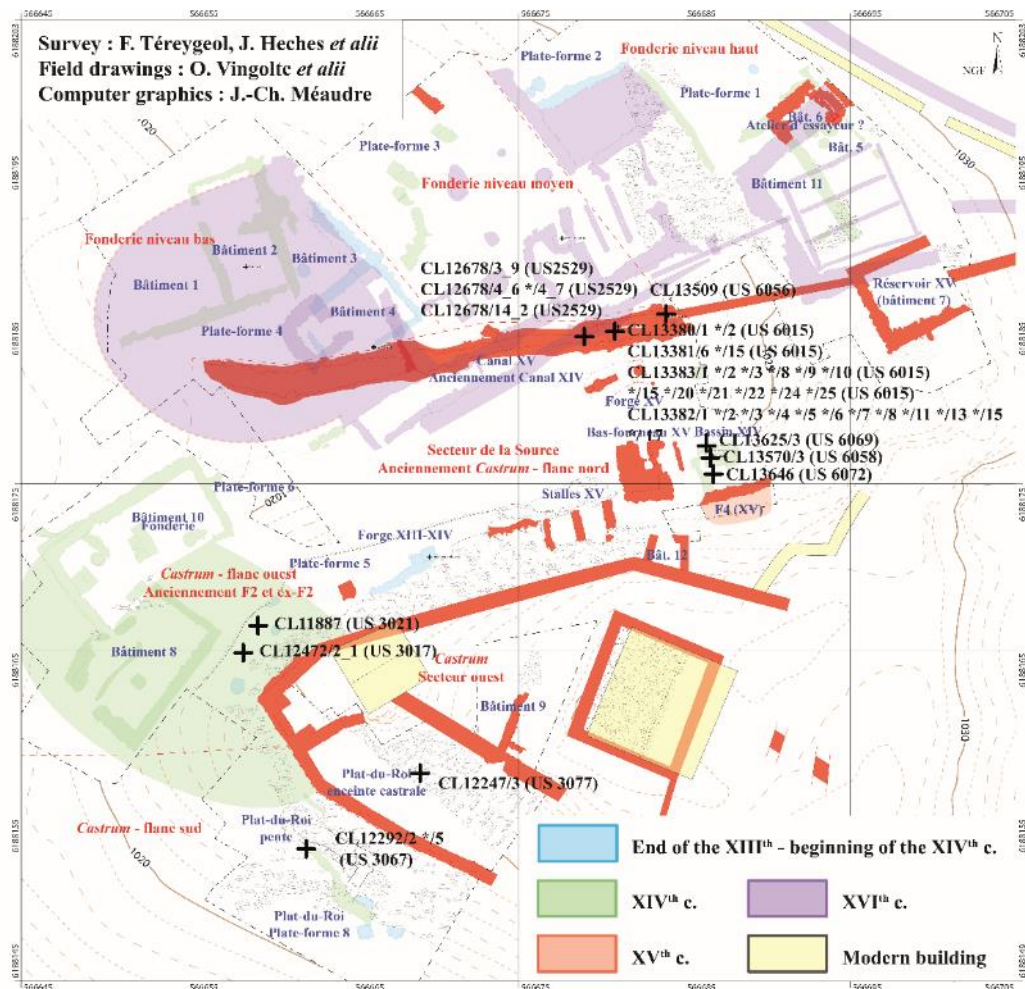


Figure 53 : Localisation des demi-produits étudiés pour le XV^{ème} siècle

⁷⁵ Pour rappel, cette période correspond à l'introduction de l'énergie hydraulique sur le site pour alimenter le marteau

Une des particularités de ces demi-produits du XV^{ème} siècle et plus particulièrement de ceux issus du marteau, est qu'ils présentent des récurrences morphologiques et métrologiques. Différentes catégories peuvent se distinguer : les barres rondes, les barres plates, les tiges ou verges de fer plates et les plaques (F. Téreygeol, 2017, p.220). Seules les fers plats et les fers ronds ont été étudiés. Les plaques n'ont pas été considérées à cause de leur faible épaisseur rendant l'analyse complexe.

i) *Les fers plats*

A Castel-Minier, d'un point de vue morphologique, les chutes de fer plates recensées se présentent sous forme de fragments de barres plates ou de verges plates (fragments plus fins). Dans certains cas, c'est la partie correspondant à la soie de préhension de la barre qui a été retrouvée. D'un point de vue métrologique, en représentant, la largeur des demi-produits en fonction de leur épaisseur⁷⁶, aucune corrélation n'apparaît (Figure 54). L'épaisseur est indépendante de la largeur et l'hypothèse d'une largeur de module unique, à marteler plus ou moins longtemps pour aboutir à l'épaisseur attendue, ne semble donc pas à retenir dans ce cas. Dans la majorité des cas, on remarque cependant que l'épaisseur est inférieure à 10 mm pour la production issue du marteau.

D'après l'inventaire, Florian Téreygeol propose de distinguer quatre types de barres plates, différentes par leur largeur mais constantes en épaisseur (entre 6 et 8 mm). Les verges, ces tiges de fer rectangulaires, se divisent en deux catégories principales. L'une regroupe des tiges de section 21 x 7 mm en moyenne tandis que l'autre concerne des productions de 6 mm d'épaisseur pour des largeurs de 16 ou 10 mm (F. Téreygeol, 2017, p.222-227).

Qu'il s'agisse des barres ou des tiges de fer plat, elles présentent le plus souvent des traces de martelage consécutives de l'emploi du marteau hydraulique. L'aspect de leur surface est plus ou moins régulier et celles-ci sont souvent planes. Sur les deux surfaces les plus larges, parallèles entre elles, il est à noter un évasement de la matière au niveau des surfaces de frappe. De plus, elles présentent, dans la majorité des cas, une trace de tranchage à chaud à une de leurs extrémités. L'autre extrémité est mise en forme dans certains cas. Les soies de préhension sont quant à elles facilement identifiables par la présence d'une trace à chaud sur l'une des

⁷⁶ La longueur n'est pas un critère significatif pour l'étude métrologique car nous avons ici à faire à des chutes de demi-produits et non des demi-produits entiers.

extrémités, celle anciennement conjointe à la barre, tandis que l'autre s'affine sur la longueur et se termine en pointe (Figure 55).

Les vingt-neuf demi-produits retenus pour étude ont donc été choisis en tenant compte des variations métrologiques afin de sélectionner un corpus représentatif de l'ensemble de la production des fers plats du XV^{ème} siècle (Figure 54). Leurs caractéristiques sont rassemblées dans le Tableau 25.

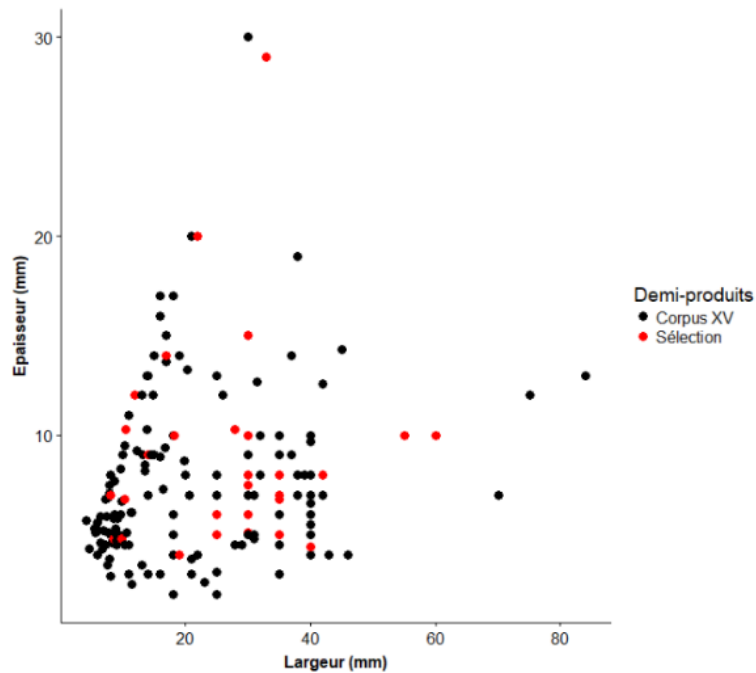
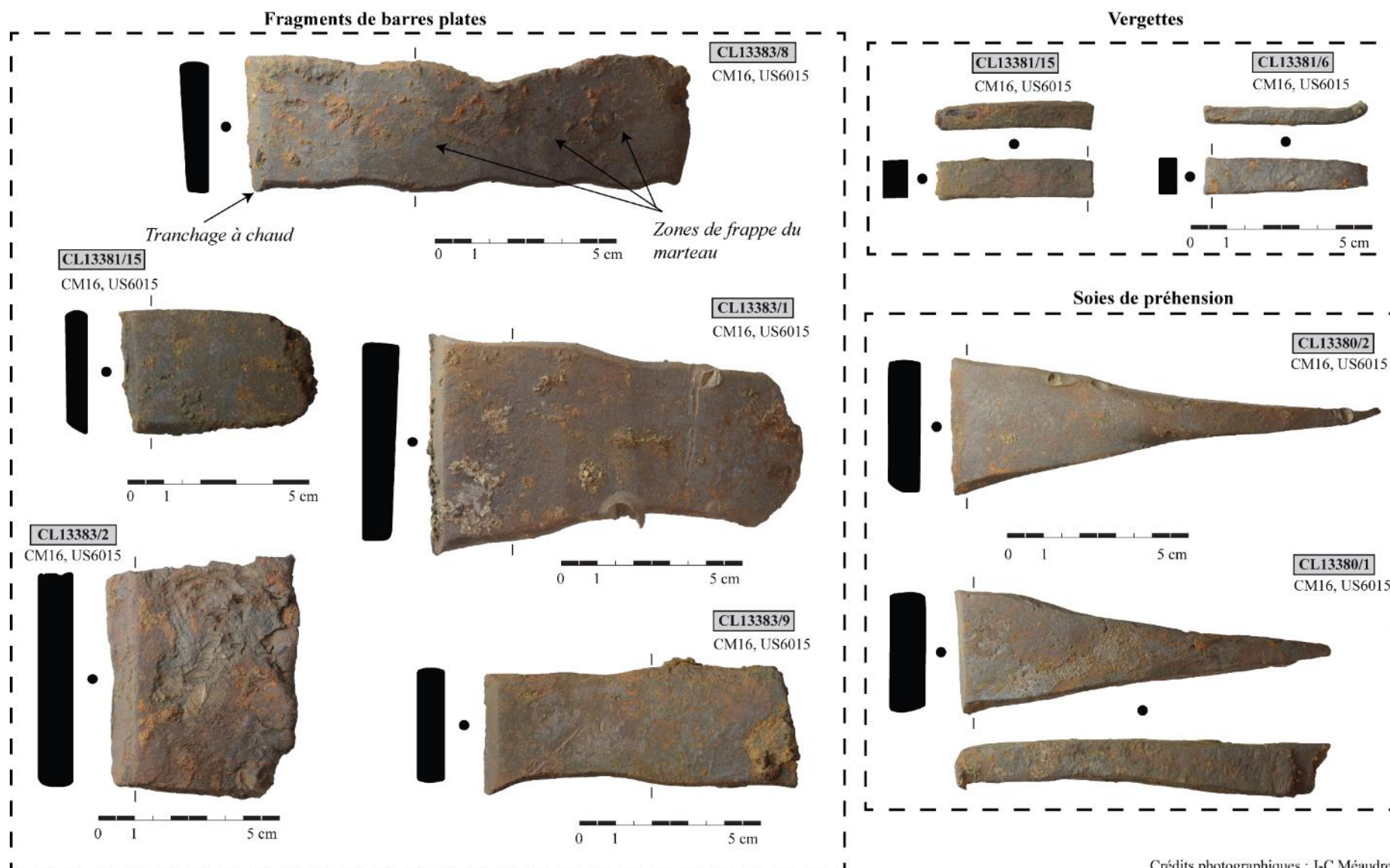


Figure 54 : Dimensions des demi-produits pour le XV^{ème} siècle



Crédits photographiques : J-C Méaudre

Figure 55 : Fers plats issus de la production du marteau pour le XV^{ème} siècle

Tableau 25 : Caractéristiques métrologiques des fers plats étudiés pour le XV^{ème} siècle

Code Labo	US	Zone	L (mm)	l (mm)	e (mm)	m (g)
11887	3021	Castrum flanc ouest	35	70	5	95
12292/2	3067	Castrum flanc sud plat du roi pente	90	10,5	10,3	49,3
12247/3	3077	Castrum secteur ouest -Plat du roi enceinte castral	68	12	12	59
12292/5	3067	Castrum flanc sud - Plat du roi	70	14	9	80
12472/2_1	3017	Castrum flanc ouest ferrier 2	71	30	2	49
12678/3_9	2529	Canal du XV ^{ème} siècle	80	17	7	41
12678/4_6	2529	Canal du XV ^{ème} siècle	44	35	6,8	55
12678/4_7	2529	Canal du XV ^{ème} siècle	74	18,3	10	89
12678/14_2	2529	Canal du XV ^{ème} siècle	60	20	5	37,8
13380/1	6015	Canal du XV ^{ème} siècle	100	30	10	140
13380/2	6015	Canal du XV ^{ème} siècle	120	35	8	119
13381/6	6015	Canal du XV ^{ème} siècle	45	9,9	4,8	12
13381/15	6015	Canal du XV ^{ème} siècle	42	10,4	6,8	16
13383/1	6015	Canal du XV ^{ème} siècle	105	55	10	283
13383/2	6015	Canal du XV ^{ème} siècle	50	60	10	142
13383/3	6015	Canal du XV ^{ème} siècle	60	40	7	92
13383/8	6015	Canal du XV ^{ème} siècle	125	35	7	183
13383/9	6015	Canal du XV ^{ème} siècle	80	30	8	126
13383/10	6015	Canal du XV ^{ème} siècle	50	25	6	64
13383/15	6015	Canal du XV ^{ème} siècle	60	30	8	63
13383/20	6015	Canal du XV ^{ème} siècle	75	42	4	106
13383/21	6015	Canal du XV ^{ème} siècle	70	30	7	102
13383/22	6015	Canal du XV ^{ème} siècle	45	28	7	63
13383/24	6015	Canal du XV ^{ème} siècle	55	25	5	39
13383/25	6015	Canal du XV ^{ème} siècle	85	40	4,4	92
13509	6056	Source	100	42	8	219
13570/3	6058	Source - Soufflerie	120	35	5	171
13625/3	6069	Source	66	15	8	34
13646	6072	Source	142	285	10	241

ii) Les fers ronds

A Castel-Minier, un second type de demi-produits a pu être identifié : les fers ronds. Vingt-deux chutes de barres rondes ont été retrouvées, exclusivement dans le canal du marteau hydraulique du XV^{ème} siècle (F. Téreygeol, 2017, p.221).

Elles présentent toutes la même morphologie : un corps cylindrique dont une des extrémités est tranchée tandis que l'autre possède une tête aplatie (Figure 56C). Le tranchage oblique, se terminant par un petit surplus de matière, témoigne d'un tranchage à chaud. Il faut imaginer que la barre cylindrique se poursuivait à cette extrémité et qu'elle a été séparée de la tête au moment de la phase de conditionnement précédant son exportation. C'est pourquoi, seules les chutes de demi-produits qui constituent le rejet d'un surplus de matière ont été retrouvées sur site, et non les barres entières, dont la longueur est d'ailleurs inconnue. La tête, présente dans la majeure partie des cas (Figure 56D), peut-être de forme circulaire (9 représentants), ovale (5 représentants) ou carrée (2 représentants).

En fonction du diamètre du corps cylindrique (exprimé en millimètres), quatre catégories de fers ronds ont été distinguées : [13,16[, [16,19[, [19,21[, [21,24[(Figure 56A). Les deux premières catégories sont les plus représentées avec respectivement sept et neuf éléments. Aucune relation n'est avérée entre forme de la tête et diamètre du corps : les différentes formes se retrouvent pour chaque classe de diamètre du corps.

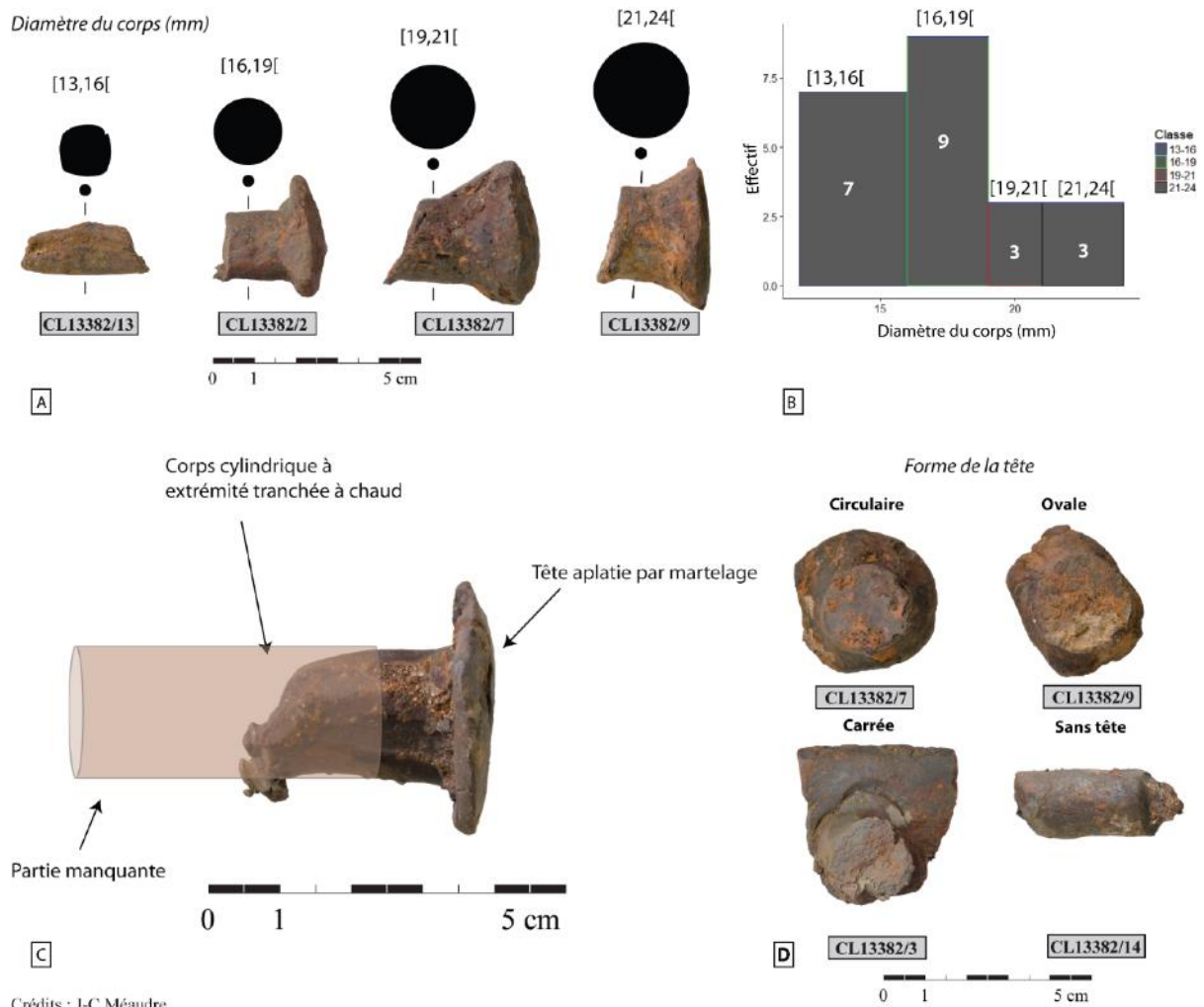


Figure 56 : Caractéristiques morphologiques et métrologiques des chutes de fers ronds

Le corpus sélectionné se compose de douze chutes de fers ronds parmi les vingt-deux recensées. Elles ont été prélevées dans chacune des classes établies en fonction du diamètre du corps. Leurs principales caractéristiques morphologiques et métrologiques sont présentées dans le Tableau 26.

Tableau 26 : Caractéristiques métrologiques des fers ronds étudiés pour le XV^{ème} siècle

Code Labo	US	Secteur	L (mm)	Ø corps (mm)	m (g)	Forme de la tête	Classe
13382/1	6015	Canal du XV ^{ème} siècle	22	13	22	Circulaire	[13-16[
13382/2			23	16	45	Circulaire	[16-19[
13382/3			30	18	98	Carrée	[16-19[
13382/4			35	22	92	Circulaire	[21-24]
13382/5			33	22	107	Carrée	[21-24]
13382/6			38	19	100	Ovale	[19-21[
13382/7			38	20	101	Circulaire	[19-21[
13382/8			34	18	77	Circulaire	[16-19[
13382/11			35	20	77	Circulaire	[19-21[
13382/13			31	14	22	Absente	[13-16[
13382/15			35	17	45	Absente	[16-19[
13382/17			29	18	55	Ovale	[16-19[

Etant donné que les chutes de barres de fers ronds ont été retrouvées uniquement dans le canal du XV^{ème} siècle, elles correspondent à une production spécifique du marteau. Leur étude est particulièrement intéressante puisque la production d'un fer rond sous marteau hydraulique est bien plus complexe que la production de fers plats. Ce type de production est plus aisément réalisable à partir d'un demi-produit de section carrée pour lequel les angles peuvent être martelés progressivement afin de lui donner une forme circulaire. Or, à Castel-Minier, aucune chute de demi-produit carré n'a été retrouvée autour du marteau pour la période considérée. Il est donc pertinent de s'intéresser au processus de production de fers ronds, probablement à partir de fers plats sous marteau hydraulique. De plus, de façon étonnante, les fouilles menées en 2020 ont révélé la présence de chutes de fer carré au niveau de la forge du château, mais aucune chute de fers ronds. Ceci pourrait sous-entendre qu'il existe deux productions de demi-produits bien distinctes, l'une au niveau du marteau, l'autre au niveau du château.

La sélection des demi-produits pour le XV^{ème} siècle, représentatifs des différentes formes données au métal après passage sous marteau hydraulique (barres de fer plates, verges et fers ronds), permet de se questionner sur l'intérêt de cette diversification morphologique. En effet, permet-elle de répondre à des demandes spécifiques des acquéreurs, certaines formes étant plus adaptées que d'autres à la réalisation d'un type d'objet ? Ou faut-il voir dans ces formes une indication visuelle sur la nature du métal, comme pratiqué durant l'Antiquité (cf. chapitre II) ? En d'autres termes, existe-t-il une qualité spécifique à chaque type de demi-produits ? Par ailleurs, ceux-ci ne sont pas sans rappeler les produits des forges hydrauliques des Pyrénées, décrits par Catherine Verna dans « Le temps des moulins » (C. Verna, 2001, p.105). Elle précise que l'appareil fournit des barres de fer rondes « *barra ferri rotonda* », des barres de fers plates « *merlaria* » et des tiges « *virgae platae* » et « *virgae ferreae* » ainsi que du fer en plaque « *plata* ». Certaines dénominations pourraient refléter une qualité propre (cf. chapitre II). Ces demi-produits offrent donc la possibilité de confronter les sources écrites à la réalité matérielle. En se basant sur les données morphologiques et sur la nature du métal, peut-on attribuer aux demi-produits de Castel-Minier les dénominations trouvées dans la littérature ?

La spécificité de ce siècle, pour Castel-Minier, est l'apparition du marteau hydraulique. Se substituant à la force humaine, il doit permettre de travailler plus rapidement des volumes de fer plus importants (P. Benoit et K. Berthier, 1998) Cependant, quel est l'impact de ce marteau sur la propreté inclusionnaire du demi-produit qu'il délivre ? Garantit-il une meilleure épuration en facilitant le travail de la matière ? Ou au contraire est-elle négligée au détriment de la rapidité d'exécution et de la productivité ? Permet-il de fournir des demi-produits plus fins ? Et quelle est la relation entre propreté inclusionnaire et épaisseur du demi-produit ? La sélection des demi-produits issus du canal du XV^{ème} siècle et d'épaisseur variable permettra d'apporter des éléments de réponse.

d) Quatrième période d'occupation (XVI^{ème} siècle)

Pour cette dernière phase d'occupation, la morphologie des demi-produits change par rapport à ceux du XV^{ème} siècle. A titre d'exemple, aucun fer rond n'a été mis au jour pour cette période. Les demi-produits sont désormais façonnés sous forme de barres, de feuilles ou de plaques (F. Téreygeol, 2014, p.43). La régularité des formes observée pour le XV^{ème} siècle n'est plus. Les demi-produits sont très différents morphologiquement et les traces de tranchage à

chaud ne sont pas aussi visibles que pour le XV^{ème} siècle. Ceci entraîne une identification plus délicate du demi-produit.

Une sélection de vingt-deux demi-produits représentatifs de cette période avait déjà été réalisée et étudiée par Ivan Stepanov (F. Téreygeol, 2014, Annexe III). Toutefois, certains objets décrits comme des demi-produits par Ivan Stepanov, ne correspondaient pas à la vision du demi-produit telle qu'elle est présentée précédemment. Certains objets étaient très peu mis en forme, et peu martelés, et semblaient s'apparenter au résultat d'un stade plus primaire de la chaîne opératoire, et non à un demi-produit sur le point d'être exporté. Ces derniers ont donc été exclus de notre corpus mais il est possible que certains demi-produits conservés, possédant des faces martelées, soient en réalité des éclats de martelage, ou des arrachements d'un demi-produit en cours de martelage, et non des chutes de demi-produits issues d'un demi-produit prêt à être exporté, ou en passe de l'être. En effet, le manque de récurrence dans les formes pour les demi-produits au XVI^{ème} siècle, complique leur identification.

Les seize demi-produits conservés sont tous issus du secteur de la mouline et se distribuent entre le ferrier 1, la zone du marteau et celle de la soufflerie (Figure 57).

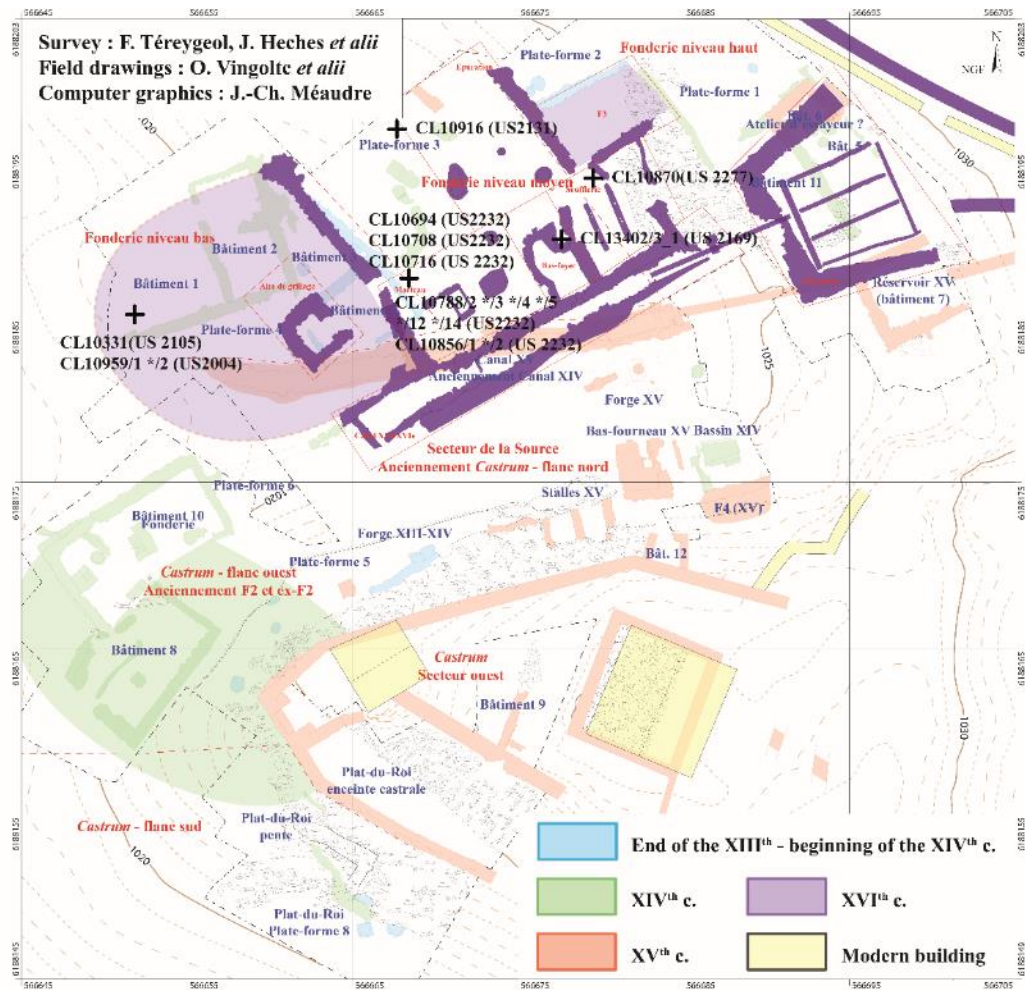


Figure 57 : Localisation des demi-produits étudiés pour le XVI^{ème} siècle

Ils se présentent sous la forme de fers plats, fins, présentant très souvent des replis au niveau de leur extrémité (Figure 58- CL10856-1 par exemple). D'autres se présentent sous la forme de barres parallépipédiques plus régulières (Figure 58 – CL10331 par exemple). Certains demi-produits présentent, sur leur surface, des bosses ou des cavités, témoignant d'une phase de martelage, pouvant avoir été réalisée, d'après Ivan Stepanov, sous marteau hydraulique, ou bien, à l'aide d'un outil de type burin ou poinçon, de façon manuelle (F. Téreygeol, 2014, Annexe III). Il différencie alors les deux cas de figure précédents par la distance séparant deux motifs sinusoïdaux consécutifs - succession de creux et de bosses – à la surface de l'objet. Si cette dernière est comprise entre 3 et 4 cm, le martelage a eu lieu sous marteau hydraulique, sinon, il a eu lieu de façon manuelle (motif régulier séparé par des distances comprises entre 0,5 et 2 cm). Enfin, certains demi-produits considérés s'apparentent davantage à des ébauches d'objets (Figure 58 – CL10694).

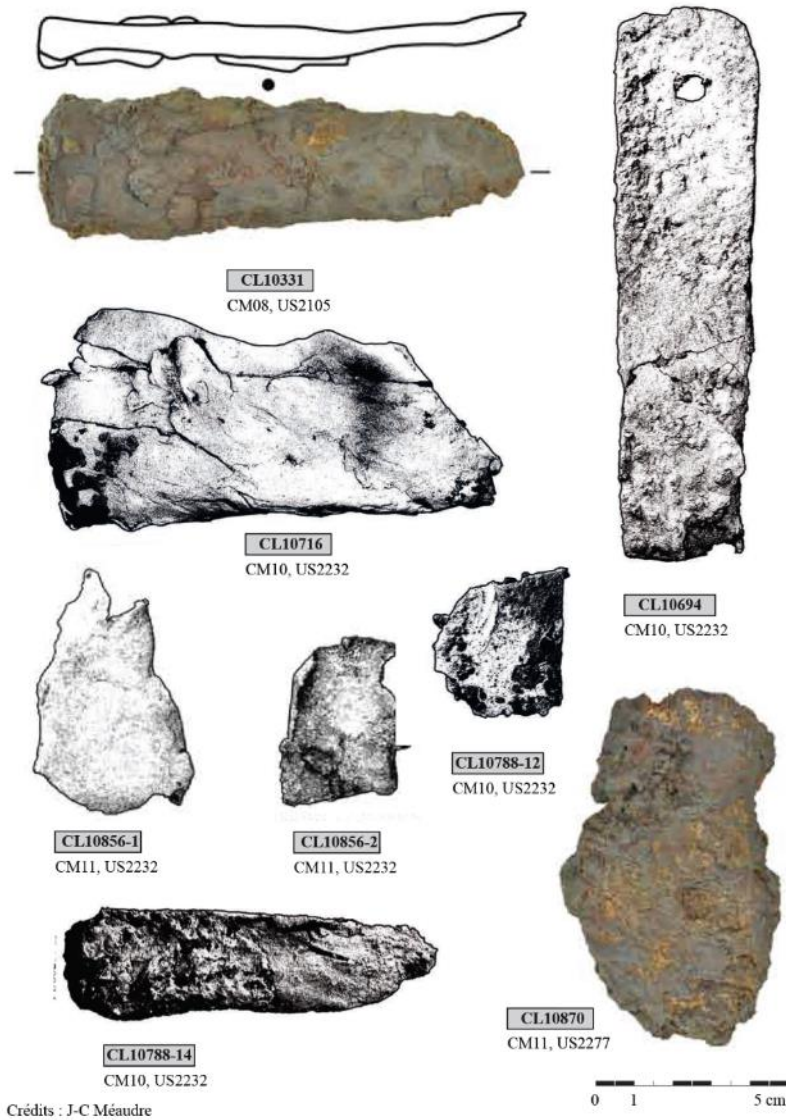


Figure 58 : Exemples des chutes de demi-produits issues de la production du XVI^{ème} siècle

Tableau 27 : Caractéristiques métrologiques des demi-produits étudiés pour le XVI^{ème} siècle par Ivan Stepanov, NC : Non Communiqué

Code Labo	US	Zone	L (mm)	l (mm)	e (mm)	m (g)
10331	2105	Mouline – Ferrier 1	120	30	5	130,8
10694	2232	Mouline - Marteau	150	40	5	101,8
10708	2232	Mouline - Marteau	100	80	13	NC
10716	2232	Mouline - Marteau	115	60	7	/
10788/2	2232	Mouline - Marteau	110	40	10	/
10788/3	2232	Mouline - Marteau	50	45	5	37,8
10788/4	2232	Mouline - Marteau	60	55	12	59,5
10788/5	2232	Mouline - Marteau	85	50	15	70,65
10788/12	2232	Mouline - Marteau	35	43	7	32,4
10788/14	2232	Mouline - Marteau	95	30	6	24,5
10856/1	2232	Mouline - Marteau	65	40	7	55,3
10856/2	2232	Mouline - Marteau	53	45	6	15,3
10870	2277	Mouline - Soufflerie	90	55	15	NC
10916	2131	Mouline – Plateforme 3	280	20	10	3500
10959/1	2004	Mouline – Ferrier 1	150	50	20	254
10959/2	2004	Mouline – Ferrier 1	110	35	10	122,4
13402-3-1	2169	Mouline – Bas foyer	40	28	9	62

Pour cette période, l'énergie hydraulique n'alimente plus uniquement le marteau mais permet aussi d'actionner les soufflets et par ailleurs, la taille du marteau est également amenée à changer (*cf.* chapitre II, §II.B.2.d). Quelle peut donc être l'influence de ces modifications sur la nature du métal ? L'introduction de l'hydraulique pour la soufflerie implique-t-elle une production de fers plus carburés en augmentant le débit d'air entrant au sein du four ? Quelles sont les répercussions d'un marteau possédant une plus grande surface de frappe sur la production du XVI^{ème} siècle par rapport à celle du XV^{ème} siècle ?

2. Les fragments de masses brutes en cours de compactage ou éclats de masses brutes

a) Pour le XV^{ème} siècle

A Castel-Minier, une seule masse en cours de compactage datée du XV^{ème} siècle a été découverte et a de fait été intégrée au corpus. Il s'agit de la masse CL 13625/1 (CM17, US6069). Ce type de découverte est rare à Castel-Minier.

Elle provient de l'unité stratigraphique 6069, correspondant au secteur de la soufflerie du XV^{ème} siècle. Cette unité stratigraphique correspond à une zone de rejet dans laquelle ont également été retrouvés des clous et divers autres fragments métalliques.

Au vu de sa masse (2,5 kg) et de ses dimensions (150 x 140 x 45 mm), il est clair qu'elle ne constitue pas une masse brute entière, du même ordre que celle qui sortirait du fourneau, mais qu'il s'agit d'un fragment de masse brute. Cette masse est de forme globalement circulaire avec une encoche et des excroissances (Figure 59). Des porosités sont visibles à la surface. Concernant les deux plus grandes faces, l'une est plane, c'est la face qui était probablement en appui sur le sol, tandis que l'autre est bombée. Les plus petites faces sont irrégulières à l'exception d'une qui est plane. On remarque, quelques traces de martelage, visibles sur une des extrémités de la masse brute témoignant d'un début de compactage. Ainsi, par la présence d'une face plane, il peut être considéré comme un fragment de masse brute en cours de compactage, toutefois sa mise en forme n'est que sommaire. Le martelage a rapidement été abandonné.

Issu d'une unité stratigraphique correspondant à une zone de rejet, la question se pose concernant le motif de son exclusion ? Fait-il partie d'une stratégie de tri de la matière et de sélection d'une nature de métal particulière après fragmentation d'une masse brute plus volumineuse ? Faut-il y voir un lien avec l'interruption précoce du martelage, la matière étant trop dure à marteler ? La détermination de la nature de métal renfermée par cette masse apportera des réponses.



Figure 59 : Fragment de masse brute en cours de compactage CL13625-1

Tableau 28 : Caractéristiques métrologiques du fragment de masse brute étudié pour le XV^{ème} siècle

Code Labo	US	Secteur	Longueur (mm)	Largeur (mm)	Epaisseur(mm)	Masse (g)
13625/1	6069	Soufflerie du XV ^{ème} siècle	150	140	45	2475

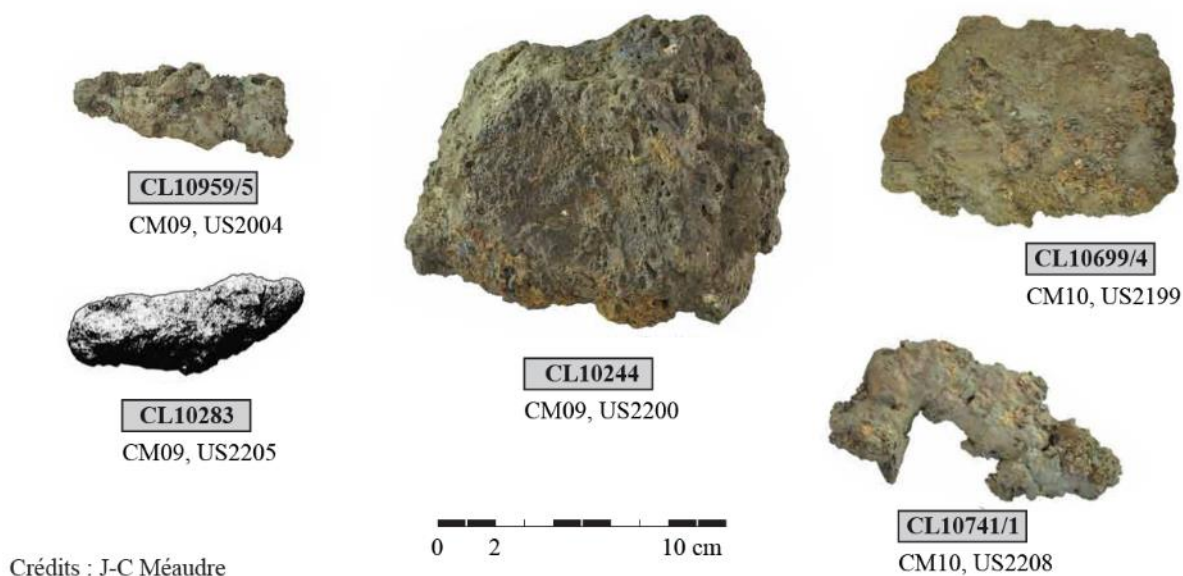
b) Pour le XVI^{ème} siècle

Pour le XVI^{ème} siècle, une première sélection de cinq fragments de masses brutes en cours de compactage a été faite et étudiée par Ivan Stepanov. Ils proviennent de la plateforme 3 du secteur de la mouline, à proximité de l'enclume, à l'exception du fragment CL10959/5 (CM09, US2004), qui lui provient du ferrier 1 (Téreygeol, 2014, Annexe III).

Mis à part le fragment CL10244, les fragments sont de plus faibles dimensions que celui du XV^{ème} siècle. Ils sont, pour la majorité des cas, informes traduisant une phase de compactage peu avancée voire inexistante et présentent des surfaces déchiquetées (Figure 60). En ce sens,

ils peuvent être considérés comme des *gromps*, ces déchets résultant de la phase d'épuration de la masse brute, détachés sous l'effet des chocs mécaniques (E.-M. Nosek, 1994).

D'autres présentent au moins une de leur surface plane suite à un martelage primaire et peuvent être en ce sens considérés comme des fragments de masse brute en cours de compactage. La différence entre ces deux types de matière encore brute devra être étudiée par l'analyse métallographique.



Crédits : J-C Méaudre

Figure 60 : Fragment de masse en cours de compactage et gromps pour le XVI^{ème} siècle

Code Labo	Année	US	Secteur	Longueur (mm)	Largeur (mm)	Epaisseur (mm)	Masse (g)
10244	2009	2200	Mouline – Plateforme 3	150	110	70	1101
10283	2009	2205	Mouline – Plateforme 3	80	30	30	92,4
10699/4	2010	2199	Mouline – Plateforme 3	100	75	20	213,5
10714/1	2010	2208	Mouline – Plateforme 3	100	55	14	146,3
10959/5	2009	2004	Mouline- Ferrier 1	75	30	25	50,2

Même si la question de la représentativité de ces fragments reste ouverte, l'étude des fragments de masse brute en cours de compactage du XV^{ème} siècle et du XVI^{ème} siècle, permettra de caractériser la nature de la production, au plus près de l'étape de réduction, au

sortir du fourneau, sans transformation importante de la matière⁷⁷ par le forgeron. La nature du métal produit par les deux systèmes techniques – avec ou sans apport de l'hydraulique pour alimenter les soufflets - pourra être comparée afin de mesurer l'influence des modes de production.

3. Les objets finis

Afin d'étudier la nature du métal en aval du demi-produit, aux stades finaux de la chaîne opératoire, des objets finis ont été sélectionnés. Il s'agit de neuf pointerolles réparties entre le XIV^{ème} siècle et le XV^{ème} siècle, deux éléments de chaîne du XV^{ème} siècle ainsi qu'un fer de hache également attribué au XV^{ème} siècle. Une des raisons pour lesquelles ces catégories d'objets ont été spécifiquement choisies est qu'elles sont destinées à un usage précis et donc supposent une nature de métal et des propriétés mécaniques particulières, adaptées à leur fonction. L'étude de leur nature s'avère pertinente pour comprendre davantage les relations entre structures et propriétés, mais aussi pour appréhender dans quelle mesure les forgerons de Castel-Minier modifiaient la nature du métal en vue de l'adapter à un usage particulier.

Si la probabilité est très faible pour que les masses brutes ou les demi-produits retrouvés à Castel-Minier aient été produits ailleurs, la question peut par contre se poser pour les objets finis. En effet, ceux-ci peuvent être amenés à se déplacer. L'exemple type est le fer à cheval qui a donc été volontairement exclu de cette étude. Le site semble produire suffisamment de fer au XV^{ème} siècle et au XVI^{ème} siècle pour le commercialiser mais aussi pour répondre à ses besoins. Il y a donc de fortes chances que les produits retrouvés aient été produits sur place. Les analyses de Stéphanie Leroy attestent par ailleurs que pour la confection d'un anneau, d'une tige et d'une pointerolle élaborés entre le XIV^{ème} siècle et le XV^{ème} siècle, le fer employé est celui produit sur le site (S. Leroy, 2010, p.335).

a) Les pointerolles :

La pointerolle est l'outil de mineur par excellence, c'est la raison pour laquelle, il n'a pas été surprenant de la compter parmi les objets finis retrouvés à Castel-Minier. Il s'agit d'un

⁷⁷ A l'exception de la phase première de martelage consistant à compacter grossièrement la masse brute pour profiter de son inertie thermique au sortir du four et des premières étapes de martelage visible pour la masse du XV^{ème} siècle.

burin emmanché servant à entailler la roche. D'une main, le mineur maintient la pointerolle à l'aide du manche la traversant au niveau de l'œil. De l'autre, il vient frapper à l'aide d'un marteau, l'extrémité aplaniée de la pointerolle : la tête. Suite à ce mouvement de percussion, l'autre extrémité de la pointerolle – la pointe – vient entailler la roche (Figure 64).

Quarante-quatre pointerolles ont été retrouvées (Téreygeol, 2017, p. 70, 2014, p.111 et données de la base de données de Castel-Minier). Sept sont attribuées au XIV^{ème} siècle, les autres au XV^{ème} siècle. Une telle découverte est exceptionnelle pour la période. Vingt-quatre pointerolles ont été retrouvées en mine, dans la galerie des anciens ou au niveau du TB0. Parmi elles, un lot exceptionnel de dix pointerolles, cimentées ensemble par la corrosion, se distingue du reste des découvertes (F. Téreygeol, 2017, p.70). Au vu de l'arrangement régulier des pointerolles et de leur nombre, ce lot est un dépôt volontaire représentant la consommation journalière⁷⁸ d'un mineur. Le nombre élevé de pointerolles devait prévenir de l'usure et de la casse susceptibles de se produire au cours du travail, et permettait au mineur de poursuivre son travail sans interruption. Les autres pointerolles ont été retrouvées sur le site, sur le *castrum* ou au niveau de la fonderie. Ces dernières, avaient probablement été ramenées sur site pour être reforcées ou réparées. Aucune chute de fer carré n'a été retrouvée à proximité du marteau ou dans le canal du XV^{ème} siècle. En revanche, récemment, lors des dernières fouilles de 2020, des chutes de fer carré ont été retrouvées au niveau de la forge castrale. Cela pourrait indiquer que la forge et la réparation des pointerolles n'étaient pas réalisées sous le marteau mais correspondaient à une production spécifique liée à la forge castrale. Par ailleurs, il y a de très fortes chances que l'ensemble des pointerolles produites à Castel-Minier soient uniquement destinées à une consommation locale. L'hypothèse d'une production de pointerolles destinée à alimenter le marché régional est à rejeter.

Les pointerolles retrouvées à Castel-Minier présentent des différences métrologiques reflétant, entre autres, des niveaux d'usures variables. Sur les quarante-quatre pointerolles retrouvées, trente sont entières (F. Téreygeol, 2017, p.66-70). Pour les autres, parce que la pointe s'est brisée au contact de la roche lors de la frappe, seul le corps privé de la pointe ou la pointe privée du corps ont été retrouvés. Dans la majorité des cas, les pointerolles, même entières, sont très usagées. On note, au niveau de la tête, des traces de frappe ayant causé un écrasement prononcé de celle-ci. Certaines pointes sont également endommagées. Elles sont raccourcies et proches de l'œil, ce qui témoigne de l'utilisation intensive de la pointerolle.

⁷⁸ Le règlement de la mine de Pampailly porte ce nombre à douze pour une journée de travail.

Quelquefois, les deux extrémités, la pointe et la tête, sont usées. Quelques pointerolles reforgées et donc proches de l'état neuf, ont pu être retrouvées. Elles s'identifient par une pointe ou une tête rapprochées de l'œil, mais cette dernière n'est pas écrasée.

La section au niveau de l'œil est carrée ou rectangulaire. Suivant le degré d'usure, pour les pointerolles complètes, la longueur de la tête à la pointe est comprise entre 75⁷⁹ et 138 mm (Figure 61) avec une moyenne de 107 mm ($\sigma=22$). Le lot de pointerolles découvert en mine est métrologiquement plus homogène, les longueurs sont comprises entre 122 et 134 mm, avec une moyenne de 126 mm. Les dimensions sont bien inférieures à celles préconisées par Agricola⁸⁰ (G. Agricola, 1556, p.114-118). D'après lui, la longueur idéale pour une pointerolle est de $\frac{3}{4}$ de pied soit 220 mm, mais il précise également que les outils peuvent être plus ou moins longs selon les besoins. Les plus courtes longueurs mesurées à Castel-Minier peuvent donc refléter un besoin d'outils plus petits, mais sont aussi la conséquence de l'usure des pointerolles. Des pointerolles datées du XVI^{ème} et du XVII^{ème} siècle ont été découvertes sur des sites miniers dans l'Est de la France. Pour ces pointerolles, comme pour celles découvertes sur le site de Pampailly près de Lyon (I. Guillot *et al.*, 1987) et datées du XV^{ème} siècle, les dimensions requises par Agricola ne sont pas non plus atteintes (Figure 61). En effet, pour les 197 pointerolles découvertes dans la forge de la mine Samson (vallon du Saint-Pierremont, Saintes-Croix-aux-Mines, Haut-Rhin) et datées de la fin du XVI^{ème} siècle et du début du XVII^{ème} siècle, les longueurs sont comprises entre 70 et 135 mm, ce qui coïncide avec les valeurs observées à Castel-Minier (A. Conin *et al.*, 1990).

⁷⁹ La longueur de 57 mm fait figure d'exception. Les longueurs les plus faibles sont généralement autour de 75 mm à Castel-Minier.

⁸⁰ A défaut d'autres sources écrites contemporaines à notre corpus, précisons que les propos d'Agricola (savant du XVI^{ème} siècle, auteur de *De Re Metallica*) réfèrent à des pointerolles d'Europe Centrale pour le XVI^{ème} siècle.

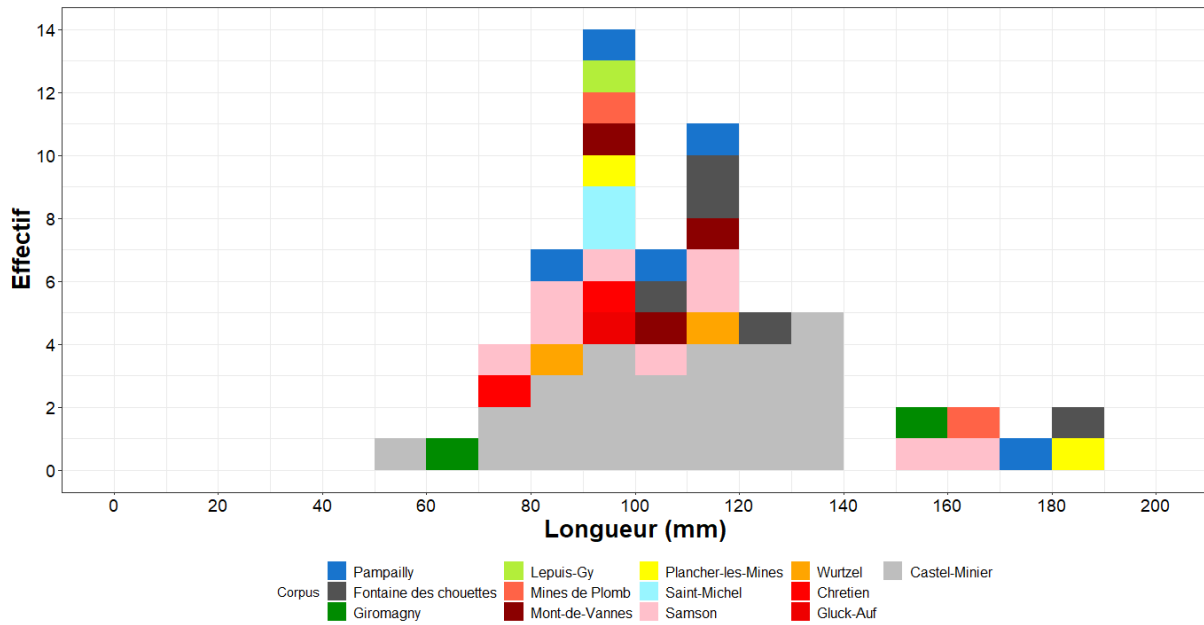


Figure 61 : Histogramme de distribution des longueurs des pointerolles de Castel-Minier dans le panorama d'autres pointerolles du XIV^{ème} siècle, XV^{ème} siècle et XVI^{ème} siècle, issues d'autres mines de l'Est de la France et de la mine royale de Pampailly près de Lyon (I. Guillot et al., 1987, 1995; A. Conin et al., 1990) – Cet histogramme comptabilise uniquement les pointerolles entières. Les 197 pointerolles de la Mine Samson ne sont pas considérées, seules le sont celles pour lesquels nous disposons de la donnée métrique

Le ratio O(R), exprimé comme étant le rapport entre la distance pointe-centre de l'œil (a) et la longueur de la pointerolle (respectivement a et L sur la Figure 64), est compris entre 0,23 et 0,65 et présente une moyenne de 0,41 ($\sigma=0,1$). Ceci témoigne d'un décentrement de l'œil vers la pointe, confirmant l'usure de l'outil. Ici encore, ce ratio est inférieur à celui préconisé par Agricola qui est de 0,57 (Figure 62).

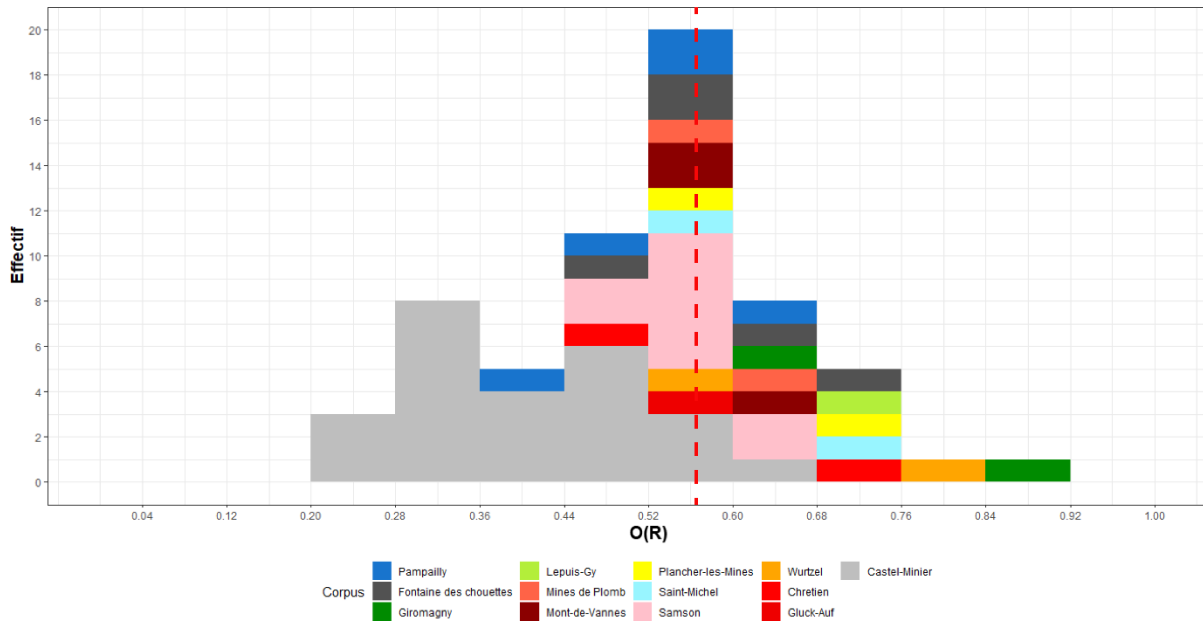


Figure 62 : Histogramme de distribution du ratio $O(R)$ des pointerolles de Castel-Minier dans le panorama d'autres pointerolles, du XIV^{ème} siècle, XV^{ème} siècle et XVI^{ème} siècle, issues d'autres mines de l'Est de la France et de la mine royale de Pampailly près de Lyon (I. Guillot et al., 1987, 1995; A. Conin et al., 1990) - Cet histogramme comptabilise uniquement les pointerolles entières. Les 197 pointerolles de la Mine Samson ne sont pas considérées, seules le sont celles pour lesquelles nous disposons de la donnée métrique (je dois ajouter les pointerolles de 2020). La ligne en pointillé rouge indique la position de la valeur préconisée par Agricola.

Toutefois, la comparaison des pointerolles de Castel-Minier à celles des autres sites ou aux recommandations d'Agricola, n'est à considérer qu'à titre indicatif, car le niveau d'usure des pointerolles est difficilement estimable et ne permet donc pas de conclure quant aux dimensions des pointerolles neuves produites. Toutefois, il semblerait que celles de Castel-Minier soient de plus petites dimensions ou bien qu'elles soient plus usées, signe d'une utilisation poussée à l'extrême avant réparation.

Pour cette étude, quatre pointerolles du XIV^{ème} siècle et cinq pointerolles du XV^{ème} siècle ont été sélectionnées (Tableau 29). L'une d'entre elles - CL12687 (CM15, TB0-7) - provient de la mine, les autres ont été retrouvées sur site (Figure 63).

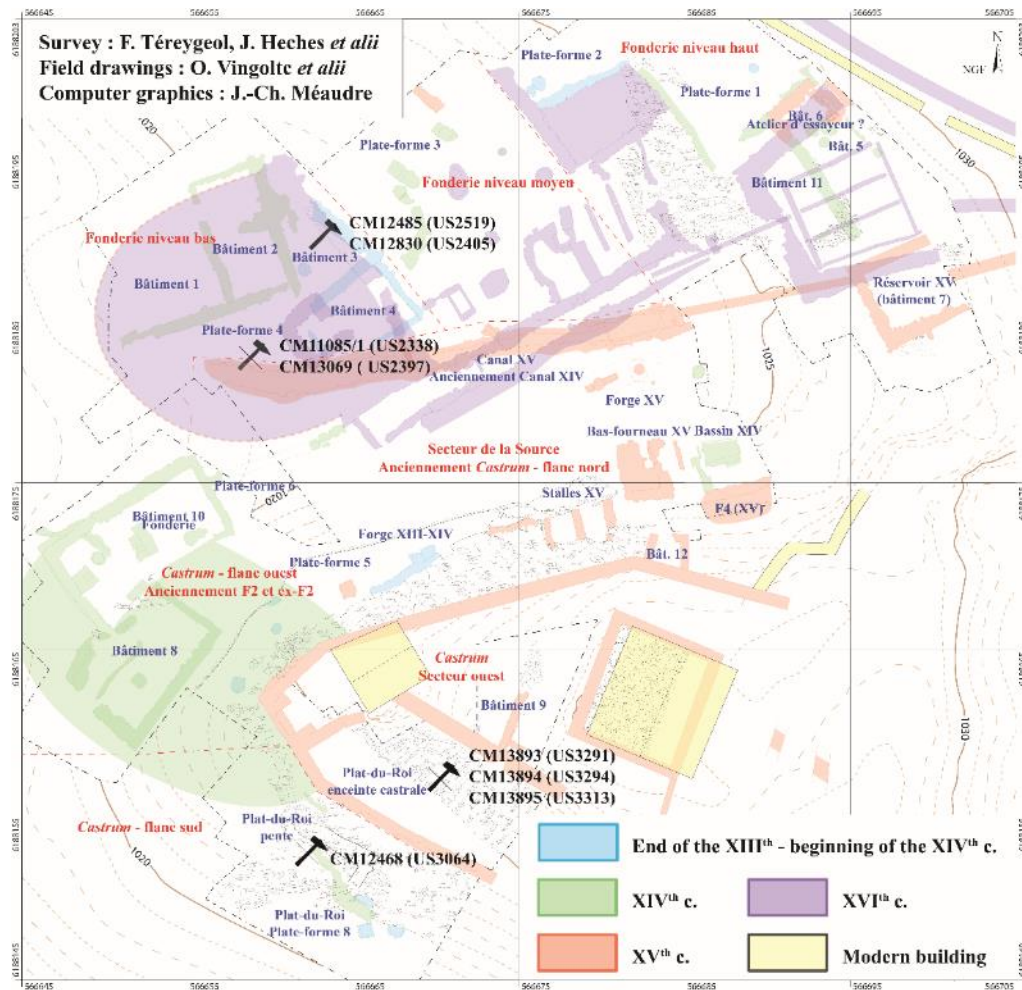


Figure 63 : Localisation sur le site des pointerolles retenues pour étude

Sept sont entières mais la sélection comprend des pointerolles de longueur et de ratio O(R) différents reflétant un stade d'usure plus ou moins avancé (Figure 64). La pointerolle CL12687 (CM15, TB0) est endommagée à ses deux extrémités tandis que la pointerolle CL12485 (CM15, US2519) présente des traces de frappe au niveau de la tête, mais la pointe est encore allongée. La pointerolle CL12830 (CM15, US2405) est brisée au niveau de la pointe tandis que la pointerolle CL13894 (CM19, US3294) n'est qu'une pointe, le corps de la pointerolle est manquant. Il manque à la sélection une pointerolle neuve ou au moins reforgée et proche de l'état neuf (Figure 64).

Tableau 29 : Caractéristiques métrologiques des pointerolles étudiées (XIV^{ème} siècle et XV^{ème} siècle)

Code Labo	Datation	US	Secteur	Description	L (mm)	I (mm)	e (mm)	m (g)	O(R)
11085-1	XIV ^{ème} siècle	2338	Fonderie (bas)	Complète	90	19	22	190	0,54
12485		2519	Fonderie (bas)	Complète	101	24	24	216	0,49
12830		2405	Fonderie (bas)	Corps	78	23	20	160	Ind.
13069		2397	Fonderie (bas)	Complète	113	27	25	280	0,42
12468	XV ^{ème} siècle.	3064	<i>Castrum</i> flanc sud	Complète	83	26	19	191	0,52
12687		TB0_7	Les Ouels	Complète	78	25	19	150	0,55
13893		3291	<i>Castrum</i> flanc sud	Complète	57	25	14	87	0,65
13894		3294	<i>Castrum</i> flanc sud	Pointe	45	22	20	59	Ind.
13895		3313	<i>Castrum</i> flanc sud	Complète	75	20	15	138	0,6

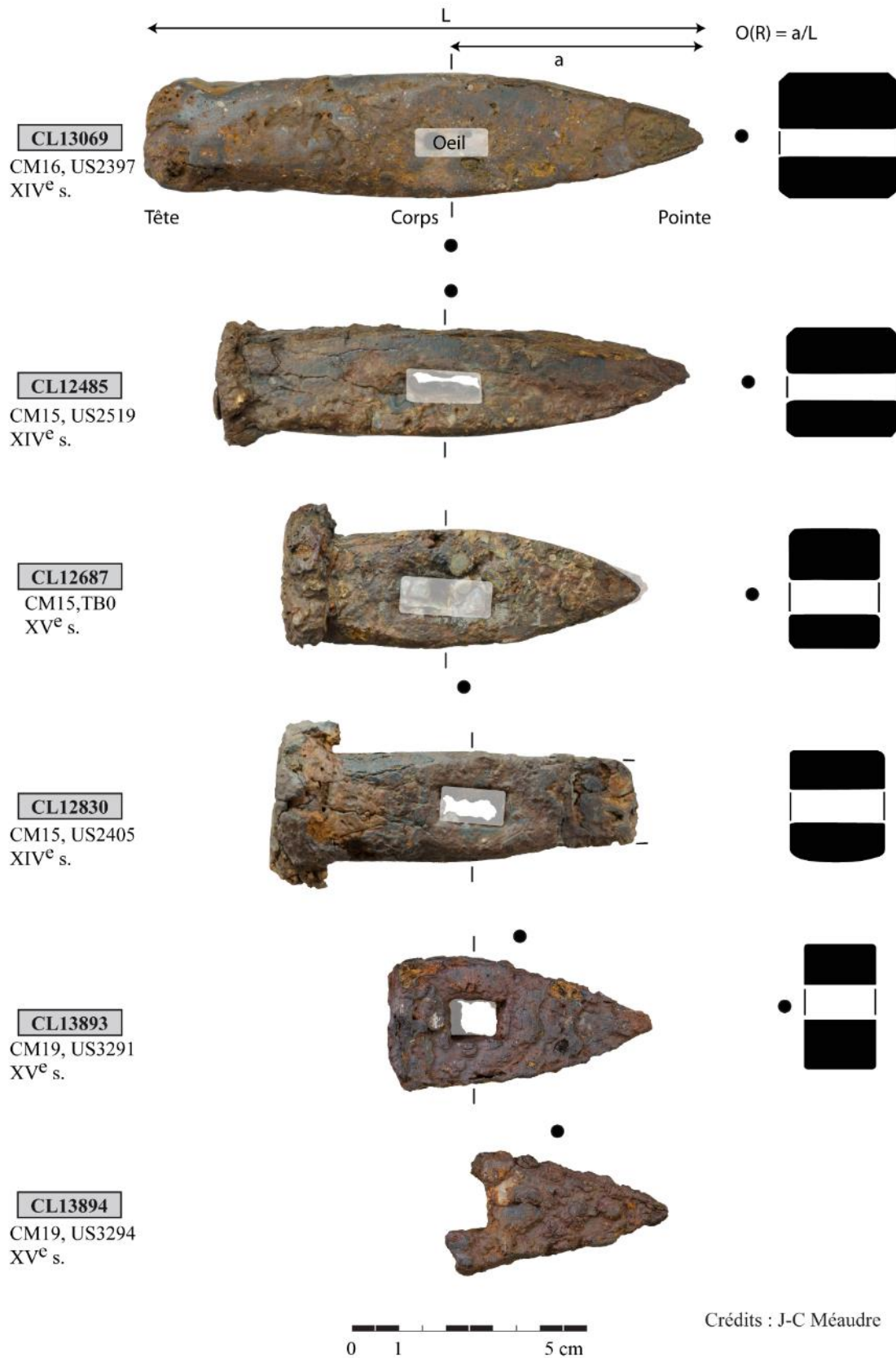


Figure 64 : Exemples des niveaux d'usure des pointerolles parmi celles sélectionnées pour l'étude, CL13069 : Pointerolle proche d'un état neuf, CL12485 : Pointerolle proche d'un état neuf mais avec trace d'écrasement sur la tête, CL12687 : Pointerolle usée aux deux extrémités, CL12830 : Pointerolle dont la pointe est brisée, CL13893 : Pointerolle dont l'œil est très proche de la tête, CL13894 : Pointe seule

La pointerolle se devant de posséder une pointe suffisamment dure pour entailler la roche sans se briser, une des questions majeures autour de cet objet réside dans la nature du métal de cette pointe, en comparaison avec celle du corps. Comment les forgerons de Castel-Minier appréhendaient la nature du métal qu'ils produisaient pour l'adapter à un usage spécifique ? Existe-t-il une attention particulière portée sur la nature de la pointe, un traitement thermique ou mécanique particulier pour cette dernière ? Dans cette optique, que penser de l'isolement géographique de l'atelier de forge de production et de réparation des pointerolles ? Sert-il uniquement à séparer les productions destinées à être commercialisées de celles conçues pour les besoins du site ou marque-t-il des différences en terme de qualité de métal et de savoir-faire techniques ?

La sélection couvrant deux périodes d'occupation pour le site, il sera intéressant de comparer les savoir-faire des forgerons des XIV^{ème} siècle et XV^{ème} siècle, tant pour la production que pour la réparation de ces objets. Observe-t-on une homogénéité dans le mode de production des pointerolles à Castel-Minier pour une même période et entre périodes ? Existe-t-il une transmission des savoir-faire et/ou une amélioration du modèle ?

Ces résultats pourront être comparés aux travaux menés sur les pointerolles issus d'autres sites miniers tels que Pampailly pour n'en citer qu'un (I. Guillot *et al.*, 1987, 1995; A. Conin *et al.*, 1990).

b) Les éléments de chaîne

Dans la mine, au niveau du TB19, un fragment d'anneau et un fragment de crochet, datés du XV^{ème} siècle, ont été retrouvés, traduisant la présence d'un chaînage et d'un système de suspension en mine (Téreygeol, 2017,p.74).

Pour le crochet, une des extrémités, tranchée à chaud, matérialise la pointe du crochet (Figure 65). Le crochet et l'anneau possèdent respectivement des diamètres similaires de 2,5 cm et 2 cm (Tableau 30). Ces diamètres sont identiques à ceux mesurés pour les fers ronds, précédemment décrits (*cf. supra* II.B.1.c.ii), et qui leur sont contemporains. Ainsi, en supplément de la volonté de connaître la nature du métal les composant, leur étude a été motivée par l'idée que ces objets finis pouvaient être issus de la mise en forme de fers ronds sur le site. Ces derniers ne seraient alors pas uniquement destinés à l'exportation, mais aussi employés sur place pour les besoins du site.

Tableau 30 : Caractéristiques métrologiques des éléments de chaîne étudiés pour le XV^{ème} siècle

Code Labo	Description	US	Secteur	Ø (mm)	m (g)
13269/1	Fragment de crochet	TB19_11	Les Ouels	25	244
13269/2	Fragment d'anneau	TB19_11	Les Ouels	20	204



Figure 65 : Fragments de crochet (à gauche) et d'anneau (à droite) retrouvés en mine

c) Le fer de hache :

Deux fragments de fer de hache ont été retrouvés au niveau du canal du XV^{ème} siècle (F. Téreygeol, 2017, p.223). Ce sont les deux seuls fers de hache retrouvés à Castel-Minier. Hormis les clous et le mobilier équestre, ils sont aussi les deux seuls objets finis retrouvés dans ce canal.

Tous deux sont issus de la partie correspondant au tranchant de la hache. Ils se composent d'un tranchant faisant face à une surface brisée. Afin de préserver le matériel, seul le plus petit fragment, CL13396/1 (CM16, US6015), a été retenu pour l'étude (Figure 66).

Si la présence de ces éléments ne surprend pas à Castel-Minier, les haches étant des outils courants du boiseur de mine (Téreygeol, 2017, p.223), la question reste entière quant à leur provenance et à leur désignation. En effet, une question de nomenclature se pose. Catherine

Verna indique que la forge hydraulique produit des *marlana ferri* (C. Verna, 2001, p.105). De son côté, Jean Duvernoy, dans l'édition française des dépositions, traduit ce terme, *marlanum ferri*, par merlin de fer (Verna, 2001, p. 105, note 166). Or, Catherine Verna semble s'opposer à cette traduction, car certaines moulins sont connues pour leur production exclusive de *marlanum ferri*. Ainsi, elle affirme qu'il « serait surprenant que la mouline délivre en grande quantité » ce type d'objets finis, et ce de façon exclusive (C. Verna, 2001, p.105). Or, les deux fragments dont il est question dans ce paragraphe s'apparentent très fortement à des fragments de merlin. Qui plus est, ils sont issus d'une zone de production (canal du XV^{ème} siècle).

De nombreuses questions gravitent donc autour de ces fers de hache. S'agit-il effectivement de *marlana ferri* ? Sont-ils issus de la production d'un autre site ou sont-ils le fruit de la production de Castel-Minier ? Sont-ils enfin uniquement destinés à une consommation locale ou également dédiés à l'exportation ?

L'analyse métallographique ne sera pas suffisante pour apporter des réponses définitives à toutes ces questions mais aura au moins le mérite de les discuter.

Tableau 31 : Caractéristiques métrologiques des fragments de hache pour le XV^{ème} siècle

Code Labo	US	Secteur	Longueur (mm)	Largeur (mm)	Epaisseur (mm)	Masse (g)	Analysé
13396/1	6015	Canal du XV ^{ème} siècle	27	20	6	11,7	Oui
12678/1	2529	Canal du XV ^{ème} siècle	78	34	12	129,3	Non



Figure 66 : Fragments de hache découverts dans le canal du XV^{ème} siècle.

Tableau 32 : Tableau récapitulatif de l'ensemble des objets sélectionnés pour étude à Castel-Minier

Code Labo	Type	Description	Période d'occupation	US	Longueur (mm)	Largeur (mm)	Epaisseur (mm)	Masse (g)
13284	Demi-produit / Ebauche d'objet	Barre	Fin XIII ^{ème} siècle.- Début XIV ^{ème} siècle.	6016	125	34	7	271
13286	Demi-produit / Ebauche d'objet	Plaque	Fin XIII ^{ème} siècle.- Début XIV ^{ème} siècle.	6016	125	70	5	291
13287	Demi-produit / Ebauche d'objet	Tôle	Fin XIII ^{ème} siècle.- Début XIV ^{ème} siècle.	6016	80	65	4,6	179
12185	Ebauche		XIV ^{ème} siècle.	3082	92	16-44	22	292
12234-3	Ebauche		XIV ^{ème} siècle.	3082	80	18-35	10-30	268
12188	Demi-produit	Chute de barre	XIV ^{ème} siècle.	3082	78	21	21	171
12684		Chute de barre	XIV ^{ème} siècle.	3160	90	15	10	52
13376/5		Chute de barre	XIV ^{ème} siècle.	3214	59	24	10	53
11887	Demi-produit	Fer plat	XV ^{ème} siècle	3021	35	70	5	95
12292-2		Fer plat	XV ^{ème} siècle.	3067	90	10,5	10,3	49,3
12247-3		Fer plat	XV ^{ème} siècle.	3077	68	12	12	59
12292-5		Fer plat	XV ^{ème} siècle.	3067	70	14	9	80
12472-2-2-1		Fer plat	XV ^{ème} siècle.	3017	71	30	2	49
12678-3 9		Fer plat	XV ^{ème} siècle.	2529	80	17	7	41
12678-4-6		Fer plat	XV ^{ème} siècle.	2529	44	35	6,8	55
12678-4-7		Fer plat	XV ^{ème} siècle.	2529	74	18,3	10	89
12678-14-2		Fer plat	XV ^{ème} siècle.	2529	60	20	5	37,8
13380-1		Fer plat	XV ^{ème} siècle.	6015	100	30	10	140
13380-2		Fer plat	XV ^{ème} siècle.	6015	120	35	8	119
13381-6		Fer plat	XV ^{ème} siècle.	6015	45	9,9	4,8	12
13381-15		Fer plat	XV ^{ème} siècle.	6015	42	10,4	6,8	16
13383-1		Fer plat	XV ^{ème} siècle.	6015	105	55	10	283
13383-2		Fer plat	XV ^{ème} siècle.	6015	50	60	10	142
13383-3		Fer plat	XV ^{ème} siècle.	6015	60	40	7	92
13383-8		Fer plat	XV ^{ème} siècle.	6015	125	35	7	183
13383-9		Fer plat	XV ^{ème} siècle.	6015	80	30	8	126
13383-10		Fer plat	XV ^{ème} siècle.	6015	50	25	6	64
13383-15		Demi-produit	Fer plat	XV ^{ème} siècle.	6015	60	30	8
13383-20	Fer plat		XV ^{ème} siècle.	6015	75	42	4	106
13383-21	Fer plat		XV ^{ème} siècle.	6015	70	30	7	102

13383-22		Fer plat	XV ^{ème} siècle.	6015	45	28	7	63	
13383-24		Fer plat	XV ^{ème} siècle.	6015	55	25	5	39	
13383-25		Fer plat	XV ^{ème} siècle.	6015	85	40	4,4	92	
13509		Fer plat	XV ^{ème} siècle.	6056	100	42	8	219	
13570-3		Fer plat	XV ^{ème} siècle.	6058	120	35	5	171	
13625-3		Fer plat	XV ^{ème} siècle.	6069	66	15	8	34	
13646		Fer plat	XV ^{ème} siècle.	6072	142	285	10	241	
13382-1		Fer rond	XV ^{ème} siècle.	6015	22	13	13	22	
13382-2			XV ^{ème} siècle.	6015	23	16	16	45	
13382-3			XV ^{ème} siècle.	6015	30	18	18	98	
13382-4			XV ^{ème} siècle.	6015	35	22	22	92	
13382-5			XV ^{ème} siècle.	6015	33	22	22	107	
13382-6			XV ^{ème} siècle.	6015	38	19	19	100	
13382-7			XV ^{ème} siècle.	6015	38	20	20	101	
13382-8			XV ^{ème} siècle.	6015	34	18	18	77	
13382-11			XV ^{ème} siècle.	6015	35	20	20	77	
13382-13			XV ^{ème} siècle.	6015	31	14	14	22	
13382-15			XV ^{ème} siècle.	6015	35	17	17	45	
13382-17			XV ^{ème} siècle.	6015	29	18	18	55	
10331				XVI ^{ème} siècle.	2105	120	30	5	130,8
10694				XVI ^{ème} siècle.	2232	150	40	5	101,8
10708			XVI ^{ème} siècle.	2232	100	80	13	NC	
10716			XVI ^{ème} siècle.	2232	115	60	7	/	
10788/2			XVI ^{ème} siècle.	2232	110	40	10	/	
10788/3			XVI ^{ème} siècle.	2232	50	45	5	37,8	
10788/4			XVI ^{ème} siècle.	2232	60	55	12	59,5	
10788/5			XVI ^{ème} siècle.	2232	85	50	15	70,65	
10788/12			XVI ^{ème} siècle.	2232	35	43	7	32,4	
10788/14			XVI ^{ème} siècle.	2232	95	30	6	24,5	
10856/1			XVI ^{ème} siècle.	2232	65	40	7	55,3	
10856/2			XVI ^{ème} siècle.	2232	53	45	6	15,3	
10870			XVI ^{ème} siècle.	2277	90	55	15	NC	
10916			XVI ^{ème} siècle.	2131	280	20	10	3500	
10959/1			XVI ^{ème} siècle.	2004	150	50	20	254	
10959/2	Demi-produit		XVI ^{ème} siècle.	2004	110	35	10	122,4	
13402-3-1			XVI ^{ème} siècle.	2105	120	30	5	130,8	
13625/1	Fragment de masse brute		XV ^{ème} siècle	6069	150	140	45	2475	

10244			XVI ^{ème} siècle	2200	150	110	70	1101
10283				2205	80	30	30	92,4
10699/4				2199	100	75	20	213,5
10714/1				2208	100	55	14	146,3
10959/5				2004	75	30	25	50,2
11085,1	Objet fini	Pointerolle	XIV ^{ème} siècle	2338	90	19	22	190
12485				2519	101	24	24	216
12830				2405	78	23	20	160
13069				2397	113	27	25	280
12468	Objet fini	Pointerolle	XV ^{ème} siècle	3064	83	26	19	191
12687				TB0_7	78	25	19	150
13893				3291	57	25	14	87
13894				3294	45	22	20	59
13895				3313	75	20	15	138
13269/1	Objet fini	Fragment de crochet	XV ^{ème} siècle	11		25	25	244
13269/2	Objet fini	Fragment d'anneau	XV ^{ème} siècle.	11		20	20	204
13396/1	Objet fini	Fer de hache	XV ^{ème} siècle	6015	27	20	6	11,7
12678/1	Objet fini	Fer de hache	XV ^{ème} siècle	2529	78	34	12	129,3

III. Sélection et description du mobilier de Glinet

A. Méthodologie générale

A Glinet, lors des fouilles, les artefacts ferreux ont systématiquement été relevés. A l'issue des différentes campagnes de fouilles, plus de 700 artefacts ferreux⁸¹ ont été collectés. Un examen de l'ensemble des produits ferreux issus de la fouille a été réalisé, par Danielle Arribet-Deroin, dans le but d'identifier chacun des artefacts et d'établir une typologie⁸² se basant à la fois sur la morphologie et la métrologie des produits, mais aussi sur leur appartenance à une catégorie fonctionnelle. Nous nous sommes basés sur cette classification pour sélectionner les demi-produits constituant notre corpus.

Glinet étant un site employant la filière indirecte, la production de gueuses en fonte précède la production de demi-produits en fer ou en acier. Dans le cadre de cette étude, seuls les demi-produits issus de la phase d'affinage, c'est-à-dire ceux en fer ou en acier, sont retenus.

D'après la nomenclature établie par Danielle Arribet-Deroin, se distinguent, à Glinet, les déchets métallurgiques (scories, parois de four, battitures...), des « morceaux ferreux » et des objets finis ferreux.

Les demi-produits sont donc à identifier parmi les morceaux ferreux qui désignent les reliquats ferreux retrouvés sur site, et qui ne sont pas des objets finis (D. Arribet-Deroin *et al.*, à paraître, p. 372). Une sous-classification de ces morceaux ferreux a ensuite été réalisée permettant de classer les représentants en trois catégories en fonction de leur degré d'élaboration, du plus éloigné au plus semblable au fer commercialisé.

La première de ces catégories regroupe les déchets ou pertes générés lors de l'étape d'affinage, de réchauffe ou de martelage. Il s'agit de fragments informes, ne témoignant pas d'une volonté de mise en forme. Les fragments de masse en cours de compactage en sont un exemple. La seconde catégorie rassemble les chutes. Elles témoignent du travail réalisé lors des étapes de forges. Elles présentent le plus souvent une trace de découpe et une mise en forme relativement aboutie. Enfin, la dernière catégorie est celle des demi-produits, qui eux sont

⁸¹ Cette donnée est extraite de la base de données réalisée par Danielle Arribet-Deroin dans le cadre des fouilles du site de Glinet, elle concerne uniquement les « morceaux ferreux » et objets évoqués par la suite.

⁸² La nomenclature adoptée à Glinet s'inspire de celles employées pour deux sites de forge, en Suisse, employant le procédé direct : Châbles (époque gallo-romaine) et Develier-Courtételle (époque mérovingienne) (T.-J. Anderson *et al.*, 2003; L. Eschenlohr *et al.*, 2007). Elle tient compte de la diversité des procédés et des chaînes opératoires (Arribet-Deroin *et al.*, à paraître, p. 374).

destinés à être commercialisés. Tout comme à Castel-Minier, les demi-produits de Glinet ne sont pas destinés à être conservés sur place. Ainsi, aucun demi-produit entier n'a été identifié. Ils sont toutefois présents sous forme de chutes de demi-produits⁸³. Parmi l'ensemble des chutes identifiées à Glinet, la classification propose de distinguer les chutes de demi-produits des chutes dites de travail (D. Arribet-Deroin *et al.*, à paraître, p. 378). Ces dernières témoignent d'une étape de travail dans la mise en forme du demi-produit ou de l'objet, et sont représentées par les chutes de fer facettées, les pellicules ferreuses, les éclats de compactage et les chutes de cisaillements. Elles présentent généralement deux faces non parallèles ou irrégulières, à l'exception des éclats de compactage pour lesquels les faces sont parallèles. Ils correspondent à des fragments qui se sont détachés de l'objet durant son martelage. En revanche, les chutes de demi-produits présentent systématiquement deux faces parallèles. A la différence des éclats de compactage, ils possèdent une forme géométrique plus définie et une mise en forme plus aboutie. Il se distingue les barres, les tôles, les tiges et les plaques. Dans cette catégorie, ont également été considérées les soies de préhension, anciennement attenante au demi-produit, car, comme vu pour Castel-Minier, elles permettent, au même titre que les chutes, de définir la nature du métal (D. Arribet-Deroin *et al.*, à paraître, p. 377-378). La différence entre ces éléments est présentée dans la partie suivante.

Nous remarquons que les systèmes de classifications établis pour Castel-Minier ou pour Glinet sont proches, la différence en terme de nomenclature est due à la diversité des produits découverts lors des fouilles. L'identification des demi-produits repose sur des critères similaires. Ils correspondent à des chutes, présentant une mise en forme avancée, possédant au moins deux faces martelées parallèles et la plupart du temps une trace de tranchage à chaud. Cependant, leur identification est plus complexe à Glinet car les artefacts sont parfois moins lisibles. La trace de tranchage à chaud, par exemple, n'est pas toujours nette. De plus, à Glinet, comme nous allons le voir par la suite, si certaines formes sont récurrentes, leurs dimensions sont très variables, ce qui renforce la complexité de l'identification des demi-produits.

De ce fait, quand l'identification était ambiguë et que la typologie de l'artefact le plaçait à la frontière entre chute de travail et chute de demi-produits, ce dernier a été exclu de la catégorie des demi-produits. En revanche, quand sa typologie le plaçait à la limite entre chutes de demi-produits et fragments d'objets finis ou ébauches d'objets, sans qu'une éventuelle

⁸³ Lorsqu'il sera fait référence aux demi-produits retrouvés à Glinet, dans ce chapitre et dans les chapitres suivants, il faudra alors comprendre « chutes de demi-produits ».

fonction ne puisse être attribuée à cet objet potentiel, alors il a été inclus à la catégorie demi-produits (Arribet-Deroin *et al.*, à paraître, p. 373).

En tenant compte de la classification précédemment décrite, parmi les quatre-vingt-quatorze chutes de demi-produits issues des fouilles de Glinet, vingt, de dimension suffisante pour permettre une analyse métallographique pertinente, ont été sélectionnés. Ces artefacts sont représentatifs des différentes formes de demi-produits découverts à Glinet. Ils proviennent de différents secteurs sur le site, à la fois de la zone du haut fourneau dans laquelle ils étaient potentiellement réemployés, de l'affinerie où ils étaient mis en forme, et de la chaufferie (Figure 67). Ils ont tous été trouvés près des appareils et attestent donc d'une production locale.

Dans le but de comprendre la filiation entre demi-produits et objets finis, et de mieux caractériser le domaine de destination fonctionnelle des demi-produits de Glinet, cinq objets finis ont complété le corpus. Bien que Glinet soit un site de production dont la vocation est de fournir des demi-produits, il lui était aussi nécessaire de produire des objets finis pour répondre à ses propres besoins. Contrairement aux demi-produits, les objets finis n'étaient pas commercialisés.

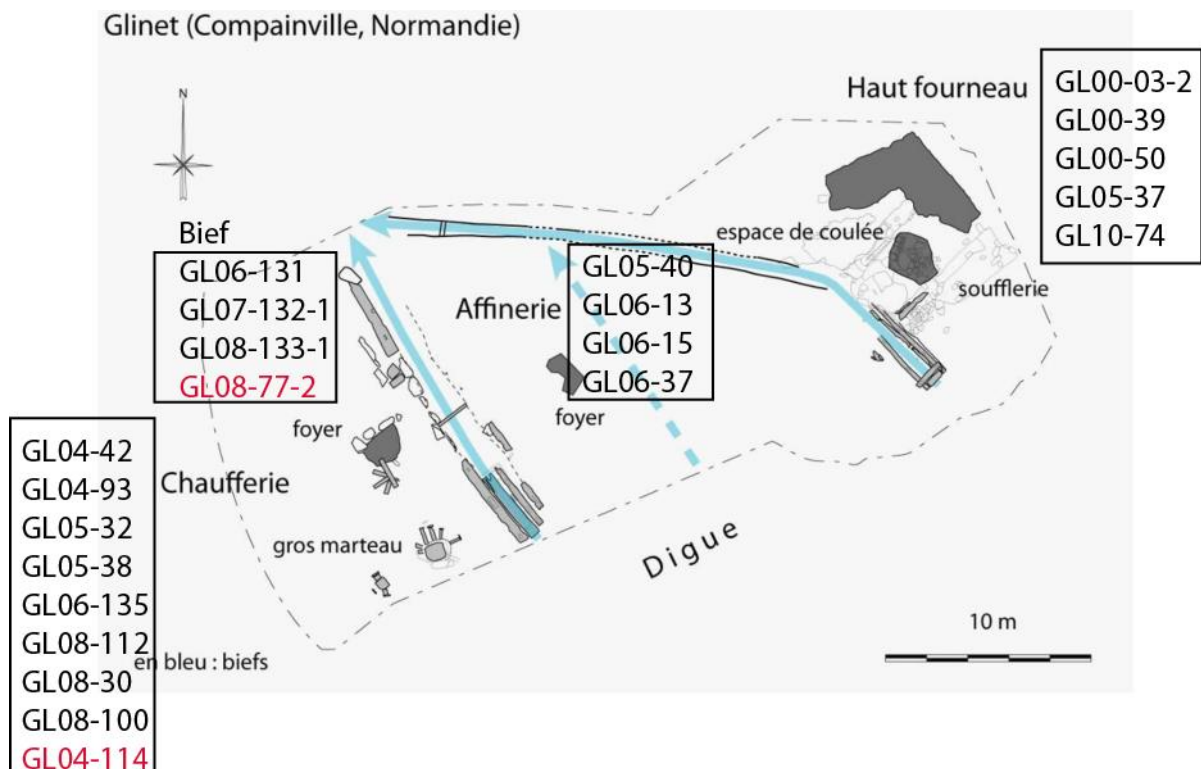


Figure 67 : Localisation des demi-produits et des fiches (en rouge) sur le site

B. Le corpus

1. Les demi-produits

A défaut de demi-produits entiers, une approche concernant la morphologie des demi-produits a été menée par Danielle Arribet-Deroin afin d'établir une typologie à partir des chutes (D. Arribet-Deroin *et al.*, à paraître, p. 383). Elle se base uniquement sur la largeur et l'épaisseur des demi-produits. Leur longueur n'est pas, par essence, significative puisqu'il s'agit de chutes. La longueur réelle du demi-produit entier reste de ce fait parfaitement inconnue. Les soies de préhension ont également pu être incluses dans le corpus d'étude, car la partie attenante au demi-produit renseigne sur la section de ce dernier.

Parmi les chutes de demi-produits, deux catégories ont été distinguées : les chutes allongées et les chutes plates (D. Arribet-Deroin *et al.*, à paraître, p. 383).

a) Les chutes de demi-produits allongées

Les chutes allongées, représentées par trente-sept éléments, présentent deux bords parallèles qui s'étirent dans la longueur. Elles regroupent les barres et les tiges (D. Arribet-Deroin *et al.*, à paraître, p. 386).

Les barres présentent des épaisseurs comprises entre 10 et 20 mm et des largeurs comprises entre 25 et 50 mm (D. Arribet-Deroin *et al.*, à paraître, p. 388). Leur section est généralement rectangulaire, il n'existe pas de barre carrée. Ce type de demi-produit présente deux faces planes martelées aux bords parallèles (Figure 68). Une trace de découpe à chaud, en biseau, a souvent été observée.

Les barres forment la catégorie la mieux représentée à Glinet mais aussi la plus facile à identifier. Ainsi donc, la majorité du corpus d'étude se compose de barres : quinze ont été sélectionnées pour étude.



Figure 68 : Exemples de barres

Dans cette sélection, quelques éléments se distinguent du lot.

Les premiers sont deux barres de section rondes, GL05-40 et GL07-132-1. La barre GL07-132-1 présente une extrémité écrasée par martelage et une seconde tranchée à chaud en biseau (Figure 69). Cette barre n'est pas sans rappeler les fers ronds du XV^{ème} siècle à Castel-Minier. La barre GL05-40, également de section ronde et qui présente une extrémité cassée, pourrait éventuellement être une barre à mine.



Figure 69 : Barre de section ronde

Les seconds sont les barres GL08-112, GL08-30 et GL10-14 (Figure 70). Elles pourraient correspondre soit à des demi-produits employés sur place pour les besoins du site, soit à des ébauches d'objets finis. En ce sens la barre GL05-40 pourrait aussi avoir sa place dans ce groupe.

La barre GL08-112 présente, comme les autres barres deux faces planes et deux bords parallèles. Cette barre est cependant irrégulière en épaisseur. Elle s'amincit dans la longueur. L'extrémité la plus épaisse semble avoir été écrasée par martelage. Elle pourrait s'apparenter à un coin de calage.

La barre GL08-30 présente deux faces planes et deux bords parallèles. Cependant cette barre est pliée à 90° à l'une de ses extrémités. Cette extrémité est par ailleurs cassée tandis que l'autre est arrondie.

La barre GL10-74 est une barre de section rectangulaire, très fortement semblable aux autres barres de ce corpus. La seule différence réside dans une perforation comblée par la corrosion et visible seulement après découpe.



Figure 70 : Demi-produits de type barre pouvant avoir été employés pour les besoins du site ou être des ébauches d'objet

Enfin, la morphologie du produit GL06-131 le place entre barre et chute en cours de compactage (Figure 71). Elle présente deux faces planes martelées et parallèles, mais ces bords sont irréguliers.



Figure 71 : Artefact GL06-131 entre chute de barre et chute en cours de compactage

Moins représentées sur le site, les tiges présentent elles aussi deux faces planes parallèles martelées et des bords relativement parallèles. Leur largeur est toujours inférieure à 15 mm et leur épaisseur inférieure à 6 mm (Arribet-Deroin *et al.*, à paraître, p. 390). Deux tiges ont été sélectionnées (Figure 72). La tige GL08-133-1 est de section rectangulaire constante, et présente deux extrémités tranchées à chaud. La tige GL06-13 diffère de la précédente car elle s'amincit dans la longueur. Une extrémité est arrondie et effilée tandis que l'autre présente une trace de tranchage à chaud. Elle pourrait donc être une soie de préhension de tige.



Figure 72 : Tiges retenues pour étude à Glinet

Ces barres et ces tiges retrouvées à Glinet pourraient donc être un exemple de la production mentionnées dans les textes. En effet, ces derniers affirment que la production du pays de Bray était du fer en verge et du fer en barre. Jean de Bridouillet a vendu du fer à Jean Heuze et s'engage à lui vendre du fer sous forme de verge et de barre (D. Arribet-Deroin, 2010, p.17).

Il faut rappeler que la production de Castel-Minier se compose elle aussi majoritairement de barres plates et de tiges plates. Les objets mentionnés ci-dessus permettront donc d'effectuer des comparaisons entre la production des deux sites, pour un type de produit à peu près similaire.

b) Les chutes de demi-produits plats

Les chutes plates, représentées par cinquante-sept individus découverts sur le site, s'étendent dans les deux directions. Elles regroupent deux types de demi-produits : les plaques et les tôles (D. Arribet-Deroin *et al.*, à paraître, p. 383).

La différence entre plaque et tôle réside principalement dans l'épaisseur du produit. Les demi-produits dont l'épaisseur est inférieure à 8 mm sont considérés comme des tôles tandis que ceux dont l'épaisseur est strictement supérieure à 8 mm sont considérés comme des plaques. Pour ces dernières, l'épaisseur n'excède jamais 20 mm (D. Arribet-Deroin *et al.*, à paraître, p. 383).

Les plaques sont peu représentées à Glinet. De fait, seulement deux plaques ont été retenues pour étude. Il s'agit des plaques GL04-93 et GL06-135 (Figure 73). Toutes deux présentent des morphologies différentes. La plaque GL04-93 présente deux larges surfaces relativement planes et des bords parallèles mais qui présentent quelques irrégularités. La plaque GL06-135 quant à elle présente une surface plane et une autre qui est légèrement bombée. Les bords ne sont pas parallèles, l'un est droit tandis que l'autre est sinueux (Figure 73).

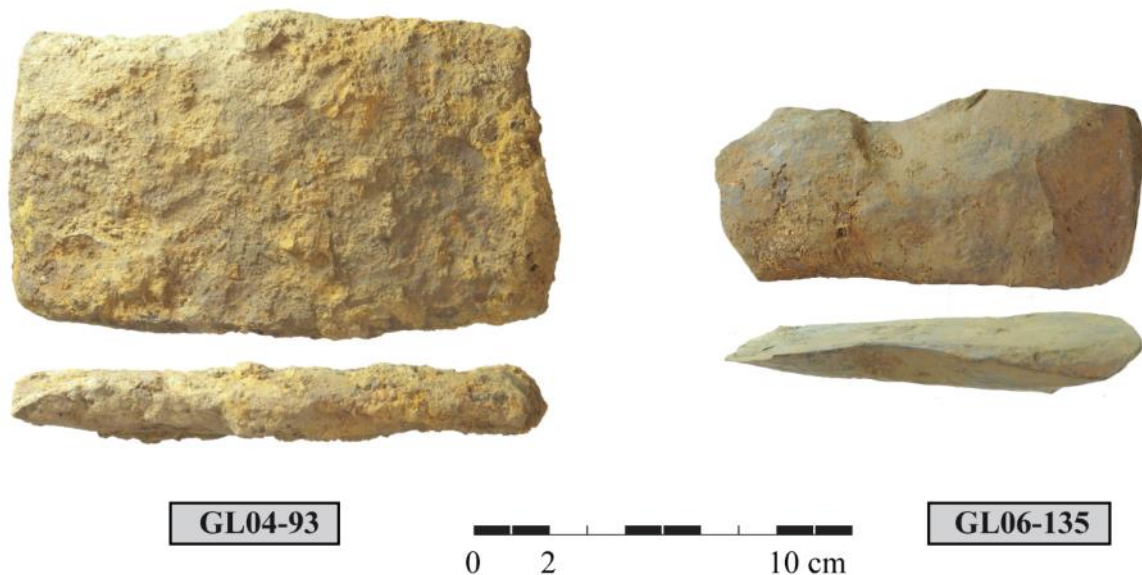


Figure 73 : Plaques retenues pour étude à Glinet

Même si elles sont statistiquement mieux représentées sur le site que les plaques, une seule tôle a été sélectionnée pour étude. Les tôles étant représentées par des petits fragments très fins et d'épaisseur peu régulière, leur prélèvement et leur étude demandent un protocole

spécifique, plus délicat à mettre en œuvre. De plus, leur identification est moins aisée que celle des plaques.

La tôle retenue pour étude (GL00-03-2) présente une épaisseur faible de 7 mm, mais suffisante pour permettre une analyse métallographique. Elle se présente sous la forme d'une tôle triangulaire dont les côtés sont découpés en biseau (Figure 74). De ce fait, elle peut être considérée comme étant une chute de découpe visant à régulariser une tôle initialement plus large.



Figure 74 : Tôle retenue pour étude à Glinet

2. Les objets finis

Quelques objets finis ont également été sélectionnés pour compléter ce corpus d'étude. A la différence des chutes de demi-produits trouvées près des appareils, et qui sont sans nul doute issues de la production de l'usine à fer de Glinet, les objets finis peuvent provenir d'autres usines à fer du pays de Bray. Le choix s'est porté sur une sélection d'objets relativement peu élaborés : les fiches. Ces dernières sont des longues tiges de métal, s'appointant dans la longueur, et destinées à être enfoncées. Leur forme étant relativement simple, il y a davantage de chance que ces objets aient été directement produits à Glinet.

Cinq fiches ont été sélectionnées (Figure 75). Leur longueur est très variable, entre 70 et 180 mm. Leurs sections sont de formes variées. Les fiches GL08-77-2, GL04-114, GL08-100 sont de section carrée. La fiche GL08-43-1 est de section rectangulaire. La fiche GL08-80

est quant à elle de section circulaire. Une de ses extrémités est en pointe tandis que la tête forme un T.



Figure 75 : Fiches retenues pour étude

L'ensemble des caractéristiques des produits sélectionnés à Glinet est résumé dans le Tableau 33 et leur localisation est précisée en Figure 67.

Lorsque la section n'était pas régulière, les dimensions indiquées dans le tableau sont les dimensions maximales relevées sur le produit. En particulier pour les fiches, la mesure de la largeur a été prise au niveau de la tête.

Tableau 33 : Caractéristiques du corpus d'étude parmi les produits sélectionnés à Glinet.

Code Labo	Type	Description	US	Secteur	Longueur (mm)	Largeur (mm)	Epaisseur (mm)	Masse (g)
GL00-03-2	Demi-produits	Tôle	655	Haut-fourneau	70	35	7	62
GL04-93		Plaque	985	Chaufferie	140	80	14	871
GL06-135		Plaque	1166	Chaufferie (marteau)	107	50	12	351
GL00-39		Barre	652	Haut-fourneau	122	46	13	310
GL00-50		Barre	638	Haut-fourneau	110	59	14	339
GL04-42		Barre	939	Chaufferie	195	40	19	380
GL05-32		Barre	902	Chaufferie	160	50	10	372
GL05-37		Barre	1027	Haut-fourneau	47	45	10	80
GL05-38		Barre	1201	Chaufferie	80	43	10	140
GL05-40		Barre	1126	Affinerie	160	24	24	>100
GL06-15		Barre	1113	Affinerie	85	45	15	167
GL06-37		Barre	1102	Affinerie	75	53	20	218
GL06-131		Barre	1143	Bief	48	44	11	140
GL07-89		Barre	/	/	70	57	8	156
GL08-30		Barre	1310	Chaufferie (marteau)	210	50	19	858
GL08-112		Barre	1310	Chaufferie (marteau)	155	46	20	598
GL10-74		Barre	814	Haut-fourneau	104	37	7	164
GL07-132-1		Barre ronde	1313	Bief	25	26	26	60
GL06-13		Tige	1113	Affinerie	44	10	6	12
GL08-113-1		Tige	1351	Bief	73	9	6	23
GL04-114	Objet fini	Fiche	977	Chaufferie	121	16	16	116
GL08-43-1		Fiche	1301		90	19	16	122
GL08-77-2		Fiche	1345-4	Bief	69	13	14	84
GL08-80		Fiche		Bief	178	59	17	339
GL08-100		Fiche	1328	Chaufferie	135	13	11	136

Chapitre IV:

Méthodologie et moyens **analytiques**

Nous allons, dans ce chapitre, développer le protocole analytique mis en place afin de caractériser à l'échelle de l'objet, la nature et le comportement mécanique du métal.

Après avoir présenté le mode de préparation des échantillons, nous exposerons les différentes techniques employées afin de mesurer ou d'évaluer les paramètres permettant de définir la composition et la microstructure du métal (*cf.* chapitre I). Dans cette optique, les analyses métallographiques constituent le fondement de la stratégie analytique employée, stratégie dont le protocole a été maintes fois validé par nos prédécesseurs (P. Fluzin, A. Ploquin, et F. Dabosi, 2004; M. L'Héritier, 2007; S. Bauvais, 2007; G. Pagès, 2008; M. Berranger, 2009; M. Berranger *et al.*, 2017). Toutefois, le caractère novateur de notre travail tient dans l'élaboration d'un algorithme semi-automatique pour l'établissement des cartographies de distribution des teneurs en carbone. Une partie de ce chapitre sera donc consacrée à sa conception et à l'illustration de son fonctionnement. Enfin, dans une dernière partie, nous expliquerons les méthodes appliquées, relatives à la détermination du comportement mécanique des alliages ferreux.

La stratégie générale est présentée Figure 76.

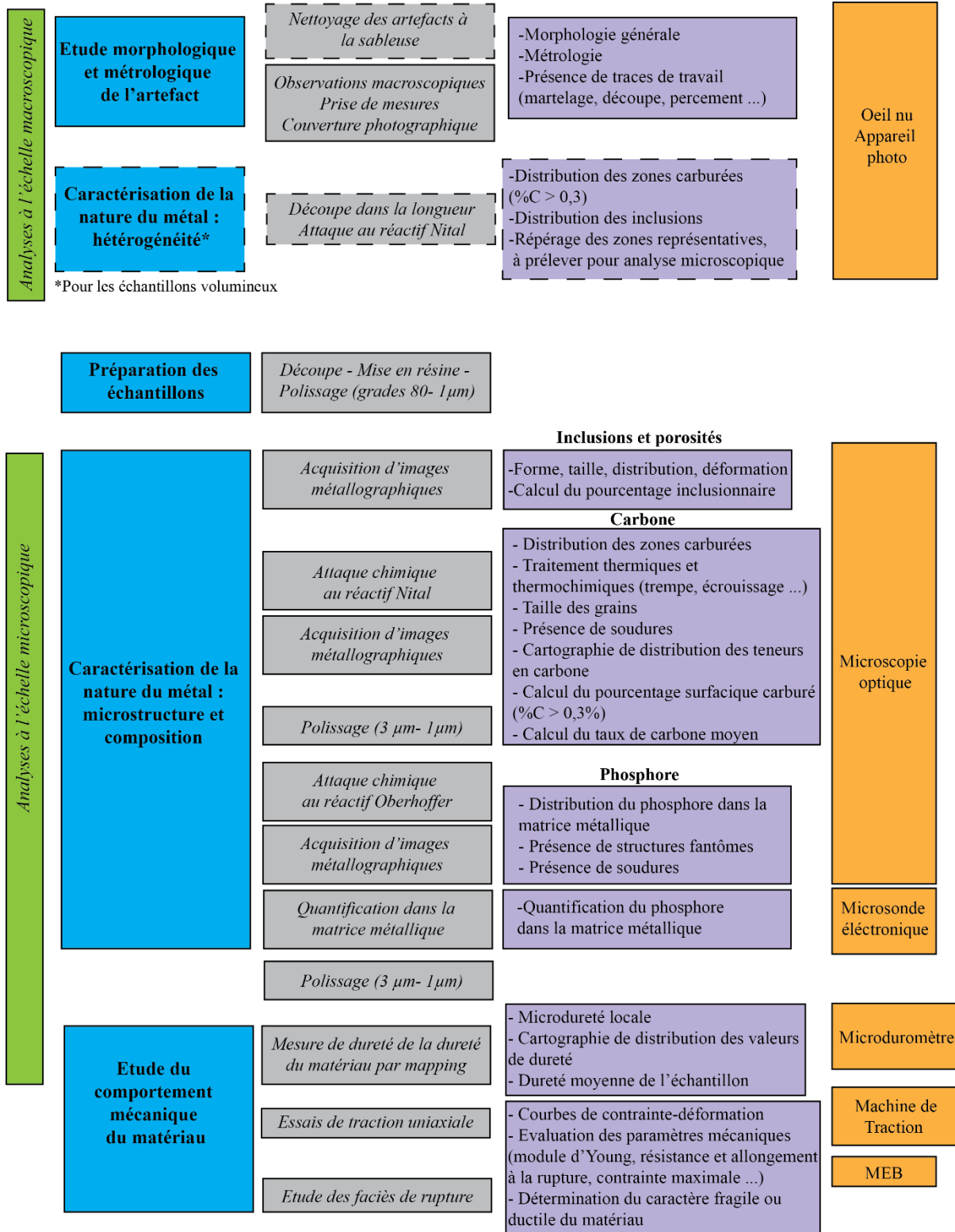


Figure 76 : Méthodologie et moyens analytiques

I. Observations macroscopiques et préparation des échantillons

A. Observations macroscopiques⁸⁴ : morphologie et métrologie des artefacts

Les premières observations des artefacts sélectionnés ont lieu à l'échelle macroscopique (Figure 76). Elles visent à préciser la morphologie générale de l'objet et sa métrologie ainsi qu'à caractériser son aspect extérieur. Afin d'étudier plus finement l'état de la surface et permettre un relevé métrologique plus précis, un nettoyage préliminaire des objets par sablage a été effectué dès que cela a été nécessaire.

Cette approche s'attache particulièrement à relever la présence de traces de travail visibles sur l'objet comme par exemple les traces de martelage ou de découpe. Les caractéristiques métrologiques (longueurs, largeurs, épaisseurs et masses) ont été mesurées pour chacun des artefacts étudiés. Pour les demi-produits fragmentaires (chutes), les longueurs ont été relevées simplement à titre indicatif. Les largeurs et épaisseurs ont été mesurées au plus près de la trace de découpe, dans le cas d'une chute en bout (*cf.* chapitre III) afin d'estimer la section du demi-produit supposé. Une couverture photographique de l'objet a ensuite été menée.

Ces observations permettent de regrouper les artefacts par groupes typologiques et de les associer à une étape de la chaîne opératoire en fonction de leur degré d'élaboration apparent.

B. Sélection des zones prélevées pour analyse microscopique

Les objets archéologiques sont hétérogènes en microstructure et en composition (*cf.* chapitre I). Il convient donc de prélever des zones représentatives de l'ensemble de l'objet pour en effectuer l'analyse microscopique. Les observations macroscopiques peuvent guider le choix de la zone à étudier. Afin d'avoir la vision la plus représentative de l'intégralité de l'objet, dans la mesure du possible⁸⁵, deux coupes perpendiculaires, l'une longitudinale, et l'autre

⁸⁴ Ces observations ont souvent déjà été réalisées par les archéologues responsables des fouilles (F. Téreygeol, D. Arribet-Deroin, L. Long). Ce sont d'ailleurs ces observations qui leur ont permis d'établir une typologie (*cf.* chapitre III) et qui nous ont parfois guidés dans le choix du matériel à étudier. Elles ont donc été réalisées avant la sélection du matériel, mais des observations complémentaires ont été menées sur le matériel sélectionné.

⁸⁵ Lorsque l'objet était peu large ou très long, seule la découpe longitudinale, apportant le maximum d'informations a été privilégiée.

transversale, sont effectuées. Ces découpes sont réalisées à l'aide d'une tronçonneuse métallographique, refroidie à l'eau. Lorsque les objets sont très volumineux (plus de 30 cm de long ou 20 cm d'épaisseur), la découpe a été réalisée au jet d'eau⁸⁶. Pour ces derniers⁸⁷, il est impossible d'étudier l'ensemble de la section longitudinale et/ou de la section transversale prélevées. Il convient donc de réaliser une étude préliminaire à l'échelle macroscopique, afin de sélectionner une ou plusieurs zones représentatives de la section considérée. Cette technique développée par Gaspard Pagès (G. Pagès, 2008), a été employée, pour notre étude, uniquement pour le corpus antique, corpus qui présente les objets les plus imposants. Cette étude préliminaire consiste à juger, à l'œil nu, la répartition et la proportion des plus grosses inclusions et porosités dans la section (Figure 77B). Puis, une attaque chimique au réactif Nital⁸⁸ (4%_{mass}) sur l'ensemble de la section est réalisée afin de révéler les zones les plus carburées, dont la teneur est estimée supérieure à 0,2-0,3%⁸⁹ de carbone (Figure 77C-D). Ces zones apparaissent plus sombres que les zones à dominance ferritique.

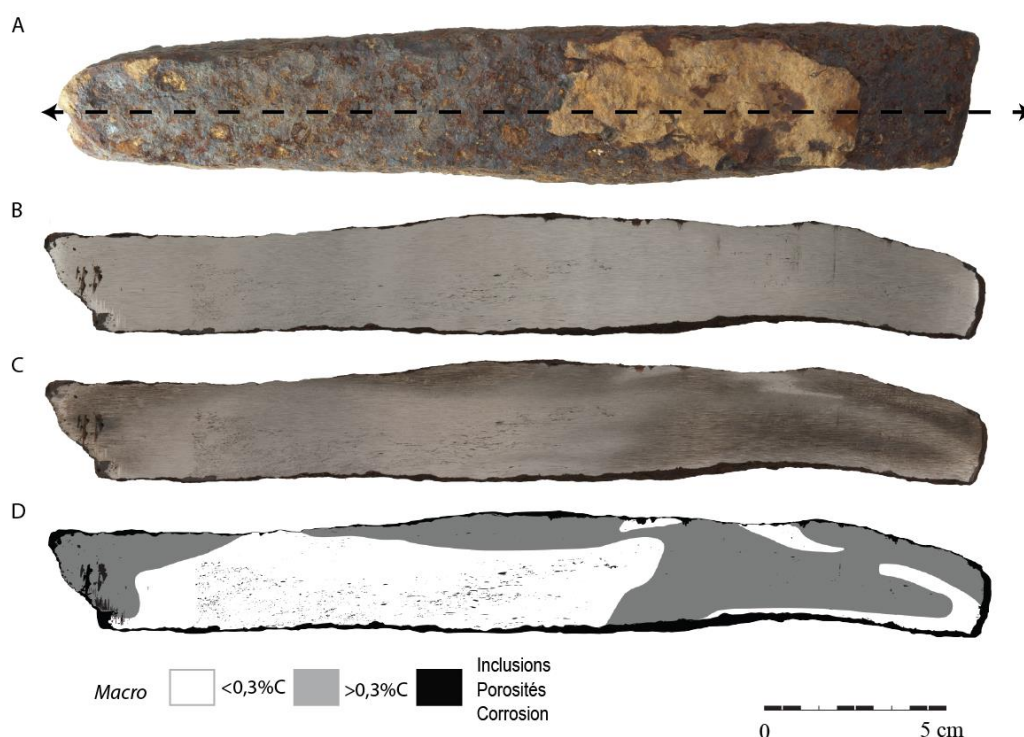


Figure 77 : Analyse à l'échelle macroscopique de la barre de Paziols. A) Découpe de l'objet dans toute sa longueur. B) Observations macroscopiques avant attaque. C) Observations macroscopiques après attaque, les zones carburées apparaissent plus sombres que les zones ferritiques D) Schéma interprétatif des observations macroscopiques.

⁸⁶ Ces découpes ont été réalisées par la société Eauridis (91).

⁸⁷ La limite est imposée par des questions techniques et matérielles, les diamètres des plateaux des polisseuses ne pouvant supporter des échantillons de plus de 20 cm de long.

⁸⁸ Le réactif Nital se compose d'acide nitrique dilué dans l'éthanol

⁸⁹ Ce constat s'appuie sur la comparaison d'une même section analysée d'abord macroscopiquement puis microscopiquement.

C. Préparation des échantillons

Pour pouvoir être étudiés à l'échelle microscopique, les échantillons sélectionnés sont enrobés à froid dans une résine Epofix. Afin d'obtenir le degré de finition et la planéité nécessaires aux observations microscopiques, les échantillons sont ensuite pré-polis sous eau à l'aide de disques abrasifs de carbure de silicium de granulométrie 80 à 1200, puis polis sur disques velours lubrifiés à l'aide de suspension diamantée de 9, 3 et 1 μm sous éthanol jusqu'à obtenir une surface plane polie miroir. Un polissage jusqu'au quart de micron est exigé pour les analyses à la microsonde électronique.

II. Caractérisation de la nature du métal : composition et microstructure

Afin de caractériser la nature du métal, nos études reposent principalement sur des analyses métallographiques des sections polies avant et après attaque chimique sous microscopie optique. Ces observations sont réalisées par réflexion en champ clair sous lumière blanche à l'aide d'un microscope Olympus BX51 couplé à un appareil photo Nikon D600 et contrôlé par le logiciel NK-Remote et Micro-Manager. La vitesse d'obturation est de 1/20. Au cours de nos travaux, l'acquisition par le laboratoire du microscope ZEISS Imager. A2 Vario Axio, couplé à une camera AxioCam 305 color et relié au logiciel ZENcore a permis d'optimiser le temps consacré à ces observations. Afin d'assurer une continuité dans les paramètres choisis, l'intensité lumineuse est réglée à 15% et la vitesse d'obturation est de 13 ms.

Avant et après chaque attaque chimique, une couverture photographique au grossissement x5, de l'ensemble de la surface de la section polie est balayée à l'aide d'une platine motorisée. L'assemblage des clichés est effectué à l'aide des logiciels Gigapan ou ZENcore. Ceci permet ainsi de fournir une mosaïque complète, issue de l'association des différents clichés, de l'ensemble de l'échantillon. De plus, des micrographies à différents grossissements (x5 à x100), des zones caractéristiques de l'échantillon, sont effectuées. C'est grâce à l'interprétation des acquisitions métallographiques de la section entière de l'objet, que ce dernier peut être décrit de la façon la plus représentative possible.

A. Propreté inclusionnaire

Un des paramètres à évaluer pour caractériser la nature du métal est la propreté inclusionnaire. L'abondance, la répartition, la taille et la forme des inclusions sont autant d'informations à considérer pour renseigner sur le degré d'épuration du métal. Elles sont obtenues à l'aide de l'observation microscopique⁹⁰ de la section étudiée directement après polissage avant toute attaque chimique. Analysée en champ clair, la section polie révèle un contraste important entre le métal apparaissant clair et les inclusions et porosités apparaissant sombres. Ainsi, il est possible par analyse d'image (logiciel Photoshop), à partir de la mosaïque de cette section polie, d'isoler les inclusions et porosités du métal. Le nombre de pixels correspondant aux inclusions (SInc) est relevé et le ratio de ce nombre sur le nombre de pixels correspondant à la surface totale de l'échantillon (Stot) permet d'obtenir le pourcentage inclusionnaire noté %Inc (M. L'Héritier, 2007):

$$\%Inc = \frac{SInc}{Stot} \times 100$$

Lorsque cela a été possible, l'étude du pourcentage inclusionnaire a été menée sur les deux sections, longitudinale et transversale. Afin de donner un pourcentage inclusionnaire représentatif de l'ensemble de l'objet, une moyenne du pourcentage inclusionnaire a été calculée en pondérant chacune des deux valeurs obtenues par la surface de chaque section. Sauf mention contraire, dans les chapitres suivants, c'est cette valeur moyenne qui est indiquée pour chaque artefact.

B. Microstructure, hétérogénéité de distribution des zones carburées et taux de carbone moyen

1. Caractérisation de la microstructure et métallographie quantitative

Afin de révéler la microstructure du métal et de rendre compte de la distribution des zones carburées au sein des sections polies, une attaque au réactif Nital (4%_{mass}) a été réalisée (durée : 15 secondes suivie d'un rinçage à l'eau puis à l'éthanol). Ce réactif révèle la présence

⁹⁰ Cette observation est également réalisée, dans un premier temps, à l'échelle macroscopique pour les objets volumineux (cf. *supra*).

de zones carburées en mettant en évidence la perlite⁹¹ qui apparaît alors plus sombre que la ferrite (Vander Voort, 2004). Pour des conditions de refroidissement proches de l'équilibre thermodynamique, la proportion de perlite vis-à-vis de la ferrite permet d'estimer localement le taux de carbone par la règle des segments inverses (Vander Voort, 2004). Le réactif Nital révèle les joints de grains et donc leur orientation et leur écrouissage éventuel. Les différents traitements thermiques, thermochimiques (trempe, cémentation, décarburation...) ou mécaniques (écrouissage...) qu'a subis le métal peuvent également être caractérisés. Ainsi, la forme prise par la perlite (lamellaire ou globulaire), la présence de structures de trempe de type martensite ou bainite ou encore la présence de structures de Widmanstätten ont été pistées.

2. Détermination du taux de carbone moyen

Comme les alliages ferreux anciens sont hétérogènes (*cf.* chapitre I), il peut être utile à partir des données locales sur le taux de carbone, d'exprimer un taux de carbone moyen⁹² pour l'ensemble de la section. Afin de pouvoir définir un taux de carbone moyen pour l'ensemble de la section polie, mais aussi pour rendre compte de l'hétérogénéité de la distribution en carbone, le protocole mis en place par Gaspard Pagès a été utilisé (G. Pagès, 2008). Sur la totalité de la surface étudiée, après attaque au réactif Nital (Figure 78A), les zones de même teneur en carbone sont définies localement par métallographie quantitative ou par comparaison avec des atlas métallographiques (*cf.* §I.B.1) en considérant six classes (Figure 78): 0,02-0,1%C, 0,1-0,3%C, 0,3-0,5%C, 0,5-0,7%C, 0,7-0,9%C, >0,9%C⁹³ (S. Leroy *et al.*, 2017). A l'aide du logiciel Illustrator, ces différentes zones sont numérisées manuellement, et une carte de distribution est établie (Figure 78B). Un taux de carbone moyen, ici noté %C*⁹⁴ est alors

⁹¹ La cémentite apparaît plus sombre que la ferrite, mais selon l'échelle d'analyse, les lamelles de cémentite ne sont pas distinguables de la ferrite. Ainsi, les zones perlitiques (ferrite + cémentite) apparaissent plus sombres que les zones ferritiques.

⁹² La méthode d'analyse classique utilisée pour déterminer la teneur en carbone moyenne d'un alliage ferreux est la combustion par spectroscopie infrarouge. Cette technique macroscopique destructive fournit un résultat basé sur un dosage global de quelques grammes d'échantillons. Aucune préparation spécifique n'est nécessaire. Le carbone est converti en dioxyde de carbone et monoxyde de carbone après sa combustion dans un four à induction. La proportion de gaz émis est mesurée par absorption infrarouge. Cette technique n'est pas envisageable pour les alliages ferreux anciens car elle ne permettrait pas de rendre compte de l'hétérogénéité de l'échantillon et le résultat serait trop dépendant de la zone d'étude prélevée.

⁹³ Les aciers hypereutectoïdes occupent généralement une surface restreinte sur nos échantillons. Pour les zones dont la teneur en carbone est comprise entre 0,9% et 2,1%, des sous gammes ont été établies, avec un pas de 0,2% afin de considérer ces zones dans le calcul du taux de carbone moyen, pour des structures proches de l'équilibre thermodynamique. En revanche, sur les cartographies de répartition, par soucis de clarté, les zones composées d'acier hypereutectoïdes sont indiquées comme comprises entre 0,9 et 2,1%. Les zones de fonte, encore plus rares, ont aussi été considérées, et la teneur en carbone pour ces zones a été minorée par 2,2%.

⁹⁴ Comme pour le pourcentage inclusionnaire, afin de définir un taux de carbone représentatif de l'ensemble de l'objet, une moyenne du taux de carbone moyen a été calculée en pondérant chacune des deux valeurs obtenues

déterminé en pondérant la surface occupée par chacune des classes par la moyenne de teneur en carbone pour une classe donnée :

$$\%C^* = \frac{1}{\sum_{i=1}^n W_i} \sum_{i=1}^n W_i X_i$$

Où X_i est la valeur moyenne de chacune des gammes de teneur en carbone et W_i est le pourcentage surfacique de chacune des catégories de taux de carbone.

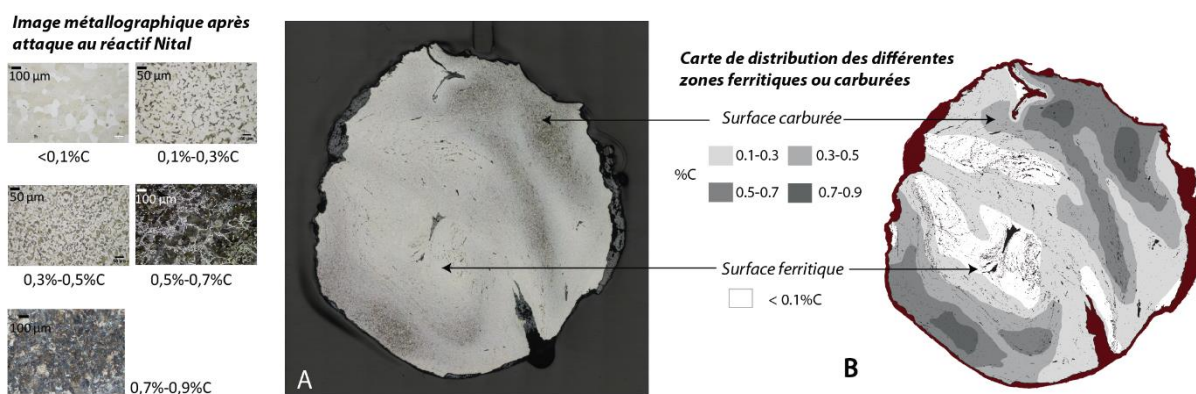


Figure 78 : Obtention d'une carte de distribution des différentes zones ferritiques ou carburées à partir de l'image métallographique après attaque Nital – Echantillon CLI3382-3b, Castel-Minier.

La méthode précédemment décrite, utilisant la règle des segments inverses et basée sur un diagramme thermodynamique, peut être utilisée lorsque le refroidissement a lieu dans des conditions proches de celles de l'équilibre thermodynamique. Dans le cas des alliages ferreux anciens, ces conditions de refroidissement ne sont pas toujours respectées et des structures spécifiques peuvent apparaître entraînant une marge d'erreur sur l'estimation du taux de carbone. Dans le cas où des structures de Widmanstätten ou de la perlite globulaire ont été observées, la technique définie par Pagès *et al.* (G. Pagès, 2008) a tout de même été employée, en gardant à l'esprit qu'une marge d'erreur était à considérer. En revanche, dans le cadre d'une opération de trempe, générant des structures martensitiques, bainitiques ou de perlite nodulaire, l'estimation de la teneur en carbone n'est plus possible. Pour ces cas de figures, nous avons considéré que la zone trempée possède une teneur en carbone comprise entre 0,3⁹⁵ et 0,8 % de

par la surface de chaque section étudiée (longitudinale et transversale). Sauf mention contraire, dans les chapitres suivants, c'est cette valeur moyenne qui est indiquée pour chaque artefact.

⁹⁵ Teneur à partir de laquelle les aciers sont dits « trempables » (*cf.* chapitre I)

carbone. Une valeur minimale et une valeur maximale du taux de carbone moyen ont alors été calculées par application de la formule définie par Pagès *et al.*

A partir de ces données, un pourcentage surfacique carburé (%C > 0,3) est déterminé en considérant le taux surfacique occupé par les zones dont la teneur en carbone est estimée comme supérieure à 0,3% de carbone.

Enfin, un écart type (σ) à la moyenne pondérée par la surface a été déterminé grâce à la méthode utilisée par Leroy *et al.* :

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{\sum_{i=1}^n W_i} \sum_{i=1}^n W_i (X_i - \%C^*)^2}$$

Où X_i est la valeur moyenne de chacune des gammes de teneur en carbone et W_i est le pourcentage surfacique de chacune des catégories de taux de carbone, et $\%C^*$ est le taux de carbone moyen.

3. Conception d'un algorithme semi-automatique pour calculer des cartes de distribution des teneurs en carbone et le taux de carbone moyen à partir d'images métallographiques.

a) Introduction et principe général

La méthode manuelle de détermination du taux de carbone moyen (*cf. infra*) est relativement fastidieuse et chronophage. En effet, l'opérateur doit détourer manuellement chacune des zones afin de pouvoir réaliser la carte de distribution des teneurs en carbone. Ainsi, en fonction de la taille des échantillons, ce travail peut durer entre 30 minutes et 1 h 30 par section. L'analyse d'un large corpus d'échantillons, nécessaire afin de mener une approche statistique représentative pour un site, est donc rendue complexe (voire impossible) par ce caractère chronophage de l'opération. De plus, cette technique est relativement dépendante de l'interprétation, de la reconnaissance des différentes structures métallographiques et du détournement de chacune des zones carburées par l'opérateur.

Afin de rendre cette étape du travail moins chronophage et moins subjective, un algorithme semi-automatique de détection des différentes zones carburées, s'inspirant de la méthode manuelle, a été proposé, en collaboration avec Yohann Tendero (IPSA). Il est implanté en Matlab.

Les algorithmes utilisés actuellement en métallurgie étudient les structures fines des échantillons, à l'échelle du grain (D. Britz *et al.*, 2017, 2018, J. Gola *et al.*, 2018, 2019). Ils décrivent donc la microstructure de l'échantillon en distinguant par exemple les lamelles de cémentite dans les grains de perlite, mais ne permettent pas de livrer des cartes de distribution des différentes zones carburées aux échelles d'intérêt pour les objets archéologiques. En effet, ces algorithmes supposent des échantillons spatialement homogènes. Ils ne permettent donc pas de considérer l'hétérogénéité intrinsèque aux artefacts anciens, pour lesquels il est nécessaire d'étudier la surface entière de l'échantillon afin de saisir la complexité de sa structure et la distribution des différentes phases. L'algorithme proposé dans cette thèse est donc, à notre connaissance, totalement inédit puisqu'aucun des travaux récents ne permet d'aboutir à des cartes de distribution de teneur en carbone.

L'algorithme proposé suppose l'hypothèse suivante vérifiée:

\mathcal{H} : « La teneur locale en carbone d'un échantillon est reliée, par une fonction inversible, au niveau de gris local observé après attaque au réactif Nital ».

Afin de vérifier cette hypothèse, une série d'expériences sur une gamme d'échantillons de référence homogènes, et dont la teneur en carbone est connue, est proposée dans la section 3b. Nos conclusions sont également détaillées dans cette section 3b : \mathcal{H} est valide pour des échantillons homogènes.

La technique développée pour ces expériences a été étendue aux échantillons archéologiques qui sont hétérogènes. Afin d'illustrer les différents résultats de l'algorithme, nous nous appuyons sur une section polie issue d'une barre ronde de Castel-Minier datée du XV^{ème} siècle. Cet échantillon (CL13382-3b, *cf. supra*) a été sélectionné car il présente une hétérogénéité de distribution couvrant les cinq gammes de teneur en carbone⁹⁶ (*cf. §II.2*)

⁹⁶ Sauf la gamme > 0,9% de carbone (acier hypereutectoïde)

définies par Leroy *et al.* (S. Leroy *et al.*, 2017). Des résultats, sur d'autres échantillons, sont présentés dans le volume Annexes.

Le protocole de préparation des échantillons est identique à celui décrit précédemment (*cf. supra*, §I.C), qu'il s'agisse des échantillons de référence ou des échantillons archéologiques.

b) Du niveau de gris à la teneur en carbone : étude préliminaire basée sur les échantillons modernes homogènes

Cette section propose une méthodologie et des expériences pour vérifier empiriquement la validité de l'hypothèse \mathcal{H} . Si cette hypothèse est vérifiée, alors il sera possible d'estimer localement la teneur en carbone à partir du niveau de gris de l'image après attaque. Afin de vérifier cette hypothèse, deux gammes d'échantillons de référence (laminés et étirés), homogènes et dont la teneur en carbone est connue, ont été analysées. Leurs teneurs en carbone ont préalablement été vérifiées par absorption infrarouge après combustion par le laboratoire de métallurgie du Bureau Veritas Laboratoires à Paris. Les résultats de ces dosages sont présentés dans le Tableau 34.

Tableau 34 : Pourcentage massique en carbone des échantillons laminés et étirés.

Echantillon		Teneur en carbone (% _{mass})	Incertitude
Aciers laminés	N°1	0,08	± 0,009
	N°2	0,006	± 0,001
	N°3	0,45	± 0,005
	N°4	0,44	± 0,005
	N°5	0,59	± 0,06
	N°6	0,75	± 0,08
Aciers étirés	N°1	0,007	± 0,001
	N°2	0,05	± 0,006

	N°3	0,16	$\pm 0,02$
	N°4	0,36	$\pm 0,04$
	N°5	0,48	$\pm 0,05$

L'expérience issue de l'état de l'art suggère que la perlite⁹⁷ apparaît plus sombre dans les images que la ferrite qui apparaît blanche (*cf. supra* §I). De fait, il semble possible de distinguer la perlite de la ferrite par un seuillage des niveaux de gris de l'image. Notons que les inclusions qui apparaissent également en nuances sombres et qui pourraient gêner le seuillage sont quasi-inexistantes dans les échantillons industriels. Ce point sera considéré plus tard. Les échantillons appartenant à une même gamme (laminés ou étirés) ont été enrobés dans un même bloc et attaqués par immersion. Cette procédure garantit une attaque simultanée et homogène de l'ensemble du bloc. Enfin, sur l'image obtenue par microscopie optique après attaque Nital seule la partie métallique est conservée.

Pour chacune des images obtenues correspondant à un échantillon de référence dont la teneur en carbone est connue (Tableau 34), les pixels sont classés, en deux catégories. La première correspond aux pixels associés aux grains de perlite, la seconde aux pixels associés aux grains de ferrite. La valeur du seuillage des pixels, obtenue par essai-erreur, est de 0,7 (Figure 80). Cela signifie qu'après le seuillage, les pixels dont la valeur est inférieure à 0,7 deviennent noirs tandis que ceux dont la valeur est supérieure à 0,7 deviennent blancs (Figure 79). Les images digitales que nous considérons sont normalisées, c'est-à-dire que la valeur des pixels est comprise entre 0 et 1. Une valeur proche de 0 correspond à une teinte très sombre et une valeur proche de 1 à une teinte très claire.

⁹⁷ La résolution de l'image n'est pas suffisante pour distinguer la cémentite et la ferrite dans un grain de perlite.

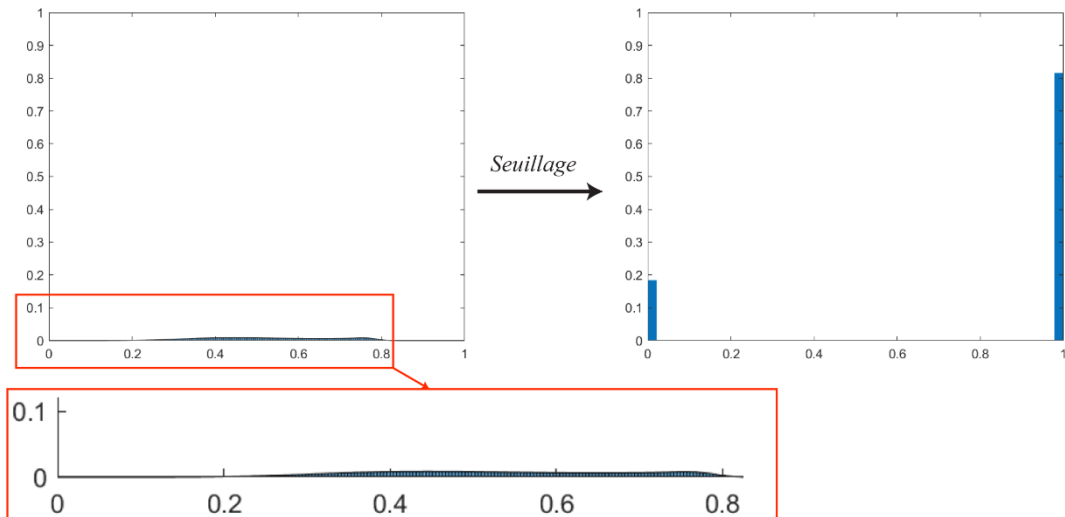


Figure 79 : Exemple d'histogrammes obtenus pour l'échantillon N°5 étiré avant seuillage (à gauche) puis après seuillage à droite. Les pixels dont la valeur est supérieure à 0,7 valent 1.

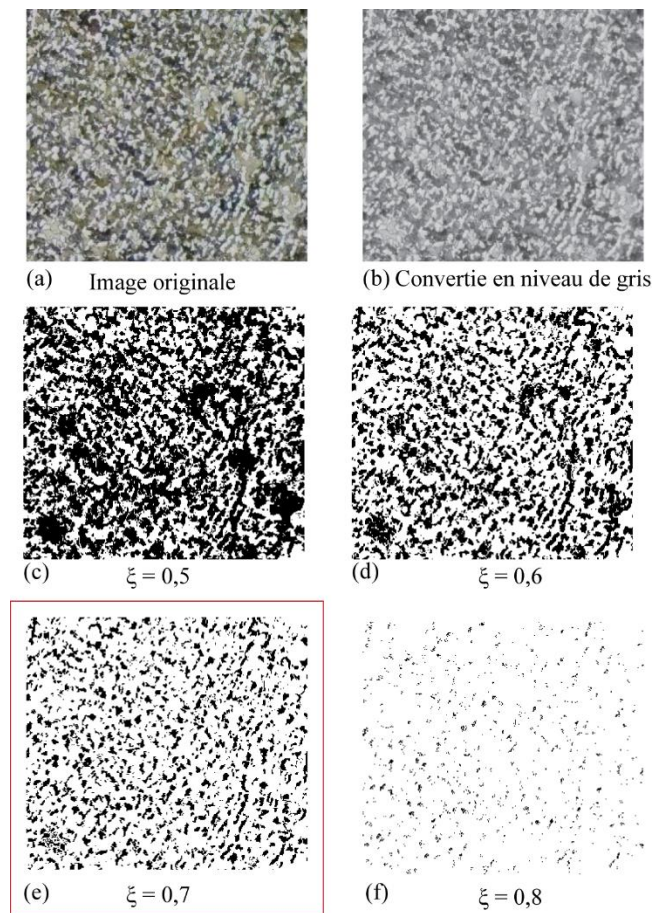


Figure 80 : Echantillon n°5 étiré a) Image métallographique après attaque Nital – la ferrite apparaît blanche, la perlite prend différentes teintes du beige au marron. b) Image convertie en niveau de gris – la ferrite apparaît blanche, la perlite prend plusieurs teintes de gris. c, d, e, f) Images binaires obtenues après seuillage pour différentes valeurs de seuil, les grains de ferrite apparaissent noirs et ceux de perlite apparaissent blancs.

Après ce seuillage, une image binaire est obtenue pour laquelle les pixels associés à la perlite valent 1 et ceux associés à la ferrite valent 0. Le résultat de cette opération, en conservant ce seuil de 0,7 mais en variant la teneur en carbone des échantillons, est illustré dans la Figure 81.

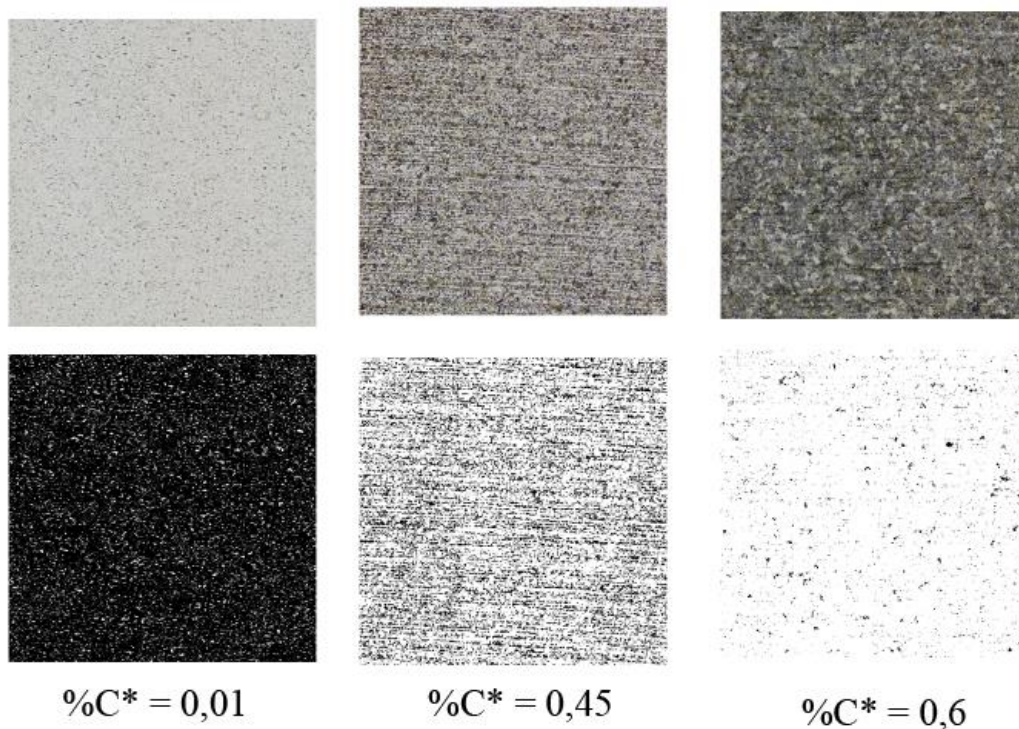


Figure 81 : La rangée inférieure présente les images binaires obtenues après seuillage des images métallographiques présentées sur la rangée supérieure. De gauche à droite les teneurs moyennes en carbone (indiquées par $\%C^*$) sont croissantes (0,01% de carbone, 0,45% de carbone, 0,6% de carbone).

La valeur moyenne des pixels de l'image après seuillage est ensuite calculée. Si \mathcal{H} est valide, cette moyenne représente la proportion de perlite dans l'échantillon. Pour vérifier \mathcal{H} il reste à comparer cette moyenne au taux de carbone de l'échantillon. Sur la Figure 82, pour chaque type d'échantillon (laminé et étiré) l'abscisse correspond au taux moyen de carbone mesuré (Tableau 34) et l'ordonnée est la moyenne calculée après seuillage. Si l'on excepte l'échantillon à 0,75 % de carbone (qui sera commenté plus bas), il semble que la moyenne de l'image obtenue après seuillage soit fonction du taux de carbone moyen. De plus, cette fonction semble être strictement croissante et donc inversible. Cela signifie qu'il est possible d'estimer le taux de carbone à partir de la moyenne de l'image obtenue après seuillage.

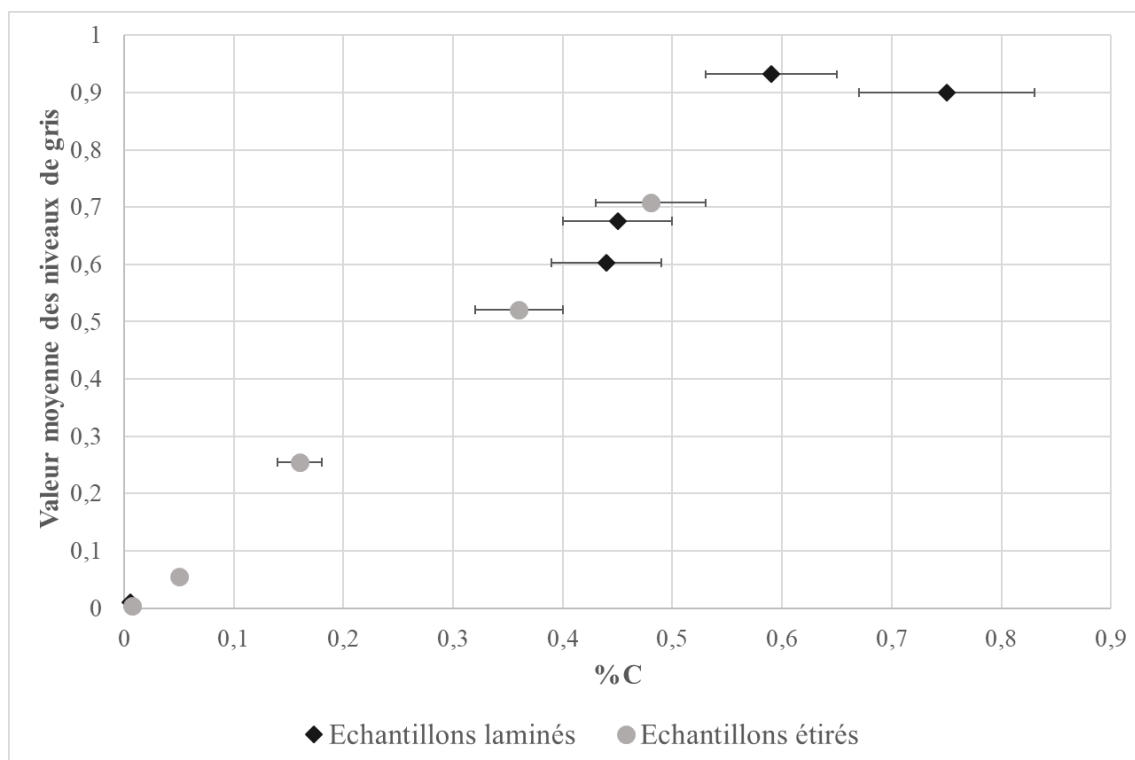


Figure 82 : Valeur moyenne des niveaux de gris obtenus après seuillage en fonction du taux de carbone moyen (incertitude relative indiquée par les boîtes à moustache) pour la gamme d'échantillons laminés et étirés.

Autrement dit, chaque gamme de niveaux de gris observée est associée à une unique gamme de teneur en carbone (Figure 82). L'hypothèse \mathcal{H} est donc vérifiée pour tous les échantillons⁹⁸.

Comme nous l'avons mentionné, il est à noter que l'échantillon laminé N°6 (0,75% de carbone) (Tableau 34) présente un niveau de gris légèrement inférieur à l'échantillon N°5 (0,59% de carbone), contrairement à ce qui serait attendu. Après observations des sections polies, on remarque que les échantillons N°5 et N°6 présentent une microstructure proche qui tendrait à indiquer que ces deux échantillons ont des teneurs en carbone similaires. Si l'on considère les extrêmes des marges d'erreur associées aux résultats du dosage par absorption infrarouge, on remarque que ces échantillons peuvent effectivement avoir une teneur en carbone relativement proche, ce qui expliquerait la faible différence de niveaux de gris observée (Figure 82). De plus, on remarque que l'échantillon N°6 entièrement perlitique, présente des variations locales importantes dans les niveaux de gris de perlite. Selon l'orientation des grains et l'axe de découpe de l'échantillon, les grains peuvent réagir différemment à l'attaque Nital et générer une différence colorimétrique entre les grains.

⁹⁸ Sauf l'échantillon laminé N°6

Certains grains sont plus clairs et font diminuer le niveau de gris moyen observé pour cet échantillon. Ces variations sont moins présentes pour l'échantillon N°5. Elles ne gênent pas notre analyse. En effet, lorsque nous avons travaillé avec les échantillons archéologiques, malgré les différences parfois visibles dans les niveaux de gris de la perlite, nous n'avons jamais eu de problème pour séparer un acier à 0,6% de carbone, d'un acier à 0,8% de carbone. Nous pouvons donc considérer l'échantillon N°6 comme un cas particulier, sans remettre en cause la véracité de \mathcal{H} .

La méthode que nous venons d'utiliser pour ces échantillons modernes n'est applicable que pour des échantillons spatialement homogènes en termes de distribution des teneurs en carbone. Elle ne peut donc être appliquée aux échantillons archéologiques hétérogènes ou alors seulement très localement. Nous considérons que ceux-ci sont localement homogènes à l'échelle étudiée. En d'autres termes, nous considérons qu'ils sont composés d'une juxtaposition de petits échantillons homogènes. Cela implique que pour traiter les échantillons archéologiques, la moyenne n'est plus réalisée globalement mais localement, sur une fenêtre de 300 x 300 pixels. Effectuer une moyenne locale rend flou l'image. Cette valeur de 300 x 300 est obtenue par essai-erreur.

c) Conception de l'algorithme

Dans cette partie, nous décrivons de manière simplifiée le fonctionnement de l'algorithme permettant l'analyse des échantillons hétérogènes archéologiques. Nous en présentons uniquement les grandes étapes et idées principales. Les étapes intermédiaires et le détail des calculs figurent dans le volume Annexes. Nous rappelons que cet algorithme s'inspire de la méthode manuelle. Ceci suppose que nous considérons notre raisonnement applicable à des échantillons non trempés, et proches des conditions de l'équilibre thermodynamique⁹⁹. L'algorithme se divise en deux sous-algorithmes (Figure 83). L'**Algorithme 1** calcule la carte des inclusions et le pourcentage inclusionnaire. L'**Algorithme 2** calcule la carte de distribution des différentes zones carburées au sein de l'échantillon et la teneur moyenne en carbone. Nous considérons ici que les images métallographiques avant et après attaque sont recalées spatialement, c'est-à-dire superposables. Si les images avant et

⁹⁹ L'algorithme a également été appliqué à des échantillons s'écartant de l'équilibre thermodynamique et présentant des structures de Widmanstätten. La marge d'erreur commise pour la détermination du taux de carbone moyen est similaire à celle commise par la méthode manuelle. La présence de phosphore dans un échantillon ne gêne en aucun cas son analyse par l'algorithme, car elle n'engendre pas de modification du niveau de gris après attaque Nital.

après attaque ne sont pas recalées trois clics de triangulation seront demandés à l'utilisateur pour calculer ce recalage. L'opérateur devra sélectionner deux points au même endroit sur les images avant et après attaque pour faire coïncider les points.

Comme nous venons de le voir pour l'exemple du recalage, la méthode proposée demande quelques interventions manuelles de l'utilisateur (clics à l'aide de la souris de l'ordinateur). Le reste des calculs s'effectue de façon automatique. Le fonctionnement de cet algorithme et les interventions manuelles nécessaires sont décrits dans le schéma synoptique (Figure 83) et les Figure 84 et Figure 85.

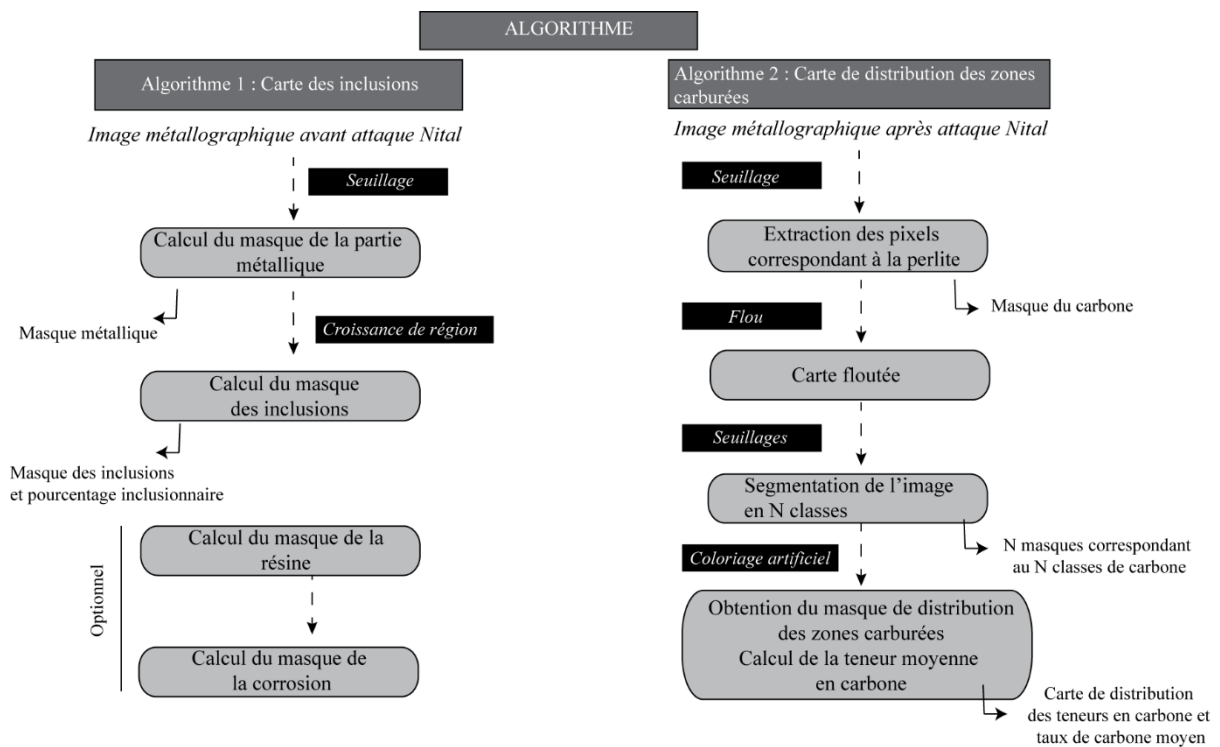


Figure 83 : Schéma synoptique de l'algorithme général divisé en deux algorithmes.

Algorithme 1

Les images obtenues par l’**Algorithme 1** sont présentées en Figure 84.

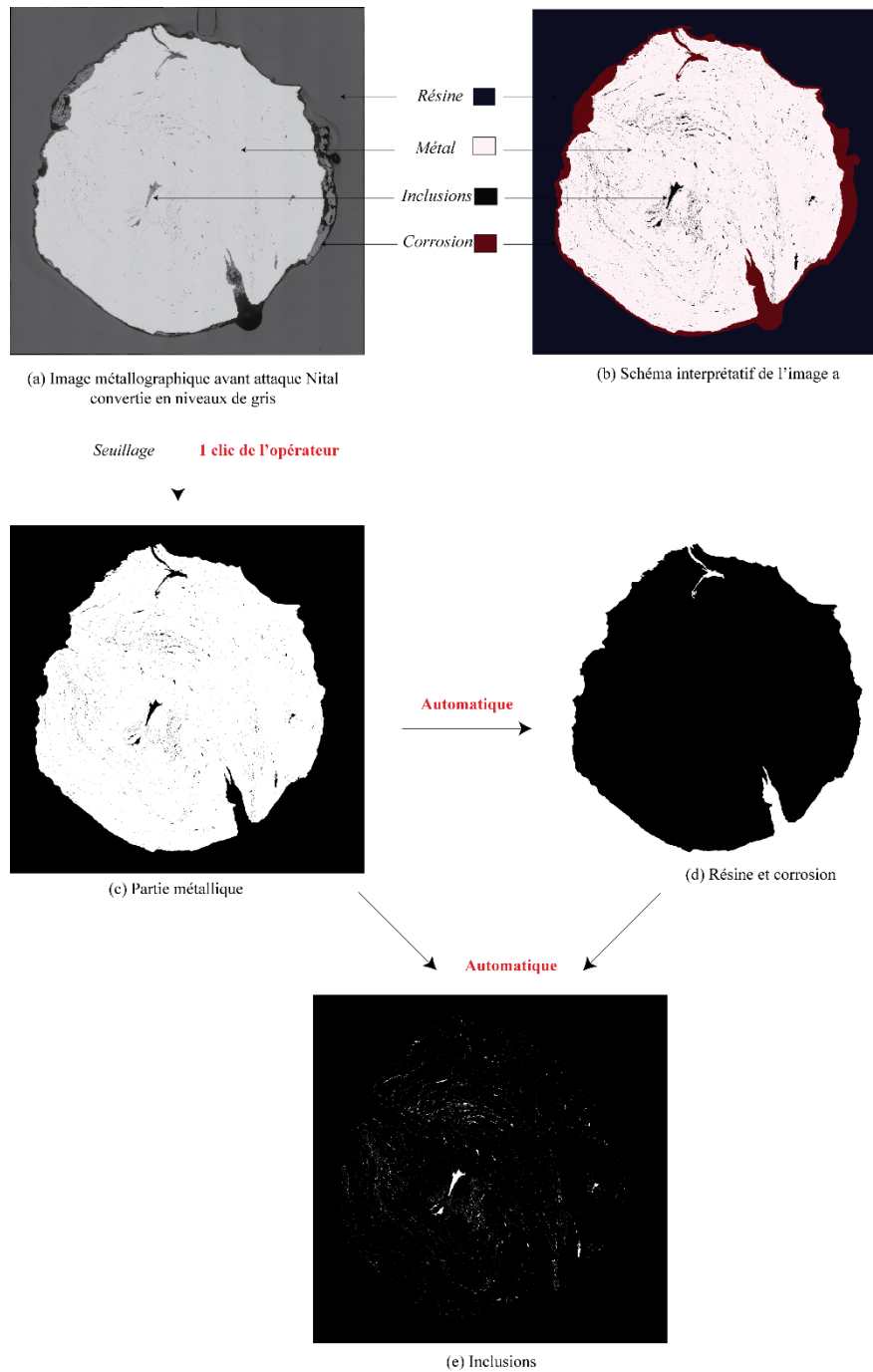


Figure 84 : Différentes images obtenues par l'Algorithme 1, pour les images c, d et e, les zones claires correspondent aux parties extraites par l'algorithme

Sur l’image métallographique acquise par microscopie optique avant attaque au réactif Nital, nous distinguons quatre zones principales : la résine, la corrosion, la partie métallique et les inclusions (Figure 84a et b). L’**Algorithme 1** vise à séparer ces zones de l’image afin

d'isoler les inclusions. L'opérateur sélectionne d'abord un pixel représentatif de la partie la plus claire de l'image, c'est-à-dire la partie métallique, ce qui permet d'isoler cette partie par seuillage (Figure 84c). A partir de cette image, l'algorithme calcule automatiquement l'image correspondant à la zone de corrosion et à la résine (Figure 84d). La partie correspondant aux inclusions peut ensuite être calculée automatiquement en soustrayant l'image de la partie métallique à celle correspondant à la résine et à la corrosion (Figure 84e). Le pourcentage inclusionnaire est ensuite automatiquement calculé, à partir de cette image, en comptant le nombre de pixels attribué aux inclusions et en le divisant par le nombre de pixels correspondant à la somme des pixels de la partie métallique et des inclusions (*cf. supra* §II.A).

Algorithme 2

Cet algorithme considère en donnée d'entrée l'image métallographique de l'échantillon acquise par microscopie optique après attaque au réactif Nital. L'**Algorithme 2** vise à estimer la teneur en carbone locale de l'échantillon afin d'établir une carte de distribution en fonction des différentes classes précédemment définies. A partir de cette carte, la teneur moyenne en carbone peut être déduite. Dans la suite, nous supposons que l'hypothèse \mathcal{H} est vérifiée. Le protocole employé est donc similaire à celui employé pour les échantillons de référence (*cf.* §II.3.b). Le déroulé des opérations de l'**Algorithme 2** est présenté en Figure 85 et sera commenté dans la suite.

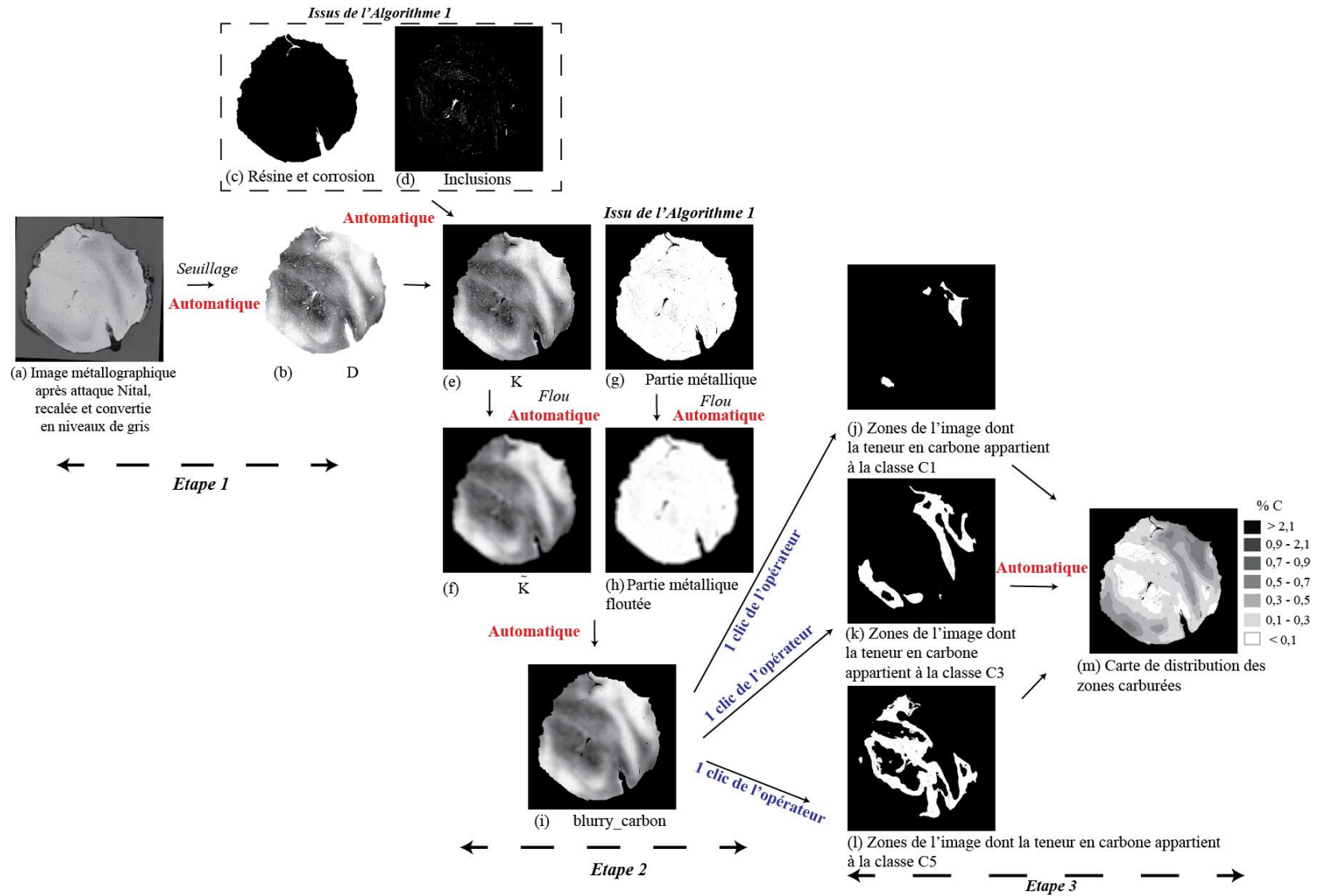


Figure 85 : Différentes images obtenues par l'Algorithme 2, les zones claires correspondent aux parties extraites par l'algorithme

La première étape consiste à extraire, par seuillage, chacune des parties sombres de l'image, c'est-à-dire les zones perlitiques, la corrosion, la résine et les inclusions. L'image D est alors automatiquement obtenue (Figure 85b). La valeur du seuil ayant été définie par essai et erreur (*cf. supra* §II.B.3.b), aucune intervention de l'opérateur n'est nécessaire.

Les parties de l'image correspondant aux inclusions, à la corrosion et à la résine ont déjà été isolées par l'**Algorithme 1** sur des images spécifiques. La différence entre ces images et l'image D renvoie donc l'image K correspondant aux zones perlitiques (Figure 85e).

L'étape suivante consiste à flouter¹⁰⁰ l'image K. Cette opération permet d'appliquer \mathcal{H} *localement*. En effet, l'image sera localement homogène avec un niveau de gris local lié à la teneur en carbone locale. Cependant après cette opération de flou, on peut observer sur les contours de la zone métallique des effets de bord (Figure 85f) qui influencent de manière rédhibitoire les valeurs de niveaux de gris observés dans l'image. Pour annuler ces effets de bords, l'image correspondant à la partie métallique est également floutée (Figure 85h), puis les deux images obtenues sont divisées l'une par l'autre (pour donner l'image « blurry_carbon ») (Figure 85i). Cette opération de division rend nuls les effets de bord.

Enfin, la dernière étape permet d'obtenir la carte de distribution des zones carburées. Pour ce faire, il suffit de segmenter l'image « blurry_carbon » en N classes. N correspond au nombre de classes de teneur en carbone différentes observées dans l'image. Les classes utilisées sont les mêmes que celles considérées par Leroy *et al.* (S. Leroy *et al.*, 2017) et décrites dans précédemment (*cf. supra* §II.B.2).

Cette étape de segmentation repose également sur un processus de seuillages successifs visant à extraire les différentes zones de l'image, de la plus carburée à la moins carburée. \mathcal{H} étant vérifiée, dans la partie métallique, cela revient à extraire les différentes parties de l'image de la plus sombre à la plus claire. Pour ce faire, l'intervention de l'opérateur est requise. Ce dernier doit tout d'abord cliquer dans une zone de l'image qu'il considère comme représentative de la zone la plus carburée. Concrètement, si la zone la plus carburée de l'image est celle correspondant à la classe $0,7 \leq \%C < 0,9$, alors l'opérateur doit cliquer dans une zone à l'eutectoïde soit 0,8% de carbone. Ce clic va permettre d'extraire une image rassemblant toutes les zones de l'image dont la teneur en carbone est proche de l'eutectoïde (Figure 85j). L'opérateur choisit ensuite un représentant de la classe inférieure et ainsi de suite jusqu'à la

¹⁰⁰ L'opération de flou consiste à effectuer une opération de convolution, pour plus de détails se référer à l'annexe C, présentant l'algorithme de façon détaillée.

dernière classe. Le nombre de clics à effectuer correspond donc au nombre de classes de teneur en carbone représentées sur l'image métallographique.

L'ensemble des images obtenues, assemblées, permet d'obtenir une cartographie des classes de teneur en carbone (Figure 85m). A partir de cette carte, la teneur moyenne en carbone peut être calculée en comptant le nombre de pixels de chaque zone correspondant à une classe et en appliquant la formule définie par Pagès *et al* (*cf. supra* §II.B.2).

d) Efficacité de l'algorithme

Cette partie évalue trois aspects importants :

- la répétabilité : l'opérateur répète l'opération plusieurs fois pour un même échantillon
- la reproductibilité : deux opérateurs effectuent indépendamment l'opération pour un même échantillon
- la comparaison entre les résultats obtenus par la méthode manuelle et ceux de l'algorithme

Nous nous appuyons sur des expériences spécifiques pour évaluer chacun de ces critères. Quelques résultats issus de ces expériences sont présentés dans la suite du texte, le reste figure dans le volume Annexes.

i) Répétabilité et reproductibilité

Afin de vérifier la répétabilité de l'algorithme, le calcul du pourcentage inclusionnaire, a été effectué dix fois, par un même opérateur, sur l'échantillon CL13382-3b.

Les résultats du Tableau 35 montrent que les résultats obtenus sont similaires pour ces dix essais. La moyenne des pourcentages inclusionnaires obtenus est de 1,27% pour un écart type de 0,03. D'autres résultats, qui confirment la répétabilité de l'estimation du taux inclusionnaire, se trouvent dans le volume Annexe.

Tableau 35 : Répétabilité de l'algorithme vis-à-vis du pourcentage inclusionnaire : résultats obtenus pour dix opérations.

Test	Pourcentage inclusionnaire (%)	Test	Pourcentage inclusionnaire (%)
1	1,24	6	1,27
2	1,24	7	1,27
3	1,32	8	1,24
4	1,33	9	1,24
5	1,24	10	1,26
Moyenne : 1,27 %			
Ecart-type : 0,03			

Le second paramètre évalué est la carte de distribution des teneurs en carbone et le taux de carbone moyen. L'étape de segmentation a été répétée cinq fois. Sur ces cinq mesures, le taux de carbone moyen varie entre 0,31% et 0,33%, ce qui n'est pas significatif (Figure 86). Quelques variations mineures sont visibles sur les cartographies mais elles n'impliquent pas de changements importants du taux de carbone moyen (Figure 86). En tout état de cause, l'ensemble de ces variations ne modifie pas l'interprétation faite sur la nature du métal. D'autres exemples, qui se trouvent dans le volume Annexe, confirment la répétabilité du procédé pour la réalisation des cartes et le calcul des taux de carbone moyen. Ces tests indiquent que l'algorithme est répétable, au moins autant que la méthode manuelle.

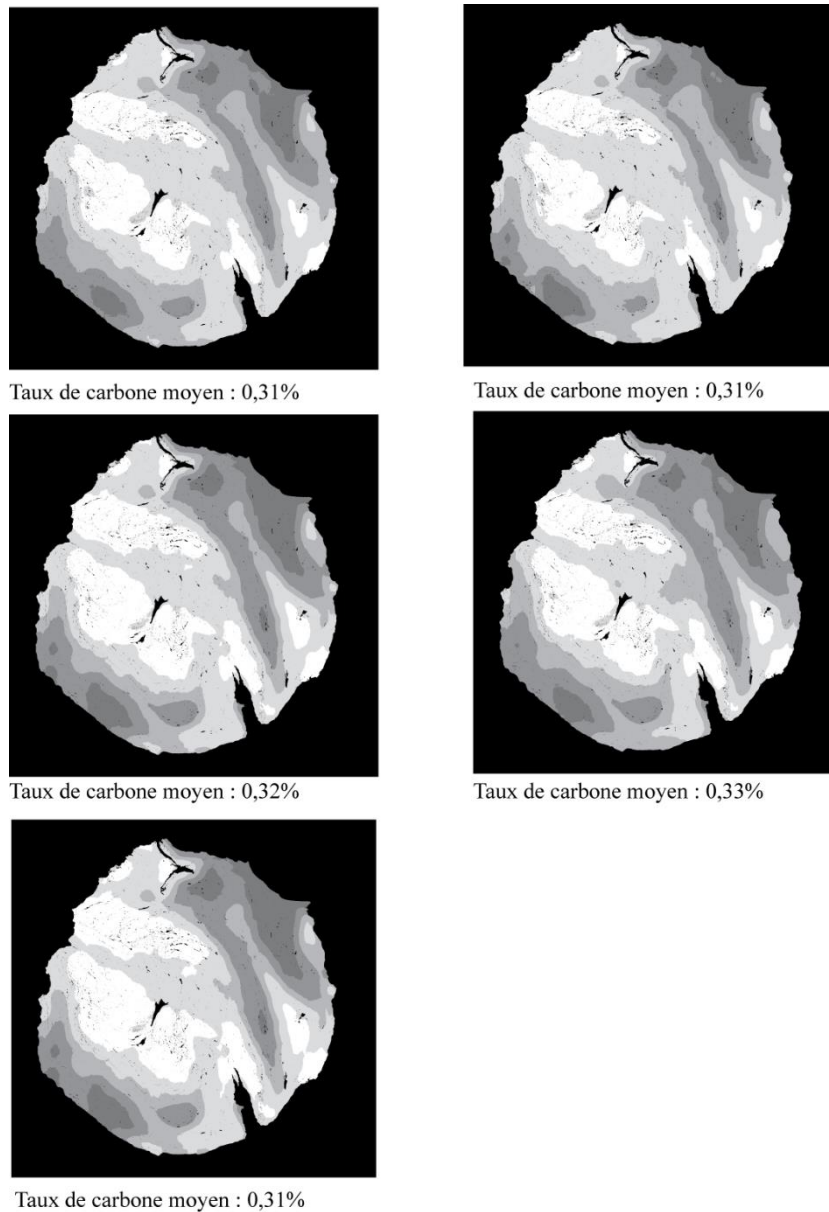


Figure 86 : Répétabilité de l'algorithme vis-à-vis du taux de carbone moyen : résultats obtenus pour cinq opérations.

Afin de vérifier la reproductibilité de l'algorithme, l'opération de segmentation a été réalisée sur un même échantillon par quatre opérateurs. Les quatre cartes de distribution des teneurs en carbone obtenues sont quasiment identiques (Figure 87). Elles retranscrivent, de façon similaire, l'hétérogénéité de l'échantillon considéré. En d'autres termes, le calcul de la carte des teneurs en carbone est quasiment indépendant de l'opérateur. Le taux de carbone moyen, déduit de chacune des cartes établies, varie de 0,28 à 0,35% (Figure 87). Cette différence, bien qu'un peu plus élevée que pour la répétabilité, n'est pas significative pour notre étude.

L'ensemble de ces tests montre que l'influence de l'opérateur peut donc être considérée comme non dimensionnante pour notre étude.

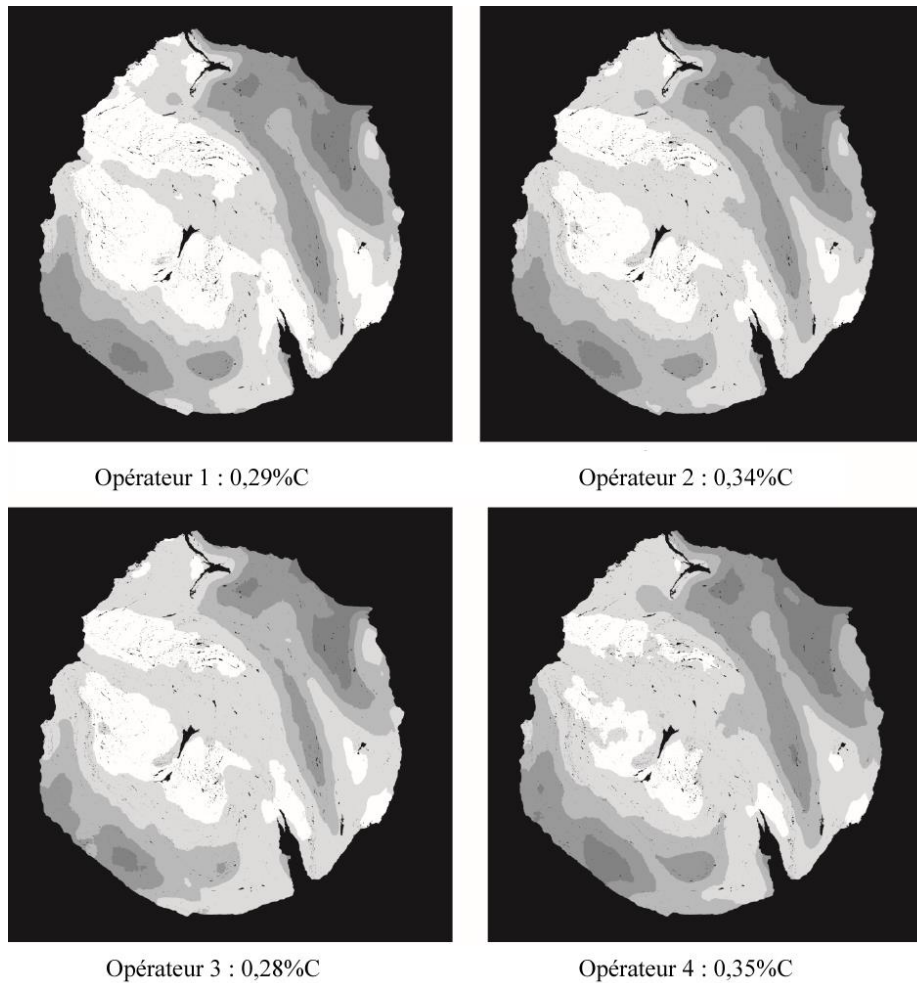


Figure 87 : Répétabilité de l'algorithme pour l'étape de segmentation pour quatre opérateurs.

ii) Comparaison entre l'approche algorithmique et l'approche manuelle

Afin d'évaluer les similarités et les différences entre les deux approches - manuelle et algorithmique - la carte de distribution des teneurs en carbone, le taux de carbone moyen et le pourcentage inclusionnaire ont été estimés pour dix échantillons par un même opérateur pour les deux approches. D'autres résultats sont présentés dans le volume Annexe. Comme on peut le voir dans le Tableau 36, les résultats obtenus par les deux approches sont similaires : le taux de carbone moyen et le pourcentage inclusionnaire sont comparables. De plus, les cartes de distribution des teneurs en carbone sont similaires (Figure 88). L'algorithme et l'approche manuelle permettent donc d'obtenir des résultats sensiblement identiques.

Tableau 36 : Comparaison entre l'approche manuelle et l'approche algorithmique pour le taux de carbone moyen (%C*) et le pourcentage inclusionnaire (%Inc) pour plusieurs échantillons issus du site de Castel-Minier.

Echantillons	Approche manuelle		Approche algorithmique
	%C*	%Inc	
13382-2b	%C*	0,23	0,21
	%Inc	0,98	1,00
13382-4b	%C*	0,36	0,39
	%Inc	1,60	1,55
13382-5b	%C*	0,28	0,26
	%Inc	2,32	2,25
13382-17b	%C*	0,26	0,24
	%Inc	1,52	1,52
13383-9b	%C*	0,38	0,40
	%Inc	0,81	0,75
13382-7b	%C*	0,18	0,2
	%Inc	4,47	4,18
13382-1b	%C*	0,2	0,19
	%Inc	2,20	2,01
13382-3b	%C*	0,34	0,34
	%Inc	1,32	1,31
11887b	%C*	0,30	0,32
	%Inc	1,07	1,04
12247-3b	%C*	0,34	0,34
	%Inc	3,97	3,77

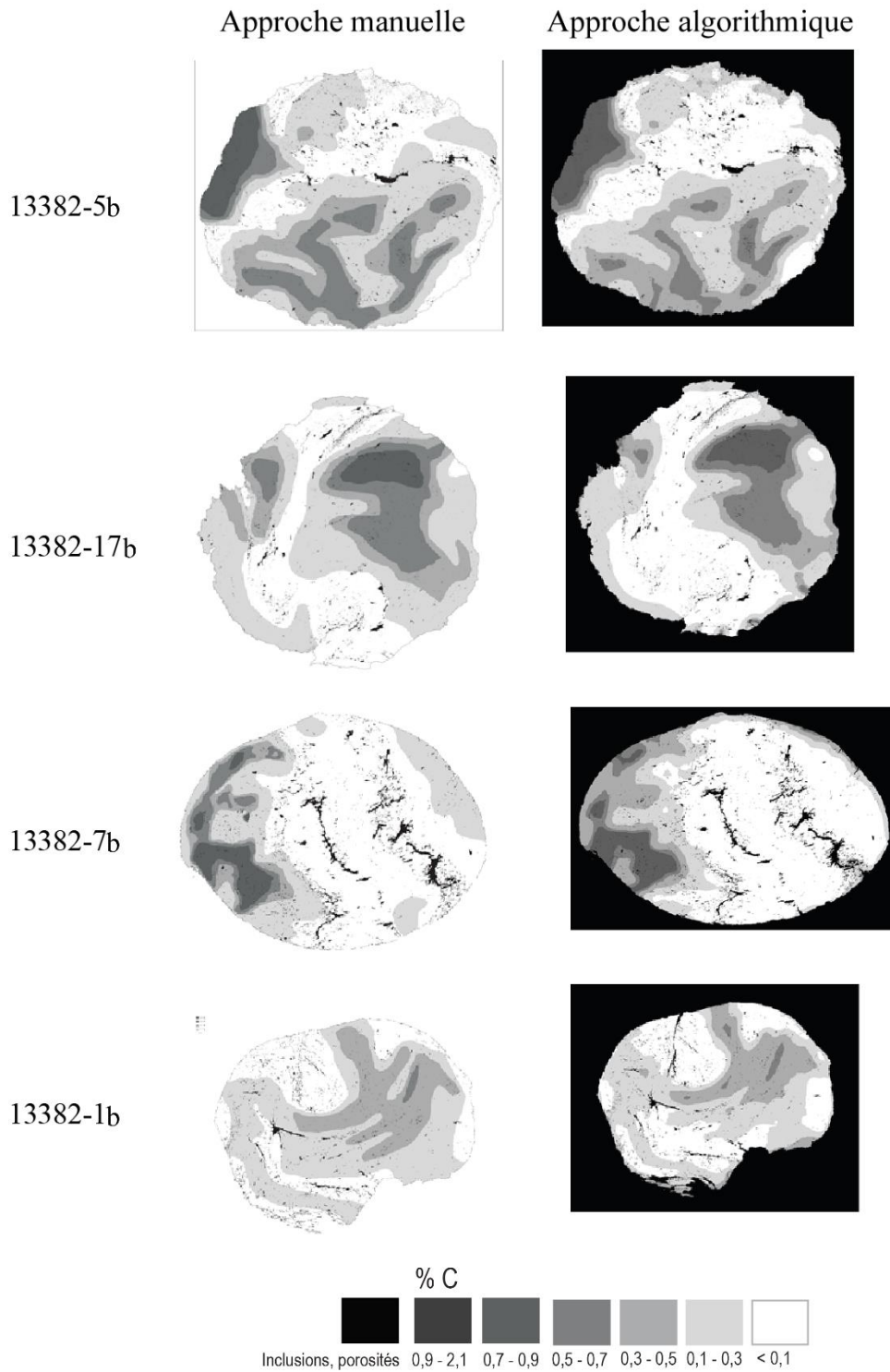


Figure 88 : Comparaison entre l'approche manuelle et l'approche algorithmique.

Les résultats issus de l'approche manuelle et algorithmique ont été comparés pour deux opérateurs différents. Nous remarquons que les différences obtenues par l'algorithme, sont du même ordre que celles obtenues par l'approche manuelle (Figure 89). L'algorithme retranscrit donc fidèlement l'interprétation de l'opérateur.

L'algorithme ne permet pas de réduire les différences obtenues entre deux opérateurs, mais il ne les augmente pas non plus. Il est donc au moins aussi reproductible que l'approche manuelle.

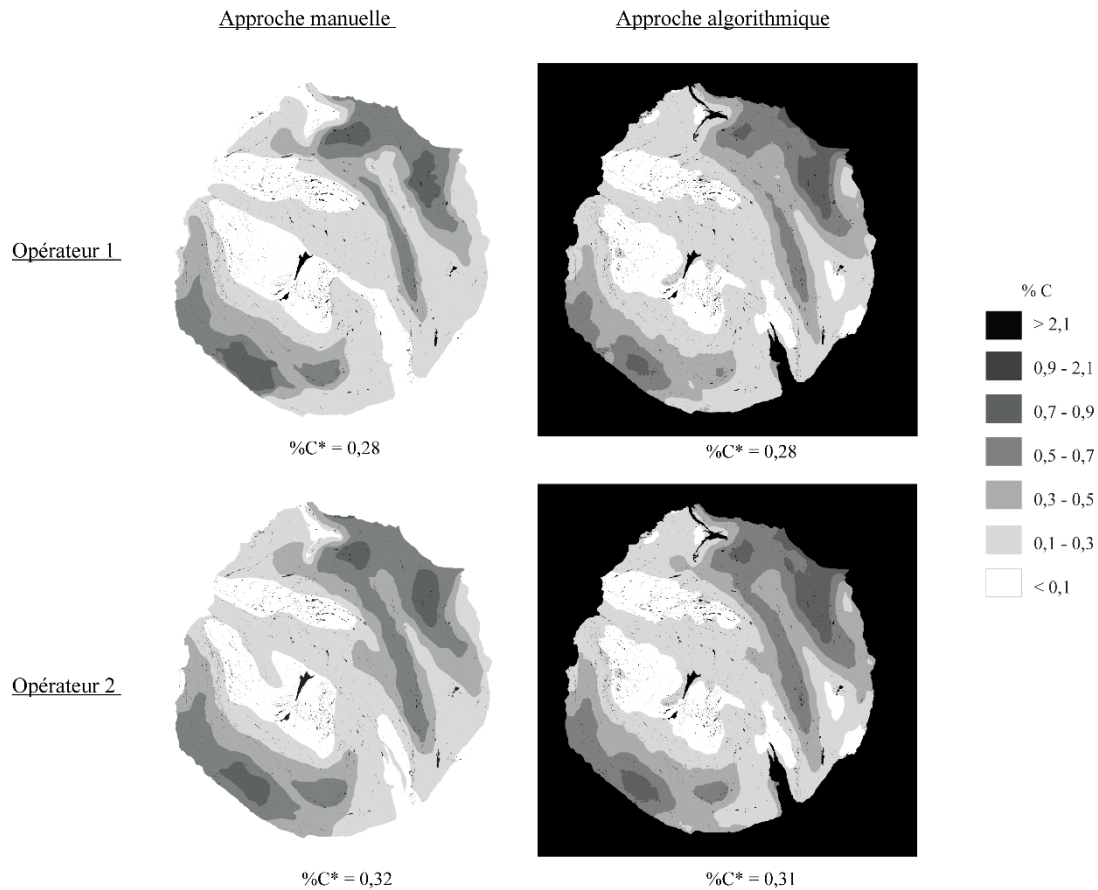


Figure 89 : Comparaison entre deux opérateurs, pour l'approche manuelle et l'approche algorithmique.

L'atout majeur de cet algorithme est sa rapidité d'exécution. Par exemple, pour traiter l'échantillon 13382-3b, la méthode manuelle demande 30 minutes. Des échantillons plus importants peuvent nécessiter jusqu'à 1h30 de traitement. Le temps de traitement dépend principalement du nombre de zones carburées disjointes et de leur complexité géométrique. En effet, plus l'échantillon est composé de multiples petites zones irrégulières, plus l'opérateur consacrera du temps au dessin de ces différentes zones. L'algorithme nécessite 9 interventions de l'opérateur (clics), au maximum. Pour effectuer ces 9 clics, l'utilisateur doit observer l'échantillon seulement quelques secondes. Cela représente au total environ 1 minute d'attention pour l'utilisateur. En plus de ce temps passé par l'opérateur devant l'ordinateur, on peut également considérer le temps de calcul¹⁰¹. Pour l'échantillon 13382-3b, l'implémentation

¹⁰¹ Même si les calculs peuvent être effectués la nuit, par exemple, sans aucune intervention de l'opérateur

actuelle en Matlab avec ordinateur portable (Dell 5480, I5 2,6Ghz) ce temps de calcul sans intervention de l'utilisateur représente 8 minutes environ.

Les comparaisons effectuées permettent de conclure que l'algorithme proposé produit des résultats au moins aussi reproductibles et répétables que la méthode manuelle (*cf. supra* §II.B.3.d.i). De plus, quantitativement les résultats de ces deux approches sont similaires (*cf. supra* §II.B.3.d.ii). En revanche le temps consacré par l'opérateur pour traiter les échantillons diffère significativement car l'algorithme demande nettement moins de temps d'attention à l'utilisateur.

e) Limites et perspectives d'améliorations de l'algorithme

Une des limites majeures de l'implémentation Matlab de l'algorithme est son incapacité à traiter de grandes images. Pour le moment, ces dernières doivent être fractionnées afin de pouvoir les traiter rapidement. Cette limitation pourrait être levée en modifiant l'implémentation utilisée (*e.g.* le code C). Pour cela, on pourra s'inspirer des techniques existantes pour traiter par exemple les images satellitaires qui présentent des difficultés de traitement similaires aux images considérées dans ce manuscrit.

L'algorithme ne permet de traiter que les échantillons dont la teneur en carbone ne dépasse pas celle des aciers eutectoïdes. En effet, pour les aciers hypereutectoïdes, l'apparition d'aiguilles de cémentite, blanches, entraîne une diminution du niveau de gris pour ces zones très carburées. L'hypothèse \mathcal{H} n'est alors plus vérifiée: le niveau de gris diminue quand la teneur en carbone augmente, au-delà de 0,8% de carbone. En d'autres termes, la fonction qui lie le taux de carbone moyen et le niveau de gris n'est alors plus inversible et l'algorithme ne fonctionnera pas. Une piste de travail pour traiter ces échantillons serait de combiner une approche par les niveaux de gris avec une analyse automatique ou non de la morphologie des grains de l'échantillon. De plus, dans le cadre des échantillons légèrement éloignés des conditions de l'équilibre thermodynamique, il serait intéressant de coupler les cartographies obtenues après attaque Nital à celles obtenues par analyse de microdureté pour confirmer l'interprétation obtenue des cartes de distributions des zones carburées par l'algorithme. L'axe de cette recherche est en cours de développement.

Une des conditions majeures garantissant le bon fonctionnement de l'algorithme est la qualité de préparation des échantillons. En effet, ces derniers doivent être parfaitement polis jusqu'au micron. Si l'œil humain peut différencier les taches ou les rayures d'une inclusion, l'algorithme ne le peut. Le problème est plus important pour des échantillons contenant de nombreuses porosités rendant un rinçage propre de l'échantillon très difficile. Afin de pallier ce problème, nous avons incorporé un post-traitement à l'algorithme. Nous proposons, après la détermination du masque inclusionnaire, d'éroder le masque métallique de quelques pixels aux alentours des inclusions et porosités.

f) Vers une automatisation totale de l'algorithme?

L'étude des aciers modernes (*cf. supra* §II.B.3.b) et des aciers archéologiques repose sur l'existence d'un lien (bijection) entre la teneur en carbone et le niveau de gris observé. En d'autres termes, chaque gamme de niveaux de gris correspond à une gamme de teneur en carbone. Cependant, pour que la valeur d'un niveau de gris puisse toujours être associée à une même teneur en carbone, il faut que la durée de l'attaque, et donc son intensité, soit toujours identique entre les échantillons. Cela suppose que le protocole d'attaque soit parfaitement contrôlé et reproductible. La méthode actuellement utilisée ne permet pas un tel contrôle, ce qui nous a motivés à utiliser une méthode semi-automatique. De plus, les échantillons peuvent réagir différemment à l'attaque, provoquant des nuances dans les niveaux de gris observés. Pour obtenir une chaîne de traitement automatique, il pourrait être judicieux de modifier le protocole opératoire et d'insérer dans chaque bloc de résine des échantillons de teneur en carbone connue et contrôlée. Ces échantillons permettraient de garantir une attaque fiable et seraient utilisés pour ajuster et recréer la gamme étalon à chaque attaque, créant ainsi une chaîne de traitement auto-calibrante. Cependant, ce processus nécessite de se procurer ces échantillons (ou témoins) et de les insérer dans la résine avec l'échantillon à traiter au moment de la préparation, ce qui alourdirait considérablement le processus.

C. Présence, distribution et quantification du phosphore dans la matrice métallique

1. Présence et répartition du phosphore

Afin de rendre compte de la présence et de la distribution du phosphore dans la matrice métallique¹⁰², l'échantillon est repoli (grades 3 μm et 1 μm) pour effacer l'attaque au réactif Nital puis une nouvelle attaque chimique au réactif Oberhoffer¹⁰³ est menée. Le cuivre présent dans le réactif va précipiter de façon préférentielle sur les zones pauvres en phosphore. Un dépôt sombre va donc apparaître au niveau de ces zones et contraster avec les zones riches en phosphore, plus claires (J.-W. Stewart, J. A. Charles, et E.-R. Wallach, 2000 a). La présence de phosphore dans le métal peut donc être repérée par des variations mésoscopiques sous forme de bandes, ou par des structures typiques de la présence de phosphore : les structures dites « fantômes ». Ces structures doivent leur nom au fait qu'elles peuvent être révélées après attaque au réactif Nital en défocalisant légèrement la mise au point du microscope optique (Figure 90).

¹⁰² La présence de phosphore a été recherchée systématiquement pour les artefacts de Glinet (car le minerai est phosphoreux) et pour les artefacts du corpus antique, mais pas pour les artefacts de Castel-Minier car le minerai est exempt de phosphore.

¹⁰³ Composition du réactif Oberhoffer : HCl (50 mL à 37%), SnCl₂ (0,5 g), CuCl₂ (1 g), FeCl₃ (30 g) H₂O (500 mL), C₂H₅OH (500 mL)

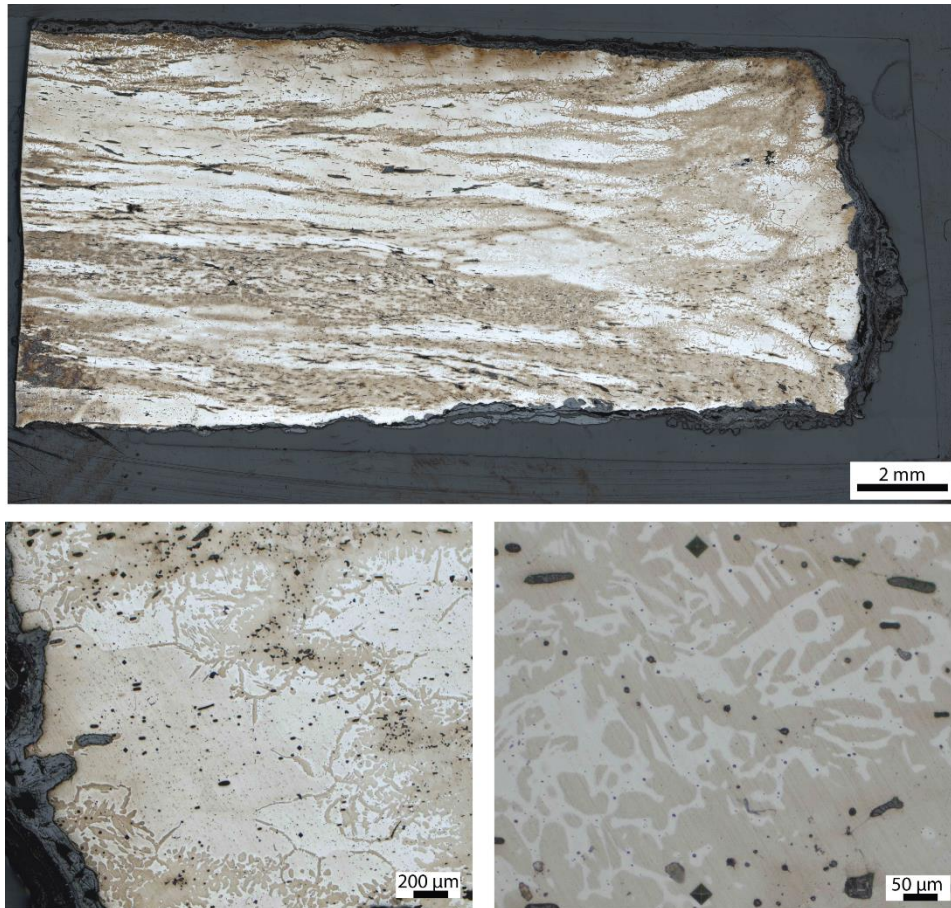


Figure 90 : Exemple de variations mésoscopiques et de structures fantômes révélées après attaque Oberhoffer sur l'échantillon GL00-03-02 à Glinet

Afin de comprendre l'origine de ces structures, il faut s'intéresser de plus près au diagramme binaire fer-phosphore (Figure 91). Pour des teneurs en phosphore comprises entre 0,1 et 0,6%_{massique}, il existe un domaine de température où l'austénite et la ferrite coexistent. L'austénite se forme aux joints de grains de la ferrite et grandit dans le grain sous forme d'aiguilles (Thiele et Hosek, 2015). La solubilité du phosphore est plus faible dans l'austénite que dans la ferrite. Ainsi, si le fer est maintenu dans ce domaine de coexistence pendant un temps suffisamment long, une hétérogénéité de teneur en phosphore se crée par ségrégation au sein de la matrice métallique. Si le fer est refroidi rapidement l'ensemble de la structure devient ferritique mais le phosphore n'a pas le temps de diffuser dans la ferrite pour s'homogénéiser. On voit alors apparaître des zones à forte teneur en phosphore, correspondant à la ferrite et des zones à faible teneur correspondant à l'ancienne austénite (J.-W. Stewart, J. A. Charles, et E.-R. Wallach, 2000 a). Ce domaine de coexistence est situé aux alentours de 1000°C, c'est-à-dire aux températures classiques de forge. Ainsi, ce phénomène est fréquent pour les fers anciens. La présence de structures fantômes garantit donc la présence de phosphore à des teneurs comprises entre 0,1 et 0,6%_{massique}. Cependant, cette condition est nécessaire mais n'est pas

suffisante. Dans certains cas, et même lorsque ces teneurs sont atteintes, les structures fantômes ne sont pas visibles. Si la température de forge est inférieure ou supérieure à celles correspondant au domaine de coexistence de la ferrite et de l'austénite (en orange sur la Figure 91) alors la formation de structures fantômes est impossible.

Ce réactif permet également de révéler les lignes de soudures, rendues visibles par ségrégation de l'arsenic. L'arsenic comme le nickel va également retarder la précipitation du cuivre. Les lignes de soudures apparaissent donc claires après attaque au réactif Oberhoffer.

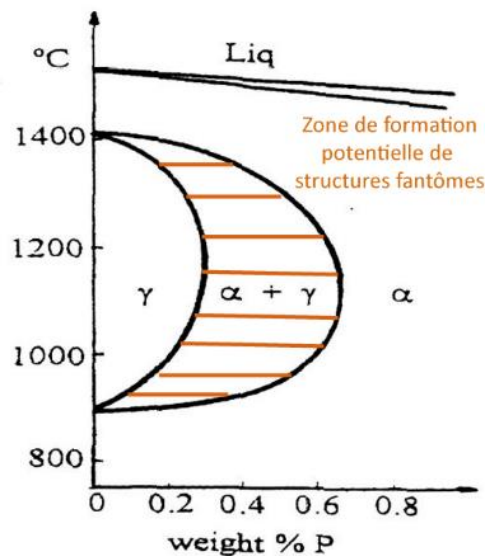


Figure 91 : Portion du diagramme d'équilibre Fe-P d'après Buchwald 1998, la zone hachurée orange correspond à la zone de formation potentielle des structures fantômes, là où coexistent ferrite (α) et austénite (γ).

Ce réactif permet de révéler des variations de teneur en phosphore dans une matrice ferritique de l'ordre de 500 ppm. Toutefois, il possède quelques limites. Il ne permet pas d'estimer la teneur de cet élément dans la matrice métallique. Cette attaque permet une approche qualitative mais non quantitative de la teneur en phosphore dans l'échantillon. En effet, l'intensité de l'attaque n'est pas proportionnelle à la concentration en cet élément. L'intensité de l'attaque peut aussi varier en fonction de l'orientation des grains ou du taux de précipitation des zones voisines. De plus, révélant également les carbures, le réactif est inopérant pour les aciers¹⁰⁴. Ceci n'a cependant pas été problématique pour la détection du phosphore à Glinet ou pour certains artefacts du corpus antique, majoritairement ferritiques.

2. Quantification du phosphore dans la matrice métallique

¹⁰⁴ Pour les aciers, certains auteurs conseillent donc l'emploi du réactif de Klemm de façon préférentielle (P. Piccardo et al., 2004, 2008).

Afin de quantifier le phosphore contenu dans leur matrice métallique, un dosage à la microsonde électronique (modèle SX 100 CAMECA) à analyse en dispersion de longueur d'onde (WDS) a été réalisé pour cinq objets du site de Glinet. Les mesures ont été effectuées par Eric Leroy à l'Institut de Chimie des Matériaux Paris-Est (ICMPE) à Thiais. L'avantage de cette technique, permettant une microanalyse quantitative avec une résolution spatiale de l'ordre du micromètre, est que les limites de détection des éléments sont plus basses que pour d'autres techniques plus classiques (MEB-EDS). Pour le phosphore, elle est de 55 ppm pour le phosphore et l'erreur-type de 0,01 %_{mass}. L'appareil se compose de trois spectromètres verticaux avec cristaux LPC1, LPC2, LPC3, LLiF, LPET et TAP, d'un spectromètre incliné avec cristaux LiF, PET, TAP et PC2 et d'un spectromètre EDS SSD pour l'analyse couplée EDS-WDS. Les mesures ont été réalisées à 15 kV et le courant de sonde était de 20 nA. Plusieurs lignes de profils transversales ont été réalisées sur chacun des échantillons, dans la matrice métallique en prenant soin d'éviter les inclusions.

Cette même technique a été employée pour doser le manganèse dans la matrice métallique pour deux échantillons de Castel-Minier. Dans ce cas, la limite de détection était de 120 ppm et l'erreur-type de 0,01%_{mass}.

III. Etude du comportement mécanique du matériau

A. Microdureté Vickers

Afin de mesurer la dureté du métal et de comprendre le lien entre la microstructure et la composition du métal et ses propriétés mécaniques, des mesures de microdureté Vickers¹⁰⁵ ont été menées sur les sections polies après qu'un nouveau polissage ait été effectué. Ce type d'analyse évalue la résistance qu'oppose un matériau à la pénétration d'un indenteur composé d'un matériau plus dur (généralement une pointe diamant) sous une charge donnée (M. Durand-Charre, 2003, p.260). L'empreinte est d'autant plus petite que le matériau est dur. Cette technique est peu destructive.

Le modèle du microduremètre employé est Qness Q10 A+. La charge appliquée est de 100 g et le temps de maintien est de 10 secondes. Les mesures de microdureté concernent la section entière de l'échantillon : un mapping a été réalisé. La même grille d'analyse (pas : 1 mm x 0,5 mm) a été appliquée pour chaque échantillon et le pas a été spécifiquement choisi pour

¹⁰⁵ D'autres types de microdureté existent (Brinell, Knoop...) mais la microdureté Vickers est la plus courante pour mesurer la dureté des alliages ferreux.

permettre un compromis entre le temps¹⁰⁶ d'analyse et la volonté de rendre compte des variations locales des différentes structures quel que soit l'échantillon analysé (Figure 92a et b).

Une cartographie des valeurs de dureté mesurées est ainsi obtenue (Figure 92c), reflétant l'hétérogénéité ou l'homogénéité de la microstructure de l'échantillon, et peut être mise en parallèle avec la cartographie des différents teneurs en carbone obtenues au préalable (cf.§II.B.2). Une moyenne arithmétique de l'ensemble des valeurs est ensuite calculée pour déterminer une valeur de microdureté moyenne pour chaque échantillon. Pour chaque objet, quand plusieurs sections ont été prélevées, la valeur de dureté indiquée correspond à la moyenne des valeurs de chaque section analysée.

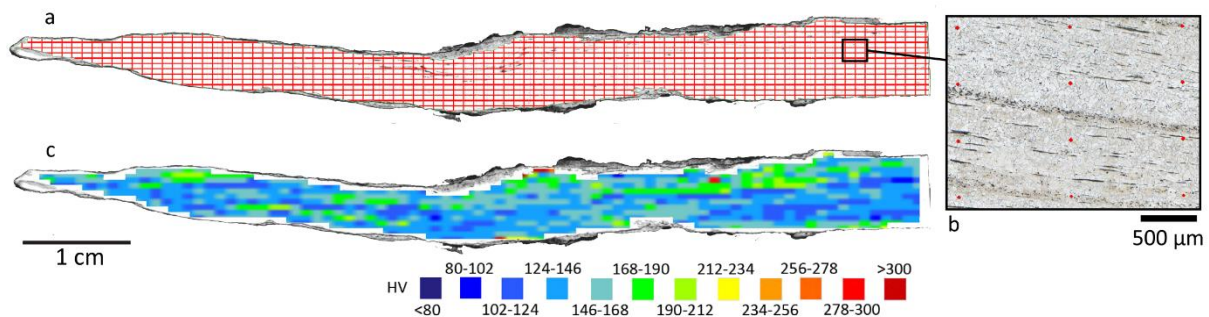


Figure 92 : a) Exemple de la grille d'analyse sur la section polie longitudinale du demi-produit GL10-74 (Glinet), chaque croisement de la grille correspond à la position d'un indent b) Détail des indents indiqués en rouge, c) Cartographie des valeurs de dureté obtenues

B. Essais de traction uniaxiale

Afin de caractériser le comportement mécanique des alliages ferreux étudiés, des essais de traction uniaxiale ont été menés à l'Institut de Chimie des Matériaux Paris-Est à Thiais. Une partie des essais de traction a été réalisée dans le cadre du stage de Maxence Fallait encadré par Philippe Chevalier et Ivan Guillot.

¹⁰⁶ Le nombre de points par échantillon dépend donc de la superficie de l'échantillon. Pour les échantillons de plus grande superficie le nombre de points peut être supérieur à 1000 et le temps d'analyse peut être d'une vingtaine d'heures.

1. Principe général et conditions opératoires

L'essai de traction uniaxiale est l'essai le plus communément employé pour déterminer le comportement plastique des matériaux. Son principe repose sur l'application d'une force constante sur une éprouvette maintenue entre deux mors, dont l'un est fixe, afin de la déformer jusqu'à sa rupture. La vitesse de déformation appliquée est constante. Au cours de l'essai, la force appliquée par la machine et l'allongement progressif de l'éprouvette sont enregistrés (H. Kuhn et D. Medlin, 2000). L'allongement de l'éprouvette est généralement mesuré en évaluant le déplacement de la traverse de la machine de traction grâce à un extensomètre, et la force grâce à un capteur de force positionné sur la traverse. Ces données permettent de tracer les courbes contrainte-déformation.

En ordonnée de cette courbe se trouve la contrainte nominale ou conventionnelle¹⁰⁷, σ_N , définie comme étant le rapport de la charge F sur la section initiale S_0 de l'éprouvette.

$$\sigma_V = \frac{F}{S_0}$$

En abscisse se trouve la déformation nominale définie, quant à elle, comme étant le ratio entre l'allongement Δ_L et la longueur initiale de la zone utile de l'éprouvette, L_0 :

$$\varepsilon_N = \frac{\Delta_L}{L_0}$$

La courbe caractéristique des fers se compose d'une partie linéaire symbolisant le comportement élastique réversible du matériau, puis se poursuit, jusqu'à rupture de l'éprouvette, par une partie non linéaire irréversible symbolisant le comportement plastique (J. Philibert *et al.*, 1998, p.743).

A partir de cette courbe, sont tirés différents paramètres caractéristiques permettant de décrire le comportement mécanique du matériau. Pour chaque essai, on définit alors :

¹⁰⁷ Les courbes présentées correspondent aux courbes dites ingénieures ou conventionnelles. Or, sachant que l'éprouvette s'allonge au cours de l'essai, sa section diminue. Il faut donc prendre en compte ce phénomène dans le calcul de la contrainte. On définit alors la contrainte vraie ou rationnelle, σ_V , comme étant la force appliquée F sur la section courante, S : $\sigma_V = \frac{F}{S}$ avec $S = \frac{L_0}{L} S_0$. Dans les autres cas, il faut considérer la déformation vraie ou rationnelle $\varepsilon_V = \ln(1 + \varepsilon_N)$. Dans le cadre de notre étude, les déformations sont faibles, et la comparaison entre les résultats obtenues par les courbes dites ingénieures et les courbes de contrainte vraie – déformation vraie n'ont pas présenté de différences significatives.

- E, le module d'élasticité ou module d'Young (exprimé en GPa) comme la pente de la droite correspondant au domaine élastique.
- $Re_{0,2}$: la limite d'élasticité conventionnelle à 0,2% de déformation plastique définie par $Re_{0,2} = F_{e0,2}/S_0$ (exprimée en MPa) Elle correspond à la limite à partir de laquelle apparaissent les déformations plastiques.
- σ_m : la résistance à la traction, comme la contrainte maximale atteinte définie par $\sigma_m = F_m/S_0$ (exprimée en MPa)
- A% : l'allongement à la rupture définie comme l'allongement atteint lorsque la contrainte maximale est atteinte (exprimée en pourcent). C'est une caractéristique de ductilité, plus l'allongement est important plus le matériau est ductile.

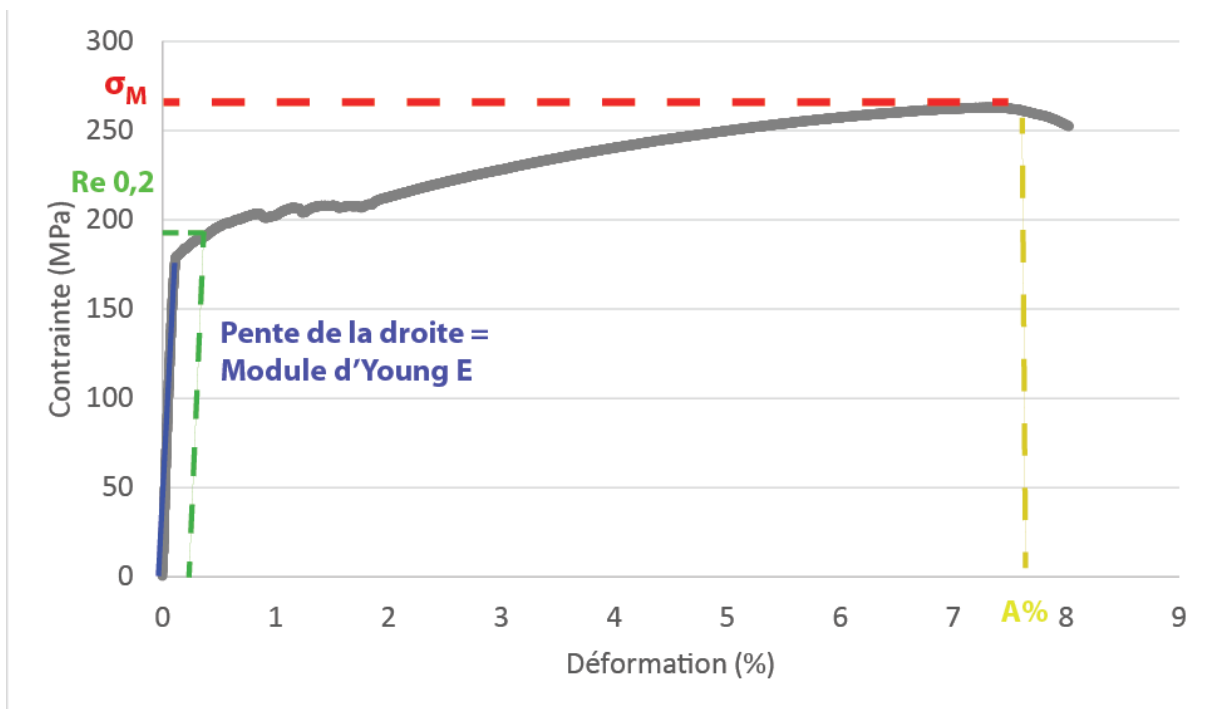


Figure 93 : Courbe de contrainte-déformation de l'éprouvette SM24.6.2EII (Saintes-Maries-de-la-Mer) et paramètres caractéristiques

Dans certains cas, il est possible d'observer un autre type de courbe de traction pour lequel apparait un pic en effort suivi d'un plateau, conséquence de l'existence de bandes de Piobert-Lüders. Certaines courbes peuvent présenter un léger palier de charge en début de déformation, ce qui est typique des aciers extra doux. Le palier, dit de Piobert-Lüders, correspond à une déformation hétérogène de l'éprouvette aux faibles déformations.

Les essais ont été réalisés sur une machine de type MTS Exceed model E43, à température ambiante. Ils ont été menés jusqu'à rupture de l'éprouvette. La vitesse de traverse choisie est de 1 mm/min. L'extensomètre, préalablement taré, de 50 mm d'extension, clipsé sur l'éprouvette, permet de mesurer l'élongation. Les éprouvettes sont des éprouvettes plates dont le modèle est présenté Figure 94.

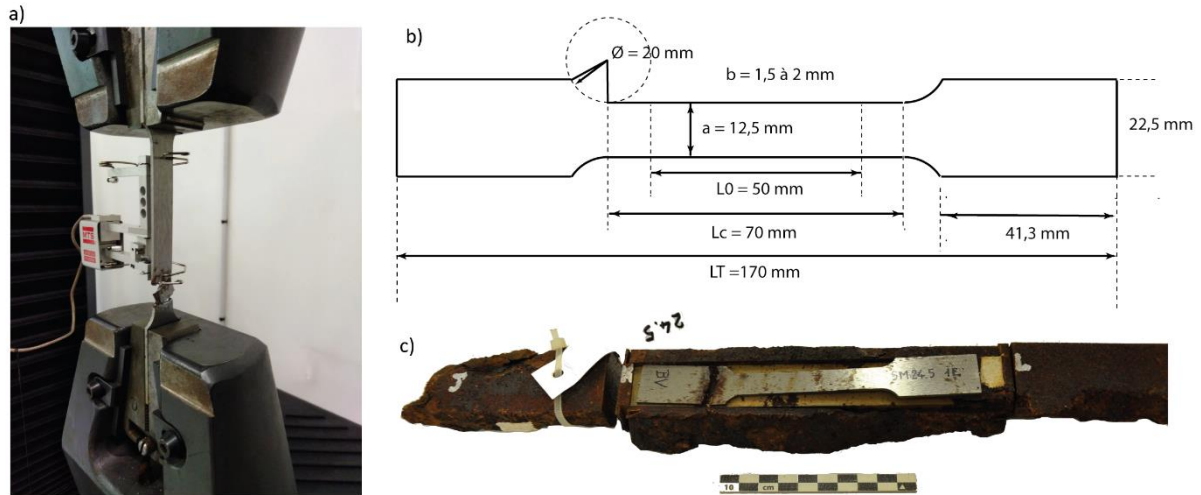


Figure 94 : a) Essai de traction en cours sur machine MTS Exceed model E43 b) Modèle de l'éprouvette utilisé c) Prélèvement de l'éprouvette dans la barre SM24.5 des Saintes-Maries-de-la-Mer

2. Méthodologie de sélection de barres pour essai de traction

Afin de rendre compte de la relation entre structure et propriétés pour des matériaux hétérogènes, des essais de traction unilatérale ont été menés sur quelques barres des Saintes-Maries-de-la-Mer. La sélection d'échantillons à usiner pour prélever des éprouvettes de traction a été limitée par le critère technique nécessitant des objets suffisamment larges et épais, et en bon état de conservation afin de pouvoir extraire des éprouvettes aux dimensions normalisées. C'est pourquoi, seules quelques barres des Saintes-Maries-de-la-Mer ont pu être soumises aux tests. Outre ce critère technique, le choix s'est porté sur la nature du métal afin de pouvoir relier le comportement mécanique de la barre à ses propriétés structurales (la teneur en carbone, le pourcentage inclusionnaire, présence éventuelle de phosphore, de soudures ...). Une étude des natures a été menée au préalable par Gaspard Pagès lors de ses travaux de thèse, à l'échelle macroscopique (G. Pagès, 2008). L'analyse des barres fraisées sur deux faces perpendiculaires, a permis de localiser les inclusions et leur attaque au réactif Nital a permis de révéler les zones carburées et les soudures. Ainsi, ont été sélectionnées des sections de barre totalement ferritiques, hétérogènes ou présentant des soudures mixtes (ferrite-acier), ferrite-ferrite ou

acier-acier. Egalement, nous nous sommes attachés à sélectionner des barres issues des différents groupes typologiques établis pour les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer.

Pour certains cas, différentes sections, de même nature ou de natures différentes, ont été prélevées au sein de la même barre afin de rendre compte de son hétérogénéité. De plus, quand cela a été possible, jusqu'à trois éprouvettes ont été prélevées dans l'épaisseur de la même section afin de rendre compte cette fois de l'hétérogénéité locale en profondeur de la barre.

Les barres sélectionnées et leurs caractéristiques sont présentées dans le Tableau 37.

Tableau 37 : Caractéristiques des barres des Saintes-Maries-de-la-Mer retenues pour essais de traction

Barres	Site/Lieu-dit	Typologie	Section	Nature du métal	Nombre d'éprouvettes
SM2.6	Saintes-Maries-de-la-Mer, Epave 2	1L	Section 1	Ferritique avec soudure	2
			Section 2	Ferritique	1
SM2.7			Section 1	Ferritique	2
			Section 2	Hétérogène avec soudure	2
			Section 3	Aciérée	2
SM2.8				Section 1	Aciérée
SM6.7	Saintes-Maries-de-la-Mer,	4C	Section 1	Hétérogène	1
SM6.9	Epave 6	6C	Section 1	Hétérogène	1
SM9.5	Saintes-Maries-de-la-Mer,	1M	Section 1	Hétérogène	1
SM9.7	Epave 9		Section 1	Ferritique	1
SM24.5	Saintes-Maries-de-la-Mer, Epave 24	4L	Section 1	Ferritique	1
SM24.6			Section 1	Aciérée avec soudure	2
			Section 2	Aciérée	3
SM25.3	Saintes-Maries-de-la-Mer,	2M	Section 1	Hétérogène	1
	Epave 25		Section 2	Hétérogène	2

3. Etude des éprouvettes *post-mortem*

Douze éprouvettes ont ensuite été soumises au protocole d'étude métallographique classique (*cf. supra* §II). Au préalable, la zone de rupture a été prélevée sur huit éprouvettes pour analyse des faciès de rupture au microscope électronique à balayage. Le microscope employé est un modèle SEM-FEG JEOL 7001-F. La tension d'accélération est de 15 keV et le courant de sonde est de 10 nA environ.

L'analyse des faciès de rupture au microscope électronique à balayage peut également permettre de conclure sur le caractère ductile ou fragile de ces alliages. Dans le cas d'une rupture fragile, il y a une propagation très rapide de fissures. On observe des ruptures transgranulaires par clivage ou intergranulaires. Dans le cas d'une rupture ductile, la déformation plastique est importante. Le profil observé est composé de cupules avec, en général, des inclusions dans leur fond (M. L'Héritier, I. Guillot, et P. Dillmann, 2019).

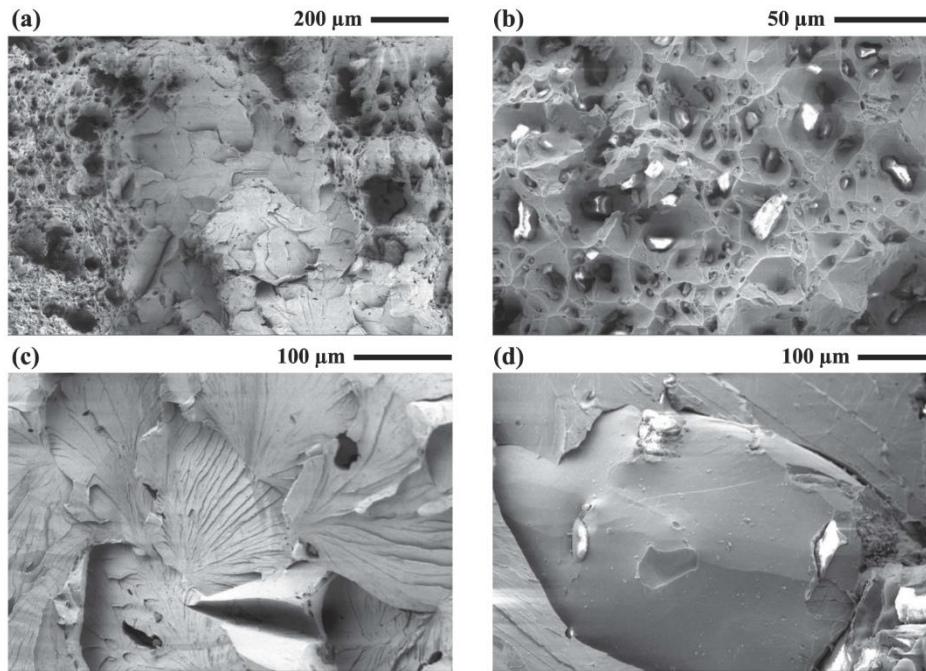


Figure 95 : a) Rupture mixte ductile et fragile – b) Rupture ductile – c) Rupture fragile transgranulaire par clivage d) Rupture fragile intergranulaire. Les images a, b, et c sont issues de l'analyse post-mortem d'une éprouvette d'un renfort du Palais des Papes d'Avignon, l'image d d'un renfort du donjon du château de Vincennes, d'après (M. L'Héritier, I. Guillot, et P. Dillmann, 2019)

Chapitre V :

Résultats des analyses

I. Le mobilier antique

Dans cette partie, sont présentés les résultats métallographiques relatifs aux demi-produits étudiés pour la période Antique et plus précisément de la fin du II^{ème} siècle avant notre ère au V^{ème} siècle de notre ère. L'ordre de présentation tient compte du degré d'avancement des demi-produits au sein de la chaîne opératoire. Ainsi, les masses ou fragments de masses en cours de compactage feront l'objet de la première description, suivie de celle des barres en cours de compactage, des lopins, puis des barres en fonction de leur typologie. Dans la dernière partie, une synthèse de l'ensemble de ces résultats est effectuée afin de comparer les variabilités des natures de métal au sein de la chaîne opératoire en tenant également compte d'autres facteurs tels que la localisation géographique ou la période chronologique. Cette synthèse permettra aussi de s'interroger sur la variabilité des formes en circulation en lien avec la nature du métal qui les compose dans l'optique de comprendre si d'autres mécanismes et codes que ceux appliqués aux barres des Saintes-Maries-de-la-Mer régissent la production, la distribution et le commerce des demi-produits ferreux.

L'ensemble des informations et des illustrations propres à chaque objet décrit ci-après peut être consulté dans le catalogue analytique du volume Annexes.

Pour les objets volumineux pour lesquels l'intégralité de la section ne peut être étudiée métallographiquement, une première analyse a lieu à l'échelle macroscopique (*cf.* chapitre IV). Elle permet d'examiner la répartition des inclusions et des zones carburées (% C > 0,3) et d'estimer leur pourcentage surfacique pour la section entière. Une ou plusieurs parties de cette section, jugées représentatives de l'ensemble, sont ensuite prélevées pour analyse à l'échelle microscopique et un pourcentage inclusionnaire (%Inc), un pourcentage surfacique carburé (%C > 0,3) et un taux de carbone moyen (%C*) peuvent être déduits. Dans le cas où plusieurs parties de la section ont été prélevées, les valeurs indiquées pour ces paramètres correspondent à la moyenne pondérée par la surface de chacune des parties. Les résultats issus de l'analyse macroscopique (macro) et microscopique (micro) sont rassemblés dans chacun des tableaux présentés à la fin de chaque sous-partie. Le ratio M/M indique le pourcentage surfacique de la section macroscopique, analysée à l'échelle microscopique. La mention SF indique la présence de structures fantômes et donc de phosphore après attaque au réactif Oberhoffer. σ_C correspond à l'écart type au taux de carbone. Ces résultats sont également résumés par des graphiques en forme d'étoile. Ces derniers permettent de comparer les différentes caractéristiques

métallographiques de chacun des objets présentés. Une branche de l'étoile correspond à un paramètre parmi le pourcentage inclusionnaire (%Inc), le pourcentage surfacique carburé (%C > 0,3), le taux de carbone moyen (%C*), l'écart type à ce taux de carbone (Sigma C¹⁰⁸), la microdureté moyenne (HV*) et l'écart type à la microdureté (Sigma HV). Les paramètres indiqués sont ceux issus de l'analyse microscopique, qui permet de caractériser la nature du métal de l'artefact de façon plus précise que l'échelle macroscopique (*cf.* chapitre IV), à partir de l'étude de la section entière ou d'une portion de cette section jugée représentative de l'ensemble. Pour certains types d'objets, les données de cette étude ont été comparées à celles issues de l'étude menée par Gaspard Pagès (G. Pagès, 2008). Pour celle-ci, certaines barres ont été étudiées uniquement à l'échelle macroscopique. Ainsi, à titre de comparaison, dans les graphiques étoiles, le pourcentage surfacique carburé (%C > 0,3) et le pourcentage inclusionnaire (%Inc) déduits de cette analyse, ont été ajoutés. Enfin, il faut préciser que lorsque les sections étudiées étaient trop volumineuses, les analyses de microdureté n'ont pu être réalisées. C'est pourquoi pour certains graphiques cette donnée est manquante.

A. Les masses ou fragments de masses en cours de compactage

Six masses ou fragments de masses en cours de compactage ont été étudiés. Pour rappel, quatre d'entre elles – SM42.18.4.29, SM42.18.2.27, SM42.18.5.30, SM43.18.5.25 - proviennent des épaves SM42 et SM43 des Saintes-Maries-de-la-Mer (Bouches-du-Rhône) deux –PRD-1 et PRD-2- proviennent de Prades sur le site « Rue de la Basse » (Pyrénées-Orientales) (*cf.* chapitres II et III).

Les caractéristiques métallographiques de ces six masses en cours de compactage, sont représentées sur les planches en Figure 96 et Figure 97.

¹⁰⁸ Equivalent au σ_C des tableaux.

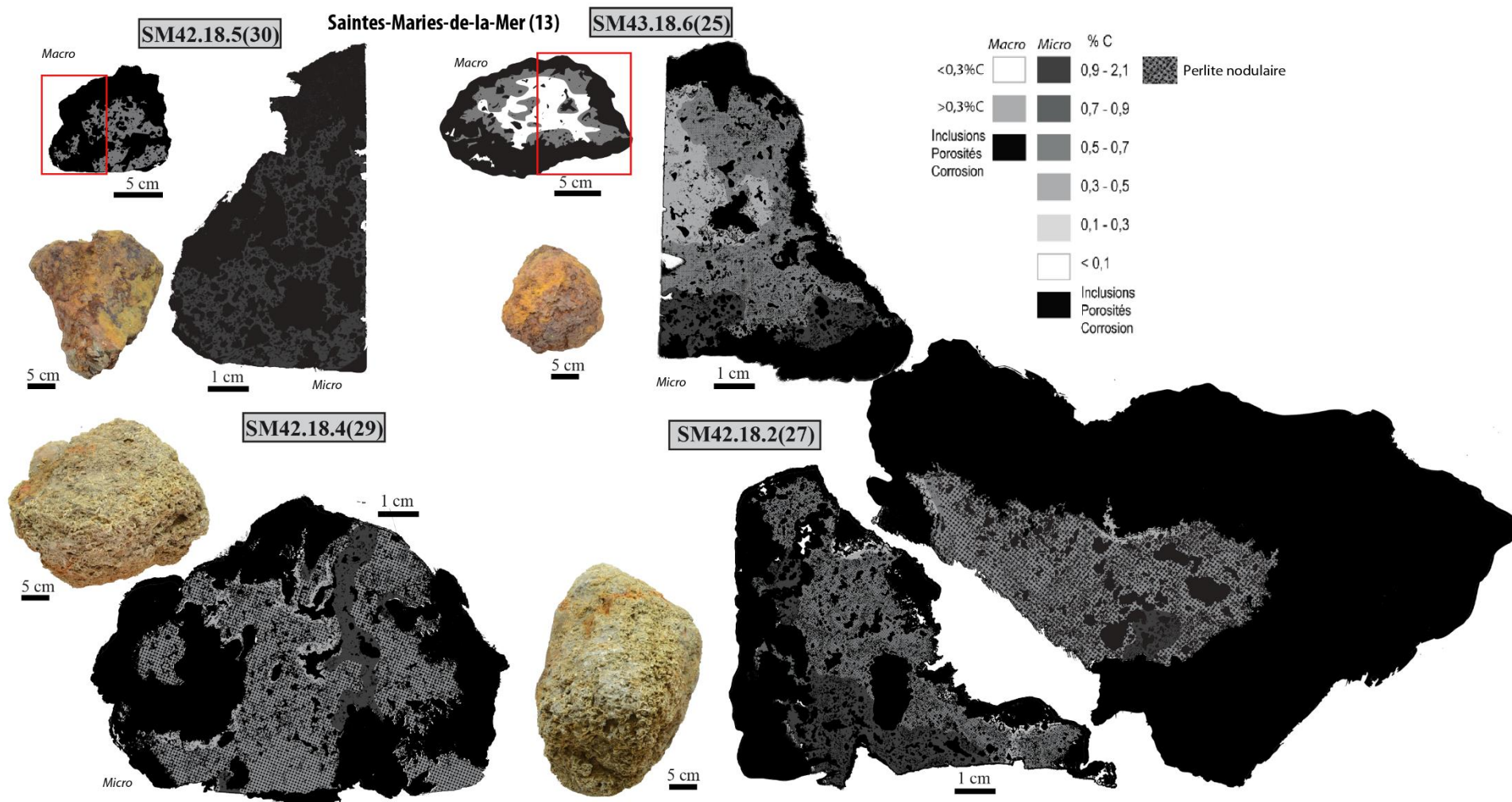


Figure 96 : Caractéristiques métallographiques des masses et des fragments de masses en cours de compactage des Saintes-Maries-de-la-Mer.

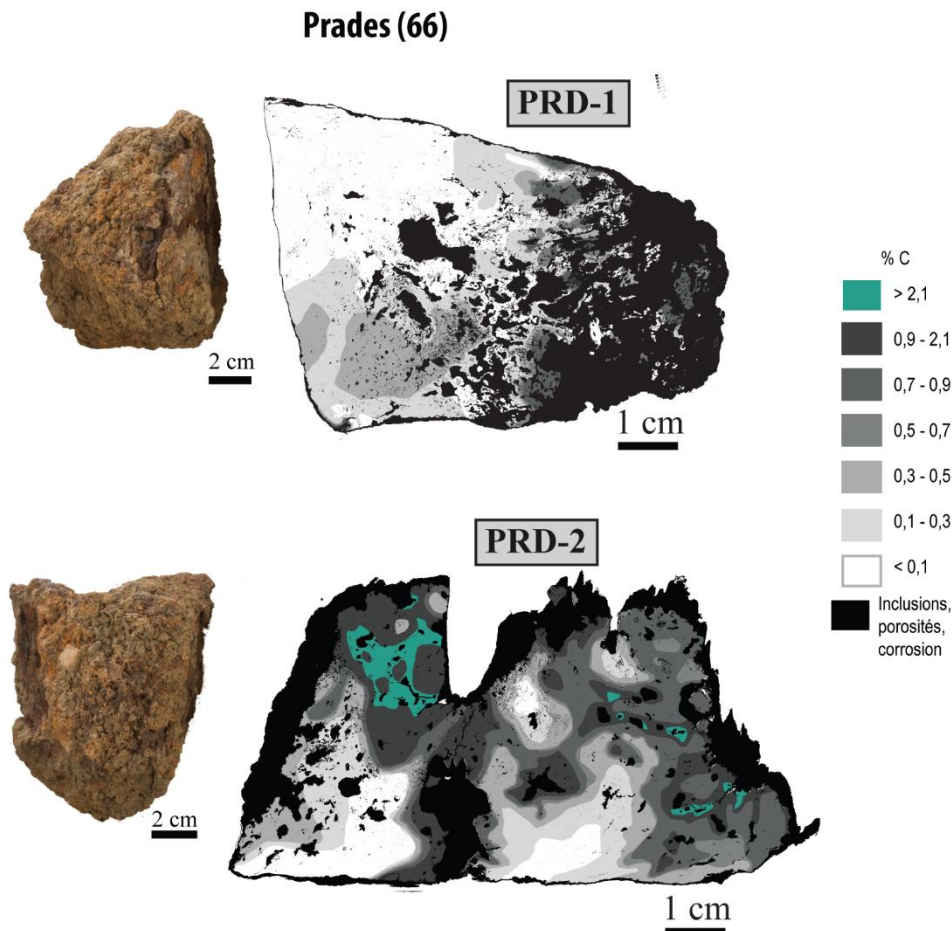


Figure 97 : Caractéristiques métallographiques des masses et des fragments de masses en cours de compactage de Prades.

1. Propreté inclusionnaire

A l'échelle macroscopique, les sections présentent toutes de très nombreuses porosités, visibles à l'œil nu, de taille parfois centimétrique, quelques inclusions de scories et parfois même du charbon de bois emprisonné dans la matrice métallique. L'analyse à l'échelle microscopique, révèle également de très nombreuses micro-porosités, qui n'étaient pas visibles à l'œil nu (Figure 99). On remarque certains replis du métal dans ces vacuoles témoignant d'un début de martelage visant à les refermer, mais restant toutefois sommaire. Les pourcentages inclusionnaires sont très variables, toujours supérieurs à 10 % et peuvent même atteindre 45 % (Figure 98).

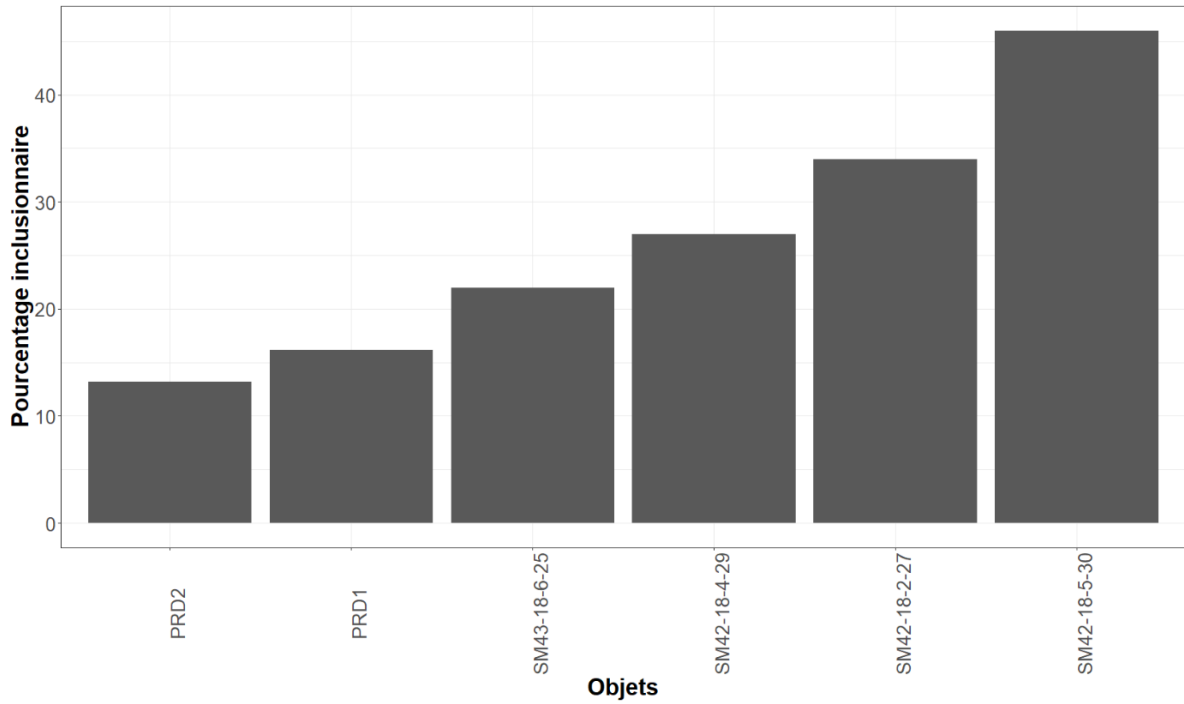


Figure 98 : Pourcentages inclusionnaires estimés après analyse à l'échelle microscopique pour les masses en cours de compactage.

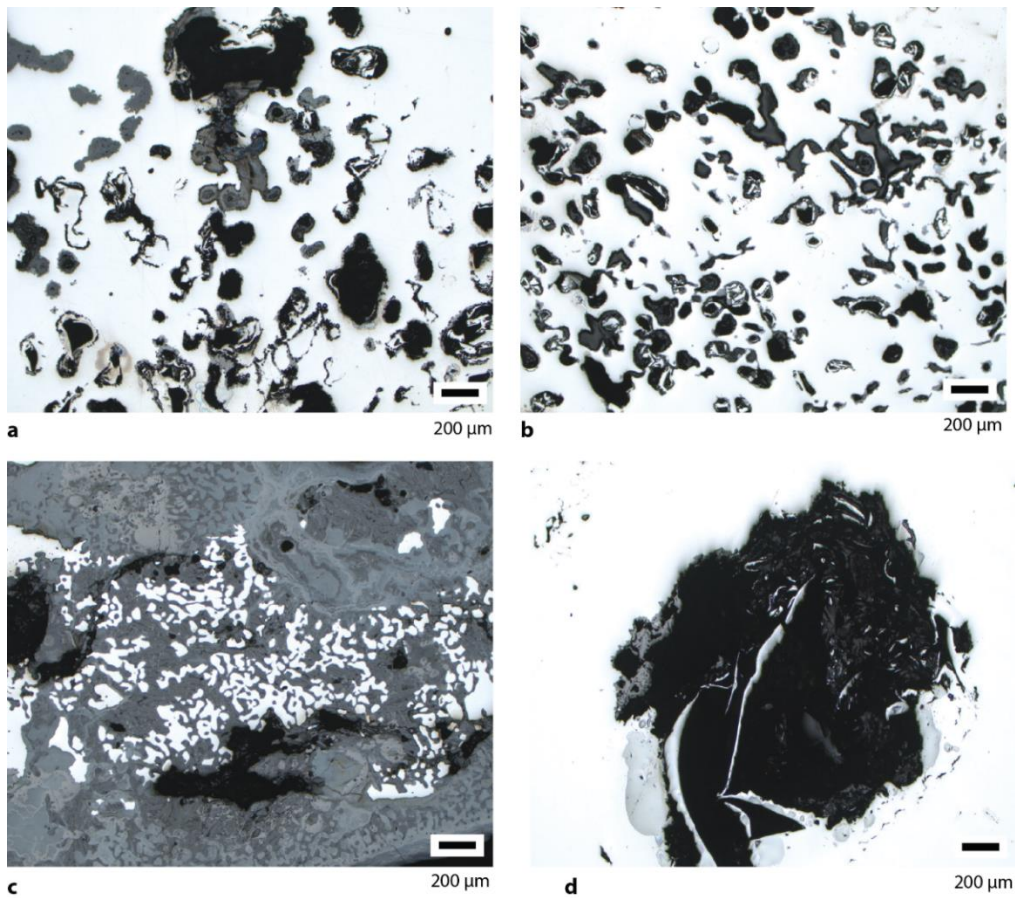


Figure 99 : Porosités, inclusions et replis métalliques au sein de la masse en cours de compactage SM42.18.4.29 des Saintes-Maries-de-la-Mer (a) et de Prades 1 (PRD-1) (b), Chapelets d'îlots métalliques dans une zone d'inclusions et de corrosion en extrémité de la masse en cours de compactage de Prades 1 (PRD-1) (c), Macroporosités au sein de la matrice métallique de la masse de Prades 2 (PRD-2) (d)

Des différences en termes de présence et de répartition des inclusions sont à noter selon les sections (Figure 98). Les masses des Saintes-Maries-de-la-Mer sont celles qui présentent les pourcentages inclusionnaires les plus élevés. Il n'y a pas d'orientation préférentielle des inclusions ou des porosités, et ces dernières sont très peu déformées, malgré la présence de replis. De plus, elles sont réparties de façon homogène sur l'ensemble de la surface.

Les pourcentages inclusionnaires observés sont plus faibles pour les deux masses de Prades. Pour la première masse étudiée (PRD-1), deux coupes ont été réalisées, perpendiculaires à une des surfaces martelées, une au centre de la masse, l'autre plus proche d'une extrémité. Elles permettent d'aboutir à deux constats. Premièrement, pour la découpe réalisée au plus près des extrémités, on remarque une ligne d'inclusions et de corrosion traversant la section en son centre. Cette ligne ne traverse cependant pas intégralement la section. Elle met en évidence un repli de la masse sur elle-même, puis un martelage sommaire. La soudure de repli est mal refermée et les inclusions sont majoritairement concentrées autour de cette ligne et d'une grande inclusion centrale. Pour la seconde découpe, au centre de la masse, on remarque un gradient d'épuration croissant, de l'extrémité la moins martelée à l'extrémité la plus martelée. En effet, très peu de porosités ou de scories sont visibles aux abords de la surface martelée, mais en se rapprochant de la seconde extrémité, on remarque une diminution du ratio métal/inclusions avec seulement quelques îlots de métal piégés dans un mélange de porosités, de scories et d'inclusions (Figure 99c). Cette extrémité est également très corrodée. Malgré les disparités, cette masse présente un pourcentage inclusionnaire estimé à 16 % sur l'ensemble de sa section. La seconde masse de Prades (PRD-2) présente un pourcentage inclusionnaire quasiment identique à la première (13 %). La répartition des inclusions et des porosités est également hétérogène. Une grande porosité centrale entourée de porosités plus petites, mais de tailles encore importantes et très peu déformées, caractérise cette masse. De nombreux replis sont présents dans les porosités, et on remarque aussi des zones de chapelets métalliques en cours d'agglomération.

2. Microstructure et composition des alliages

Les différentes masses étudiées ne forment pas un corpus homogène concernant la composition et la microstructure de leur alliage. En effet, on remarque que le pourcentage surfacique carburé ($\% C > 0,3$) pour chacune d'entre elles est variable (Figure 100).

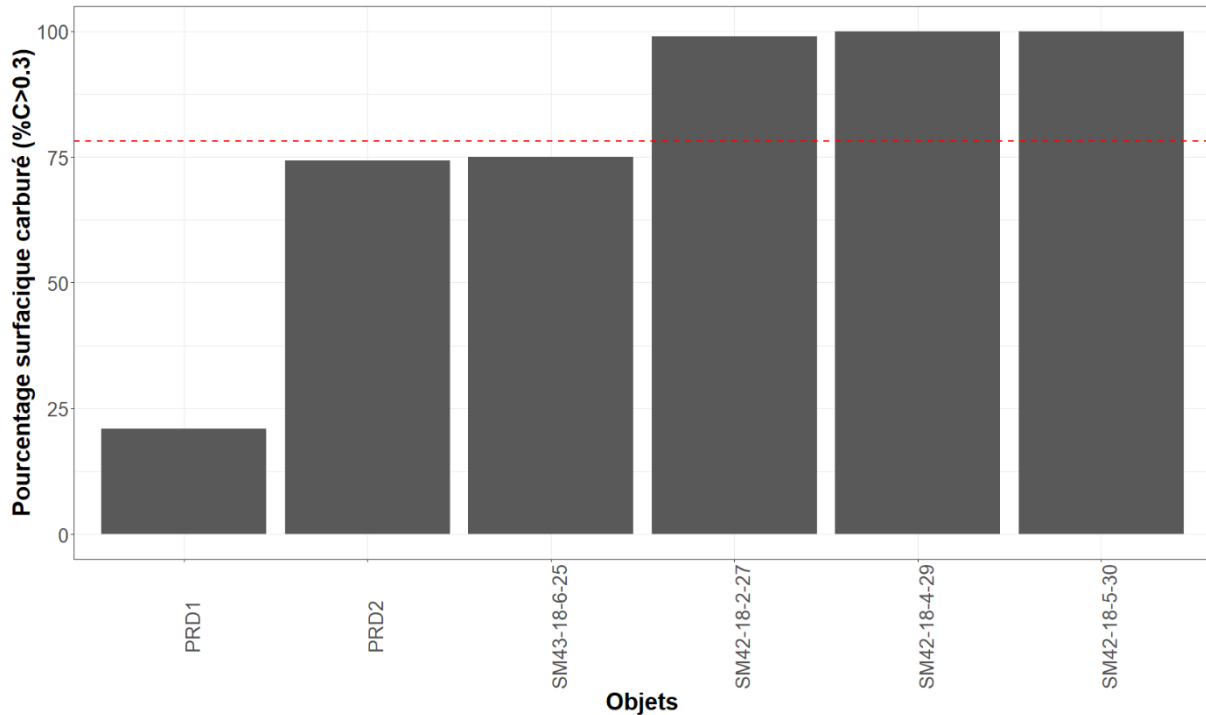


Figure 100 : Pourcentages surfaciques carburés (% C > 0,3) estimés après analyse à l'échelle microscopique pour les masses en cours de compactage.

Les masses en cours de compactage issues des épaves des Saintes-Maries-de-la-Mer sont celles présentant les surfaces carburées (%C > 0,3) les plus importantes (Figure 96). Elles représentent de façon générale plus de 99 % de la surface à l'exception de la masse SM43.18.6.25 qui ne présente que 75 % de sa surface carburée (%C > 0,3).

Dans la majorité des cas, pour ces surfaces carburées (%C > 0,3), il a été observé de la perlite nodulaire témoignant d'un refroidissement rapide de la matière. Ce type de structure peut concerner aussi bien le cœur de la masse que sa périphérie. De la perlite lamellaire a quelquefois été remarquée, mais de façon plus rare. Des structures d'aciers hypereutectoïdes sont également visibles, reconnaissables à la présence d'aiguilles ou de plaquettes de cémentite (Figure 101a). La masse en cours de compactage SM42.18.5.30 est par ailleurs entièrement composée d'acier hypereutectoïde estimé à 1,4 % de carbone. Par endroits, des structures de fonte sont visibles.

En ce qui concerne la répartition des zones carburées (%C > 0,3), on distingue plusieurs cas de figure. Elles peuvent occuper uniformément l'ensemble de la surface, comme c'est par exemple le cas pour la masse SM42.18.5.30. Dans d'autres cas, les zones les plus carburées se situent autour des inclusions et des porosités, celles-ci ayant pu jouer le rôle de puits de transport gazeux préférentiel. A l'inverse, on peut observer une structure très carburée sur l'ensemble de la section, sauf en périphérie de la masse et autour des porosités (Figure 101b) où les teneurs

en carbone sont plus faibles et peuvent atteindre 0,2 %. Pour ces zones, la perlite est lamellaire et des structures de Widmanstätten ont été repérées. Cette répartition des teneurs en carbone peut témoigner d'une première étape de martelage de la matière sous atmosphère oxydante ayant entraîné une décarburation périphérique.

Ces observations ne nous permettent pas d'estimer les teneurs moyennes en carbone du fait de la présence de structures hors équilibre de type perlite nodulaire. Toutefois, pour rappel, pour toutes les sections présentant des structures hors équilibre de type perlite nodulaire, martensite ou bainite, la teneur moyenne pour chacune des masses est considérée comprise dans un intervalle dont les bornes sont calculées en appliquant la méthode classique définie par Pagès *et al.* (cf. chapitre IV). Pour la borne inférieure, nous avons pondéré par 0,3 le pourcentage surfacique de la zone présentant ce type de structures hors équilibre, teneur minimale en carbone pour laquelle ces structures peuvent apparaître. Pour la borne supérieure, ce même pourcentage a été pondéré par 0,8. Par souci de clarté des graphiques pour ces cas particuliers, dans toute la suite du texte, la valeur indiquée est celle correspondant à la moyenne des deux bornes de l'intervalle. De ce fait, pour les masses des Saintes-Maries-de-la-Mer, les teneurs moyennes en carbone sont toutes supérieures à 0,4 %.

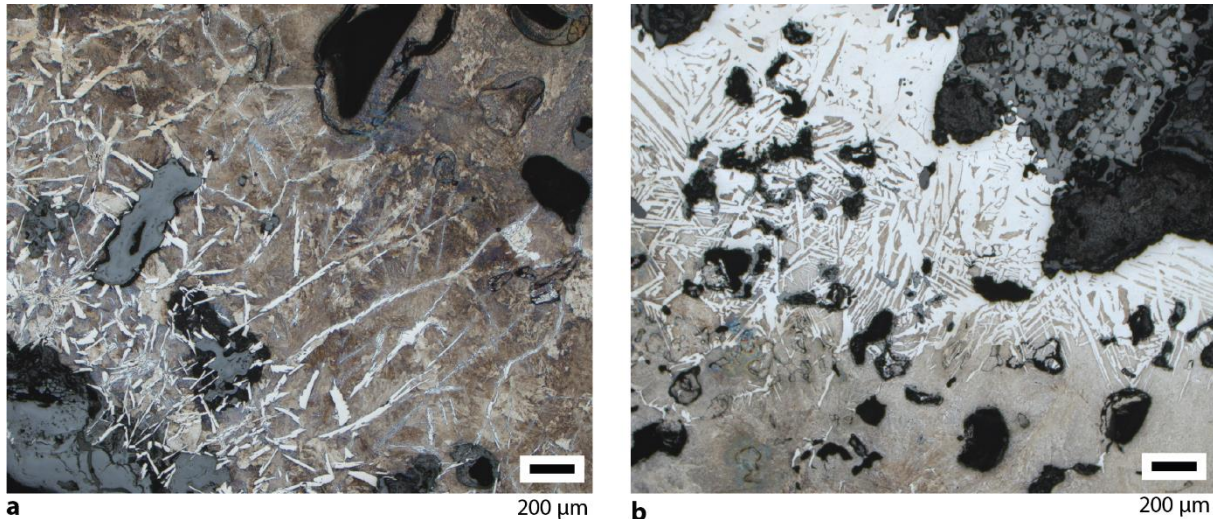


Figure 101 : Variabilité des microstructures et de la composition au sein de la masse en cours de compactage SM42.18.4.29 des Saintes-Maries-de-la-Mer a) De l'acier hypereutectoïde à l'acier eutectoïde b) De l'acier eutectoïde à l'acier à 0,2 % de carbone, décarburation autour des inclusions.

Les deux masses en cours de compactage de Prades présentent des surfaces carburées différentes.

Pour la masse PRD-1, les surfaces carburées ($\% C > 0,3$) sont présentes à hauteur de 21 % de la surface observée¹⁰⁹. Les teneurs en carbone atteintes dans cette zone sont proches de l'eutectoïde (Figure 102b), et de l'acier hypereutectoïde y est parfois même rencontré. La perlite est lamellaire, mais la présence de perlite nodulaire, témoin d'un refroidissement rapide, est parfois visible à cœur comme en périphérie de l'objet. Le reste de la masse est peu carburé. Il est composé majoritairement de ferrite, sous forme de grains équiaxes, de tailles très variables dans la partie supérieure, et d'acier à 0,3 % de carbone au maximum dans la partie inférieure (Figure 102a). Des structures de Widmanstätten ont également été observées dans cette zone de l'échantillon. Le taux de carbone moyen de la masse PRD-1 est évalué à 0,2 % pour un écart type de 0,2.

La masse PRD-2 est, en revanche, plus carburée que son homologue du même site. En effet, les surfaces carburées ($\% C > 0,3$) représentent 74 % de la surface totale. On remarque principalement que les zones de la masse adjacente aux surfaces non martelées (Figure 97) sont composées de fonte blanche, d'acier hypereutectoïde majoritairement, mais aussi d'acier eutectoïde pour lequel la perlite est sous forme lamellaire ou nodulaire. Ces zones sont principalement concentrées autour des porosités (Figure 102c). Très carburées, elles sont adjacentes à des zones dont la teneur en carbone peut être plus faible, et où de la perlite lamellaire et des structures de Widmanstätten ont été observées. La partie inférieure, là où la matière a été martelée, est quant à elle constituée d'aciers moins carburés, à 0,1 % de carbone, et surtout de ferrite. La transition entre l'acier eutectoïde et la ferrite est assez rapide (Figure 102d). La teneur moyenne en carbone de cette masse est au minimum de 0,75 % pour un écart type de 0,56.

Pour ces deux masses, un gradient des teneurs en carbone décroissant, des zones les moins martelées aux zones les plus martelées a donc été observé.

¹⁰⁹ Il est possible que ce pourcentage surfacique soit en réalité sous-estimé. En effet, les zones carburées ($\% C > 0,3$) se concentrent principalement dans l'extrémité la moins épurée où elles sont concomitantes à des zones ferritiques. Cette extrémité présente également des zones fortement corrodées qui pourraient être des zones carburées ($\% C > 0,3$).

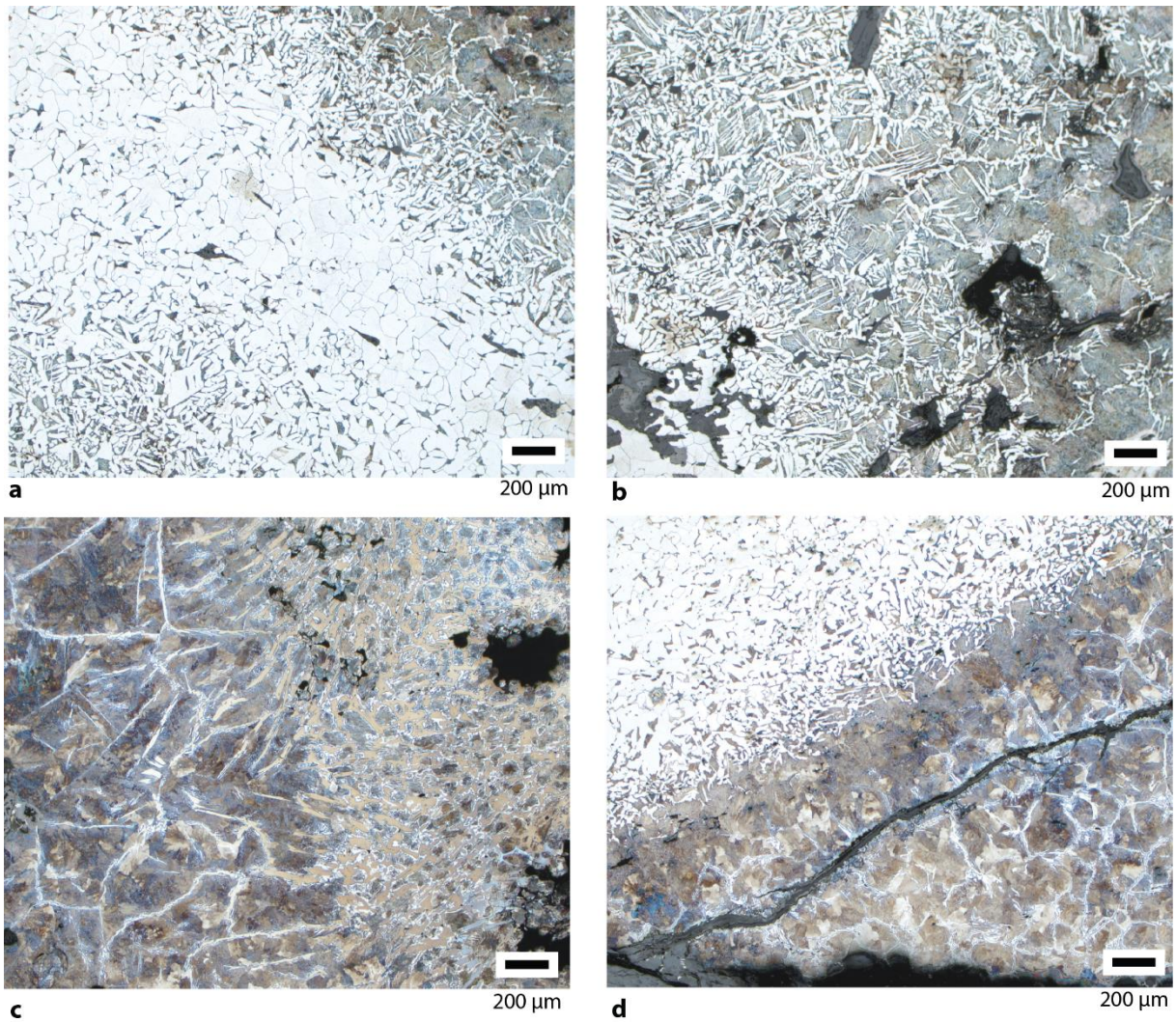


Figure 102 : Variabilité des microstructures et de la composition au sein des masses en cours de compactage de Prades a) De l'acier à 0,3% de carbone à l'acier eutectoïde en passant par la ferrite pour PRD-1 b) Acier eutectoïde vers un acier à 0,4% de carbone pour PRD-1 c) De l'acier hypereutectoïde à la fonte blanche hypoeutectique pour PRD-2 d) De la ferrite à l'acier hypereutectoïde pour PRD-2.

Bilan :

Les résultats métallographiques issus des analyses à l'échelle macroscopique et microscopique sont recensés dans le Tableau 38 et résumés par le graphique étoile¹¹⁰ en Figure 103.

¹¹⁰ Les abréviations employées ainsi que la conception du tableau et du graphique étoile sont expliqués dans le paragraphe introductif à cette partie (*cf.supra*)

Tableau 38 : Caractéristiques métallographiques des masses en cours de compactage étudiées à l'échelle macroscopique (section entière) et microscopique (section entière ou prélèvement d'une part de la section pour les artefacts volumineux)

Masses brutes ou fragments	Macro		M/M	Micro			
	%Inc	%C > 0,3		%Inc	%C > 0,3	%C*	σ_c
SM43.18.6.25	10	53	45	22	75	0,5-0,8	0,36-0,39
SM42.18.5.30	28	100	50	47	100	1,4	0
SM42.18.4.29	/	/	100	27	100	0,4-0,84	0,2-0,4
SM42.18.2.27	/	/	100	34	99	0,54-0,88	0,2-0,4
PRD-1	/	/	100	16	21	0,19	0,18
PRD-2	/	/	100	13	74	> 0,75	> 0,56

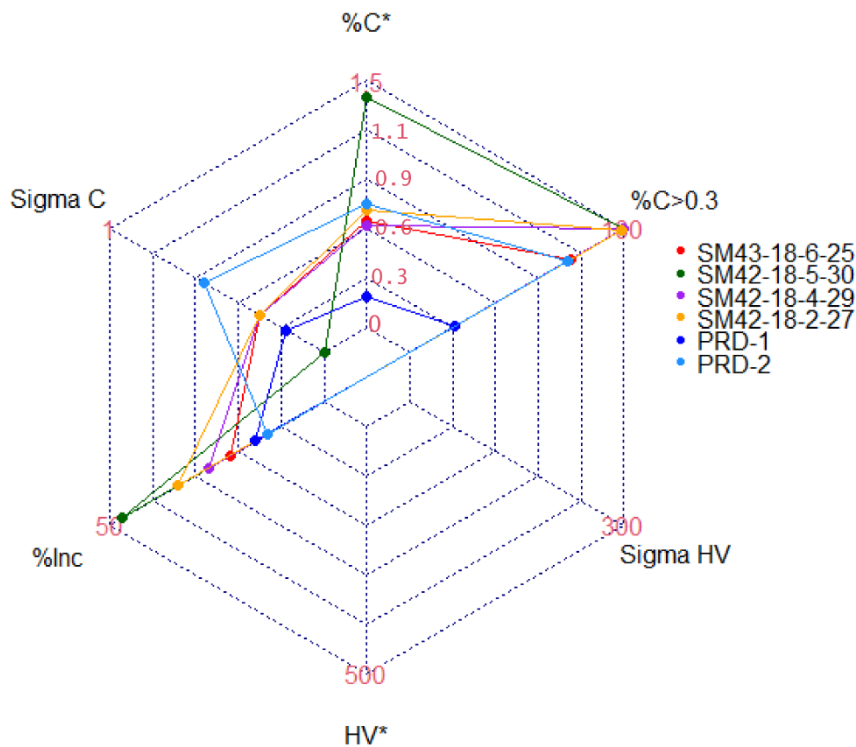


Figure 103 : Diagramme étoile présentant les différentes caractéristiques métallographiques issues de l'analyse microscopique des masses et des fragments de masse en cours de compactage.

Les masses étudiées révèlent différentes natures de métal.

Les pourcentages inclusionnaires sont tous supérieurs à 10 % et peuvent atteindre, pour certains objets, 47 %. Les différences de pourcentages inclusionnaires observées traduisent des degrés d'avancement différents du travail d'épuration compactage que la morphologie

extérieure avait déjà permis de mettre en lumière. Ainsi, les masses des Saintes-Maries-de-la-Mer, les plus informes et les moins compactées, sont celles possédant les pourcentages inclusionnaires les plus élevés. Leur volume important et l'absence de trace visible de découpe lors des observations métallographiques de ces masses retrouvées en contexte de circulation, pourraient amener à penser qu'elles sont encore entières et ont simplement bénéficié d'un compactage très sommaire au sortir du bas fourneau visant à profiter de l'inertie thermique. Toutefois, nous devons rester vigilants sur ce point. Il est possible que l'axe de découpe choisi ne permettent pas de visualiser ces traces de découpe, ou encore que la corrosion importante en périphérie de l'objet ait effacé ces indices. Les masses de Prades, beaucoup plus petites et possédant des surfaces planes suite à un martelage primaire, présentent quant à elles un pourcentage inclusionnaire plus faible, mais tout de même supérieur à 10 %. Localement, les zones métalliques adjacentes aux surfaces martelées sont plus propres. Les observations métallographiques confirment que ces masses retrouvées à proximité des sites de réduction sont des fragments de masses en cours de compactage, à un stade de la chaîne opératoire plus avancé que celui des masses des Saintes-Maries-de-la-Mer. La présence de la barre en cours de compactage également retrouvée à Prades (*cf.* chapitre III et *infra* §I.B), atteste sur le site ou à proximité, d'une activité de mise en forme de ces fragments de masse brute vers des formes plus élaborées.

On note également des différences dans la nature des alliages. Les masses en cours de compactage sont majoritairement homogènes, elles peuvent être entièrement aciérées, comme pour trois des masses des Saintes-Maries-de-la-Mer, être à dominance aciérée mais présenter à la fois des structures de fonte et de ferrite au sein d'une même section, ou être majoritairement ferritique comme PRD-1 de Prades.

Les masses en cours de compactage présentent toutes des structures de perlite nodulaire, au cœur de l'objet comme en périphérie, témoignant d'un refroidissement relativement rapide.

Un point particulier est à noter : les zones les moins martelées et épurées sont souvent les plus carburées. Effectivement, la masse la moins bien épurée est entièrement composée d'acier hypereutectoïde, et la masse pour laquelle l'épuration est la plus aboutie, est celle dont la composante principale est la ferrite. La présence d'acier augmente la dureté du matériau. Il peut donc devenir plus difficile à marteler, à épurer et à compacter.

B. Les barres en cours de compactage

Deux barres en cours de compactage ont été étudiées. L'une, PLM-1, provient de la Palme (Aude) tandis que l'autre PRD-3 provient de Prades (Pyrénées-Orientales) sur le site « Rue de la Basse » comme les deux fragments de masses en cours de compactage précédemment décrits (cf. chapitre II). Leur aspect extérieur, qui présente à la fois des surfaces martelées et des surfaces non mises en forme, les place à un stade intermédiaire entre masse en cours de compactage et barre (cf. chapitre III).

Les caractéristiques métallographiques de ces deux barres en cours de compactage, sont représentées sur la planche en Figure 104.

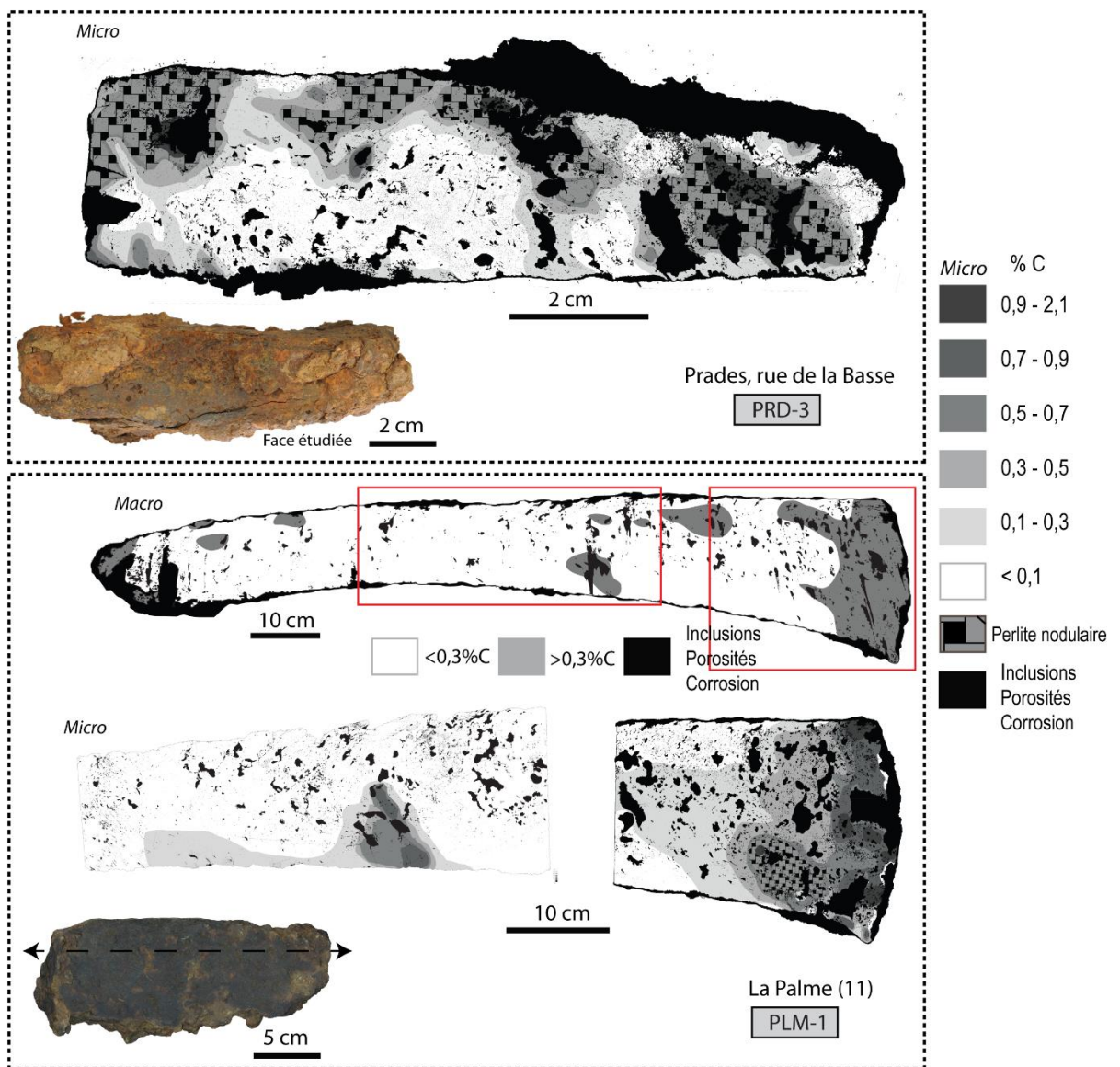


Figure 104 : Caractéristiques métallographiques des barres en cours de compactage.

1. Propreté inclusionnaire

Après découpe, les deux barres en cours de compactage présentent des sections laissant entrevoir des différences notables. Dans les deux cas, des porosités peuvent être observées mais le métal apparaît plus compacté pour celle de la Palme (PLM-1). En effet, les porosités sont plus rares que pour la barre en cours de compactage de Prades, mais elles sont surtout de plus petites dimensions. Elles sont de l'ordre du millimètre contrairement à celles de Prades qui sont de taille centimétrique.

La répartition de ces porosités diffère également. Pour la barre en cours de compactage de la Palme, les porosités sont minoritaires sur la partie centrale qui est moins épaisse, mais majoritaires sur les extrémités, qui sont par ailleurs relativement informes et donc moins martelées. L'analyse à l'échelle microscopique d'une des extrémités montre des porosités encore largement ouvertes mais déformées, tandis que l'étude de la partie centrale montre des porosités déformées qui tendent à se refermer. Ce constat est vérifié par les replis de métal au sein de ces porosités. La barre de Prades, quant à elle, peut être divisée en deux parties présentant des inclusions de taille différente. La première moitié comporte des inclusions de petite taille tandis que la seconde présente des porosités encore largement ouvertes. L'analyse microscopique révèle des inclusions et des porosités très peu déformées. Il semblerait que le travail de compactage se soit limité à une mise en forme intermédiaire mais non aboutie.

2. Microstructure et composition des alliages

L'analyse des sections des barres en cours de compactage de la Palme (PLM-1) et de Prades (PRD-3) montre la coexistence de zones ferritiques ou peu carburées et de zones aciérées (%C > 0,3).

La barre en cours de compactage de la Palme présente seulement 20 % de sa surface aciérée (%C > 0,3). Celle de Prades est plus aciérée, sa surface est carburée (%C > 0,3) à hauteur de 40 %. Pour ces deux artefacts, la répartition des zones carburées (%C > 0,3) est semblable. Elles se situent principalement aux extrémités des barres en cours de compactage et autour des plus grandes porosités, ayant facilité le transport du monoxyde de carbone lors de la réduction. Autour des porosités, des zones d'aciers hypereutectoïdes entourées par des zones d'aciers hypoeutectoïdes ou eutectoïdes, sous forme de perlite nodulaire, ont été observées (Figure 105b). La transition vers des aciers plus faiblement carburés, à 0,2 % de carbone, puis

vers la ferrite, est graduelle depuis les extrémités de la barre, pour celle de la Palme, tandis qu'elle est brutale pour celle de Prades. La ferrite est sous la forme de grains équiaxes de taille très variable (Figure 105a).

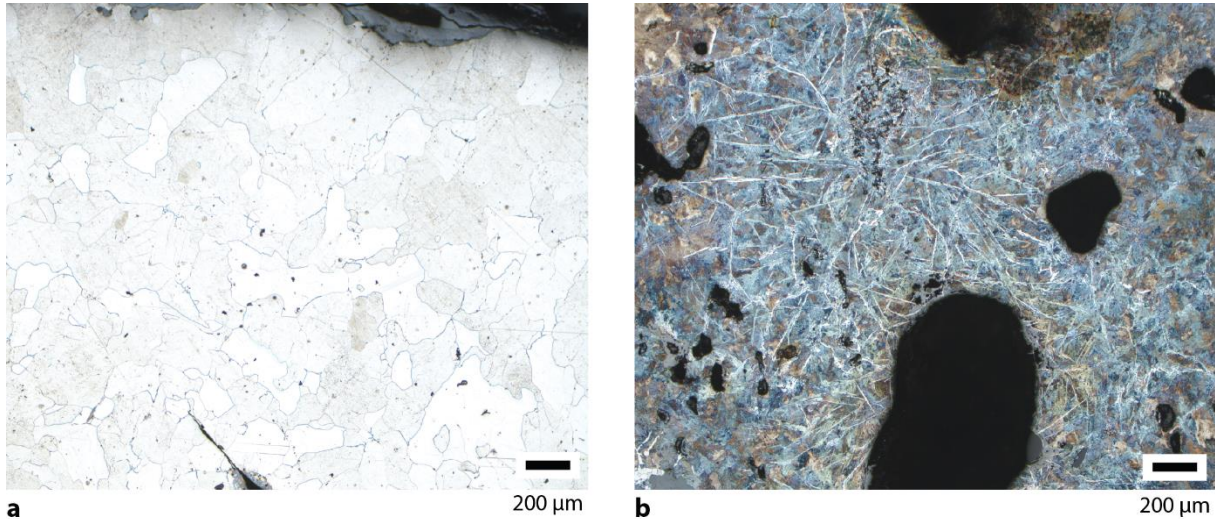


Figure 105 : Variabilité des microstructures et de la composition au sein de la masse en cours de compactage de la Palme (PLM-1) de la ferrite (a) à l'acier hypereutectoïde aux extrémités (b).

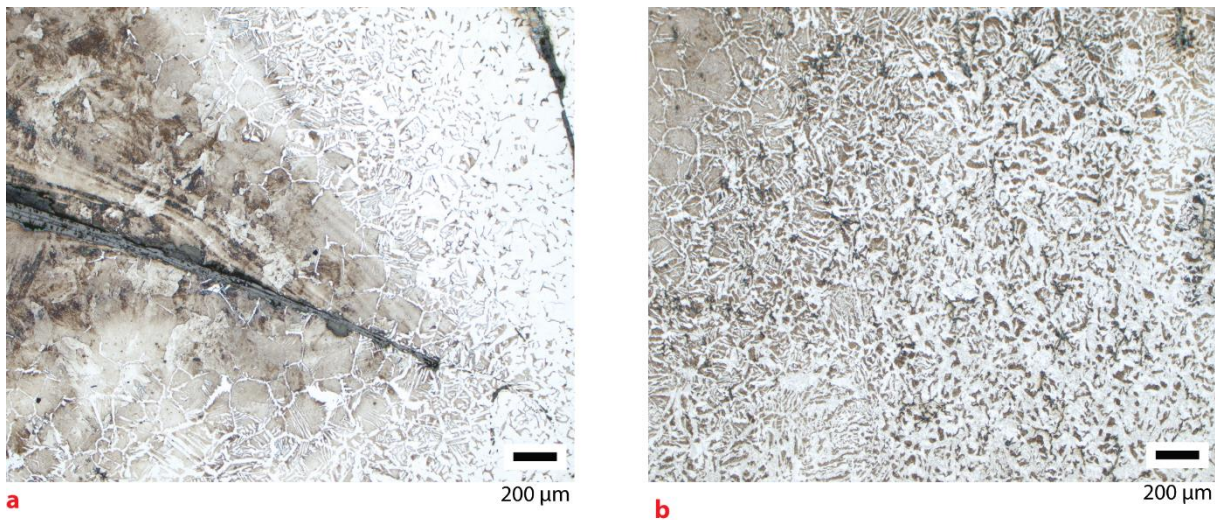


Figure 106 : Variation des teneurs en carbone au sein de la barre de Prades (PRD-3), a) De l'acier eutectoïde à la ferrite b) De l'acier eutectoïde à l'acier à 0,2 % de carbone.

Bilan :

Les résultats métallographiques issus des analyses à l'échelle macroscopique et microscopique sont recensés dans le Tableau 39, et résumés par le graphique étoile en Figure 107.

Pour ces deux barres en cours de compactage, les observations microscopiques ont confirmé ce que la morphologie des objets laissait pressentir. Ces objets se situent, dans la chaîne opératoire, à un stade proche de celui des masses en cours de compactage, bien que leur compactage soit plus avancé. Les porosités sont encore nombreuses et largement ouvertes et les zones les plus carburées sont localisées autour des porosités, ayant facilité la diffusion du carbone lors de la réduction. Dans la dernière partie, la synthèse des résultats permettra de comparer les masses ou fragments de masses en cours de compactage et ces barres en cours de compactage.

Tableau 39 : Caractéristiques métallographiques des barres en cours de compactage, étudiées à l'échelle macroscopique et microscopique

Barre en cours de compactage	Macro		M/M	Micro				
	% Inc	% C>0,3		% Inc	% C>0,3	% C*	σ_C	SF
PLM-1	7	20	60	11	14	0,16	0,22	Non
PRD-3	/	/	100	13	39	0,21-0,34	0,2-0,3	Non

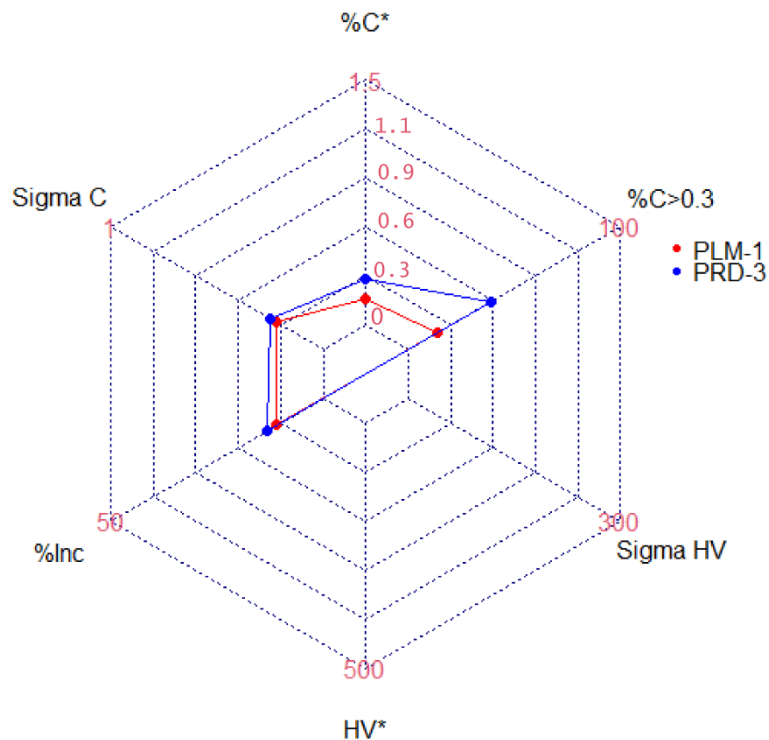


Figure 107 : Diagramme étoile présentant les différentes caractéristiques métallographiques des barres en cours de compactage.

C. Les lopins :

Deux lopins ont été étudiés. L'un - SM41-1 - provient de l'épave SM41 des Saintes-Maries-de-la-Mer (Bouches-du-Rhône), le second - DMG-1 - de la villa de la Domergue (Sauvian, Hérault) (*cf.* chapitres II et III).

La planche présentée en Figure 108 illustre, pour ces deux lopins, les caractéristiques métallographiques que nous allons détailler par la suite.

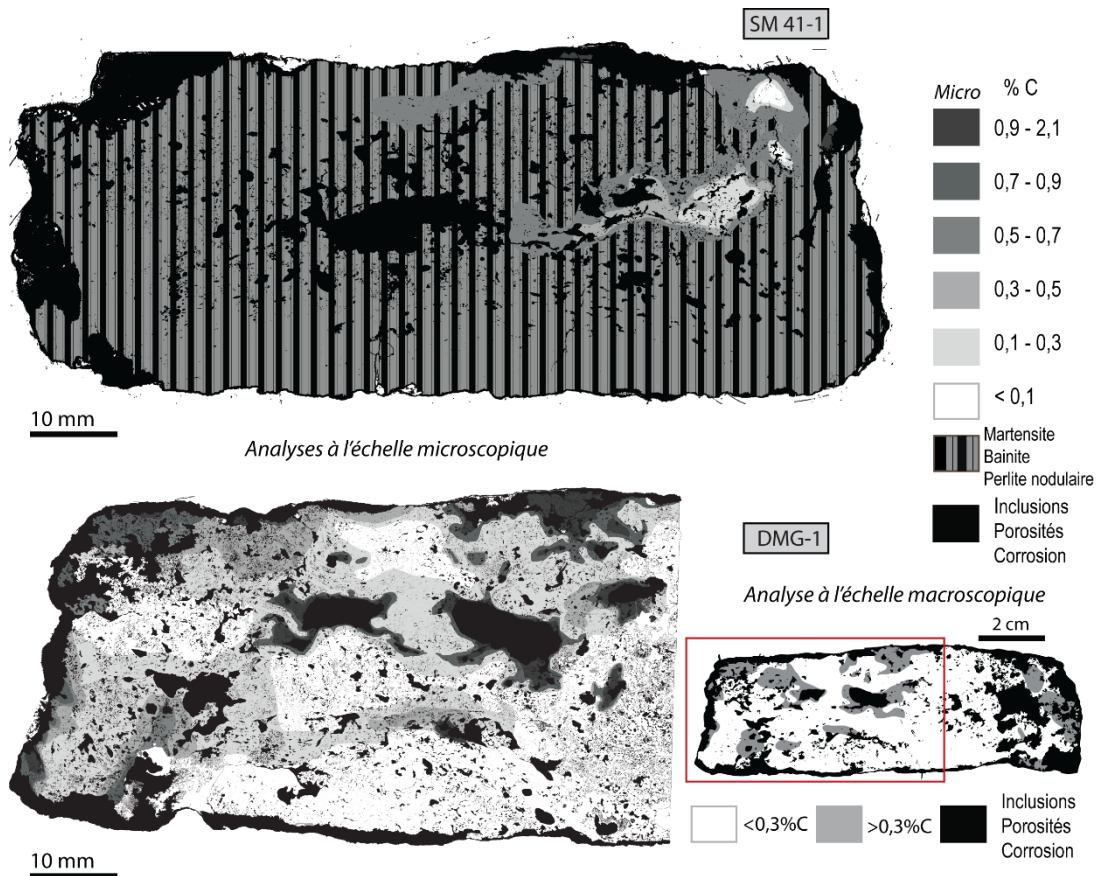


Figure 108 : Caractéristiques métallographiques du lopin des Saintes-Maries-de-la-Mer (SM41-1) et du lopin de la Domergue (DMG-1).

1. Propreté inclusionnaire :

Les deux lopins présentent des similitudes inclusionnaires. En première approche, les sections longitudinales présentent, toutes deux, de nombreuses porosités, visibles à l'œil nu (Tableau 40). Elles sont de taille importante, parfois centimétrique. Des fragments de charbon de bois sont observables dans la section du lopin de la Domergue, emprisonnés dans la matrice métallique. A l'échelle microscopique, en plus des inclusions déjà visibles à l'œil nu, de nombreuses porosités et inclusions ont été révélées après polissage de la section (Figure 109).

Ces dernières sont déformées selon les quatre plans de frappe témoignant d'une première phase de martelage. Des replis sont également visibles dans les porosités, témoignant d'un premier martelage de la matière visant à refermer ces porosités.

Les inclusions et les porosités ne sont pas réparties de façon homogène au sein des sections. Pour le lopin de la Domergue (DMG-1), on remarque que les inclusions sont majoritaires aux extrémités et notamment au niveau de l'extrémité droite sur la Figure 108. Elle se compose de très grandes porosités tandis que l'extrémité gauche se compose plutôt d'inclusions de scories et de porosités plus petites (Figure 108). A l'exception de la présence de charbon de bois, le cœur est davantage compacté. Le lopin des Saintes-Maries-de-la-Mer présente, quant à lui, une bande d'inclusions localisée au cœur de la matière. Cette bande s'organise autour d'une grande porosité centrale, d'environ 1 cm, entourée de plus petites porosités. Les extrémités et les bords de la section sont plus propres.

A partir de ces observations, les pourcentages inclusionnaires ont été évalués. Ils sont de 20 % pour le lopin de la Domergue et de 15 % pour celui des Saintes-Maries-de-la-Mer (Tableau 40).

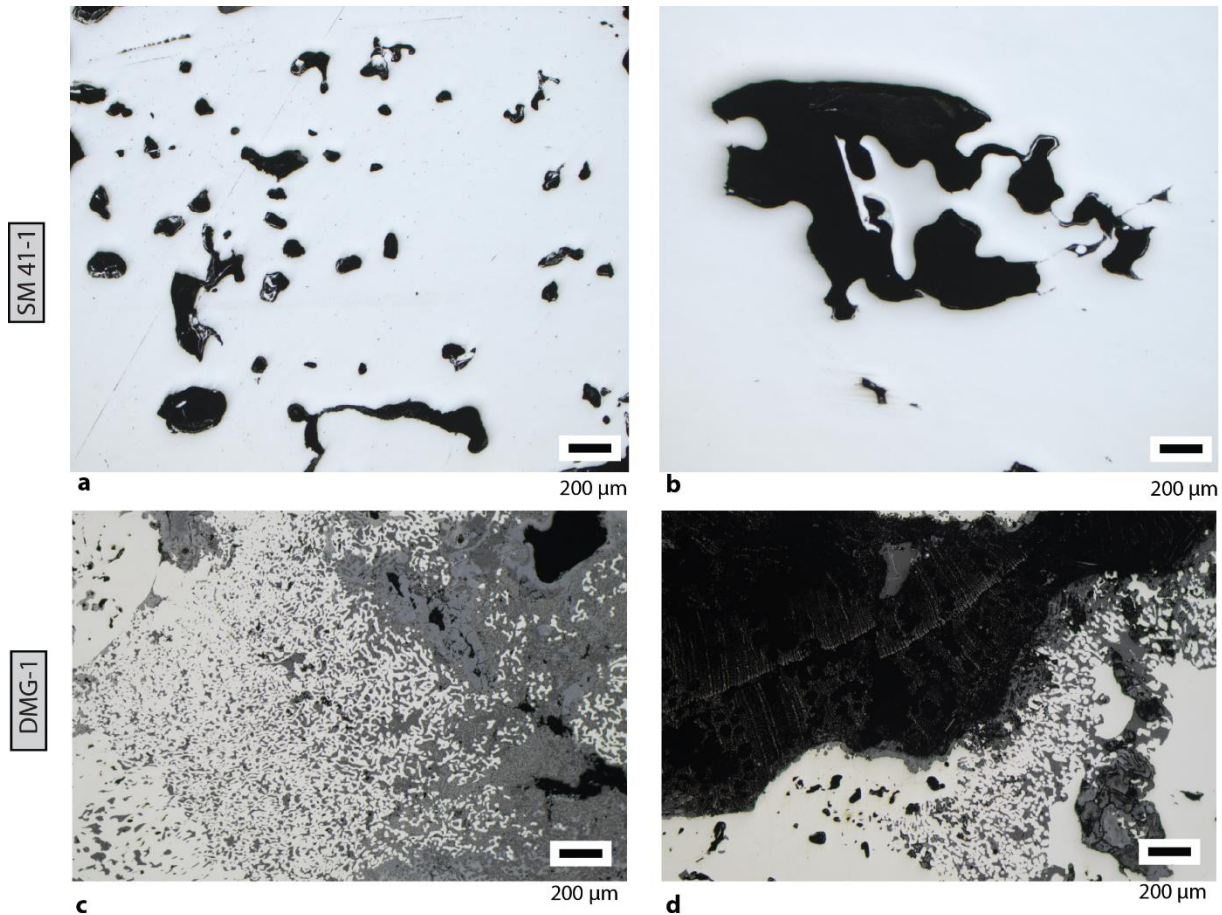


Figure 109 : Micrographies avant attaque Nital des lopins SM41-1 (a et b) et de la Domergue (c et d) - a et b) Porosités visibles dans la matrice métallique du lopin SM41-1 c) Chapelet d'inclusion et corrosion pour le lopin de la Domergue d) Charbon de bois piégé dans les porosités et inclusions pour le lopin de la Domergue.

2. Microstructures et composition des alliages :

La composition des deux lopins est très différente. Le lopin des Saintes-Maries- de-la-Mer, SM41-1, présente une surface entièrement carburée. Plus de 80 % de sa surface présente des structures de martensite et de bainite mélangées à quelques îlots de perlite nodulaire. En progressant vers la partie supérieure du lopin (Figure 108), seule la perlite nodulaire subsiste, puis une phase de transition vers un acier à 0,7 % de carbone est visible. Quelques rares zones d'acier à 0,2 % de carbone sont également présentes. Elles représentent moins de 2 % de la surface. Ces structures de martensite et de bainite confèrent à ce lopin une dureté moyenne¹¹¹ de 455 HV¹¹² ($\sigma=257$). Les valeurs sont comprises entre 128 HV pour les zones les moins carburées et 1040 HV pour les zones possédant des structures martensitiques.

¹¹¹ La moyenne est établie à partir de 552 pointés réalisés sur différentes zones représentatives de l'échantillon, l'ensemble de la section n'a pu être analysée.

¹¹² Ici comme dans toute la suite du texte, nous choisissons de faire suivre la valeur de dureté des lettres HV. Ces deux lettres permettent d'indiquer que c'est une mesure de dureté Vickers qui a été réalisée, elles ne correspondent pas à une unité

Au contraire, le lopin de la Domergue, DMG-1, est majoritairement ferritique. L'analyse macroscopique a mis en évidence le fait que moins de 20 % de sa section était carburée (% C > 0,3). Seules les zones métalliques localisées autour des charbons de bois et des porosités sont carburées, ces dernières pouvant avoir facilité l'accès du monoxyde de carbone gazeux et donc la diffusion du carbone au sein du métal au cours de la réduction. L'analyse microscopique a montré que ces zones étaient composées d'acier hypereutectoïde ou eutectoïde. La transition entre ferrite et acier à 0,8 % est très rapide, le carbone n'a pas eu le temps de diffuser plus largement autour de ces porosités. De ce fait, la teneur en carbone de ce lopin est relativement basse (0,22 % de carbone) et son hétérogénéité est estimée à 0,26. La dureté est comprise entre 90 HV pour les zones ferritiques et 358 HV pour les zones d'acier hypereutectoïdes. La moyenne est de 127 HV ($\sigma=61$).

Aucune soudure de deux masses de métal distinctes n'est visible pour les deux lopins, ils sont donc issus du compactage d'un unique fragment de masse brute. L'hétérogénéité de leur composition reflète l'hétérogénéité des masses brutes initiales à partir desquelles ils sont issus.

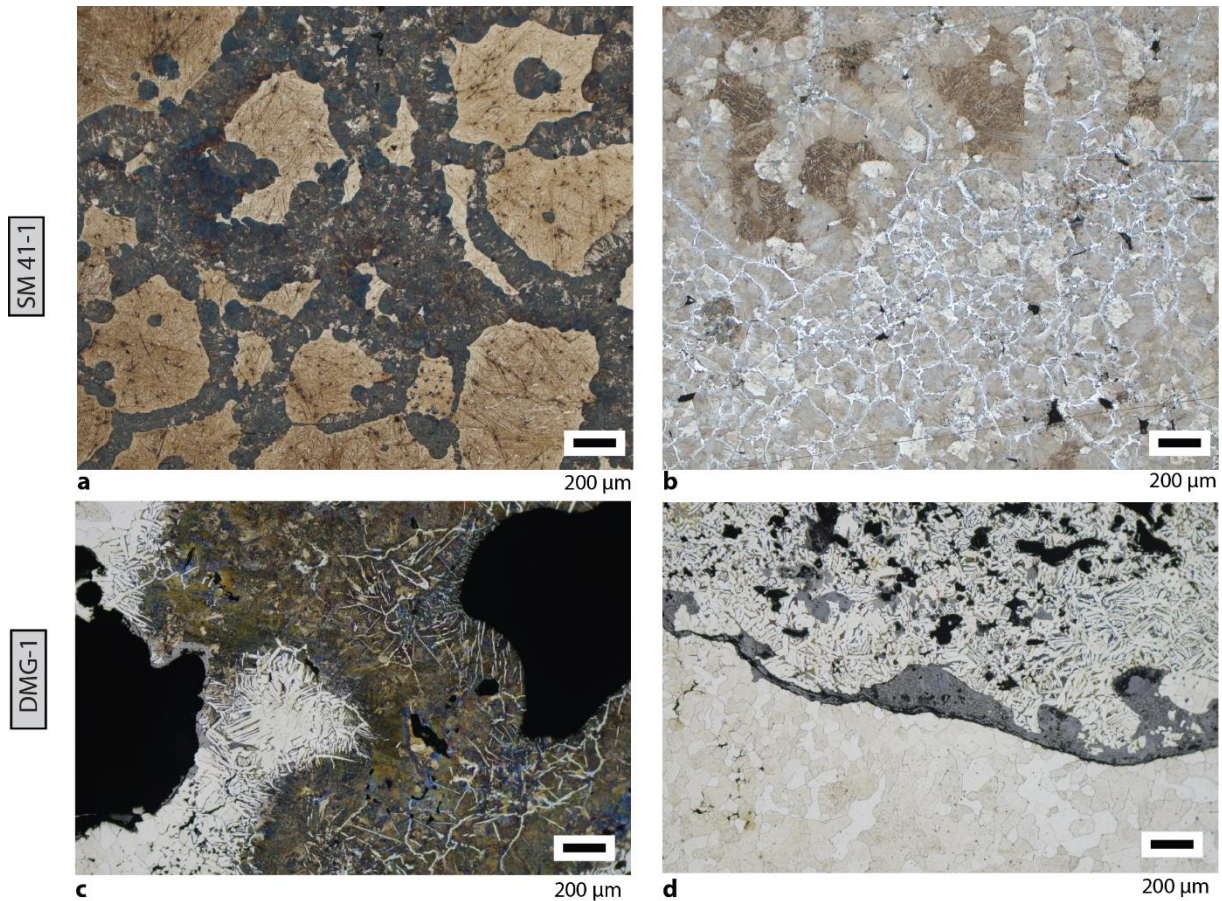


Figure 110 : Micrographies après attaque Nital du lopin des Saintes-Maries-de-la-Mer, SM41-1 et de la Domergue DMG-1
 a) Structures hors-équilibre : martensite, bainite et perlite nodulaire b) Transition d'une structure martensitique vers un acier à 0,7 % de carbone c) Acier hypereutectoïde et acier à 0,8 % localisés autour d'une porosité d) Ferrite et acier à 0,1 %.

Bilan :

Les résultats métallographiques issus des analyses à l'échelle macroscopique et microscopique sont recensés dans le Tableau 40 et par la Figure 111.

Tableau 40 : Caractéristiques métallographiques des lopins étudiés à l'échelle macroscopique et microscopique.

Lopin	Macro		M/M	Micro				HV
	%Inc	%C > 0,3		%Inc	%C > 0,3	%C*	σ_c	
SM41-1	/	/	100	15	99	0,32-0,77	0,1	455 ($\sigma=257$)
DMG-1	17	18	65	20	20	0,25	0,3	127 ($\sigma=61$)

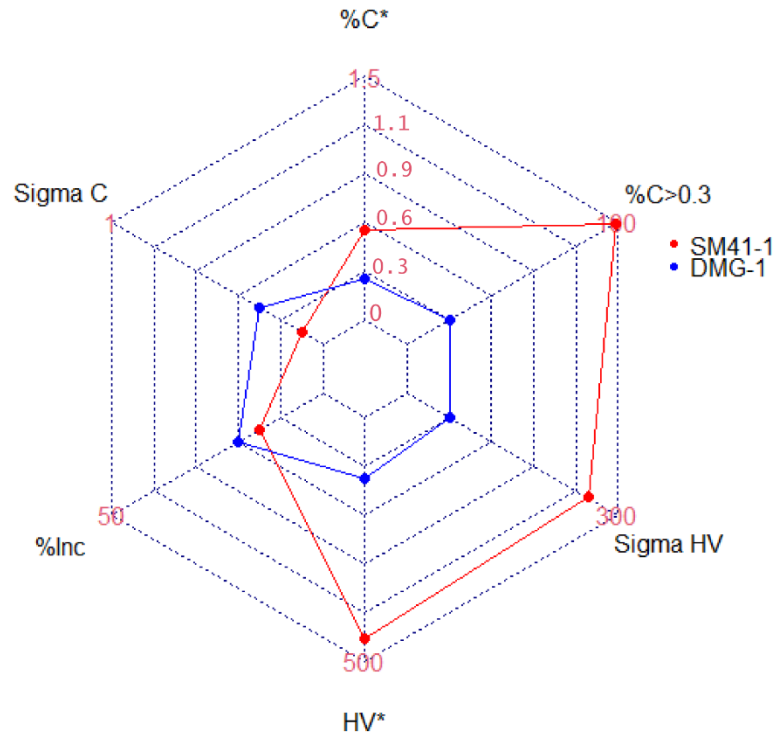


Figure 111 : Diagramme étoile présentant les différentes caractéristiques métallographiques des lopins.

Nous venons de voir que les deux lopins étudiés présentent des caractéristiques métallographiques différentes, si leur qualité inclusionnaire est similaire, la composition et la microstructure du métal les constituant les distinguent.

Les nombreuses inclusions et les porosités observées laissent penser à un stade de compactage primaire de la matière. Un travail supplémentaire d'épuration doit être mené afin de pouvoir utiliser ces lopins en forge pour la réalisation d'objets finis. Ces lopins ont été épurés et mis en forme grossièrement, toutes les faces sont martelées. Il semblerait donc ici que la volonté du forgeron ne soit pas d'épurer la matière mais plutôt de la mettre en forme pour atteindre une forme spécifique. Ceci se justifie d'autant plus, attendu que le lopin de la Domergue est davantage martelé sur ses plus petites faces, et composé majoritairement de ferrite, mais ne s'est pas révélé pour autant plus propre. Par sa nature, il aurait pu être plus simple à marteler et à mettre en forme que le lopin des Saintes-Maries-de-la-Mer. En effet, ce dernier est entièrement carburé. La présence de structures de martensite et de bainite laisse à penser que le lopin a été trempé intégralement. Il possède de fait une dureté plus importante que celle du lopin de la Domergue.

Ces lopins offrent un exemple de ce type de production pour deux contextes différents et deux périodes différentes, puisque le lopin de la Domergue provient d'un contexte de forge

au V^{ème} siècle de notre ère tandis que celui des Saintes-Maries-de-la-Mer provient d'un contexte de circulation au I^{er} siècle de notre ère. Nous y reviendrons dans la synthèse générale de cette partie.

D. Les barres

Nous allons maintenant présenter les résultats obtenus sur le corpus des barres. Pour rappel, certaines proviennent des Saintes-Maries-de-la-Mer, les autres, issues d'autres sites du bassin méditerranéen, ont été sélectionnées car leur forme pouvait, dans la majorité des cas, s'apparenter à une de celles de la typologie des barres des Saintes-Maries-de-la-Mer, telle que le type 2M ou 4C (*cf.* chapitres II et III) et donc potentiellement entrer dans le même système de standardisation. Pour chaque type, nous présenterons d'abord les résultats obtenus sur les barres issues des Saintes-Maries-de-la-Mer, avant de présenter les résultats concernant les barres issues d'autres sites du bassin méditerranéen. L'objectif étant de vérifier si, en plus d'une corrélation morphologique, il existe une corrélation structurale. Nous présenterons ensuite les barres dont la forme ne peut être attribuée à aucune de celles connues pour les Saintes-Maries-de-la-Mer. Ces barres, issues pour certaines du Haut-Empire et pour d'autres du Bas-Empire ou de l'Antiquité tardive, permettent d'apprécier la variabilité des formes et des natures de métal en circulation et d'observer l'existence d'autres formes, d'autres potentiels standards, inédits ou dérivés de celles des Saintes-Maries-de-la-Mer. Nous discuterons de ce dernier point dans la synthèse générale, dans cette partie la nature du métal composant ces barres sera simplement décrite.

1. Les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer et les barres de typologie apparentée pour le Haut-Empire

a) Type 7L

Le type 7L constitue un type dont l'étude est totalement inédite. Pour rappel, il est représenté par des vergettes très longues et très fines retrouvées uniquement dans l'épave SM31 (*cf.* chapitres II et III).

Cinq barres de type 7L ont été étudiées uniquement à l'échelle microscopique. L'observation de l'intégralité de la section des barres à l'échelle macroscopique était impossible

à cause de leur finesse et de leur état de corrosion avancée empêchant une découpe longitudinale. L'ensemble des résultats et des caractéristiques métallographiques concernant ce type sont présentés dans le Tableau 41 et en Figure 112 et Figure 113.

i) Propreté inclusionnaire

Les sections étudiées pour ce type de barres présentent des pourcentages inclusionnaires tous inférieurs à 2 %. Les inclusions sont fines et dispersées sur l'ensemble de la surface.

ii) Microstructure et composition

Ces barres sont composées de façon majoritaire de ferrite, pour laquelle les grains sont équiaxes. Pour chacune des sections, le pourcentage surfacique carburé ($\%C > 0,3$) n'excède pas 10 %. Localement, des zones d'acier sont parfois observées. Elles ne sont pas localisées à un endroit spécifique de la section. L'eutectoïde peut être atteint mais cela reste relativement rare. De façon générale, les taux de carbone moyen ne dépassent pas 0,3 %. Des lignes de soudure ont pu être observées dans la longueur de la section pouvant témoigner de repli de la matière. La longueur de ces barres, pouvant atteindre 1,50 m, aurait pu amener à penser qu'elles étaient constituées d'un assemblage de différentes portions plus courtes, soudées bout à bout, comme pour les barres de type 4L (G. Pagès, 2008). Les observations métallographiques n'ont pas permis de mettre cette hypothèse en évidence. Cela est principalement dû au fait que les sections étudiées correspondent à des petits tronçons de la barre, et non à une observation de la barre dans toute sa longueur. Comme elles sont très fines (12 x 15 mm de section), elles peuvent également, avoir été obtenues par déformation d'une unique masse brute, en l'allongeant de façon prononcée.

Ainsi, toutes les barres étudiées pour le type 7L sont similaires du point de vue de leur microstructure. Il existe donc, semble-t-il, ici encore pour ce type, une correspondance entre la forme et la nature du métal.

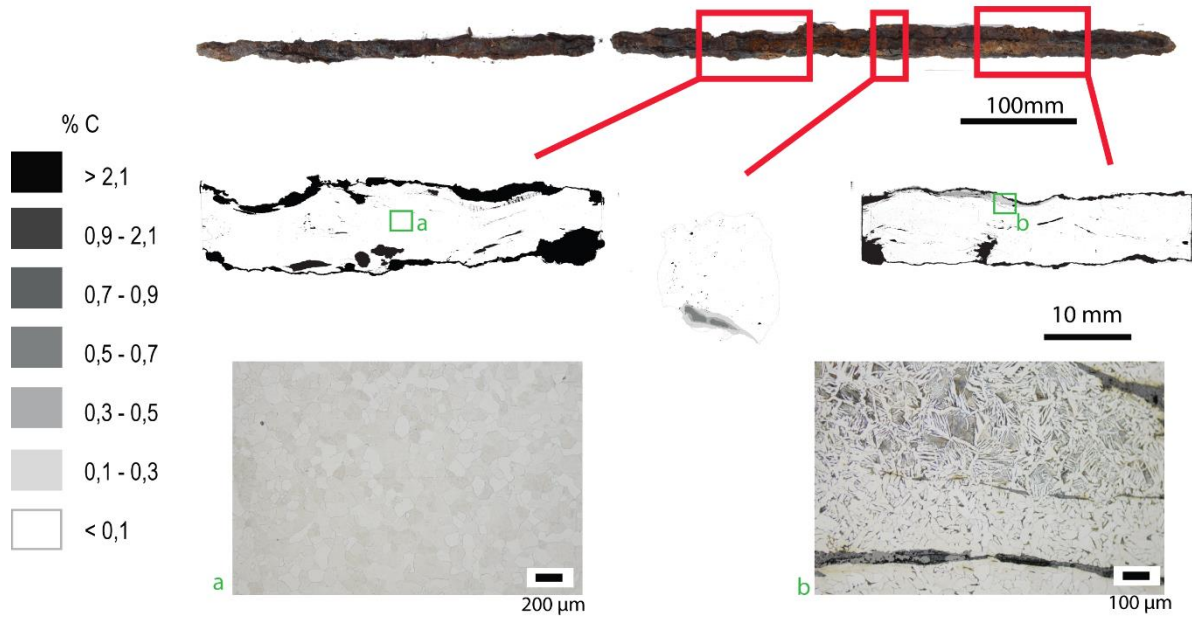


Figure 112 : Planche illustrative des caractéristiques métallographiques des vergettes de type 7L.

Tableau 41: Caractéristiques métallographiques des barres des Saintes-Maries-de-la-Mer de type 7L étudiées à l'échelle microscopique.

Barre	Macro		M/M	Micro						
	% Inc	% C>0,3		% Inc	% C>0,3	% C*	σ_c	HV*		
SM31.1				1,3	0,2	0,07	0,03	/		
SM31.2				2	14	0,14	0,2	109 ($\sigma=19$)		
SM31.3				/	/	1	1,6	0,07	0,08	/
SM31.4				1,6	0,8	0,07	0,04	105 ($\sigma=10$)		
SM31.5				0,9	1,2	0,06	0,05	/		
Moyenne				1,4	3,6	0,08	0,08			
Ecart type				0,4	5,9	0,03	0,07			

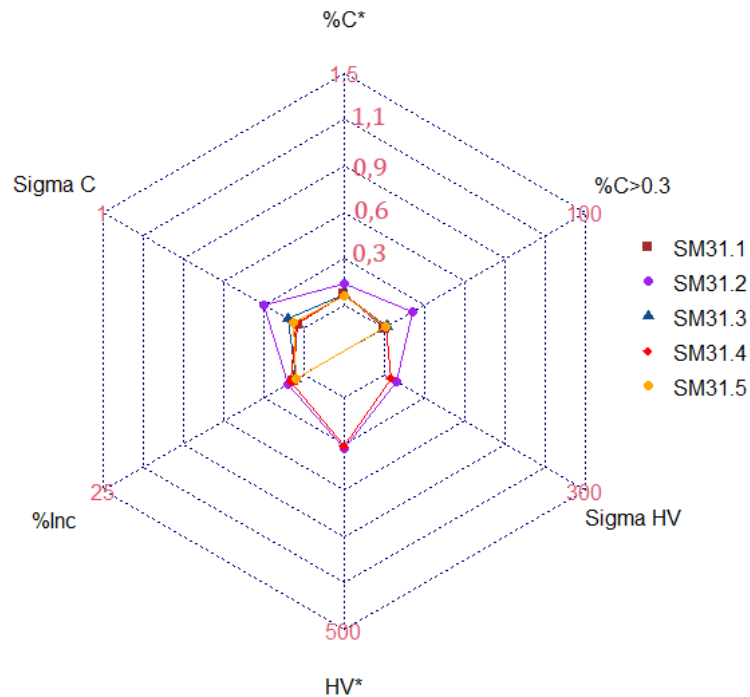


Figure 113 : Diagramme étoile présentant les différentes caractéristiques métallographiques des barres de type 7L des Saintes-Maries-de-la-Mer.

b) Type 2M

- Les barres de type 2M des Saintes-Maries-de-la-Mer

Sept barres de type 2M ont été étudiées. Ces barres proviennent de trois épaves (SM29, SM32 et SM33, cf. chapitres II et III).

i) Propreté inclusionnaire

Après découpe, les sept barres ne laissent entrevoir, à l'œil nu, aucune porosité, ni inclusions, sur l'ensemble de leur surface. A l'échelle microscopique, les sections prélevées ont confirmé les observations macroscopiques. Le pourcentage inclusionnaire est faible, inférieur à 2 %, et est représenté par des inclusions très fines (inférieures au micron) dispersées sur l'ensemble de la section.

ii) Microstructures et composition des alliages

Concernant la nature des alliages, ces barres ont pour caractéristique première d'être majoritairement ferritiques. En effet, à l'échelle macroscopique, elles présentent un

pourcentage surfacique carburé (%C > 0,3) de 6 % au maximum. La ferrite est présente sous forme de grains équiaxes. Les zones carburées, lorsqu'elles sont présentes, se composent de perlite lamellaire et peuvent atteindre localement l'eutectoïde. Aucune structure hors équilibre n'a été relevée à l'exception de structures de Widmanstätten. Les teneurs moyennes en carbone sont faibles, elles atteignent au maximum 0,1 %. Le matériau est très homogène, les écarts types sont inférieurs à 0,1. Enfin, l'attaque au réactif Oberhoffer a révélé la présence de phosphore pour la barre SM29C, puisque très localement, des structures fantômes ont été observées.

Ces barres présentent des duretés moyennes situées autour de 110 HV, valeurs cohérentes avec celles attendues pour la ferrite. Les variations de dureté au sein d'un même échantillon sont faibles. En effet, les écarts types ne dépassent pas 20 (Tableau 42).

Les résultats de nos analyses sont en adéquation avec les résultats précédemment obtenus par Gaspard Pagès pour ce type de barre. Leurs caractéristiques s'intègrent dans les profils types déjà observés pour le type 2M (Figure 114). En effet, ses travaux avaient permis de montrer que les barres de type 2M, sont, dans neuf cas sur dix, issues de la mise en forme d'une unique loupe et sont majoritairement ferritiques (85 % de ferrite). Si les zones carburées sont présentes, elles sont très minoritaires, et leur teneur en carbone est inférieure à 0,3 %. Concernant les inclusions, elles représentent entre 2 et 3 % de la surface totale (G. Pagès, 2008, p.227).

L'ensemble des résultats métallographiques des barres 2M analysées dans le cadre de cette étude est rassemblé dans le Tableau 42.

Tableau 42 : Caractéristiques métallographiques des barres des Saintes-Maries-de-la-Mer de type 2M étudiées à l'échelle macroscopique et microscopique, en référence, la moyenne pour l'ensemble des barres 2M étudiées par G.Pagès*.

Barre	Macro		M/M	Micro					
	%Inc	%C > 0,3		%Inc	%C > 0,3	%C*	σ_c	SF	HV*
SM29A	0,4	1,3	15	0,3	0	0,06	0	Non	/
SM29B	0,3	3,3	12	2	10	0,11	0,12	Non	108 ($\sigma=18$)
SM29C	0,9	4,0	17	2	2,8	0,07	0,06	Oui	116 ($\sigma=14$)
SM32.15.B2	1	0,0	15	1	0	0,06	0,01	Non	114 ($\sigma=8$)
SM32.15.B4	0,7	6,0	15	1	0	0,07	0,03	Non	103 ($\sigma=8$)
SM32.15.B5	0,5	2,0	15	1	0	0,06	0	Non	113 ($\sigma=9$)
SM33.18.C2.3.68	0,8	5,0	20	1	0,58	0,06	0,04	Non	107 ($\sigma=12$)
Moyenne	0,7	3,0		1	1,9	0,07	0,04		
Ecart type	0,3	2,1		0,5	3,7	0,02	0,04		
Moyenne 2M*	1	15		1	11	0,1			/
Ecart type 2M*	0,4	26		0,7		0,2			

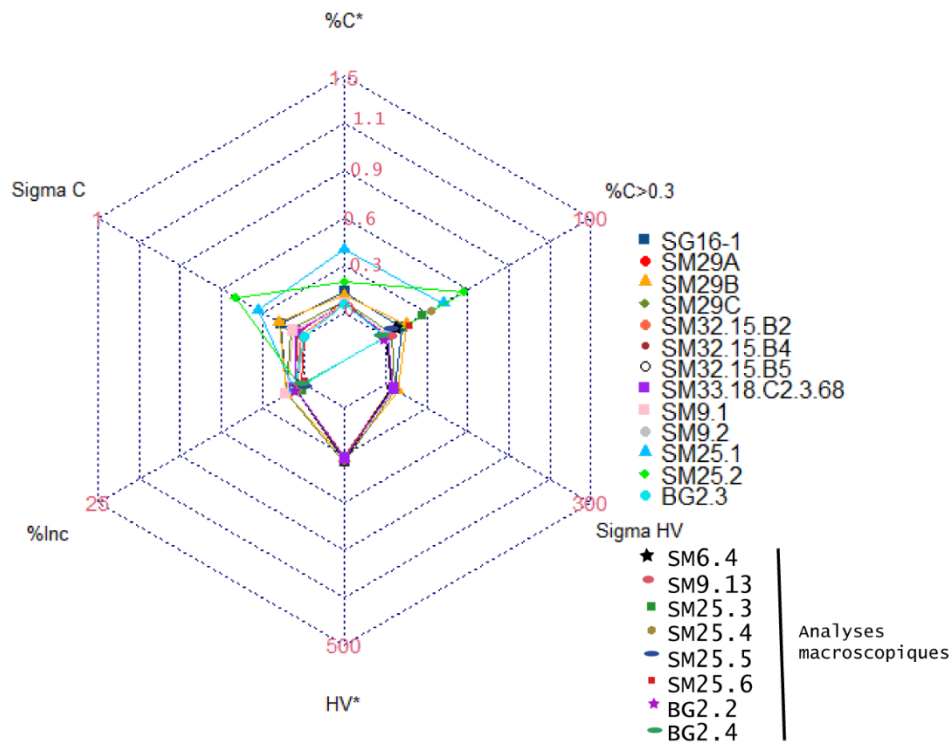


Figure 114 : Diagramme étoile présentant les différentes caractéristiques métallographiques des barres de type 2M des Saintes-Maries-de-la-Mer et de Bagaud étudiées par G.Pagès en comparaison aux barres de type 2M analysées dans cette étude (8 premières barres listées).

- Les barres de typologie associée 2M

Comme nous l'avons vu au chapitre III, certains demi-produits pourraient, par leur morphologie, être rapprochés du type 2M de la typologie des Saintes-Maries-de-la-Mer. Il s'agit des barres de l'épave de Saint-Gervais I à Fos-sur-Mer (Bouches-du-Rhône) et du fragment de barre de la villa du Grésil à Orival (Seine-Maritime). Nous allons donc vérifier par analyses métallographiques si, en plus d'une ressemblance morphologique, ces barres présentent les mêmes caractéristiques structurales que les barres de type 2M.

La Figure 115 présente les caractéristiques des barres de Saint-Gervais et du Grésil ainsi que celles des barres de type 2M des Saintes-Maries-de-la-Mer.

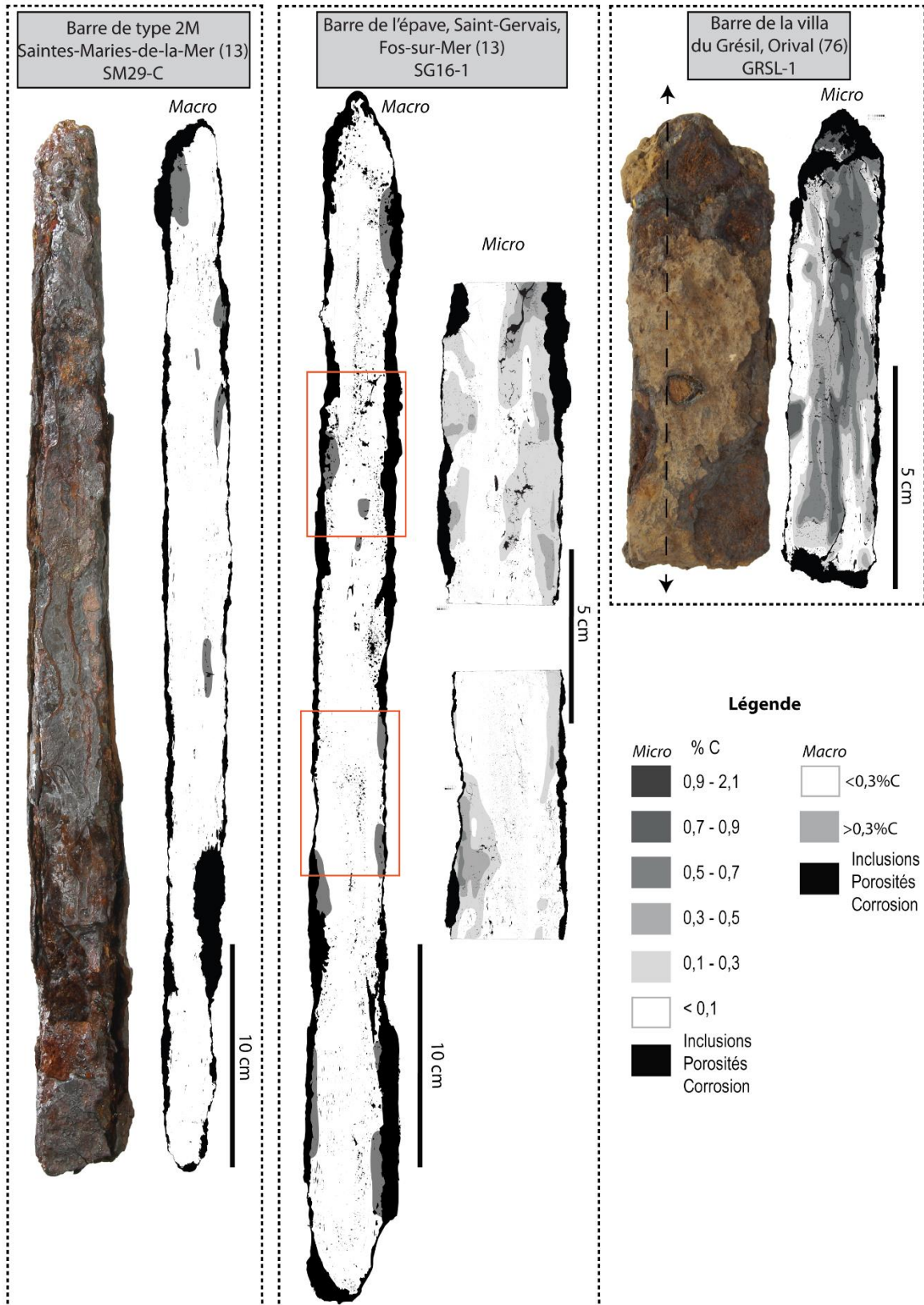


Figure 115 : Caractéristiques métallographiques des barres de type 2M des Saintes-Maries-de-la-Mer et des barres et fragments de barre de typologie apparentée 2M issues d'autres sites chronologiquement contemporains.

i) Propreté inclusionnaire

L'analyse métallographique menée à l'échelle macroscopique pour la barre de Saint-Gervais ne nous permet d'établir que des conclusions à titre indicatif, car l'état de surface de la barre était très mauvais. L'analyse révèle la présence d'inclusions et de porosités localisées principalement au centre de la barre (Figure 115). Elles ont pu être détectées à l'œil nu, mais leur présence reste toutefois anecdotique. Le pourcentage inclusionnaire a pu être estimé à 3%. Pour les sections prélevées au sein de la barre, les analyses métallographiques ont permis de préciser les observations préliminaires. Le pourcentage inclusionnaire est de 2%. Les inclusions localisées sur les bords de la barre sont fines et allongées dans le sens du martelage. En revanche, au centre se présentent des inclusions moins déformées, de taille plus importante, et des porosités. On remarque également des fissures intergranulaires au sein du métal.

La barre du Grésil, étudiée dans son intégralité à l'échelle microscopique, présente, quant à elle, un pourcentage inclusionnaire plus élevé, estimé à 6%. Il est représenté majoritairement par une bande centrale d'inclusions, de tailles très variables, au cœur de la matière, et organisées autour d'une ligne de soudure mal refermée et remplie de corrosion (Figure 115).

ii) Microstructures et composition des alliages

L'analyse à l'échelle macroscopique a tout d'abord permis de montrer que pour la barre de Saint-Gervais, la section longitudinale était majoritairement composée de ferrite ou d'acier à une teneur inférieure à 0,3 % de carbone (Figure 115). En effet, le pourcentage surfacique carburé ($\% C > 0,3$) ne dépasse pas 15 % de la surface totale. Pour cette même barre, l'étude métallographique, à l'échelle microscopique, réalisée sur deux sections jugées représentatives de l'ensemble de la barre, confirme ces premières observations. La barre est composée de façon quasi exclusive de ferrite, dont les grains sont équiaxes et homogènes en taille, ou d'acier à 0,1 % de carbone (Figure 116a). Très localement, des aciers dont la teneur peut atteindre 0,5 % de carbone peuvent apparaître (Figure 116b). La perlite est lamellaire et des structures de Widmanstätten sont également visibles. Les deux sections présentent un taux de carbone moyen de 0,1 %. La dureté moyenne pour la barre de Saint-Gervais est de 115 ($\sigma=14$), ce qui est cohérent avec les valeurs de dureté attendues pour une barre peu carburée et majoritairement ferritique.

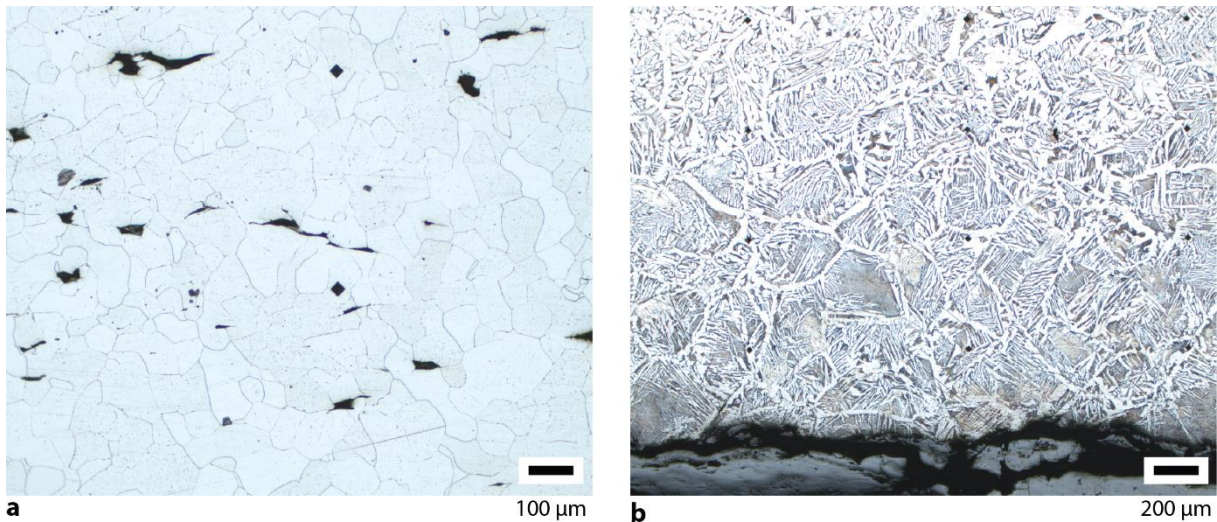


Figure 116 : a) Micrographie après attaque au réactif Nital de la barre de l'épave de Saint-Gervais 1 (SG16-1), montrant des zones ferritiques (a) et des zones plus carburées atteignant 0,5% de carbone.

En revanche, la barre du Grésil montre quant à elle une surface carburée (% C > 0,3) estimée à 59 %. Elle est constituée d'une ligne centrale composée d'un acier à 0,8 % de carbone encerclant des zones d'aciers hypereutectoïdes (Figure 115). Autour de ces zones à l'eutectoïde, la transition vers des teneurs en carbone plus faibles, atteignant celle de la ferrite, s'effectue de façon graduelle (Figure 117a). La perlite est lamellaire. Le taux de carbone moyen se situe autour de 0,4 % pour un écart type moyen de 0,27.

De plus, on remarque, après attaque au réactif Oberhoffer, la présence de structures fantômes dans les parties ferritiques (Figure 117b). Les valeurs de dureté pour ces zones sont donc plus élevées que celles attendues pour la ferrite non phosphoreuse (80-100 HV). Elles sont comprises entre 125 et 180 HV. Par conséquent, étant plus carburée et phosphoreuse, la barre du Grésil présente une dureté supérieure à celle de Saint-Gervais. En effet, sa dureté moyenne est de 192 HV ($\sigma=48$).

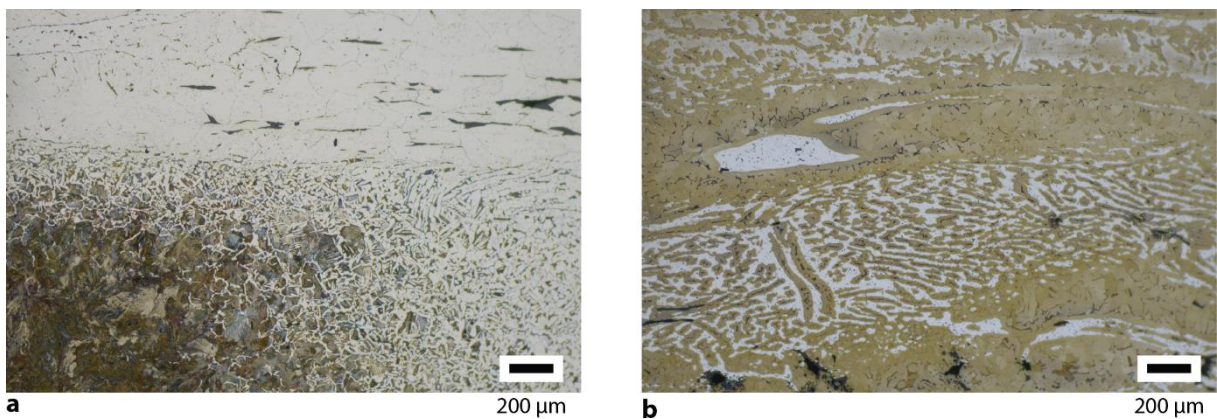


Figure 117 : a) Micrographie après attaque au réactif Nital de la barre du Grésil montrant des zones carburées jusqu'à l'eutectoïde et des zones ferritiques b) Micrographie après attaque au réactif cuivrique d'Oberhoffer révélant des structures fantômes.

Les résultats métallographiques pour ces deux barres sont recensés dans le Tableau 43 et dans la Figure 118 où ils sont comparés aux caractéristiques des barres de type 2M.

Tableau 43 : Caractéristiques métallographiques des barres de typologie apparentée 2M hors Saintes-Maries-de-la-Mer étudiées à l'échelle macroscopique et microscopique

Barre	Macro		M/M	Micro					
	% Inc	% C>0,3		% Inc	% C>0,3	% C*	σ_c	SF	HV*
Type 2M ¹¹³	1,1	15		2-3	11	0,1			/
SG16-1	3 ¹¹⁴	6	30	2	8	0,13	0,11	Non	115 ($\sigma=14$)
GRSL-1	/	/	100	6	58,7	0,4	0,27	Oui	192 ($\sigma=48$)

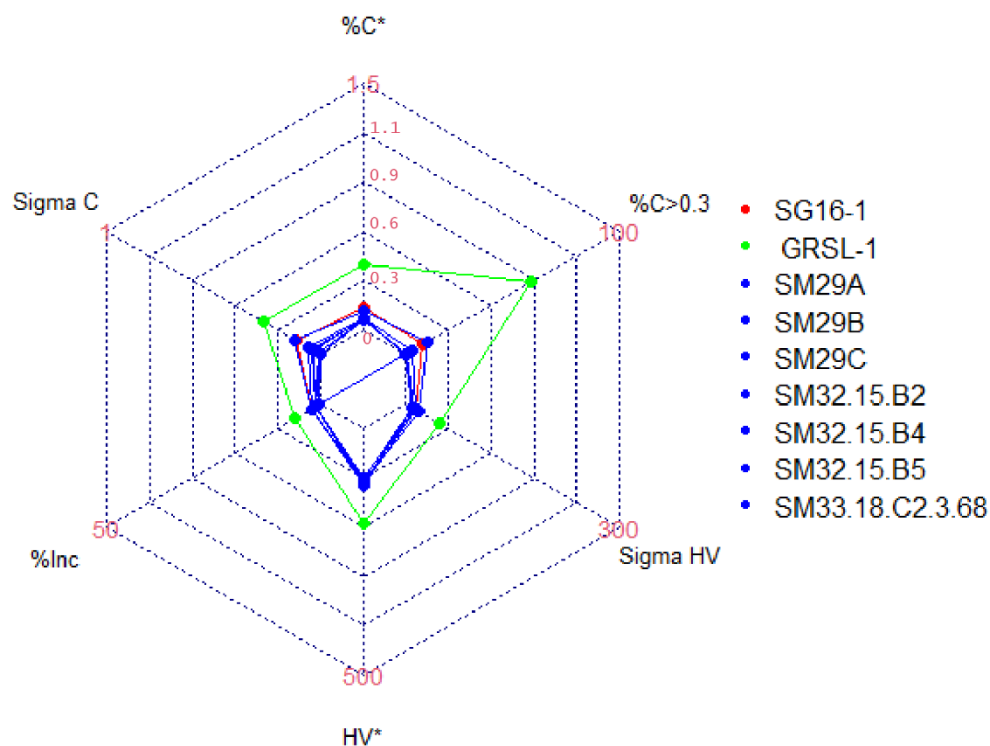


Figure 118 : Diagramme étoile présentant les différentes caractéristiques métallographiques des barres de Saint-Gervais et du Grésil replacées dans le panorama général des barres 2M étudiées pour cette étude (bleu).

Considérant les précédents résultats, nous pouvons dire que la barre de Saint-Gervais présente, en plus d'une correspondance morphologique, une correspondance structurale avec le type 2M. Sur le critère de la qualité inclusionnaire, les résultats coïncident avec ceux attendus pour les barres de types 2M, c'est-à-dire un pourcentage compris entre de 2 et 3 %. De plus, en termes de nature des alliages, nous avons affaire à des barres essentiellement ferritiques avec

¹¹³ D'après Gaspard Pagès thèse volume Illustrations p.229.

¹¹⁴ A titre indicatif car l'état de surface était très mauvais

quelques zones plus carburées. En revanche, l'étude métallographique de la barre du Grésil ne permet pas d'ajouter une correspondance microstructurale à la correspondance morphologique observée. D'une part, cette barre, qui aurait pu être un fragment de barre débitée de type 2M, retrouvé bien loin du bassin Méditerranéen, plus au Nord de la Gaule, ne présente pas de trace de tranchage. Elle ne semble finalement pas avoir été débitée. La forme ne coïncide donc pas avec un type 2M. De plus, elle est un demi-produit plutôt carburé, et phosphoreux, contrairement aux barres des Saintes-Maries-de-la-Mer de ce type. Autrement dit, ni la forme ni la qualité du métal ne semble correspondre à un type 2M.

c) Type 4C

Une barre de type 4C (SM34-18-C3-80) provenant de l'épave SM34 a été étudiée (cf. chapitres II et III). Son état de corrosion très avancé a quelque peu compliqué l'analyse. L'ensemble de la section encore saine a été étudiée.

i) Propreté inclusionnaire

Son pourcentage inclusionnaire est évalué à 2 %. Les inclusions sont réparties sur l'ensemble de la surface de la barre.

ii) Microstructures et composition

Concernant la composition et la microstructure des alliages, la barre est majoritairement ferritique. En effet, les surfaces carburées ($\% C > 0,3$) n'occupent que 8% de la surface totale (Figure 119). La barre présente une partie composée majoritairement d'acier à 0,1% de carbone, et quelques zones d'acier à 0,3 %. Pour ces zones, la perlite est toujours lamellaire. L'autre partie est ferritique. Son taux de carbone moyen est estimé à 0,1 % et l'écart type à 0,1.

Ces valeurs se placent dans la limite basse, vis-à-vis des valeurs attendues pour un type 4C, tel que décrit par Gaspard Pagès (Figure 120). En effet, les barres de ce type sont dans la majorité des cas, composées à la fois de parties ferritiques et de parties aciérées ($\% C > 0,3$). Pour rappel, en moyenne, les barres de type 4C montrent une surface aciérée ($\% C > 0,3$) de l'ordre de 45 % pour une teneur en carbone pondérée de 0,4 % (Pagès, 2008, p. 228, vol.2). Rappelons cependant que pour la barre SM34-18-C3-80, seule la partie centrale a résisté à la corrosion et a pu être observée. Il est possible que les parties extérieures corrodées soient davantage carburées. En effet, certaines surfaces immédiatement adjacentes aux parties

corrodées sont carburées. Dans ce cas, il est possible que la teneur en carbone de cette barre ait été plus élevée.

Les informations relatives à la barre SM34-18-C3-80 et aux barres de type 4C sont regroupées dans le Tableau 44.

Tableau 44 : Caractéristiques métallographiques de la barre des Saintes-Maries-de-la-Mer de type 4C étudiée à l'échelle macroscopique et microscopique, en référence, la moyenne pour l'ensemble des barres 4C étudiées par G.Pagès*.

Barre	Macro		M/M	Micro			
	% Inc	% C>0,3		% Inc	%C > 0,3	% C*	σ_c
SM34-18-C3-80	/	/	100	2	8,13	0,13	0,1
Moyenne 4C*	2	45		2	50	0,4	
Ecart type 4C*	1	30		0,9		0,2	

d) Les barres de typologie associée 4C

Une barre dont la morphologie se rapproche du type 4C a été étudiée pour le site de La Palme. Son étude est particulièrement intéressante car il pourrait s'agir du premier exemple de barres de type 4C retrouvé en contexte terrestre (*cf.* chapitres II et III). La Figure 119 présente les caractéristiques de cette barre en parallèle de la barre SM34-18-C3-80, des Saintes-Maries-de-la-Mer, précédemment décrite.

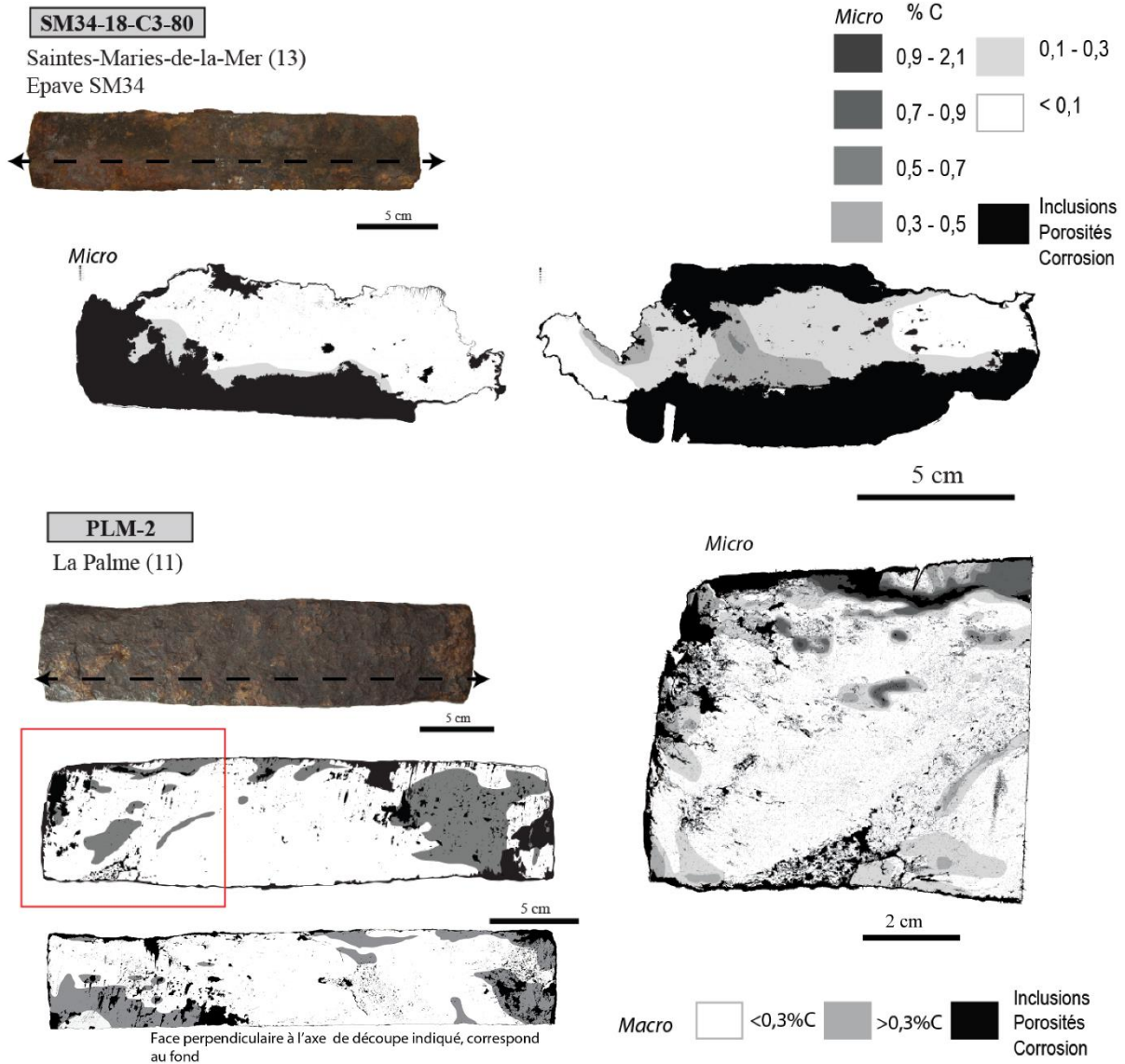


Figure 119 : Caractéristiques métallographiques des barres de type 4C et de typologie apparentée 4C.

i) Propreté inclusionnaire

L'analyse macroscopique de deux sections longitudinales perpendiculaires a montré des profils similaires. De nombreuses porosités et inclusions sont visibles à l'œil nu. Elles se concentrent essentiellement au niveau des extrémités de la barre, mais pas uniquement. A cette échelle, environ 6 % de la section sont représentés par des inclusions ou des porosités.

ii) Microstructure et composition

Concernant la nature du métal, les deux sections sont à 75 % composées de ferrite. Les extrémités présentent des parties plus carburées. Aucune soudure n'a été mise en évidence, il

semblerait donc qu'il s'agisse du compactage et de la mise en forme d'une masse de métal unique.

Les observations à l'échelle microscopique sur un plus petit fragment issu d'une section longitudinale, permettent de préciser la microstructure et la nature des zones carburées. En effet, même si la ferrite est majoritairement présente, les parties externes présentent des aciers dont la teneur en carbone peut atteindre l'hypereutectoïde. De la fonte a même été observée très localement. Pour les zones d'aciers hypoeutectoïdes, la perlite est sous forme lamellaire ou plus rarement sous forme de perlite nodulaire pouvant témoigner d'un refroidissement rapide. La teneur en carbone a été estimée, pour cette section, à 0,13 % et l'écart type est de 0,18.

L'ensemble des caractéristiques métallographiques de cette barre de la Palme est recensé dans le Tableau 45 et, à titre de comparaison, la moyenne et l'écart type de chacun des paramètres sont indiqués pour les barres de type 4C des Saintes-Maries-de-la-Mer étudiées par Gaspard Pagès.

*Tableau 45 : Caractéristiques métallographiques de la barre de la Palme de typologie apparentée 4C étudiée à l'échelle macroscopique et microscopique. Les résultats de l'analyse à l'échelle macroscopique sont la moyenne de deux sections longitudinales perpendiculaires, tandis que les résultats de l'analyse à l'échelle microscopique correspondent à une partie d'une section longitudinale. En référence, la moyenne pour l'ensemble des barres 4C étudiées par G.Pagès**

Barre	Macro		M/M	Micro			
	% Inc	% C>0,3		% Inc	% C > 0,3	% C*	σ_c
PLM-2	7	21	30	5	10	0,14	0,21
Moyenne 4C*	2	45		2	50	0,4	
Ecart type 4C*	1	30		1		0,2	

En considérant le critère inclusionnaire et celui de la nature du métal, il est tout à fait raisonnable de considérer que la relation morphologie/nature du métal, relative au type 4C pour les Saintes-Maries-de-la-Mer, se retrouve pour cette barre de la Palme. Elle peut donc être considérée comme un représentant du type 4C aussi bien sur le plan morphologique que sur le plan de la nature du métal qui la compose (Figure 120). Toutefois, nous pouvons signaler qu'avec seulement 22 % de sa surface aciérée, elle se situe dans les valeurs basses de ce paramètre pour ce type de barre. En effet, même si le pourcentage surfacique carburé (% C > 0,3) est variable pour les barres de type 4C, sa moyenne pour l'ensemble des barres étudiées se situe aux alentours de 45 % d'après les études de Gaspard Pagès (Pagès, 2008, p. 228, vol.2).

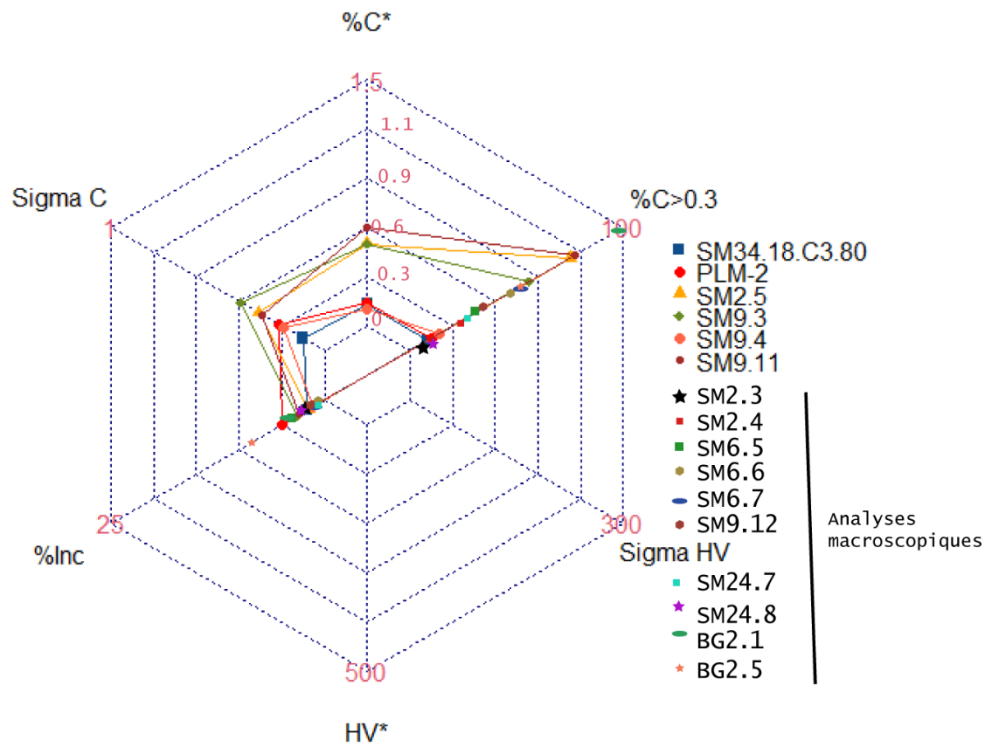


Figure 120: Diagramme étoile présentant les différentes caractéristiques métallographiques de la barre de La Palme PLM-2 et de SM34.18.C3.80 replacée dans le panorama général des barres 4C étudiées par G.Pagès.

2. Autres formes de barre du bassin méditerranéen

Les barres que nous allons désormais présenter ne sont apparentées à aucun des types connus de la typologie des Saintes-Maries-de-la-Mer. L'analyse microscopique a permis de révéler des spécificités internes à chaque barre que nous allons désormais présenter individuellement. Des micrographies accompagneront nos descriptions et les métallographies complètes peuvent être trouvées dans le volume Annexes.

a) La barre de Gruissan

La barre de Gruissan a été découverte dans l'un des avant-ports de Narbonne, à Saint-Martin-le-Bas à Gruissan (Aude). Elle est datée du Haut-Empire (cf. chapitres II et III). La Figure 121 illustre les caractéristiques métallographiques de cette barre.

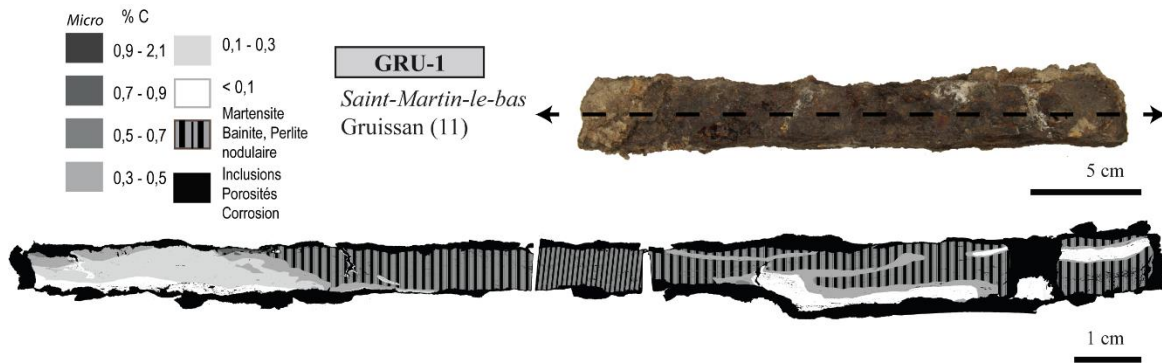


Figure 121 : Caractéristiques métallographiques de la barre de Gruissan.

i) Propreté inclusionnaire

La barre de Gruissan, après découpe, présente une surface quasiment exempte d'inclusions ou de porosités. On remarque seulement quelques fissures dans le métal. L'analyse microscopique de l'intégralité de la barre a permis d'évaluer le pourcentage inclusionnaire à 1,3 %.

Après découpe de la barre, un percement, possiblement réalisé à l'aide d'un poinçon, est apparu à une des extrémités sur sa surface la plus large. Toutefois, la perforation n'est pas traversante, elle a été comblée dans un second temps sur un tiers de sa surface par un insert métallique.

ii) Microstructure et composition

L'étude métallographique a permis de montrer que la barre est constituée à plus de 70 % d'acier (% C > 0,3). D'une extrémité à l'autre de la barre, elle se compose d'une première partie comportant des zones carburées et présentant des structures de martensite et de perlite nodulaire, puis d'une seconde partie aciérée pour laquelle la teneur en carbone est proche de 0,2 % et où la perlite est lamellaire, et enfin d'une dernière partie ferritique. La ferrite a aussi été observée, mais de façon minoritaire, à proximité des zones aciérées et trempées (Figure 122c). Les grains ferritiques ne sont pas tous équiaxes, certains présentent des contours irréguliers. Notamment, le module métallique inséré pour boucher partiellement le percement est composé de ferrite dont les grains sont encore écrouis (Figure 122d). La barre n'a donc pas subi de recuit après que l'insert ait été ajouté.

L'attaque au réactif Oberhoffer a révélé la présence de phosphore dans cette barre. Des lignes de soudure ont été observées. Ces lignes, ne traversant pas entièrement l'échantillon dans toute sa longueur, se situent entre des parties ferritiques et des parties composées de perlite nodulaire et de martensite.

La dureté moyenne de l'ensemble de l'échantillon est de 249 HV ($\sigma=143$). Les variations locales de dureté sont dues, d'une part, à la variation des teneurs locales en carbone et à la présence de structures hors équilibre et, d'autre part, à la présence de phosphore. Pour les zones aciérées trempées ($\% C > 0,3$), les duretés sont comprises entre 200 et 700 HV en fonction de la teneur en carbone locale. Les duretés relevées dans la ferrite sont bien supérieures à celles attendues pour la ferrite non phosphoreuse (100 HV) ; elles atteignent ici 160 HV. Au niveau de l'insert métallique ayant servi à reboucher partiellement l'œil réalisé par le poinçon, les duretés peuvent même atteindre 200 HV. Dans cette zone ferritique, la valeur de dureté élevée s'explique par la présence de phosphore ainsi que par l'écroutissage des grains.

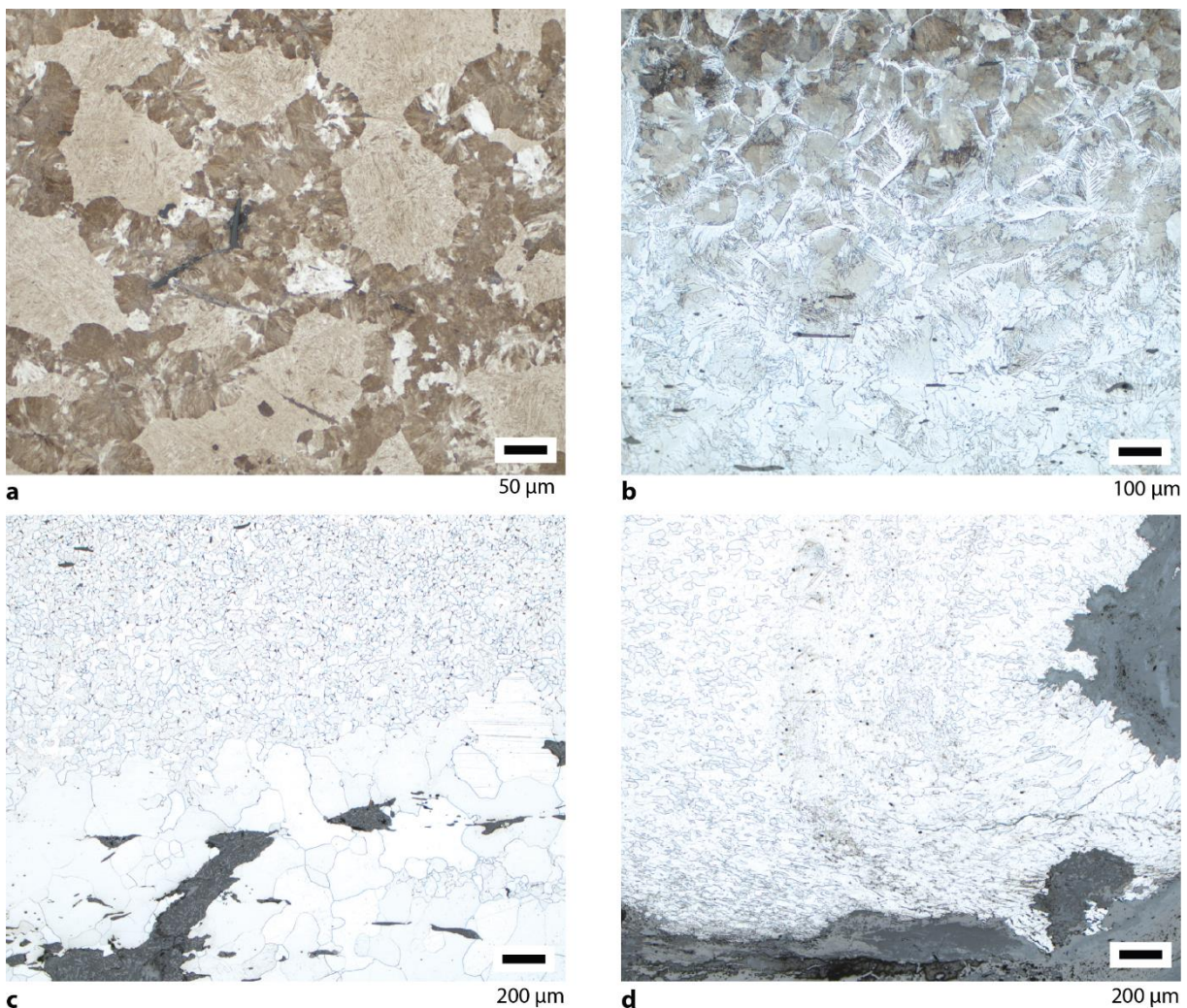


Figure 122 : Micrographies issues de la barre de Gruissan, a) Structure de martensite et perlite nodulaire b) Variation des teneurs en carbone de l'acier eutectoïde à la ferrite c) Grains de ferrite de tailles diverses d) Grains de ferrite écroutés dans le "bouchon".

Les caractéristiques métallographiques de cette barre sont résumées dans le Tableau 46.

Tableau 46 : Caractéristiques métallographiques de la barre de Gruissan, étudiée à l'échelle macroscopique et microscopique, M/M pourcentage de la section macroscopique étudiée à l'échelle microscopique.

Barre	Macro		M/M	Micro					HV*
	% Inc	% C>0,3		% Inc	% C > 0,3	% C*	σ_c	SF	
GRU-1	/	/	100	1	75	0,27- 0,62	0,1- 0,3	Oui	249 ($\sigma=143$)

b) La barre de Baillestavy

Pour rappel, la barre de Baillestavy a été découverte sur un site de réduction, celui de Saint-André de Baillestavy (Pyrénées-Orientales), dans des niveaux stratigraphiques intermédiaires à l'Antiquité tardive et le Haut Moyen Âge (cf. chapitres II et III). La Figure 123 illustre les caractéristiques métallographiques de cette barre.

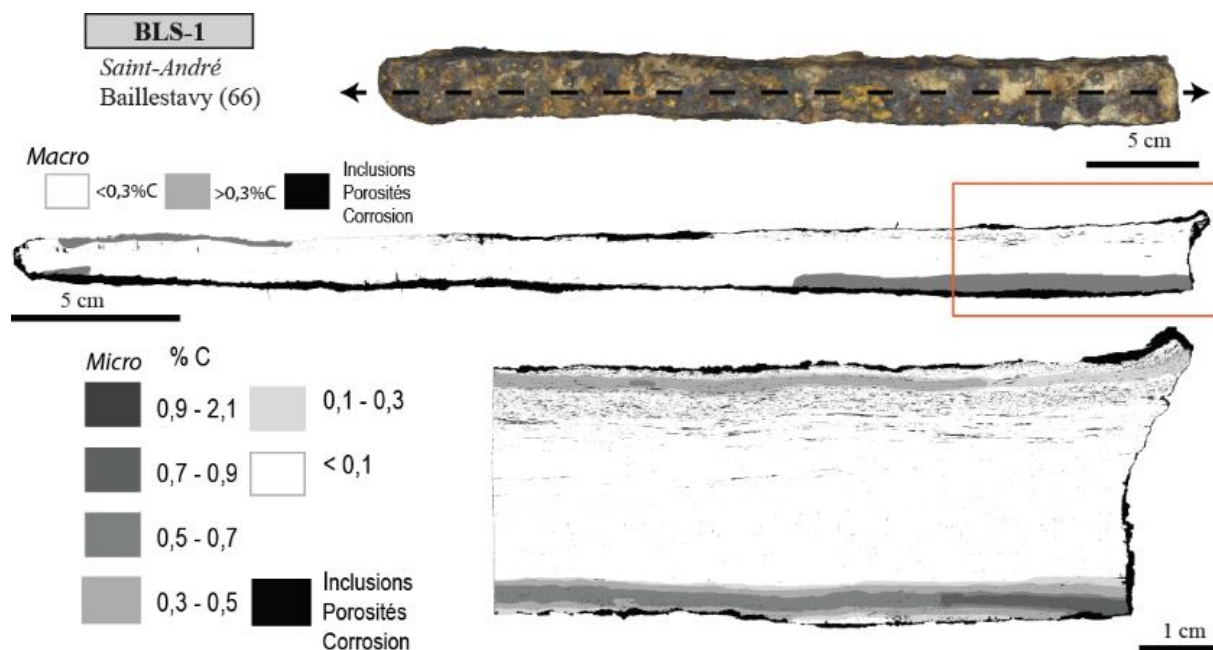


Figure 123: Caractéristiques métallographiques de la barre de Baillestavy.

i) Propreté inclusionnaire

L'analyse métallographique menée à l'échelle macroscopique pour la barre de Baillestavy a révélé une surface quasiment exempte d'inclusions. Les éventuelles porosités ou inclusions présentes ont difficilement pu être détectées à l'œil nu car elles étaient très fines. Les analyses métallographiques ont confirmé ces observations préliminaires. A l'échelle microscopique, l'étude d'une partie de la section longitudinale présente un pourcentage inclusionnaire de 2,2 %. Les inclusions sont fines et allongées dans le sens du martelage (Figure

124b). Elles sont localisées de façon quasi exclusive sur les parties les plus externes de l'échantillon sur toute sa longueur.

ii) Microstructure et composition des alliages

L'analyse à l'échelle macroscopique a tout d'abord permis de montrer que la section longitudinale étudiée était composée majoritairement de ferrite ou d'acier à une teneur inférieure à 0,3 % de carbone. En effet, leur pourcentage surfacique carburé (%C > 0,3) ne dépasse pas 15 % de la surface totale.

A l'échelle microscopique, par prélèvement d'un échantillon représentatif de la section, la présence d'acier a pu être notée plus précisément. La barre de Baillestavy présente un petit liseré plus carburé le long de ses deux faces, mais la grande majorité de cette barre est ferritique (Figure 124b). La ferrite est sous forme de grains équiaxes sauf pour la partie externe de la barre où des grains écrouis sont présents. Les zones ferritiques présentent des duretés cohérentes à celles attendues, comprises entre 85 et 120 HV. La partie écrouie présente des duretés supérieures, autour de 150 HV. Lorsque l'acier est présent, sa teneur en carbone peut atteindre des valeurs proches de l'eutectoïde, mais cela reste très ponctuel (Figure 124a). Les teneurs dépassent rarement 0,3 %. Ce liseré plus carburé est composé de perlite lamellaire et des structures de Widmanstätten y ont également été observées. Les duretés dans ces zones carburées peuvent atteindre 190 HV. En moyenne, la dureté de l'échantillon est de 107 HV ($\sigma=22$). Aucune structure fantôme n'a été révélée après attaque au réactif Oberhoffer. En considérant la dureté de la ferrite, il semblerait donc que le phosphore ne soit pas présent au sein de la matrice métallique, ou alors en quantité si faible qu'il n'engendre pas une augmentation significative des valeurs de dureté.

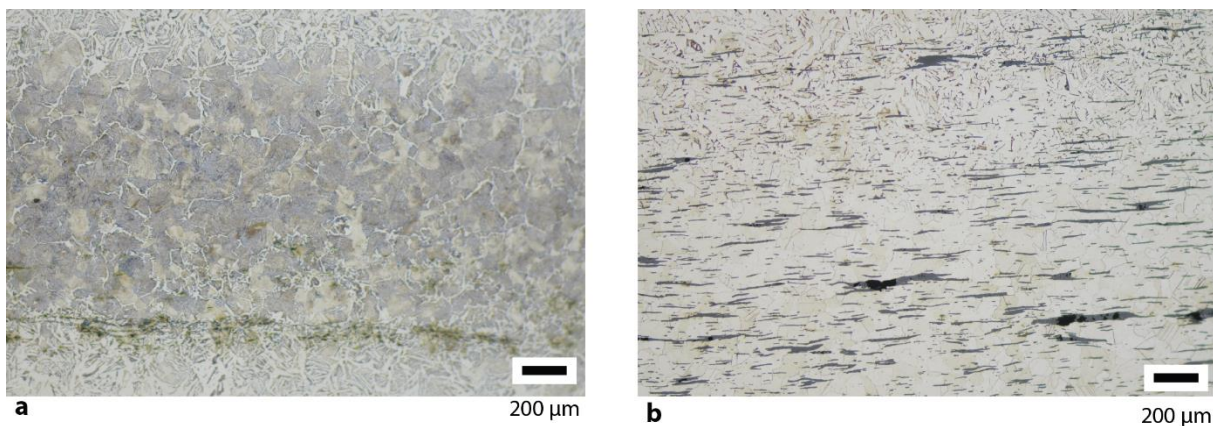


Figure 124 : Micrographies issues de la barre de Baillestavy a) Acier à 0,7 % de carbone localisée dans la partie basse de l'échantillon b) Ferrite et acier à 0,1 % de carbone et inclusions allongées dans le sens du martelage localisées dans la partie haute de l'échantillon.

Les caractéristiques métallographiques de cette barre sont résumées dans le Tableau 47.

Tableau 47 : Caractéristiques métallographiques de la barre de Baillestavy, étudiée à l'échelle macroscopique et microscopique.

Barre	Macro		M/M	Micro					
	% Inc	% C>0,3		% Inc	% C > 0,3	% C*	σ_c	SF	HV*
BLS-1	0,7	13	15	2	15	0,13	0,17	Non	107 ($\sigma=23$)

c) La barre de Paziols

La barre de Paziols (Aude) a été découverte de façon fortuite. Elle ne peut être datée précisément mais sa morphologie, similaire à d'autres formes de barres observées pour l'Antiquité, permet de l'attribuer à cette période de façon large (cf. chapitres II et III). La Figure 125 présente les caractéristiques métallographiques de cette barre.

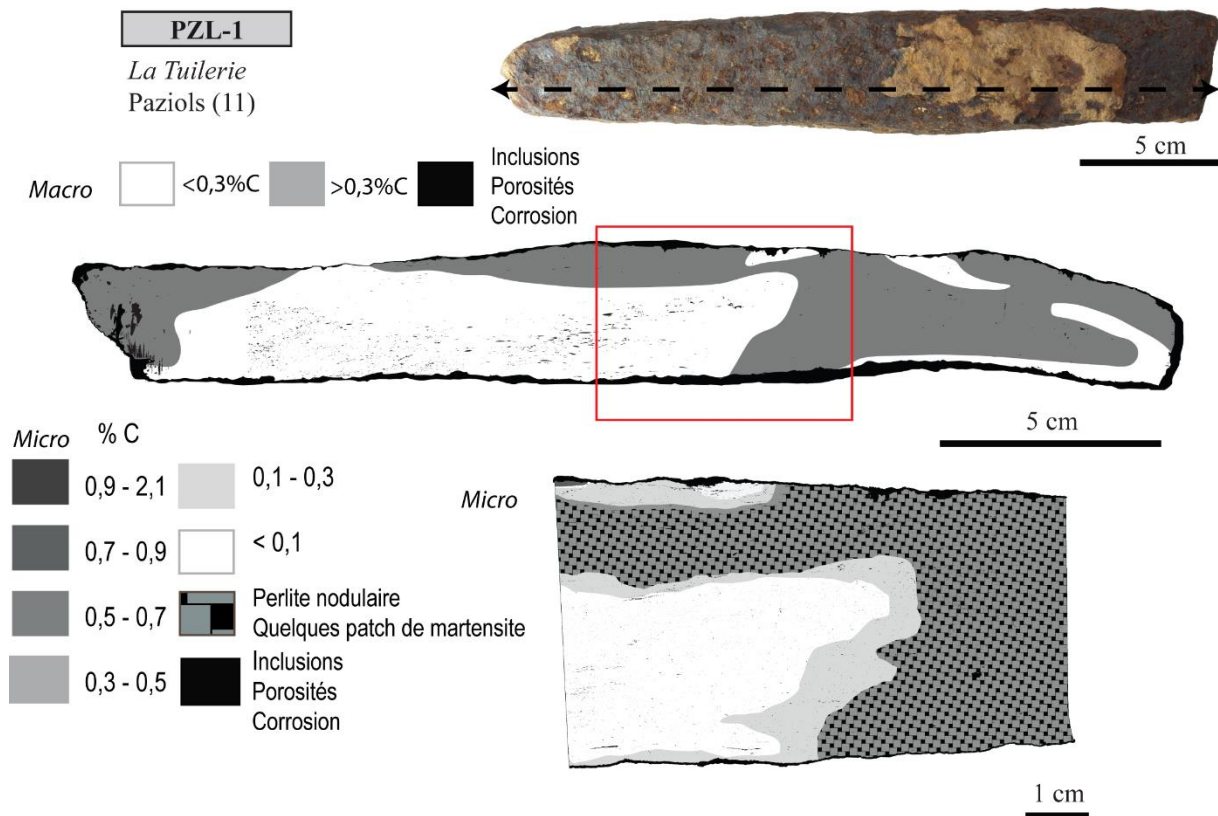


Figure 125 : Caractéristiques métallographiques de la barre de Paziols.

i) Propreté inclusionnaire

Après découpe, la barre de Paziols ne présente que très peu d'inclusions concentrées principalement en son centre. Quelques porosités sont visibles à une des extrémités. Après analyse à l'échelle microscopique, le pourcentage inclusionnaire est estimé comme étant inférieur à 1 % de la surface.

ii) Microstructure et composition des alliages

L'analyse à l'échelle macroscopique, révèle que 47 % de la section est carburée (% C > 0,3). Les zones carburées se concentrent principalement aux extrémités de la barre. Dans la section prélevée, jugée représentative de l'ensemble de la barre, l'acier se présente par endroit sous forme de martensite, laissant donc sous-entendre qu'il est à une teneur supérieure à 0,3 % de carbone et que la barre a été refroidie rapidement. Par endroit, les structures ne sont pas clairement résolues. Dans ces zones, de la perlite nodulaire, des structures de martensite et de la perlite globulaire coexistent. Cette barre pourrait avoir subi un revenu après trempe. Les valeurs de dureté de ces zones sont par ailleurs inférieures aux valeurs attendues pour des aciers trempés. Elles se situent autour de 300 HV. Le cœur de la barre se compose de ferrite aux grains équiaxes. Les caractéristiques métallographiques de cette barre sont résumées dans le Tableau 48.

Tableau 48 : Caractéristiques métallographiques de la barre de Paziols, étudiées à l'échelle macroscopique et microscopique, M/M pourcentage de la section macroscopique étudiée à l'échelle microscopique.

Barre	Macro		M/M	Micro					HV*
	% Inc	% C>0,3		% Inc	% C*	% C>0,3	σ_c	SF	
PZL-1	1	47	20	0,5	0,21- 0,47*	53	0,11- 0,35	Non	163 ($\sigma=62$)

d) Les barres de Thuir

Deux barres courtes parallélépipédiques provenant de Thuir (Pyrénées-Orientales) ont été étudiées. Ces barres présentent de fortes similitudes morphologiques (*cf.* chapitre III) qu'il convient de mettre en relation avec la nature du métal qu'elles renferment. Si ces barres présentent une nature de métal identique, alors elle pourrait correspondre à un standard en circulation pour la période du Bas-Empire (*cf.* chapitre II). Leur caractéristique métallographique sont présentées en Figure 126.

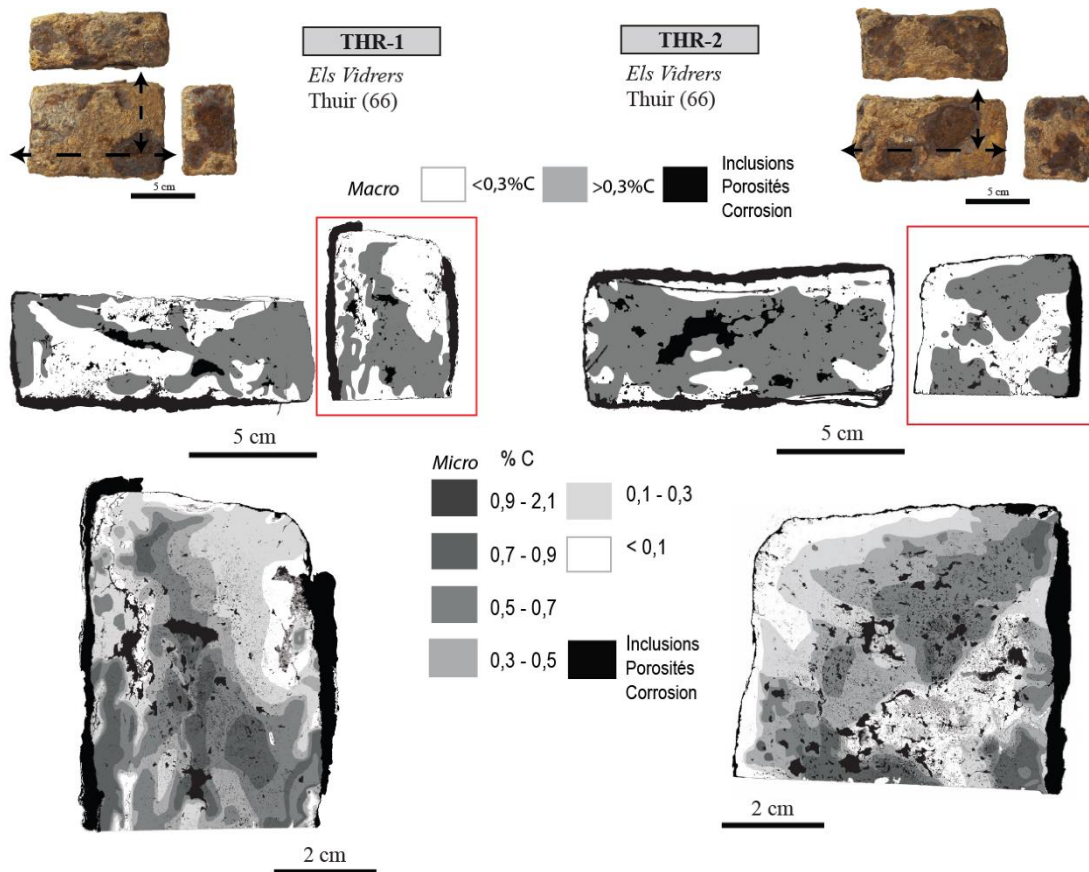


Figure 126 : Caractéristiques métallographiques des deux barres de Thuir.

i) Propreté inclusionnaire

L'étude d'une section longitudinale et transversale pour chacune de ces deux barres dévoile une surface comprenant de nombreuses inclusions et porosités de taille centimétrique. Le degré de compacité du métal est relativement faible. Les porosités ne sont pas réparties de façon homogène sur les sections longitudinales. Le métal directement adjacent aux six faces est davantage compacté et épuré, les inclusions sont moins présentes. En revanche, une grande porosité centrale et du charbon de bois (pour THR-2) sont présents au cœur de la matière. A cette échelle, les pourcentages inclusionnaires ont été évalués à 6 % pour l'un (THR-1) et 5 % pour l'autre (THR-2).

Les deux sections transversales ont ensuite été étudiées par analyse microscopique. Couplée à des macroporosités, un grand nombre de microporosités occupent le cœur de la matière. Les inclusions de scories sont également présentes sous forme de chapelets (Figure 127a et b). Les inclusions comme les porosités sont déformées et certaines porosités, parmi les plus petites, ont été refermées ou sont sur le point de l'être. Cependant, elles n'ont pas montré

d'orientation préférentielle. Les quatre faces ont donc bien été martelés comme le laissait pressentir leur aspect extérieur. La présence de ces microporosités et de ces inclusions révélées après polissage augmente le pourcentage inclusionnaire qui s'élève à cette échelle à 9 % (THR-1) et 13 % (THR-2).

ii) Microstructure et composition

A l'échelle macroscopique, l'attaque au réactif Nital a montré une hétérogénéité de carburation au sein des barres. En effet, par pondération de la section longitudinale et transversale pour chacune des deux barres, la surface carburée (% C > 0,3) occupe environ 50% de l'ensemble de la barre. Cette hétérogénéité semble découler de l'hétérogénéité de la masse brute initiale dont elles sont issues, car les surfaces carburées (% C > 0,3) se distribuent de façon aléatoire sur l'ensemble des sections. Aucune soudure n'a été révélée.

L'étude à l'échelle microscopique de leur section transversale a permis de montrer, en adéquation avec l'analyse macroscopique, la grande hétérogénéité dans les structures observées. Localement, les teneurs en carbone sont très variables puisque de la ferrite mais aussi, localement, de l'acier hypereutectoïde ont pu être observés sur la section de THR-1. Les grains de ferrite sont équiaxes et de petites tailles à l'exception d'une des extrémités de THR-1 qui possèdent de grands grains à une de ses extrémités martelées. Pour chacune des sections transversales, le taux de carbone moyen a été évalué à 0,4 %.

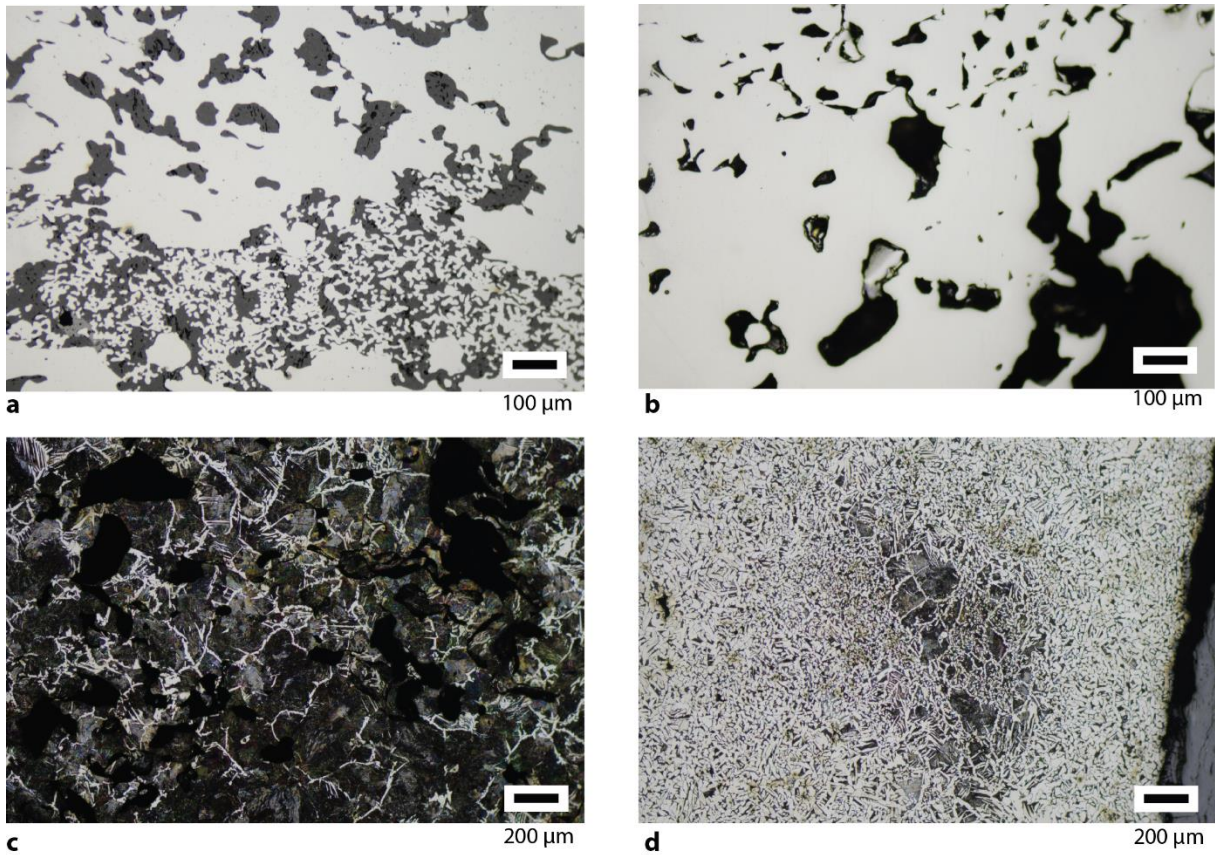


Figure 127 : a et b) Inclusions et porosités de THR-1 c) Acier à 0,7 % de THR-1 d) Acier à 0,6 % et acier à 0,2 % de THR-2.

L'ensemble des résultats métallographiques pour ces deux barres est recensé dans le Tableau 49 et en Figure 128.

Tableau 49 : Caractéristiques métallographiques des barres issues de contextes plus tardifs, étudiées à l'échelle macroscopique et microscopique.

Barre	Macro		M/M	Micro				HV*
	% Inc	% C>0,3		% Inc	% C>0,3	% C*	σ_c	
THR-1	6	65	25	13	56	0,35	0,23	/
THR-2	5	52	25	9	60	0,42	0,26	/

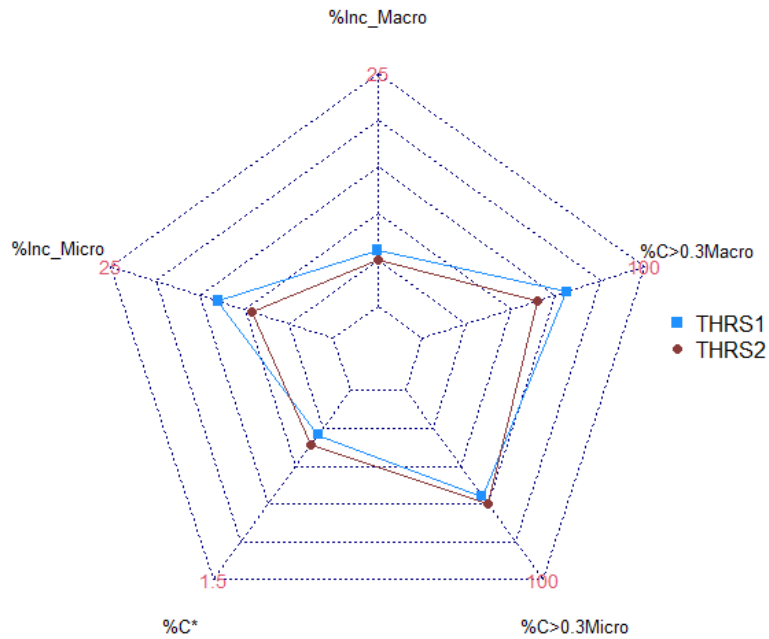


Figure 128 : Caractéristiques métallographiques des barres de Thuir.

En plus de leur forte similarité morphologique, ces deux barres présentent une composition et une microstructure quasiment identiques. Elles pourraient être un nouveau type de barre en circulation pour lequel il existe une corrélation entre forme et qualité, au même titre que celle observée pour les Saintes-Maries-de-la-Mer quatre siècles plus tôt. Elles pourraient donc permettre de dire que pour le Bas-Empire, certains standards régissent encore la production des demi-produits.

E. Etude des propriétés mécaniques des barres

Nous venons de voir que les natures de métal pour les différents demi-produits antiques étaient très variables. Ces différentes natures sont susceptibles d'engendrer des comportements mécaniques très divers. Afin de tenter de rendre compte de ce comportement mécanique, des essais de traction¹¹⁵ uniaxiale ont été menés sur neuf barres des Saintes-Maries-de-la-Mer (cf. chapitres III et IV). La grande hétérogénéité mais également la présence parfois importante d'inclusions de forte taille, ainsi que l'état de corrosion parfois avancé ont rendu cette approche particulièrement délicate. Par ailleurs, la traction uniaxiale n'apporte qu'une vision partielle du

¹¹⁵ Les essais de traction ont été menés au laboratoire ICMPE à Thiais en collaboration avec Ivan Guillot, Philippe Chevallier et Maxence Fallait. Les conditions opératoires sont détaillées dans le chapitre IV.

comportement mécanique. Cependant, cette approche constitue une première étape nécessaire et des informations cruciales ont malgré tout pu être collectées. Elles nous permettent de nous interroger sur la façon dont ces demi-produits pouvaient être appréhendés par ceux qui allaient les utiliser.

Dans cette optique, pour rappel, les barres ont été sélectionnées¹¹⁶ parmi un corpus déjà étudiées en métallographie à l'échelle macroscopique¹¹⁷ par Gaspard Pagès (*cf.* chapitres III et IV). Différents types de barres (1L, 1M, 2M, 6C et 4L) et différentes natures de métal ont pu être sélectionnés tenant compte du type d'alliage, de la présence de phosphore, d'inclusions ou encore de soudures. Ainsi, des barres totalement ferritiques, ou mixtes, comportant à la fois des structures d'acier et de ferrite, ou encore composées de fer phosphoreux ont été retenues (*cf.* chapitre IV et Tableau 50). Certaines sont composées de plusieurs loupes soudées entre elles. Pour ce dernier cas de figure, les éprouvettes ont été prélevées dans la zone de la barre comportant la soudure afin d'étudier la résistance de cette dernière à une contrainte de traction (*cf.* volume Annexes). Plusieurs éprouvettes ont pu être prélevées au sein d'une même barre, dans différentes sections, afin de tenter de pallier leur hétérogénéité dans la longueur. De plus, quand cela a été possible, jusqu'à trois éprouvettes ont été prélevées au sein d'une même section afin de rendre compte cette fois de l'hétérogénéité dans l'épaisseur de la barre. Certaines éprouvettes ont été analysées ensuite par microscopie afin de définir plus précisément la microstructure du métal qui les compose. Certaines incohérences ont pu être notées entre la nature du métal déduite de l'analyse macroscopique préalable de Gaspard Pagès (Pagès 2008) et celle déduite de l'analyse de l'éprouvette par analyse microscopique. Ces différences peuvent s'expliquer par le fait que l'éprouvette a été prélevée dans l'épaisseur de la barre, épaisseur qui peut présenter une hétérogénéité de composition et de microstructure.

L'ensemble des résultats¹¹⁸ des essais de traction et les caractéristiques microstructurales des éprouvettes sont rassemblés dans le Tableau 50. Les courbes de contrainte-déformation sont

¹¹⁶ Le premier critère de sélection a avant tout été les dimensions de la barre conditionnant l'usinage des éprouvettes (*cf.* chapitre IV).

¹¹⁷ Cette étude visait à repérer sur l'ensemble de la barre usinée, la distribution des inclusions ainsi que la répartition des zones aciérées (%C > 0,3).

¹¹⁸ Parmi les éprouvettes qui ont été sélectionnées, seules 21 sur 23 sont viables. En effet, certaines se sont brisées lors de l'usinage, avant même de pouvoir réaliser les essais de traction. C'est notamment le cas de celle issue de la barre SM6.7 qui n'est donc pas présentée par la suite.

présentées en Figure 129. Les caractéristiques propres à chacune des éprouvettes sont détaillées dans le volume Annexes.

Tableau 50 : Caractéristiques mécaniques et métallographiques des neuf barres analysées, avec E le module d'Young, $Re_{0,2}$ la limite d'élasticité, σ_M la contrainte maximale, A % l'allongement à la rupture, SF indique la présence ou l'absence de structures fantômes, l'astérisque signifie que l'analyse microscopique n'a pas été réalisée, seule la donnée issue de l'analyse macroscopique menée par G.Pagès est indiquée.

Type	Barre	Section	Eprouvette	Caractéristiques mécaniques				Microstructure du métal			
				E (GPa)	Re _{0,2} (MPa)	σ_M (MPa)	A %	Nature de l'alliage dans éprouvette (analyse microscopique)	Nature de l'alliage dans la zone de rupture	SF	
1L	SM2.6	SM2.6.1	SM2.6.1EI	235	175	202	0,8	Zones ferritiques et zones ferrito-perlitique Soudure	Zones ferritiques et zones ferrito-perlitique et acier à 0,8%	Non	
		SM2.6.2	SM2.6.2EI	190	170	211	3,4	Ferrite avec inclusions*	/	/	
	SM2.7.1	SM2.7.1EI	SM2.7.1EI	190	165	232	7,2	Ferrite	Ferrite	Non	
		SM2.7.1EII	SM2.7.1EII	238	168	256	13,2	Ferrite avec peu d'inclusions*	/	/	
	SM2.7	SM2.7.2	SM2.7.2EI	SM2.7.2EI	194	129	214	6	Zones ferritiques majoritaire et zones ferrito-perlitique Soudure	Zone ferritique et zones ferrito-perlitique	Non
			SM2.7.2EII	SM2.7.2EII	258	157	237	3,5	Mixte : acier entre 0,2 et 0,8% de carbone et ferrite avec quelques inclusions et soudure*	/	/
		SM2.7.3	SM2.7.3EI	201	/	141	0,2	Acier entre 0,2 et 0,8% de carbone*	/	/	

			SM2.7.3EII	212	158	190	2,4	Acier entre 0,2 et 0,8% de carbone*	/	/
	SM2.8	SM2.8.1	SM2.8.1EI	219	170	246	15,3	Ferrite	Ferrite	Non
<u>6C</u>	SM6.9	SM6.9.1	SM6.9.1EI	178	122	205	5,5	Zones ferritiques et zones ferrito-perlitique	Acier à 0,2-0,3% de carbone	Non
	SM9.5	SM9.5.1	SM9.5.1EI	240	190	249	6,7	Ferrite	Ferrite	Non
<u>1M</u>	SM9.7	SM9.7.1	SM9.7.1EI	185	151	241	11,5	Ferrite Présence de phosphore	Ferrite	Oui
	SM24.5	SM24.5.1	SM24.5.1EI	148	/	178	0,2	Ferrite avec peu d'inclusions*	/	/
	SM24.6		SM24.6.1EI	208	212	292	3,6	Acier entre 0,2 et 0,8% de carbone avec soudure, très peu d'inclusions	Zones ferrito-perlitiques	/
			SM24.6.1	SM24.6.1EII	196	/	166	0,1	Zones ferritiques et zones ferrito-perlitique Soudure Présence de phosphore*	/
		SM24.6.2	SM24.6.2EI	242	178	217	2,1	Ferrite Présence de phosphore	Ferrite	Oui
			SM24.6.2EII	209	188	263	7,3	Acier entre 0,2 et 0,8% de carbone très peu d'inclusions*	/	/

			SM24.6.2EIII	296	205	300	13	Ferrite Présence de phosphore	Ferrite	Oui
<u>2M</u>	SM25.3	SM25.3.1	SM25.3.1EI	183	165	270	9,5	Ferrite Présence de phosphore	Ferrite	Oui
		SM25.3.2	SM25.3.2EI	177	165	261	21	Zones ferritiques majoritaire et zones ferrito-perlitique Présence de phosphore	Ferrite	Oui
			SM25.3.2EII	170	169	265	17,2	Mixte : acier et ferrite avec quelques inclusions*	/	/

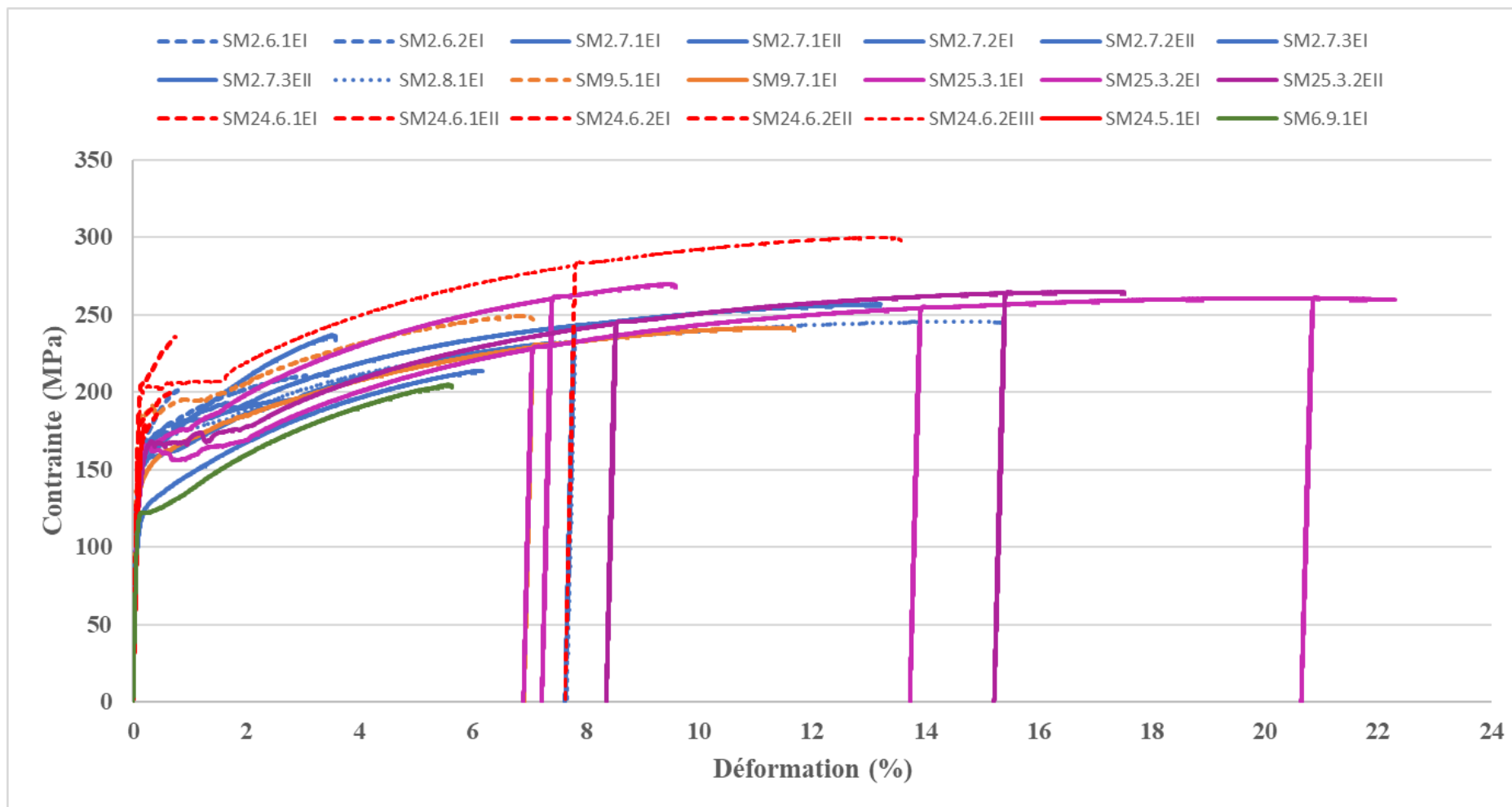


Figure 129 : Courbes de contrainte-déformation, par type de barre, en rouge le type 4L, en vert le type 6C, en rose le type 2M, en orange le type 1M, et en bleu le type 1L.

1. Comportements mécaniques globaux

Les courbes de contrainte-déformation présentent des profils très variés (Figure 129). Les modules d'Young (E) varient de 148 GPa à 296 GPa (Figure 130). Rappelons que la valeur attendue pour le fer est de l'ordre de 200 GPa, certains aciers pouvant monter jusqu'à 220 GPa (H. Kuhn et D. Medlin, 2000). La majorité des modules d'Young sont compris entre 180 et 220 GPa, ce qui correspond aux valeurs attendues pour les aciers. Toutefois, on note des valeurs plus basses (< 160 GPa) ou plus élevées (> 240 GPa) qui ne peuvent être expliquées.

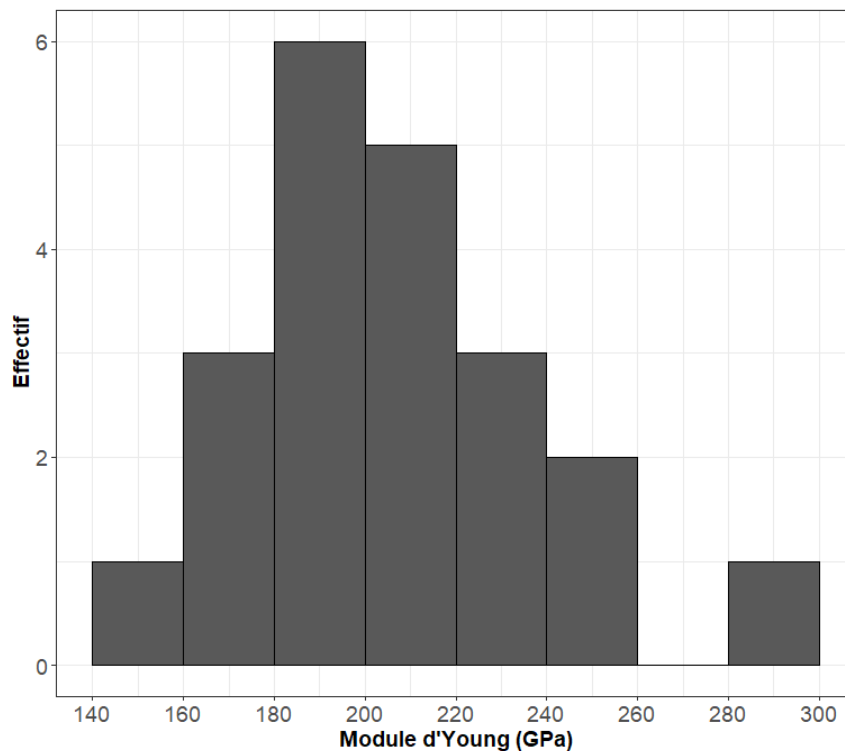


Figure 130 : Distribution des effectifs pour le module d'Young.

Les limites d'élasticité ($Re_{0,2}$) sont comprises entre 122 MPa et 212 MPa. La majorité des valeurs se situent autour de 160 et 180 MPa. Elles sont proches de celles attendues pour le fer (Murry, 2004). En revanche, malgré la présence d'acier dans nos éprouvettes, les valeurs n'atteignent pas celles attendues de 300 MPa pour les aciers à 0,2 % de carbone (Bénard, 1984).

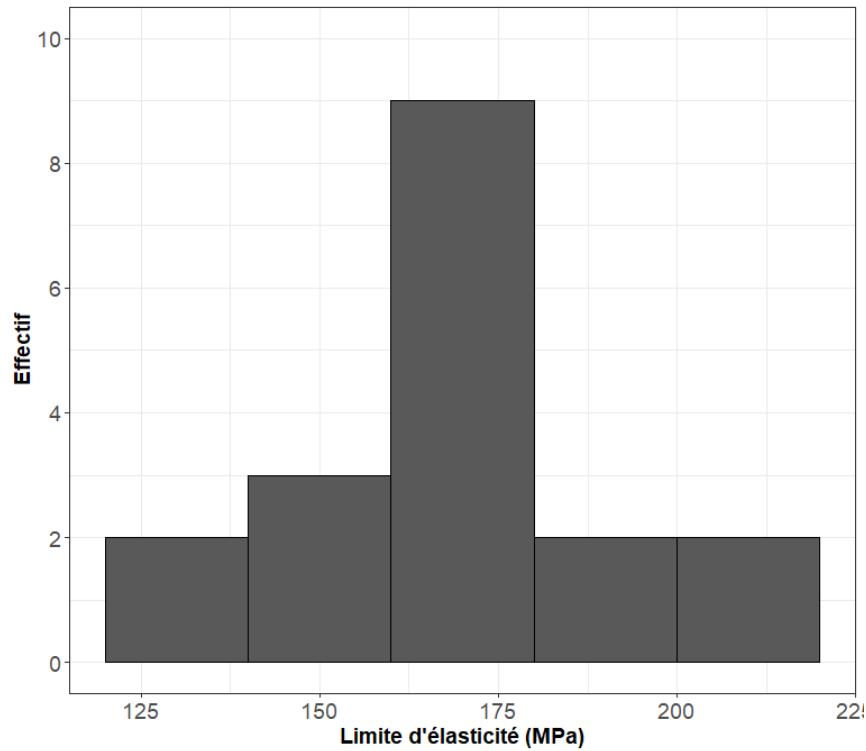


Figure 131 : Distribution des effectifs pour la limite d'élasticité $Re_{0.2}$.

Les allongements à la rupture ($A\%$) sont très variables et compris entre 0,1 % et 21 % (Figure 132). Ils sont relativement faibles, la majorité des éprouvettes présentent un allongement inférieur à 5 %. Quatre éprouvettes ont un allongement inférieur à 1 %. Seules trois éprouvettes ont un allongement cohérent à celui attendu pour les fers ($> 15\%$), bien que certaines références précisent que l'allongement à la rupture, pour les fers, atteint 30% (Bénard, 1984).

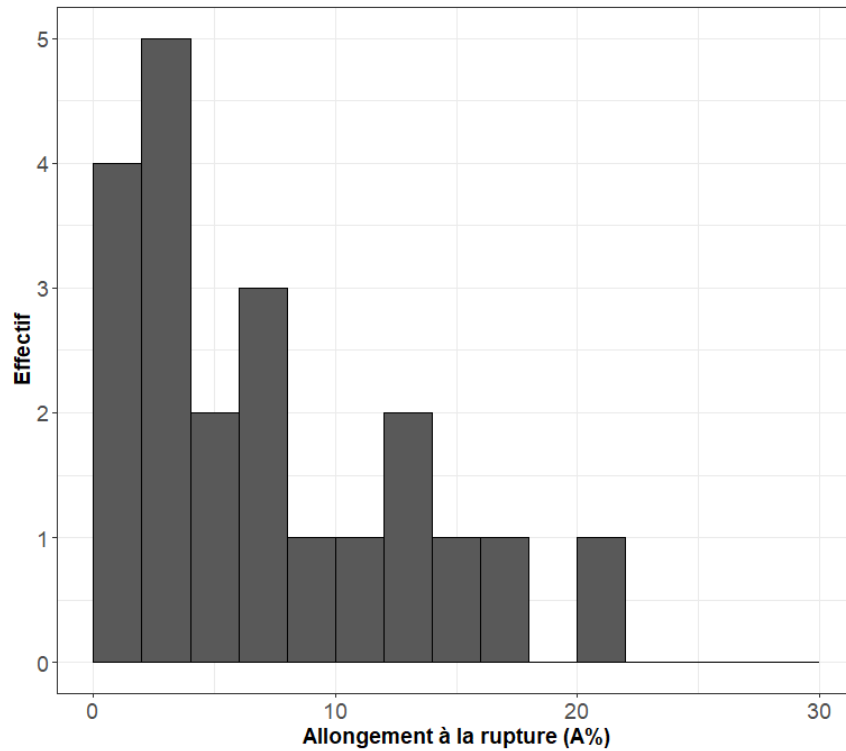


Figure 132 : Distribution des effectifs pour l'allongement à la rupture.

Enfin, les valeurs attendues pour les contraintes maximales (σ_M) pour le fer sont de l'ordre de 200 MPa (Bénard, 1984) mais peuvent monter jusqu'à 350 MPa (Murry, 2004), tandis que ces valeurs pour les aciers se situent plutôt autour de 400 MPa (Bénard, 1984). Pour les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer, elles sont comprises entre 141 MPa et 300 MPa (Figure 133). Il semble donc que ces barres devaient être employées à des contraintes inférieures à 150 MPa pour qu'elles ne se brisent lors de leur utilisation. Ceci correspond environ à une force de 4 kN, soit un équivalent de 400 kgf. Il faut toutefois nuancer ces propos car ces barres n'étaient peut-être pas soumises à des contraintes de traction.

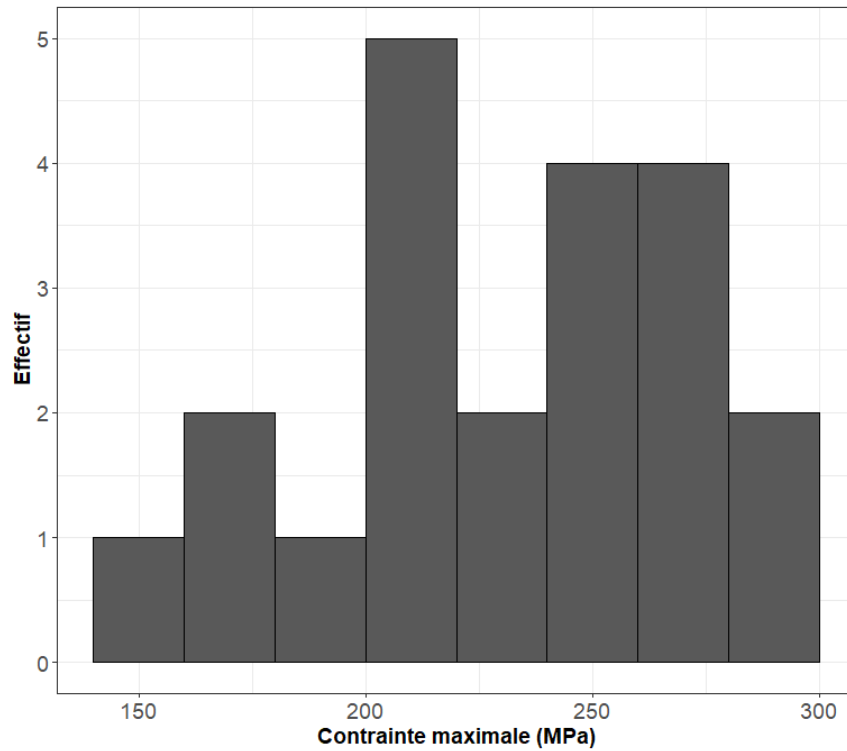


Figure 133 : Distribution des effectifs pour la contrainte maximale.

Huit éprouvettes ont été analysées par imagerie au microscope électronique à balayage au niveau de la zone de rupture (*cf.* chapitre IV). Ces faciès de rupture observés reflètent tous le caractère ductile du matériau. Ils se caractérisent par la présence de cupules au fond desquelles se trouvent les inclusions pouvant être en partie responsables de l'amorce des ruptures (Figure 134).

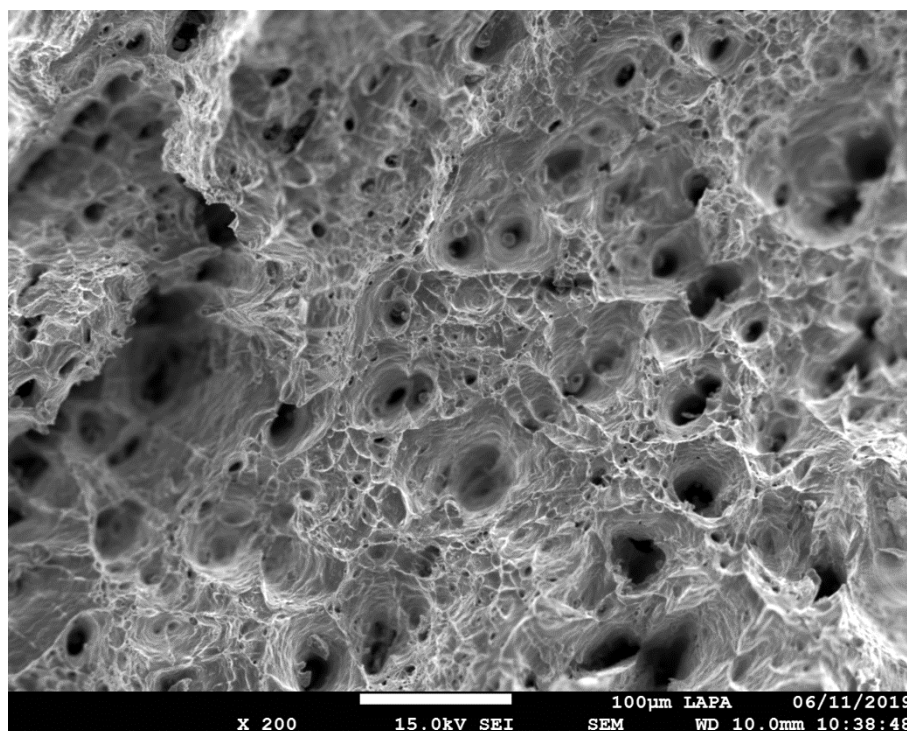


Figure 134 : Exemple de faciès de rupture présentant des cupules traduisant un comportement ductile du matériau pour l'éprouvette SM25.3.1EI, observé par microscopie électronique à balayage.

Pour tous les types de barres (1L, 1M, 2M, 6C et 4L), les différentes éprouvettes testées présentent des comportements différents au sein d'un même type (Figure 135). En effet, on remarque une concentration des valeurs du module d'Young, de la contrainte maximale et de la limite d'élasticité pour toutes les éprouvettes du type 2M, mais une dispersion des valeurs de l'allongement à la rupture. Pour les types 1M, 1L et 4L, une dispersion des valeurs est observée pour l'ensemble des paramètres sauf pour la contrainte maximale pour le type 1M et la limite d'élasticité pour le type 1L (Figure 135). Quel que soit le paramètre considéré, la dispersion autour de la moyenne est toujours plus forte pour les éprouvettes issues du type 4L (Tableau 51).

Tableau 51 : Valeur moyenne pour chacun des paramètres considérés en fonction du type de barre.

Type	Nombre d'éprouvettes	E* (GPa)	Re0,2* (MPa)	σ_M^* (MPa)	A %*
1L	9	215 ($\sigma = 24$)	162 ($\sigma = 15$)	214 ($\sigma = 35$)	6 ($\sigma = 5$)
6C	1	178	122	205	5,5
1M	2	201 ($\sigma = 24$)	154 ($\sigma = 15$)	232 ($\sigma = 23$)	8 ($\sigma = 3$)
4L	6	217 ($\sigma = 49$)	196 ($\sigma = 16$)	236 ($\sigma = 58$)	4 ($\sigma = 5$)
2M	3	177 ($\sigma = 7$)	166 ($\sigma = 2$)	265 ($\sigma = 5$)	16 ($\sigma = 6$)

Quelques tendances par type peuvent être dégagées à partir de ces observations. Les valeurs les plus élevées atteintes pour la contrainte maximale sont représentées par les éprouvettes issues du type 2M et par certaines éprouvettes issues du type 4L. Ces dernières présentent par ailleurs les valeurs de limite d'élasticité les plus élevées tandis que l'éprouvette issue du type 6C présente la valeur la plus basse pour ce paramètre (Figure 135). Rappelons cependant qu'une seule mesure a été réalisée pour ce type. Les types 1L et 1M présentent malgré les disparités des comportements mécaniques semblables. Les valeurs de chacun des paramètres étudiés sont proches (Figure 135 et Figure 136).

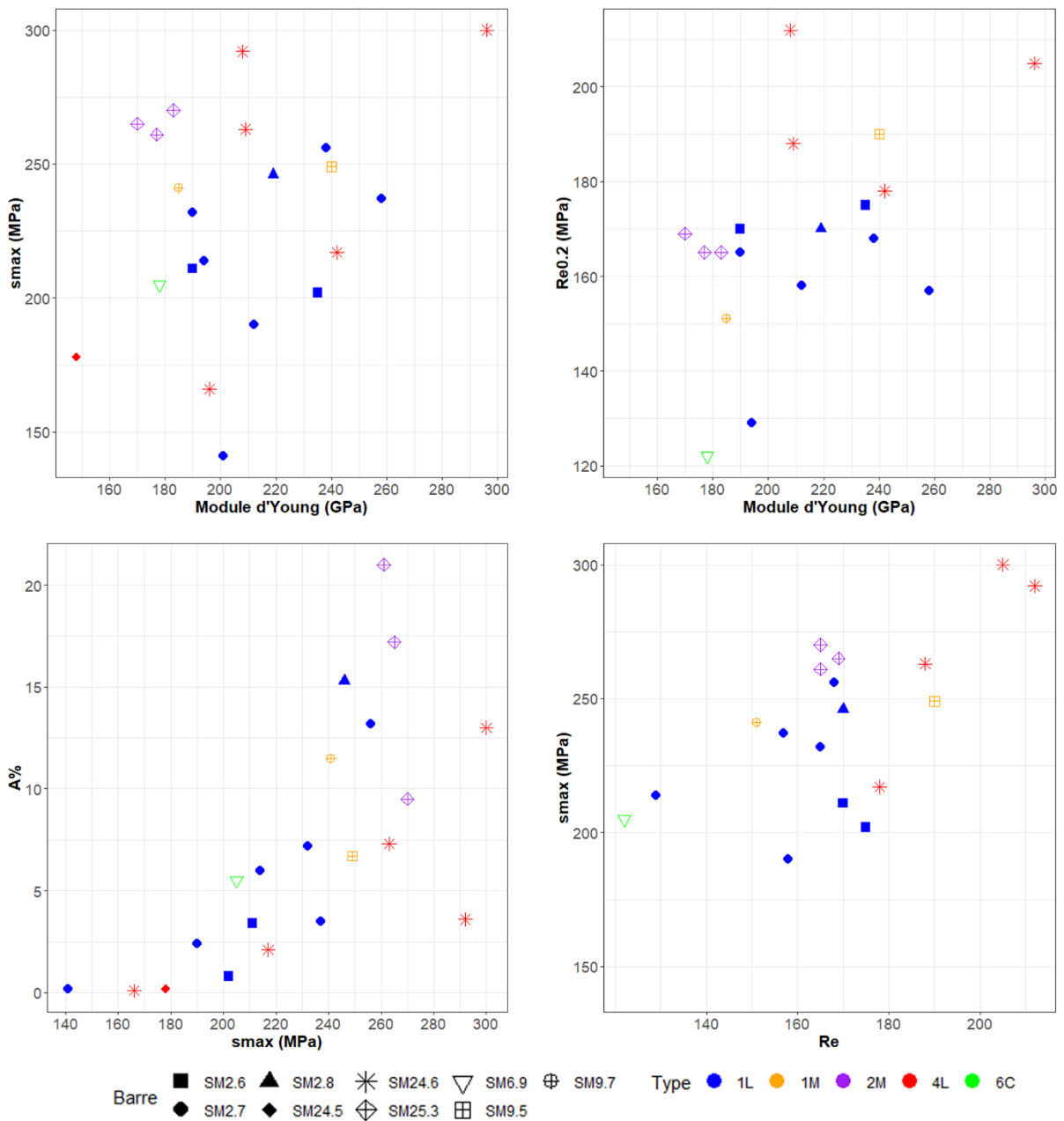


Figure 135 : Dispersion des paramètres mécaniques E , A , $Re_{0,2}$ et σ en fonction du type de barre et de la barre considérée.

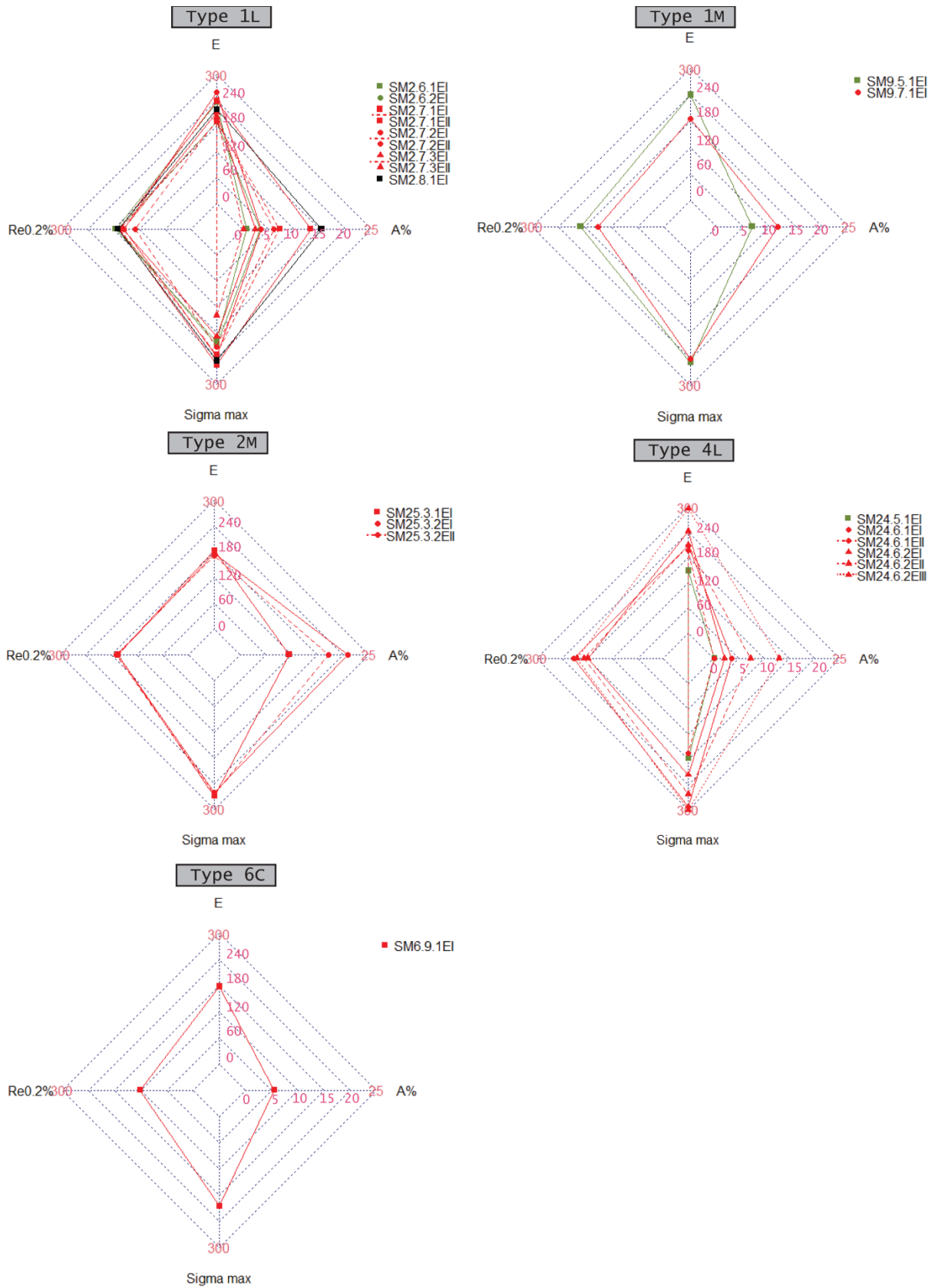


Figure 136 : Graphique étoile présentant la dispersion des paramètres mécaniques E, A, Re_{0,2} et σ en fonction du type de barre et de la barre considérée.

De plus, au sein d'une même barre (même couleur sur la Figure 136) ou parfois même au sein d'une même section de barre (même couleur et même motif géométrique sur la Figure 136), les valeurs du module d'Young (E), de la contrainte maximale (σ_M), de la limite d'élasticité ($Re_{0,2}$) et l'allongement à la rupture (A %) peuvent également différer (Figure 135). Ce phénomène est à relier à l'hétérogénéité intrinsèque du métal. Il est donc à ce stade impossible d'associer un comportement mécanique à un type de barre au moins du point de vue des essais de traction.

2. Nature du métal et propriétés mécaniques

Douze éprouvettes ont été étudiées par analyse métallographique¹¹⁹ afin de comprendre l'influence de la nature locale du métal sur son comportement mécanique. L'analyse métallographique a pu être correctement menée car, si les surfaces étaient parfois écrouies aux abords de la zone de rupture, elles ne l'étaient jamais ou de façon minime pour le reste de la section. Les résultats sont rassemblés dans le Tableau 50 et les cartes de distributions des teneurs en carbone et les images métallographiques sont présentées dans le volume Annexes.

Nous distinguons trois groupes d'éprouvettes en fonction de la microstructure observée : celles ferritiques, celles mixtes (zones ferritiques et zones ferrito-perlitique ou aciérées), celles phosphoreuses¹²⁰ (majoritairement ferritiques et/ou comportant des zones très peu aciérées). Nous regroupons également les éprouvettes comportant une soudure¹²¹ (ferrite-ferrite ou acier-acier ou mixte) en une catégorie spécifique. Deux éprouvettes (issues d'une même barre et d'une même section) – SM24.6.1EI et SM24.6.1EII - ont été isolées car elles comportent à la fois une soudure, du phosphore et de l'acier en leur sein. Pour tous les groupes les différentes éprouvettes testées présentent des comportements différents au sein d'un même groupe de nature de métal (Figure 137).

¹¹⁹ Des différences ont pu être notées entre la nature du métal observée sur la barre à l'échelle macroscopique et celle de l'éprouvette issue de l'analyse microscopique. De fait, lorsque l'analyse microscopique n'a pas été réalisée sur l'éprouvette, nous n'avons pas jugé judicieux d'employer les données issues de l'analyse macroscopiques.

¹²⁰ L'attribution d'une éprouvette dans cette catégorie se base uniquement sur observation après attaque au réactif Oberhoffer de structures fantômes, aucun dosage n'a été réalisé.

¹²¹ Considérant l'hétérogénéité potentiellement existante dans l'épaisseur (*cf. supra*), nous considérons pour les éprouvettes ferritiques ou mixtes, uniquement les éprouvettes dont l'analyse à l'échelle microscopique a permis de valider la nature de leur métal. Si dans un lot d'éprouvettes tiré de l'épaisseur d'une même section d'une même barre, l'une d'entre elles présente du phosphore après observations microscopiques (réactif Oberhoffer) alors l'ensemble des éprouvettes de ce lot seront considérés comme phosphoreuses. Les teneurs en phosphore peuvent cependant varier d'une éprouvette à l'autre. De même, au vu de l'organisation des soudures dans les barres, l'ensemble des éprouvettes tirées de l'épaisseur d'une même section de barre comporte la soudure.

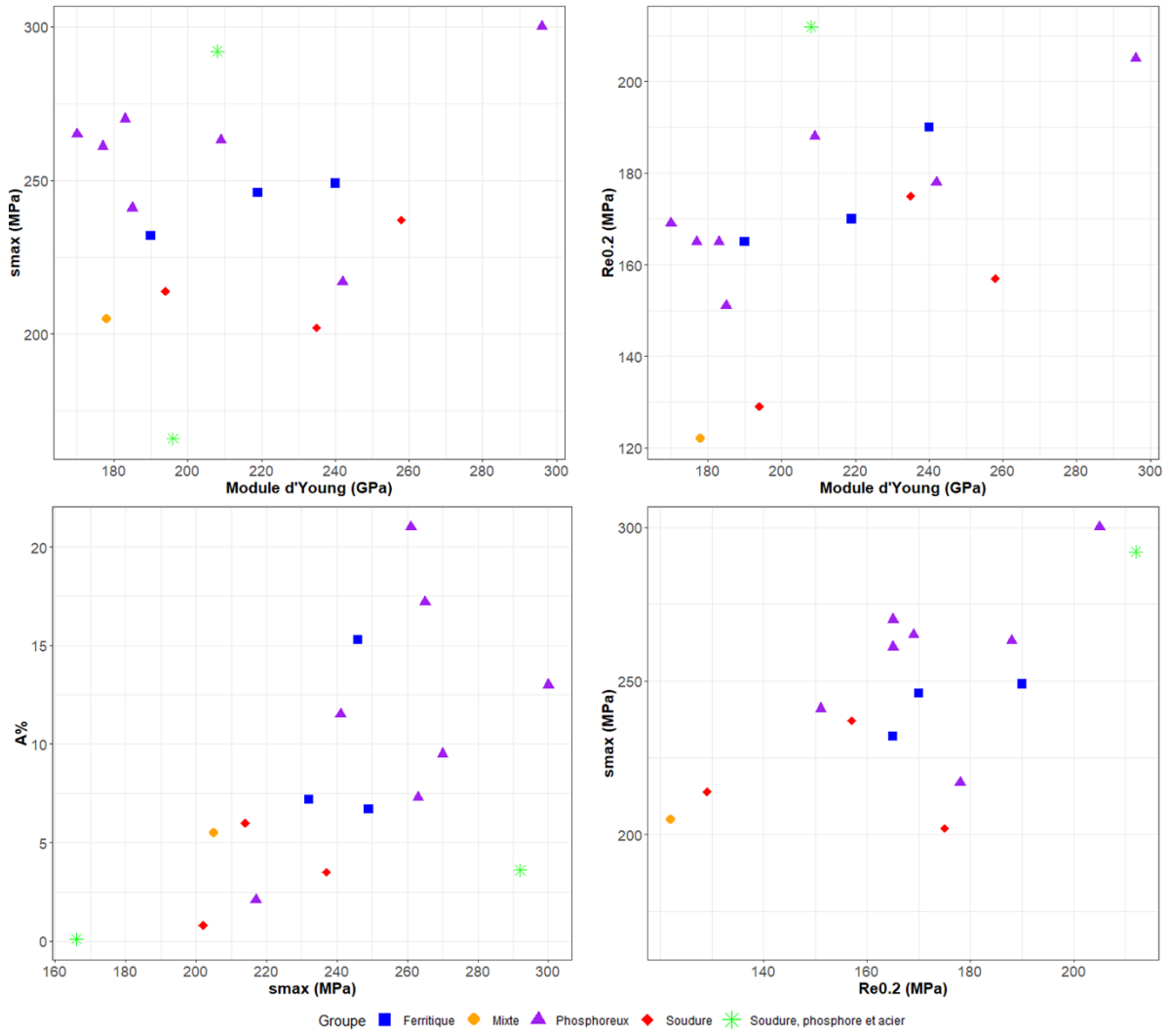


Figure 137 : Dispersion des paramètres mécaniques E , $A\%$, $Re_{0.2}$ et σ_M (noté σ_{max} sur les graphiques) en fonction de la nature du métal.

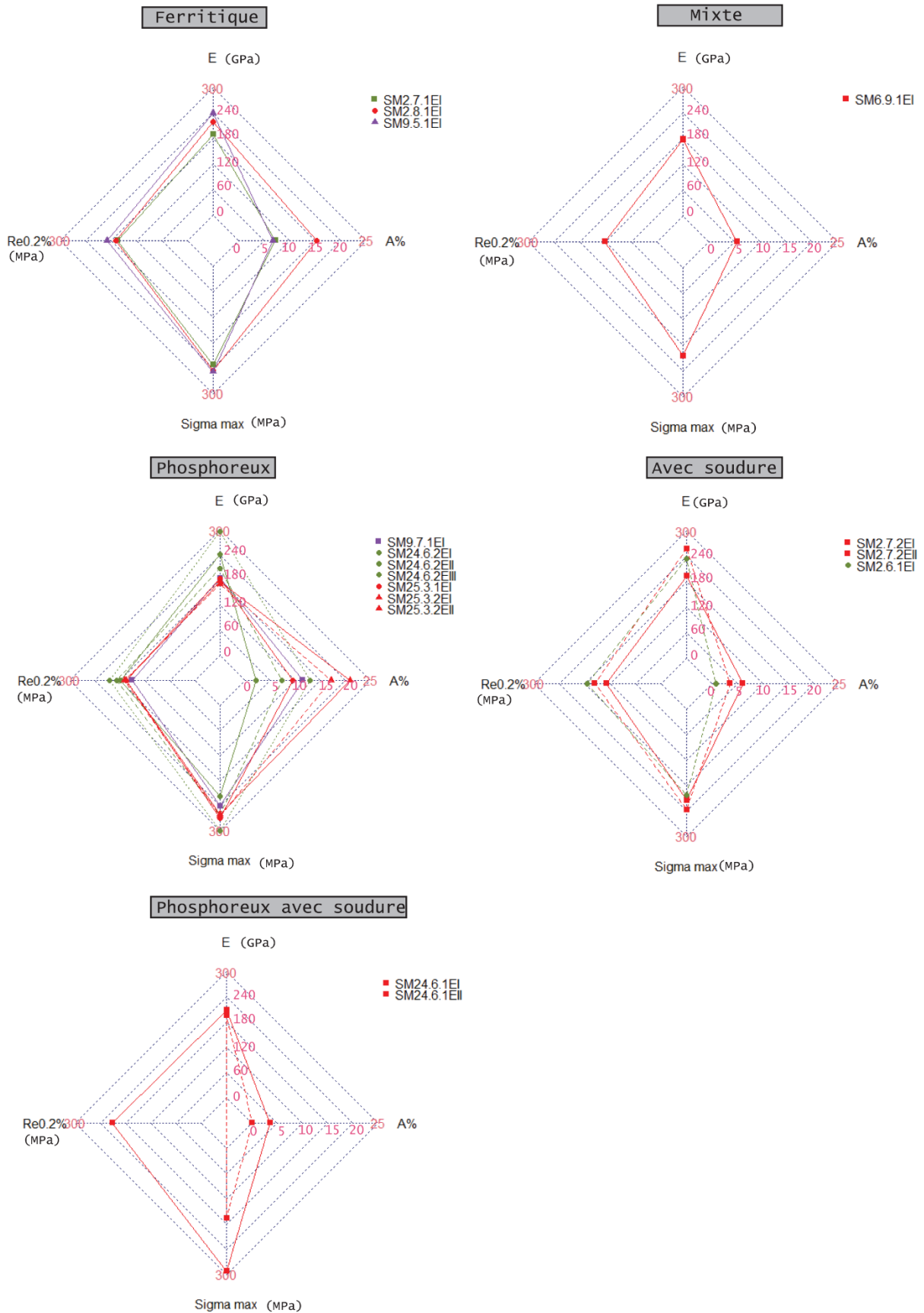


Figure 138 : Graphique étoile présentant la dispersion des paramètres mécaniques E, A, Re_{0,2} et σ_M en fonction de la nature du métal.

La nature de l'alliage ou la présence de soudures ne permettent pas à elles seules de définir le comportement mécanique d'une barre, puisque les comportements mécaniques varient au sein d'un même groupe (Figure 137 et Figure 138). Il convient donc de s'intéresser plus attentivement à la microstructure des éprouvettes et de considérer d'autres facteurs influençant les propriétés mécaniques. Nous allons donc examiner chacun des groupes (ferritiques, mixtes, phosphoreux et avec soudure) individuellement afin d'évaluer leur diversité interne et tenter de la comprendre grâce aux analyses métallographiques menées et à l'étude des faciès de rupture. Pour cette partie, quelques illustrations sont présentées dans le corps du texte afin de servir notre propos mais l'ensemble des micrographies peut être trouvé dans le volume Annexes.

Si l'on considère premièrement les éprouvettes entièrement ferritiques sans soudure et sans phosphore, différents profils se distinguent, bien que le type d'alliage soit identique. Elles présentent des contraintes maximales ($232 \text{ MPa} < \sigma_M < 249 \text{ MPa}$) et des limites d'élasticité ($165 \text{ MPa} < Re_{0,2} < 190 \text{ MPa}$) quasiment identiques mais un module d'Young variable ($190 \text{ GPa} < E < 240 \text{ GPa}$). Une des éprouvettes sur les trois analysées présente un allongement à la rupture de 15 %, très différent des deux autres situés autour de 7 % (Figure 137). Si l'on s'intéresse à la microstructure, examinée pour trois éprouvettes (SM2.7.1EI, SM2.8.1EI et SM9.5.1EI), on note quelques différences. Par observation en microscopie optique, par analyse métallographique, l'éprouvette SM2.8.1EI ne présente quasiment pas d'inclusions sur l'ensemble de sa surface. L'analyse du faciès de rupture par imagerie MEB montre qu'une partie de la zone de rupture présente localement quelques inclusions. En revanche les éprouvettes SM2.7.1EI et SM9.5.1EI présentent de nombreuses inclusions visibles en microscopie optique sur l'ensemble de la section et au niveau de la zone de rupture. Ces inclusions ont été clairement observées lors de l'analyse du faciès de rupture (Figure 139). Elles sont de grande taille et concernent l'ensemble de la zone de rupture. Ainsi, il est possible de penser que ces inclusions sont des points de fragilité dans le matériau ayant provoqué sa rupture. La rupture précoce des éprouvettes SM2.7.1EI et SM9.5.1EI, matérialisée par un allongement deux fois plus faible que celui de l'éprouvette SM2.8.1EI (Figure 140), pourrait donc s'expliquer par la plus grande abondance des inclusions dans la zone de rupture.

Pour un même type d'alliage, d'autres paramètres telles que la présence et la taille des inclusions génèrent un comportement mécanique hétérogène.

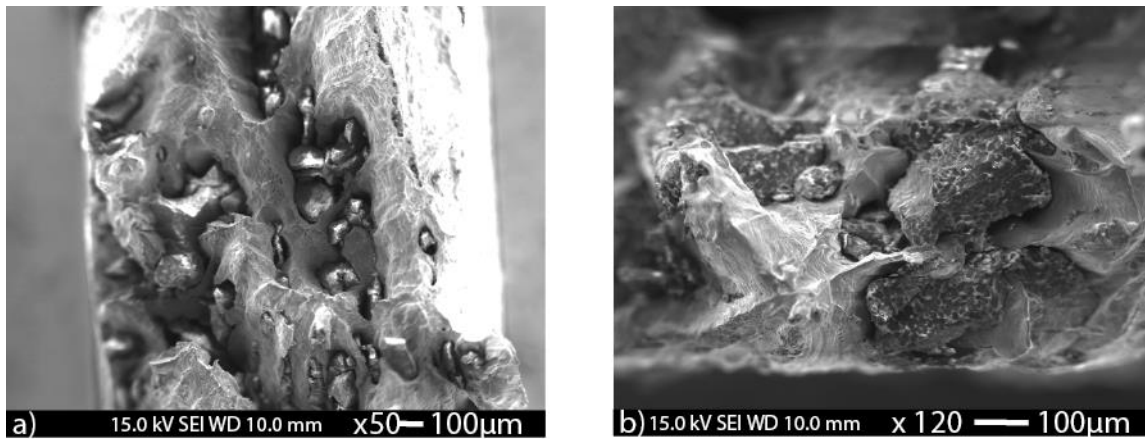


Figure 139 : Etude des faciès de rupture au MEB : Inclusions visibles dans la zone de rupture pour l'éprouvette SM2.7.1EI (a) et SM9.5.1EI (b).

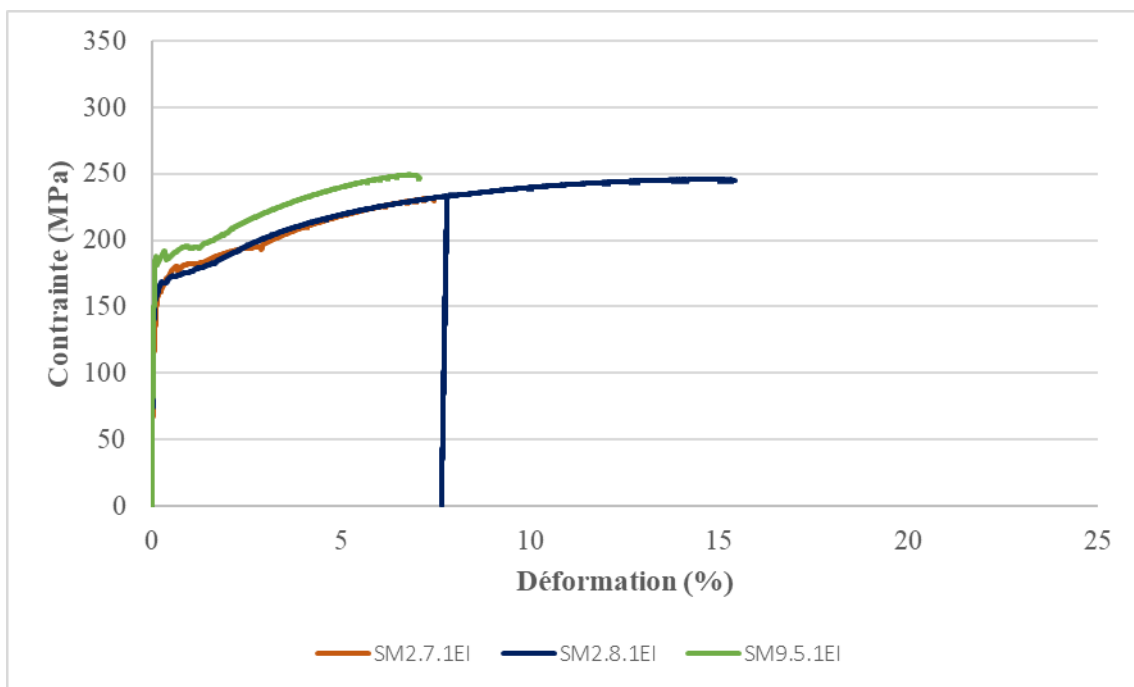


Figure 140 : Allure des courbes de contrainte-déformation pour les éprouvettes ferritiques.

Si l'on considère l'éprouvette SM6.9.1EI, comportant des zones ferritiques et des zones ferrito-perlitiques, la rupture a été amorcée en deux zones concurrentes (Figure 141). Toutes deux sont situées dans une zone aciérée, autour de 0,2% de carbone. Comme nous allons le voir par la suite, dès lors que l'acier est présent dans l'éprouvette, la rupture a lieu préférentiellement dans les zones aciérées.

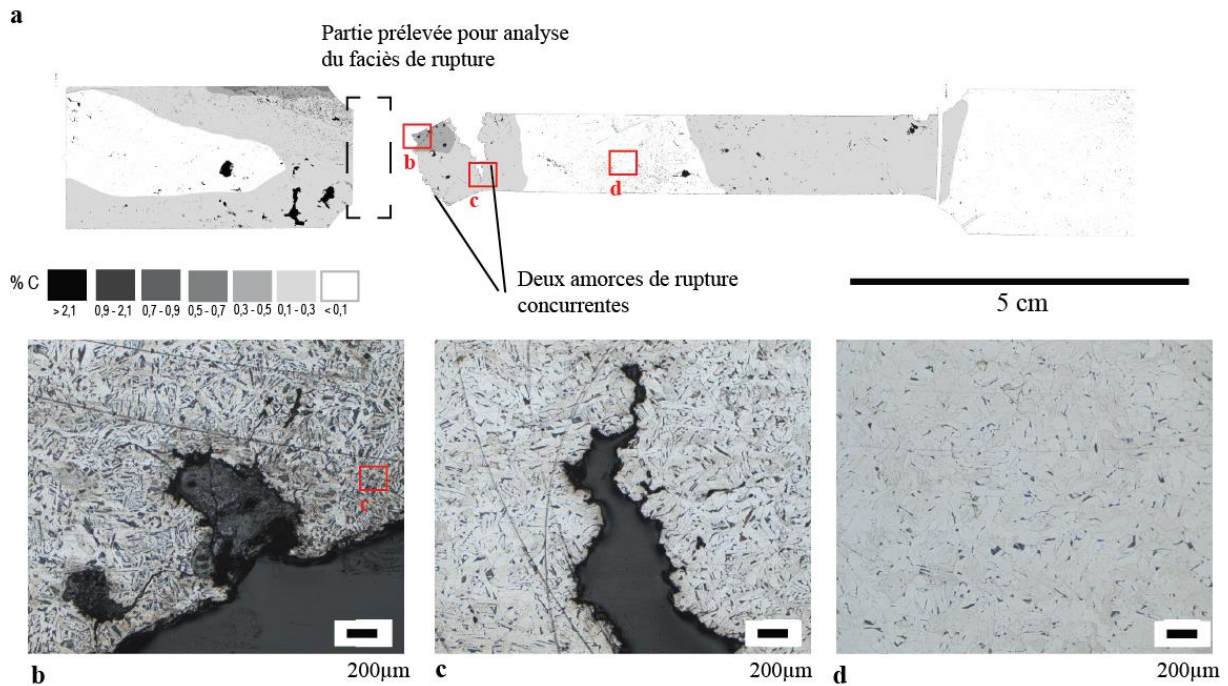


Figure 141 : Epreuve SM6.9.IEI étudiée par analyse métallographique a) Distribution des teneurs en carbone dans l'épreuve b et c) Zones de rupture dans une partie faiblement aciérée d) Ferrite.

Si l'on prend en compte à présent les éprouvettes phosphoreuses uniquement, nous notons des profils de courbe différents et une dispersion des valeurs quel que soit le paramètre mécanique mesuré (Figure 142). Une grande variation des modules d'Young est à pointer ($170 \text{ GPa} < E < 296 \text{ GPa}$). Même si deux éprouvettes présentent une valeur particulièrement élevée ($> 240 \text{ GPa}$), les autres valeurs sont centrées autour de 200 GPa , valeur attendue pour le fer. Les allongements sont également différents, ils varient de $2,1 \%$ à 21% . Une seule éprouvette présente un allongement inférieur à 5% . La contrainte à la rupture varie entre 217 et 300 MPa . La limite d'élasticité est variable, comprise entre 151 et 205 MPa . Il faut préciser que ces fluctuations peuvent être dues à des variations de teneurs en phosphore entre les barres ou au sein d'une même barre. Toutefois, d'autres paramètres sont à considérer.

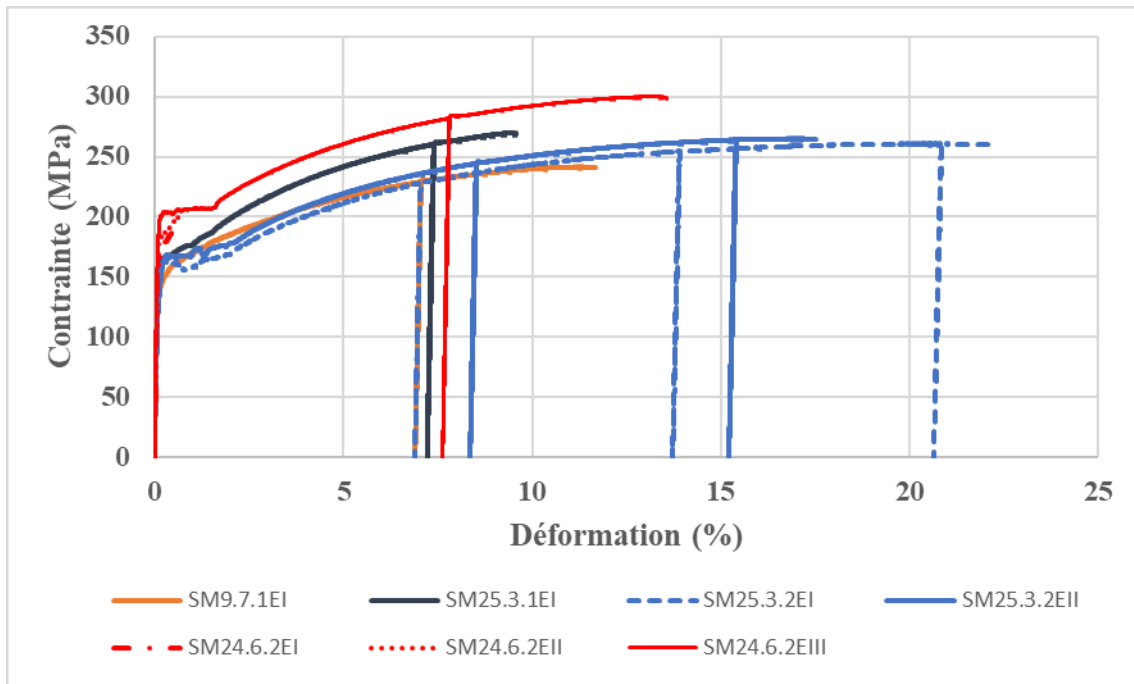


Figure 142 : Courbes de contrainte-déformation pour les éprouvettes phosphoreuses.

Si l'on considère la barre SM25.3, on note deux allures de courbes différentes entre les sections SM25.3.1 et SM25.3.2 (Figure 142). Les paramètres qui diffèrent sont principalement le module d'Young et l'allongement à la rupture qui double pour la section SM25.3.2 par rapport à celui de la section SM25.3.1. Pour une même section en revanche, les éprouvettes (SM25.3.2EI et SM25.3.2EII) présentent un profil identique. L'analyse métallographique des éprouvettes SM25.3.1EI et SM25.3.2EI ainsi que l'analyse du faciès de rupture pour les trois éprouvettes permettent d'établir des différences en termes de nature de métal. Pour les deux sections de la barre, des inclusions sont présentes au niveau des mors et dans le corps de l'éprouvette. Cependant l'éprouvette SM25.3.1EI comporte de nombreuses inclusions au niveau de la zone de rupture. Elles sont très nettement visibles au MEB après observation du faciès de rupture tandis que pour les deux éprouvettes issues de la section SM25.3.2, quasiment aucune inclusion n'a été repérée dans la zone de rupture. Ainsi, comme nous l'avons vu pour les éprouvettes entièrement ferritiques, pour l'éprouvette SM25.3.1EI, les inclusions pourraient être des points d'amorce de cette rupture qui aurait alors lieu de façon plus précoce que pour l'éprouvette SM25.3.2EI et expliquerait les différences notées pour les valeurs d'allongement à la rupture. Pour l'éprouvette SM25.3.2EI, les inclusions ne semblent pas responsables de la rupture. De plus, la taille des grains est différente pour ces deux éprouvettes. Pour l'éprouvette SM25.3.2EI, les grains de ferrite sont de taille relativement semblable autour de $200\mu\text{m}$, tandis que pour l'éprouvette SM25.3.1EI, la taille des grains de ferrite varient de 20 à $800\mu\text{m}$. Enfin, il faut préciser que l'analyse métallographique montre que des zones aciérées faiblement

carburées ($\%C < 0,3$) sont présentes sur ces éprouvettes mais que la rupture a lieu systématiquement dans une zone entièrement ferritique.

Au sein d'une même barre, pour une même section, les éprouvettes SM24.6.2EI, SM24.6.2EII et SM24.6.2EIII présentent aussi des caractéristiques mécaniques différentes (Figure 142). Les éprouvettes SM24.6.2EI et SM24.6.2EIII ont été étudiées en métallographie. Ces deux éprouvettes sont entièrement ferritiques et la taille des grains est homogène. Cependant, pour l'éprouvette SM24.6.2EI, les inclusions sont distribuées de façon hétérogène sur sa surface. Une partie est riche en inclusions tandis que l'autre en est quasiment exempte. La rupture a lieu dans la partie riche en inclusions. De plus, de nombreuses inclusions ont été notées dans la zone de rupture, elles sont donc probablement la cause d'une rupture de l'éprouvette plus précoce que pour l'éprouvette SM24.6.2EI pour laquelle très peu d'inclusions ont été observées dans la zone de rupture. On note donc que dans ce cas, les inclusions ne sont pas systématiquement le facteur principal en cause dans la rupture des éprouvettes. Cependant, dans de nombreux cas, elles semblent être à l'origine de la rupture précoce. Cet exemple met aussi en valeur le caractère hétérogène du matériau dans son épaisseur.

Enfin, l'éprouvette SM9.7.1E présente des caractéristiques mécaniques proches de celles observées pour les éprouvettes SM25.3.2EI et SM25.3.2EII. Tout comme ces dernières, les inclusions visibles dans la zone de rupture peuvent en être la cause. On note également, pour cette éprouvette, une variation dans la taille des grains de ferrite spécifiquement au niveau de la zone de rupture (Figure 143).

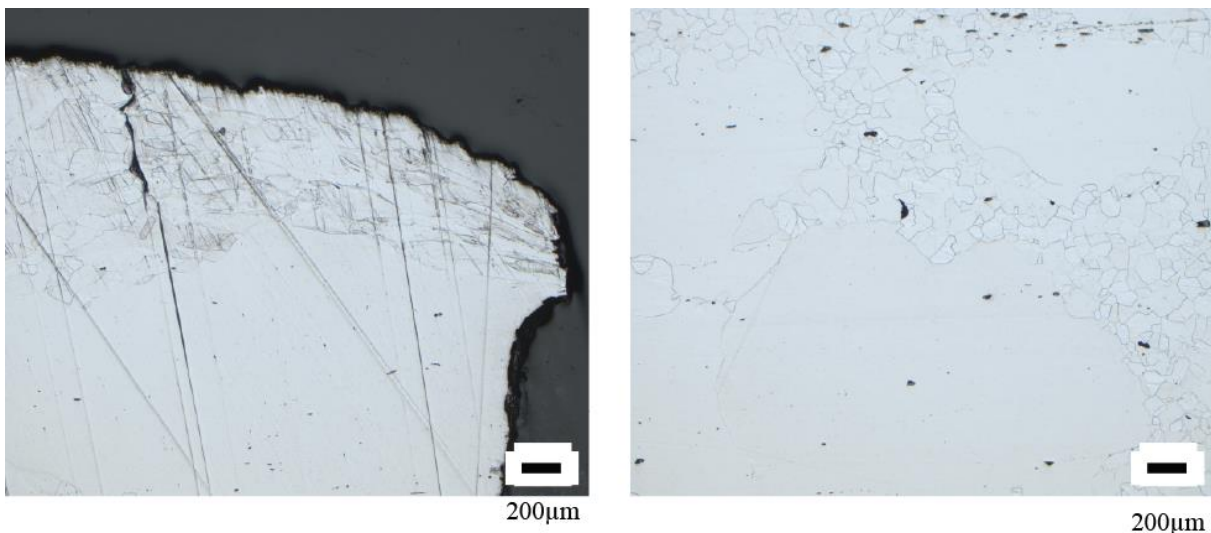


Figure 143 : Variation de la taille des grains de ferrite pour l'éprouvette SM9.7.1E dans une zone proche de la zone de rupture.

Ces exemples montrent que la taille des grains au même titre que la présence d'inclusions sont des facteurs à considérer au premier ordre dans l'évaluation du comportement mécanique des alliages.

Si l'on prend en compte à présent uniquement les éprouvettes avec soudure, on remarque différents profils. Les analyses métallographiques montrent que dans deux cas sur trois, la rupture a lieu dans la zone de soudure. C'est le cas pour l'éprouvette SM2.6.1EI et SM2.7.2EI. Ces soudures sont de type ferrite-acier. En revanche, pour l'éprouvette SM24.6.1EI, qui en plus de présenter une soudure, comporte du phosphore, la soudure de type ferrite-ferrite a résisté à la contrainte de traction. La rupture a eu lieu dans une zone aciérée. Ce constat peut s'expliquer par le fait, que les soudures ferrite-acier sont en générale plus complexes à réaliser car les paliers de soudabilités pour les deux matériaux sont différents (*cf.* chapitre I), elles peuvent donc être de moins bonne qualité.

Pour une même nature d'alliage, pour une même barre et parfois même pour une même section de barre, le comportement mécanique peut varier. Il semble donc complexe de relier le comportement mécanique du métal à sa nature, à cause de la multiplicité des facteurs à considérer. Pour ce faire, il faudrait pouvoir faire varier individuellement les paramètres pour pouvoir tirer des conclusions précises, mais considérant l'hétérogénéité des alliages anciens, ceci est impossible. Toutefois, au vu des observations faites, il semblerait que la présence d'inclusions de taille importante soit un des facteurs principaux générant une rupture précoce de l'éprouvette sous contrainte quel que soit le type d'alliage. Nous avons vu cependant, que lorsque les inclusions sont présentes, la rupture n'a pas toujours lieu dans une zone riche en inclusions. De plus, contrairement à ce qui aurait pu être pensé, on remarque que la présence de phosphore ne rend pas systématiquement le matériau plus fragile. Les allongements à la rupture pour ces éprouvettes phosphoreuses sont parmi les valeurs les plus élevées. Il serait intéressant de doser les teneurs en phosphore dans la matrice métallique au niveau de la zone de rupture afin de déterminer si cette dernière se situe dans une des zones les plus riches en phosphore de l'éprouvette. De plus, pour les éprouvettes comportant une soudure, la zone de rupture peut être différente de la zone de soudure. Elles ne représentent donc pas systématiquement un point de faiblesse dans le matériau, mais ceci devra être confirmé en réalisant davantage d'essais. Enfin, il faut noter que lorsque l'acier est présent, la rupture a systématiquement lieu dans une zone aciérée.

F. Synthèse

1. Nature du métal des demi-produits en contexte de circulation et d'utilisation dans le Bassin Méditerranéen

a) De la ferrite à l'acier : variabilité de la nature des alliages

i) Classification de la nature des alliages

Le plus souvent, l'acier et la ferrite ont été observés de façon concomitante au sein des demi-produits, mais si l'on s'intéresse plus particulièrement au pourcentage surfacique carburé ($\%C > 0,3$) des tendances peuvent être dégagées.

Tout comme les auteurs dans Leroy *et al.*, 2017 nous considérons que la composition représentée à 80 % ou plus de la surface d'un objet peut être considérée comme représentative des propriétés globales¹²² de l'objet. Pour ce faire, nous reprenons la technique employée par Gaspard Pagès en nous basant sur le pourcentage surfacique carburé, c'est-à-dire supérieur à 0,3 % de carbone (G. Pagès, 2008). En considérant la distribution des pourcentages surfaciques carburés parmi les objets, donnée en Figure 144, nous choisissons d'établir quatre groupes. Nous définissons les demi-produits à tendance ferritique¹²³ comme ceux dont la surface carburée ($\% C > 0,3$) est inférieure à 20 % de la surface totale, et aciérés ceux dont la surface carburée est supérieure à 80 % de la surface totale. Les demi-produits dits mixtes, dont la surface carburée ($\% C > 0,3$) est comprise entre 20 et 80 % de la surface totale, sont divisés en deux catégories. Ceux dont la surface carburée est comprise entre 20 et 50% seront désignés comme des objets mixtes à dominance ferritique et ceux dont la surface carburée est comprise entre 50 et 80% seront considérés comme des objets mixtes à dominance aciérée.

Sur trente et un demi-produits étudiés, onze présentent plus de 50 % de leur surface carburée ($\% C > 0,3$). Parmi ces onze demi-produits, sept sont mixtes à dominance aciérée tandis que quatre sont aciérés. Au contraire, dix-huit sont ferritiques et deux sont mixtes à dominance ferritique (Figure 144).

¹²² Il faut toutefois préciser que, lorsque qu'une contrainte de type traction est imposée au matériau, les études montrent que c'est le point « faible » du matériau (soudure, inclusions...) qui va dicter son comportement mécanique (*cf. supra*)

¹²³ Précisons que par ce système, un demi-produit entièrement composé d'un acier à 0,2 % de carbone sera considéré comme ferritique. A cette teneur en carbone, les conventions habituelles auraient défini le matériau comme un acier. Toutefois à cette teneur, le matériau ne peut prendre la trempe, de ce fait nous le classons avec les matériaux ferritiques, lesquels auront des propriétés mécaniques proches.

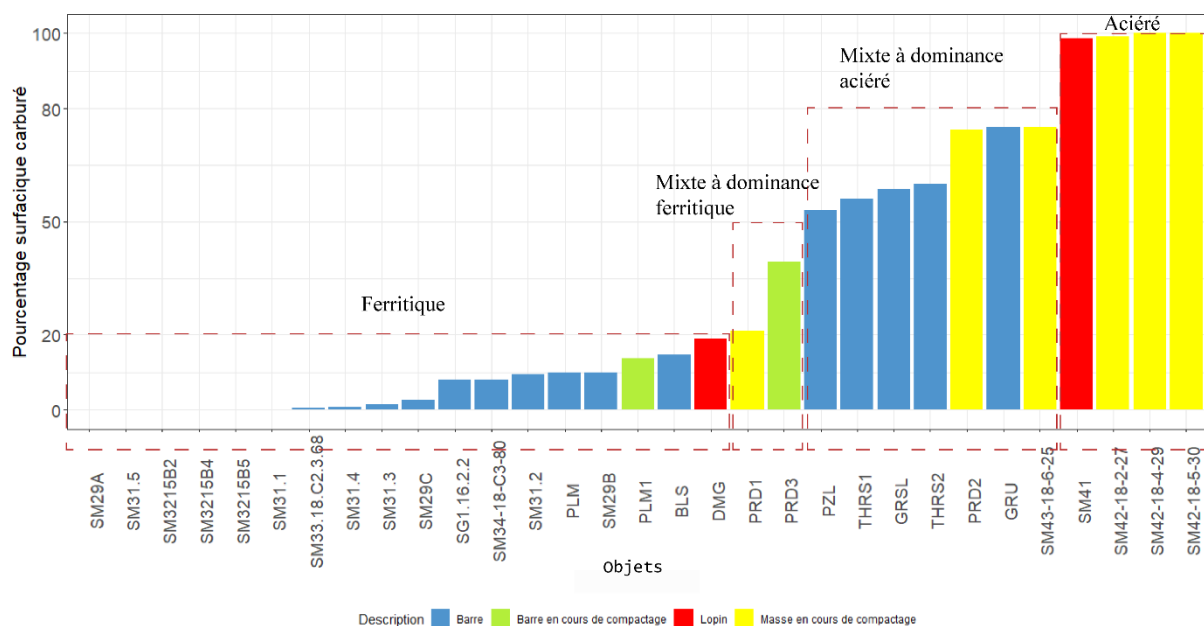


Figure 144 : Distribution du pourcentage surfacique carburé parmi les artefacts.

Le groupe d'artefacts acierés se compose exclusivement de demi-produits issus des épaves des Saintes-Maries-de-la-Mer (Bouches-du-Rhône) : il s'agit des trois masses brutes étudiées pour l'épave SM42 et du lopin de l'épave SM41. Au sein de ce groupe, tous les demi-produits possèdent plus de 98 % de leur surface carburée ($\% C > 0,3$). La ferrite est quasiment absente de ces sections. Elle est présente très localement, en périphérie de la section de l'échantillon, conséquence d'une décarburation périphérique de la masse.

Le groupe d'artefacts mixtes à dominance acierée se compose de barres, de la masse en cours de compactage SM43-18-6-25 des Saintes-Maries-de-la-Mer et de la masse en cours de compactage PRD-2 de Prades (Pyrénées-Orientales). Ces masses, ou fragments de masse en cours de compactage, ainsi que la barre de Gruissan (Aude), se distinguent des autres barres du groupe par une proportion d'acier ($\% C > 0,3$) plus élevée, autour de 75 % de la surface, tandis que les autres barres ne dépassent pas 60 % d'acier sur leur surface. Les zones carburées ne sont pas localisées à un endroit particulier, elles se répartissent sur l'ensemble de la section analysée.

Pour les artefacts acierés ou mixtes à dominance acierée, lorsque l'acier est observé, il peut être sous forme de perlite lamellaire. Des structures de Widmanstätten sont aussi souvent présentes. Dans d'autres cas, des structures de perlite nodulaire ont été remarquées, témoignant d'un refroidissement rapide de la matière. Ce type de structure a systématiquement été observé sur les masses en cours de compactages des Saintes-Maries-de-la-Mer, mais aussi sur celles de Prades (PRD-2) et de Paziols (Aude). Des structures témoignant d'un refroidissement encore

plus rapide, de type martensite et bainite sont présentes sur le lopin SM41-1 et sur la barre de Gruissan. Enfin, des structures d'acier hypereutectoïde (aiguille de cémentite) et de fonte ont également été repérées pour les masses en cours de compactage mais aussi pour certaines barres comme à Thuir ou au Grésil.

Le groupe mixte à dominance ferritique n'est représenté que par deux artefacts issus du site « Rue de Basse » à Prades. Il s'agit de la masse en cours de compactage (PRD-1) et de la barre en cours de compactage (PRD-3). Si la surface carburée ($\% C > 0,3$) est proche de 20 % pour la masse, elle est de 40 % pour la barre.

Le groupe ferritique comprend des barres, le lopin de la Domergue (Hérault) et la barre en cours de compactage de la Palme (Aude). Six artefacts ne présentent aucune zone carburée en leur sein. Il s'agit des barres des Saintes-Maries-de-la-Mer. Pour ces barres ferritiques ou mixtes à dominance ferritique, la ferrite ou l'acier très peu carburé ($\% C < 0,3$) sont les composantes principales mais quelques rares zones carburées ($\% C > 0,3$) sont présentes. Pour les barres en cours de compactage et le lopin de la Domergue, l'acier est localisé principalement autour des porosités. Le reste de la section est ferritique. Les teneurs en carbone peuvent, pour ces cas, atteindre localement l'eutectoïde et l'on observe quelquefois des structures d'acier hypereutectoïde. L'acier peut être sous forme de perlite lamellaire ou sous forme de perlite nodulaire, comme pour les échantillons aciérés. Dans le cas des barres, l'acier n'est pas localisé à un endroit spécifique, aucune cémentation par exemple n'a été notée. Sa présence et sa répartition reflètent avant tout l'hétérogénéité de la masse brute initiale à partir de laquelle les barres sont issues. Aucune zone de ces échantillons ne dépasse localement la valeur de l'eutectoïde.

A ce premier critère, concernant le pourcentage surfacique carburé ($\% C > 0,3$) et permettant de décrire la nature des alliages, s'ajoute le taux de carbone moyen déduit des observations précédentes. Ces derniers sont également très variables : de 0,07 % à 1,4 % de carbone. Au vu des valeurs prises par nos échantillons et en adéquation avec la littérature, nous avons choisi de qualifier les objets dont la teneur moyenne en carbone ($\% C^*$) est comprise entre :

- < 0,1 %C de très faiblement carburés
- 0,1 et 0,3 %C de faiblement carburés
- 0,3 et 0,6 %C de moyennement carburés

-0,6 et 0,9 %C de fortement carburés

- >0,9 %C de très fortement carburés

Au sein de ce corpus de demi-produits antiques, toutes les classes sont représentées. Les classes qui le sont le plus sont celles correspondant aux artefacts très faiblement carburés et faiblement carburés. La première est composée exclusivement de barres tandis que la seconde se compose de barres, de masses en cours de compactage, de barres en cours de compactage et de lopins. En termes de représentativité numérique, vient ensuite la classe des objets moyennement carburés, qui ne comporte que des barres et un lopin. Enfin, moins représentés numériquement les objets fortement carburés ou très fortement carburés ne sont représentés que par des masses en cours de compactage (Figure 145). Il faut toutefois préciser que pour les échantillons présentant des structures de martensite, bainite ou perlite nodulaire, les taux de carbone moyen indiqués correspondent à la valeur moyenne des deux bornes de l'intervalle permettant d'approximer ce taux de carbone moyen. La teneur en carbone peut donc être inférieure ou supérieure à cette moyenne (voir intervalle considéré en Figure 145). Ainsi, il est possible que le nombre d'objets par catégories de teneur en carbone soit surreprésenté ou sous-représenté. Nous pouvons néanmoins constater que les artefacts carburés, qu'ils le soient moyennement, fortement ou très fortement, ne sont pas une part négligeable de ce corpus puisque leur nombre s'élève à onze, c'est-à-dire autant que ceux très faiblement ou faiblement carburés.

Au sein des classes établies à partir du pourcentage surfacique carburé ($\% C > 0,3$), les teneurs en carbone peuvent donc être très variables et appartenir à différentes classes de teneur en carbone. On remarque que les artefacts ferritiques ou mixtes à dominance ferritique de ce corpus, possèdent une teneur moyenne en carbone toujours inférieure à 0,3 %. Les objets mixtes à dominance aciérée possèdent des teneurs majoritairement comprises entre 0,3 et 0,6 % de carbone. Un objet se distingue cependant du lot avec une teneur en carbone bien plus élevée (autour de 0,8 %). Il s'agit de la masse en cours de compactage de Prades dont la teneur moyenne en carbone élevée s'explique par la présence de fonte et d'acier hypereutectoïde. Le groupe des artefacts aciérés possède quant à lui des teneurs variant de 0,55 à 1,4 %. Ils sont donc moyennement ou très fortement carburés. La masse brute des Saintes-Maries-de-la-Mer, à 1,4 % de carbone en moyenne, se distingue car elle est composée exclusivement d'acier hypereutectoïde.

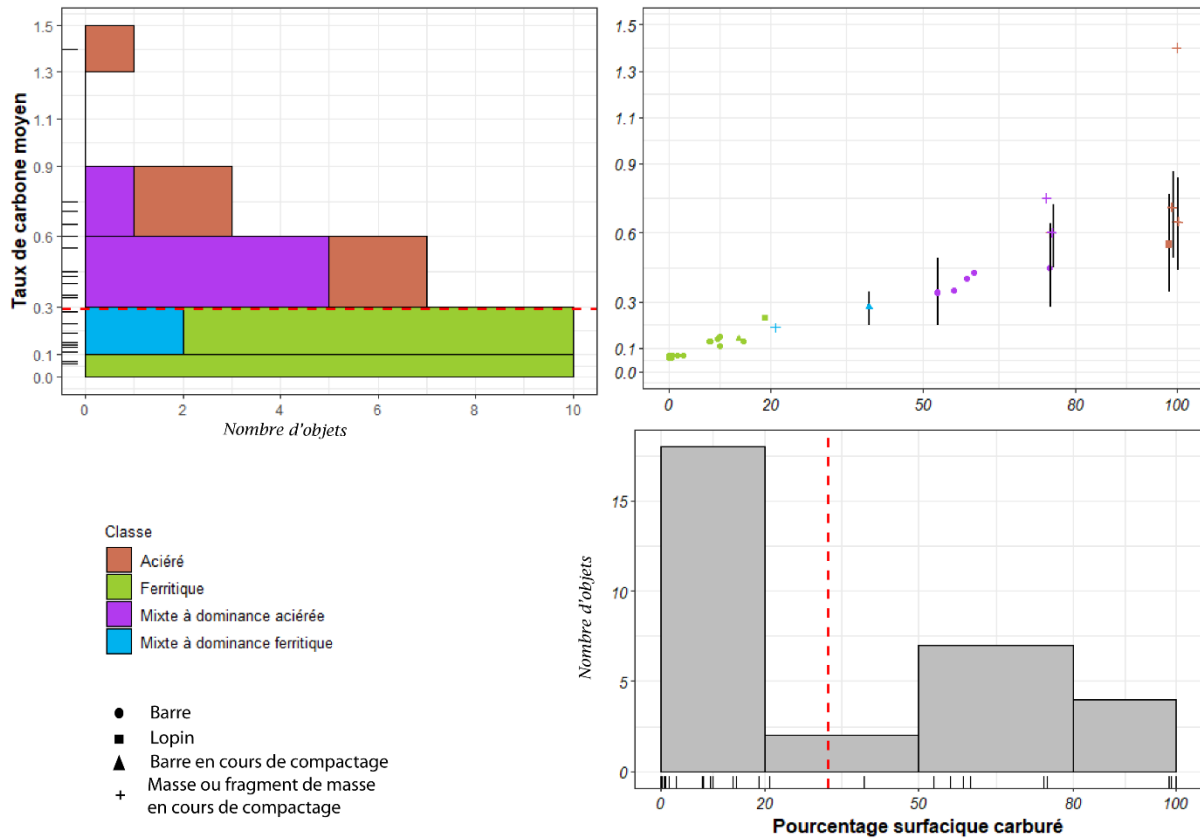


Figure 145 : Relation entre taux de carbone moyen et pourcentage surfacique carburé (% C > 0,3) et distribution des effectifs au sein du corpus des demi-produits pour chacun des deux facteurs, les lignes rouges indiquent les moyennes pour chacun des paramètres considérées. Les échantillons présentant des structures de type martensite, bainite et perlite nodulaire, la valeur du taux de carbone moyen est compris entre les bornes indiquées par les barres d'erreurs noires. Le point indiqué correspond à la moyenne des valeurs de ces deux bornes.

Plus qu'une hétérogénéité inter-échantillons, c'est une hétérogénéité intra-échantillons qui qualifie les demi-produits antiques. Elle peut être exprimée par l'écart type au taux de carbone moyen (S. Leroy *et al.*, 2017) (*cf.* chapitre IV pour le calcul de l'écart type). Ces derniers sont compris entre 0,03 et 0,47. Par les résultats obtenus pour ce corpus, nous pouvons reprendre les termes¹²⁴ employés par Leroy *et al.* pour la définition de l'hétérogénéité interne aux objets. Les demi-produits antiques sont majoritairement homogènes ou moyennement homogènes (Figure 146). Plus de la moitié du corpus étudié possède un écart type moyen supérieur à 0,2. S'il n'est pas étonnant que les produits ferritiques très faiblement carburés soient classés comme homogènes, il est à noter que ceux qui sont aciérés peuvent l'être également. Seul un objet ferritique est considéré comme hétérogène, celui de la Domergue, car bien que moins de 20 % de sa surface ne soit aciérée, ces zones sont très fortement carburées.

¹²⁴ Pour rappel, si l'écart type au taux de carbone moyen est compris entre 0 et 0,1 alors l'objet est considéré comme homogène, entre 0,1 et 0,2 comme moyennement homogène, entre 0,2 et 0,3 comme hétérogène et entre 0,3 et 0,4 il est alors considéré comme très hétérogène. En adéquation avec notre corpus, nous considérons comme très hétérogènes, les objets dont l'écart type est supérieure à 0,3.

Les objets hétérogènes ou très hétérogènes sont dans la plupart des cas mixtes à dominance ferritique ou mixtes à dominance aciérée. Enfin, la masse en cours de compactage de Prades se distingue des autres car elle est très hétérogène, se composant de fonte mais aussi de ferrite.

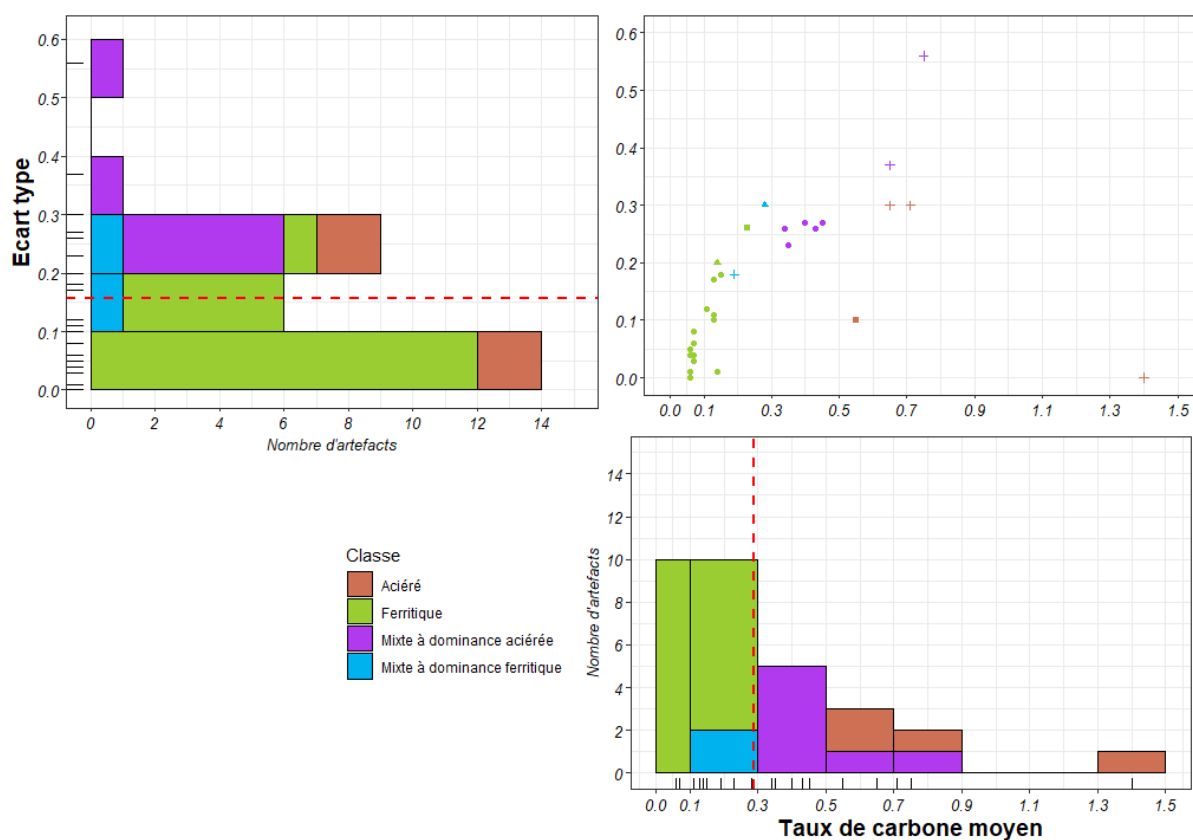


Figure 146 : Relation entre taux de carbone moyen et écart type à la moyenne et distribution des effectifs au sein du corpus des demi-produits pour chacun des deux facteurs.

ii) Une hétérogénéité en termes de nature de métal quelle que soit la chronologie et la place des demi-produits dans la chaîne opératoire

Nous avons vu précédemment (*cf. supra* §F.1.a.i) que pour chaque classe de métal définie pouvait se trouver différents demi-produits correspondant à différents stades de la chaîne opératoire. S'il ne semble pas y avoir de lien direct entre la nature du métal de l'artefact et la place qu'il occupe dans la chaîne opératoire, quelques tendances peuvent être dégagées. Afin d'avoir une vision plus globale, nous avons ajouté à notre corpus d'étude les données acquises ces dernières années sur les demi-produits antiques. L'ensemble des résultats est présenté en Figure 147.

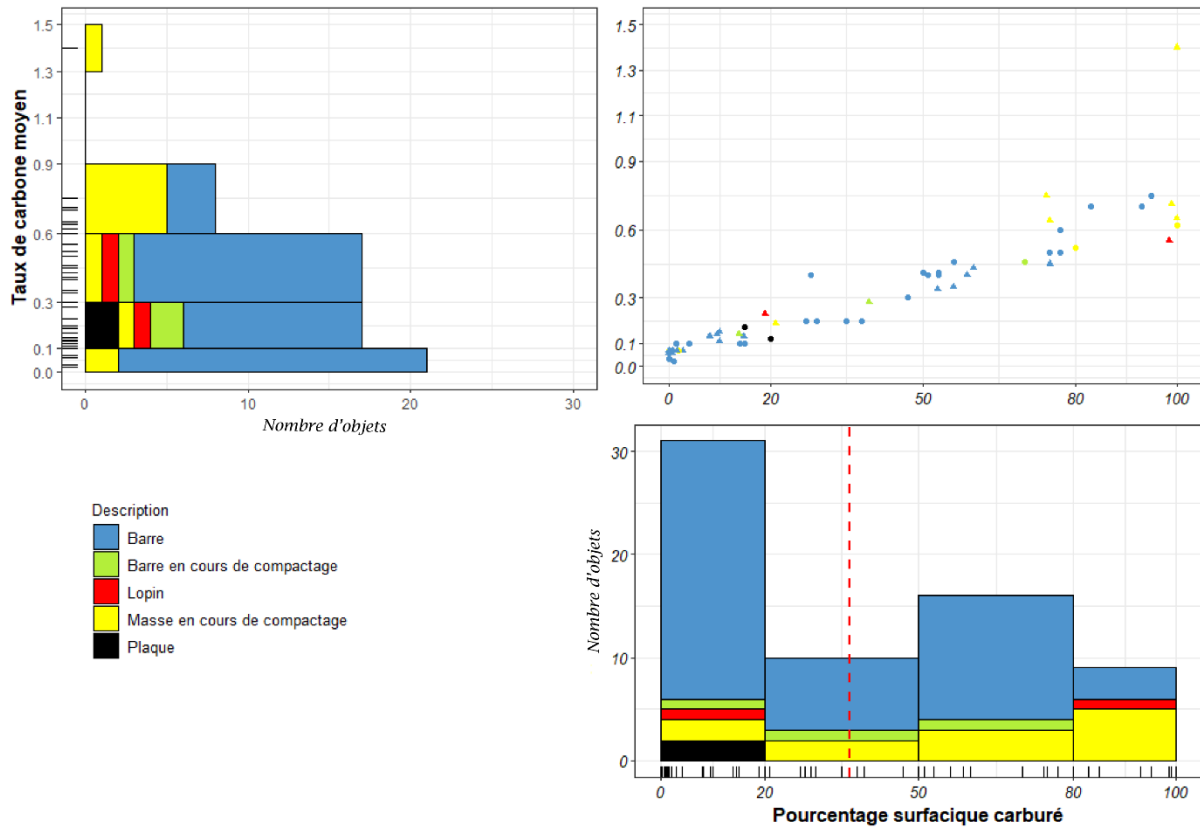


Figure 147 : Taux de carbone moyen en fonction du pourcentage surfacique carburé (%C > 0,3) pour les demi-produits antiques issus du corpus d'étude et de la bibliographie.

Pour les masses ou les fragments de masses en cours de compactage, les données issues des échantillons du corpus (Prades, rue de la Basse et Saintes-Maries-de-la-Mer) ont été complétées par l'apport de six nouveaux objets.

Sur l'*oppidum* d'Entremont (Aix-en-Provence, Bouches-du-Rhône), deux masses brutes entières (7,3 kg et 6,1 kg), en cours de compactage, et datées du II^{ème} siècle ou du I^{er} siècle avant notre ère ont été découvertes (M. Berranger et P. Fluzin, 2007). Au vu de la nature des activités du site concernant uniquement des opérations de post-réduction, ces masses n'ont pas été produites sur place, mais étaient destinées à y être transformées en demi-produits après une phase d'épuration et compactage. Sur le site, la présence d'éclats de loupe et de *gromps* atteste de cette phase.

Deux autres masses (33 kg et 38 kg) ont été découvertes sur le site de Piani d'Erna en Italie, près d'un mur délimitant un espace de forge (P. Fluzin, 2006). Leur datation est comprise entre 210 avant notre ère et 60 de notre ère. Pour ces masses, un premier martelage a été entamé puis a été interrompu. Il faut aussi noter la présence d'une tentative de débitage sur l'une des masses révélant une entaille profonde.

Deux fragments de masse en cours de compactage ont également été ajoutés à l'étude. L'un est un petit fragment de 75 mm de longueur, 52 mm de largeur, 27 mm d'épaisseur et de 190 g issu de la forge de l'agglomération perchée du Roc de Pampelune (Argelliers, Hérault) daté du VI^{ème} siècle de notre ère. L'autre est un petit fragment de 68 mm de longueur, 55 mm de largeur, de 30 mm d'épaisseur et de 192 g, issu de la forge d'un bâtiment isolé sur le site de la Madeleine II (Clermont-l'Hérault, Hérault), pour une période située autour du IV^{ème} siècle et du V^{ème} siècle de notre ère (G. Pagès, 2008).

En considérant le pourcentage surfacique carburé (% C > 0,3) de chacune de ces masses ou fragments de masses en cours de compactage, deux groupes se distinguent : celui composé de masses majoritairement aciérées et celui de masses majoritairement ferritiques (Figure 148).

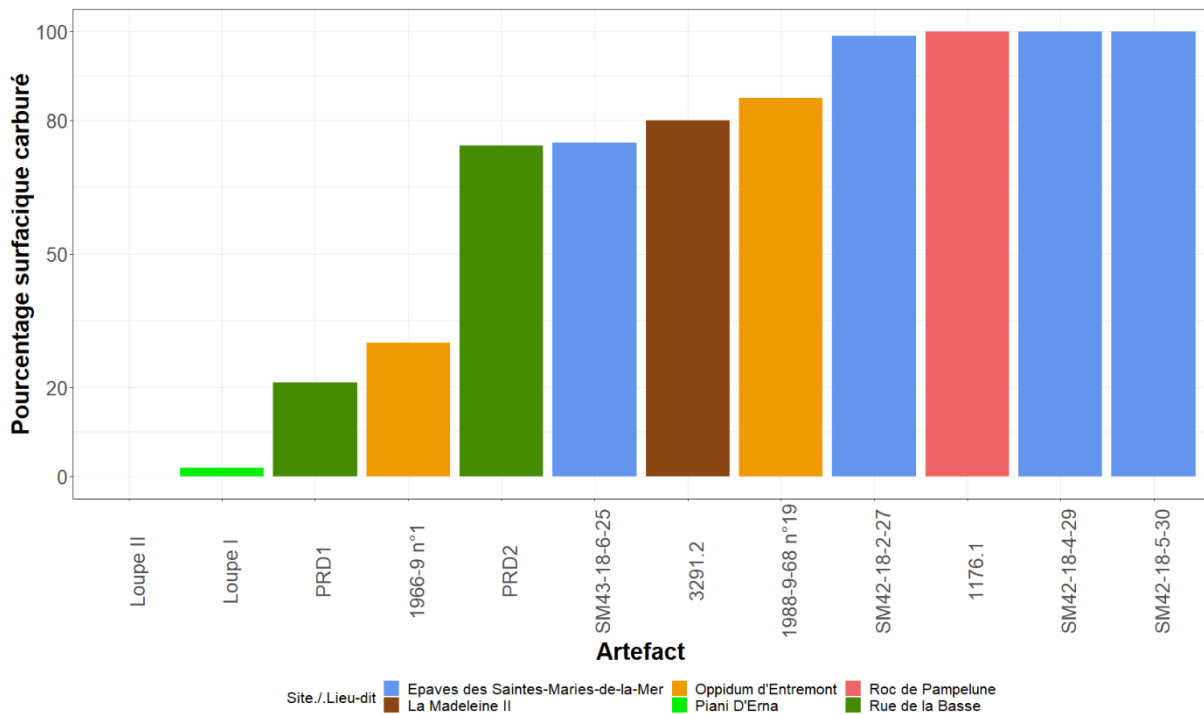


Figure 148 : Pourcentage surfacique carburé pour chacune des masses ou fragments de masse en cours de compactage.

Le groupe des objets aciérés regroupe toutes les masses en cours de compactage des épaves des Saintes-Maries-de-la-Mer, une masse en cours de compactage de Prades, la masse du Roc de Pampelune, celle de la Madeleine et une des masses découvertes sur l'oppidum d'Entremont. L'acier recouvre plus de 70 % de la surface, ce qui les place, d'après notre définition, dans la catégorie des demi-produits aciérés ou parmi les valeurs les plus hautes des demi-produits mixtes à dominance aciérée. La masse de Pampelune et celle de la Madeleine présentent une cohérence structurale. Elles sont composées majoritairement d'acier eutectoïde à cœur, puis en se rapprochant de la périphérie de l'objet, les teneurs en carbone décroissent

graduellement, jusqu'à la ferrite pour la masse de la Madeleine et jusqu'à 0,3 % de carbone pour la masse de Pampelune (G. Pagès, 2008). Ceci reflète une décarburation périphérique, que nous avons également mise en évidence sur certaines masses des Saintes-Maries-de-la-Mer. Ceci témoigne d'un début de travail de forge sous atmosphère oxydante. Pour la masse de la Madeleine, le cœur est trempé. La masse d'Entremont présente également des surfaces trempées. Elles se distinguent également par la présence d'acier très carburé sur plus de 80 % de leur surface. Des structures d'acier hypereutectoïdes sont visibles, comme nous l'avons aussi observé pour les Saintes-Maries-de-la-Mer. Ces masses présentent donc de nombreux points communs : une surface majoritairement aciérée, parfois trempée, et aux teneurs en carbone souvent élevées proche de l'eutectoïde, atteignant parfois même les valeurs des aciers hypereutectoïdes.

Le groupe des objets ferritiques regroupe les deux masses de Piani d'Erna, une masse en cours de compactage de Prades, et une des masses découvertes sur l'*oppidum* d'Entremont (P. Fluzin, 2006). Les deux masses de Piani d'Erna sont très similaires en termes de composition. Elles sont majoritairement composées de ferrite. Quelques zones carburées sont présentes. Pour l'une, elles sont localisées en périphérie de l'objet et autour des charbons de bois encore présents dans la matrice, à des teneurs en carbone comprises entre 0,1 et 0,6 %. Une surface trempée très localisée (perlite nodulaire et martensite), et donc probablement accidentelle, a été observée. Pour l'autre, les zones carburées sont situées autour des porosités, et à des teneurs comprises entre 0,2 % et 0,3 % de carbone (P. Fluzin, 2006). La masse de l'*oppidum* d'Entremont est composée à 70 % de ferrite mais présente des zones très aciérées (> 0,7 % de carbone) en périphérie de l'objet pouvant aller jusqu'à la fonte (M. Berranger et P. Fluzin, 2007). Ceci la rapproche de la masse de Prades (PRD-1), qui présente aussi des structures d'acier hypereutectoïde à une extrémité.

En termes de distribution chronologique, les masses aciérées se retrouvent aussi bien pour le Haut-Empire que pour le Bas-Empire et l'Antiquité tardive. En revanche, les masses ferritiques ont été observées seulement pour le Haut-Empire. Enfin, on ne note pas de différence en termes de nature des alliages, entre les masses issues d'un contexte de circulation et celles issues d'un contexte de forge, ni entre les masses entières et les fragments de masse brutes déjà travaillés.

Les lopins étudiés peuvent également se répartir entre ces deux mêmes groupes majoritairement ferritiques ou aciérés. Le lopin de la Domergue est très peu carburé, à

dominance ferritique avec quelques rares zones très aciérées, tandis que le lopin de l'épave SM41 présente une nature de métal proche de celles des masses brutes très aciérées et trempées.

Le corpus de barres a été enrichi des données issues de l'analyse de barres de Saintes-Maries-de-la-Mer et de Bagaud 2 (Bouches-du-Rhône) par Gaspard Pagès (G. Pagès, 2008).

On remarque que les barres peuvent se retrouver dans chacune des catégories définies (*cf. supra* §F1.a.i), il ne semble pas y avoir de tendance générale concernant leur nature. La majorité des barres appartiennent à la gamme des objets ferritiques et sont très faiblement carburées ($\%C^* < 0,1$). Toutefois, certaines barres peuvent également appartenir à la gamme des objets aciérés et être fortement carburées ($\%C^* > 0,6$). Ces différences de nature sont à relier avec les besoins des acquéreurs. Nous y reviendrons. De plus, nous avons volontairement choisi ici de ne pas considérer la typologie de ces barres pour nous consacrer uniquement à la nature du métal. La correspondance entre nature du métal et forme de la barre fera l'objet d'une seconde partie dans cette synthèse (*cf. infra* §I.F.2).

Enfin, si les barres du Bas-Empire et de l'Antiquité tardive sont numériquement moins représentées, il ne semble pas non plus y avoir de distinction dans la nature du métal entre le Haut-Empire et les périodes plus tardives (Figure 149).

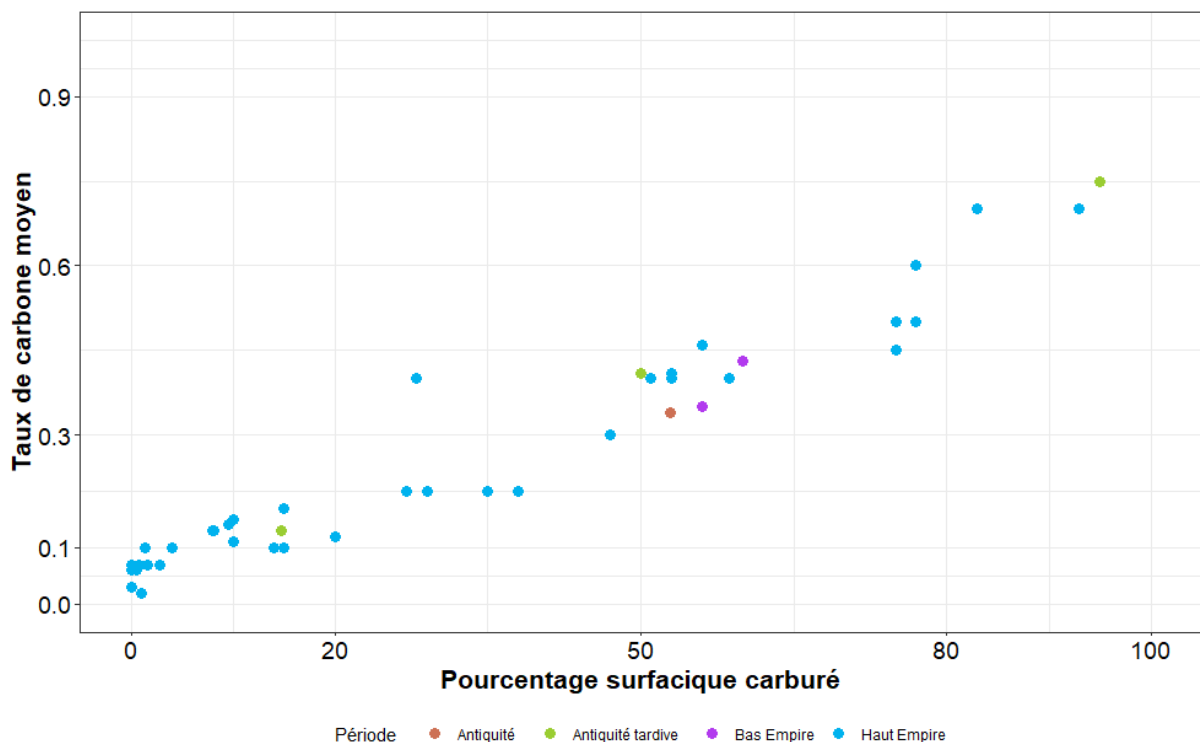


Figure 149 : Pourcentage surfacique carburé et taux de carbone moyen en fonction de la période chronologique considérée.

L'homogénéité interne des masses en cours de compactage (majoritairement ferritiques ou majoritairement aciérées) pose question face à l'hétérogénéité des barres. En effet, si l'on

considère que ces masses homogènes pouvaient servir à l'élaboration des barres les plus homogènes (entièrement ferritiques ou aciérées) ou encore à celles des barres constituées de plusieurs loupes de nature différentes¹²⁵ soudées entre elles (et donc hétérogènes), on ne note pas d'incompatibilité majeure entre la nature des deux types de demi-produits. Toutefois, pour les barres pour lesquelles aucune soudure n'est observée, l'hétérogénéité est souvent considérée comme le reflet des conditions hétérogènes régnant dans les bas fourneaux. Elles devraient donc se retrouver également dans la masse brute. Peut-on alors considérer ces masses ou fragments de masses en cours de compactage représentatives de la nature des productions au stade primaire de la chaîne opératoire ?

Il est envisageable, pour les fragments de masse en cours de compactage, qu'un tri de la matière soit réalisé afin d'isoler au sein d'une masse brute hétérogène des fragments de nature spécifique (et donc homogènes). Si l'on considère le fragment PRD-1, pour lequel le martelage a débuté puis s'est interrompu, on note que les parties les mieux épurées et les plus martelées sont les parties ferritiques. La partie composée d'acier très fortement carburé (%C > 0,8%), majoritaire sur l'objet, n'est que peu martelée. Ce constat pourrait laisser entendre qu'un tri de la matière a été réalisé par les forgerons et que les parties trop carburées et trop dures pour pouvoir être travaillées ont été rejetées. Il faut toutefois nuancer ce propos car on remarque, sur le même site, que le fragment de masse PRD-2 issu du même lot que le fragment PRD-1 et majoritairement ferritique, n'a pas été davantage travaillé. De plus, les masses en circulation des Saintes-Maries-de-la-Mer présentent systématiquement des structures très carburées. La masse SM42-18-5-30, en circulation, est entièrement composée d'acier hypereutectoïde. Ce type de structure devait donc pouvoir être travaillé par le forgeron si elle était amenée à circuler.

De plus, l'homogénéité des masses ou fragments de masses brutes ne peut s'expliquer uniquement par un tri de la matière car les masses plus volumineuses ou entières d'Entremont, de Piani d'Erna et des Saintes-Maries-de-la-Mer sont elles aussi très homogènes. L'homogénéité de ces fragments peut donc simplement être inhérente à l'homogénéité de la masse initiale. Cette homogénéité de la teneur en carbone est par ailleurs très étonnante quand on connaît l'hétérogénéité des conditions thermodynamiques et cinétiques dans les bas fourneaux, elle semble impliquer au contraire un contrôle poussé de la conduite de la réduction. D'après les observations réalisées sur les masses de Piani d'Erna, la réduction semble avoir été menée d'après l'auteur, de manière identique, permettant de fournir une nature de métal similaire (P. Fluzin, 2006).

¹²⁵ C'est le cas par exemple de certaines barres de type 1L ou 4L (Pagès, 2008)

Il semblerait donc que dans certains cas, la conduite de la réduction soit responsable de la grande homogénéité des masses brutes en circulation. Ces masses peuvent donc être considérées comme représentatives d'une partie de la production des masses brutes antiques, mais des masses plus hétérogènes, devaient également être amenées à circuler, considérant l'hétérogénéité interne aux barres.

b) De la masse brute à la barre : gradation des propriétés inclusionnaires

Les pourcentages inclusionnaires sont très variables au sein de notre corpus d'étude. Ils varient de 0,3 à 47 %. Contrairement aux critères portant sur la nature des alliages pour laquelle seules des tendances ont pu être dégagées, ces variations significatives du pourcentage inclusionnaire sont à relier à la présence au sein de notre corpus d'artefacts issus de différents stades de la chaîne opératoire.

Si l'on considère les résultats obtenus pour l'ensemble des demi-produits du corpus, nous proposons de définir les propriétés inclusionnaires comme:

- Très basses si le pourcentage inclusionnaire est supérieur à 20 %.
- Basses s'il est compris entre 15 et 20 %
- Moyennes s'il est compris entre 10 et 15 %
- Elevées s'il est compris entre 5 et 10 %
- Très élevées si le pourcentage inclusionnaire est inférieur à 5 %.

L'amplitude des valeurs des pourcentages atteints étant plus importante pour notre corpus, nous avons choisi d'élargir les gammes définies préalablement par Gaspard Pagès¹²⁶ pour d'autres demi-produits antiques. Toutefois, sa classification peut être employée de façon complémentaire afin de caractériser plus finement les demi-produits que nous considérons comme ayant une propriété inclusionnaire très élevée.

Les valeurs des pourcentages inclusionnaires pour chacun des objets du corpus sont présentées en Figure 150. Dans la majeure partie des cas, on remarque, une diminution significative du pourcentage inclusionnaire des demi-produits les plus bruts (masses en cours de compactage) aux demi-produits les plus mis en forme (barres). En effet, les masses en cours

¹²⁶ Pour rappel, la propriété inclusionnaire est qualifiée de très élevée si le pourcentage inclusionnaire est inférieur à 1 %, élevée s'il est compris entre 1 et 2 %, moyenne s'il est compris entre 2 et 3 %, basse s'il est compris entre 3 et 4 % et très basse s'il est supérieur à 4 % (cf. chapitre I).

de compactage possèdent des propriétés inclusionnaires basses ou très basses, le pourcentage inclusionnaire est compris entre 17 et 46 %. Les barres possèdent des pourcentages inclusionnaires compris entre 0,5 et 13 % et donc des propriétés inclusionnaires très élevées, élevées ou moyennes. Dans la majorité des cas, elle est très élevée. Des masses en cours de compactage aux barres, les porosités se font moins nombreuses, elles se referment progressivement et ne sont plus visibles à l'œil nu. Subsistent encore quelques inclusions très fines et réparties de façon homogène sur la section. Le pourcentage inclusionnaire est alors majoritairement représenté par les inclusions et non plus par les porosités.

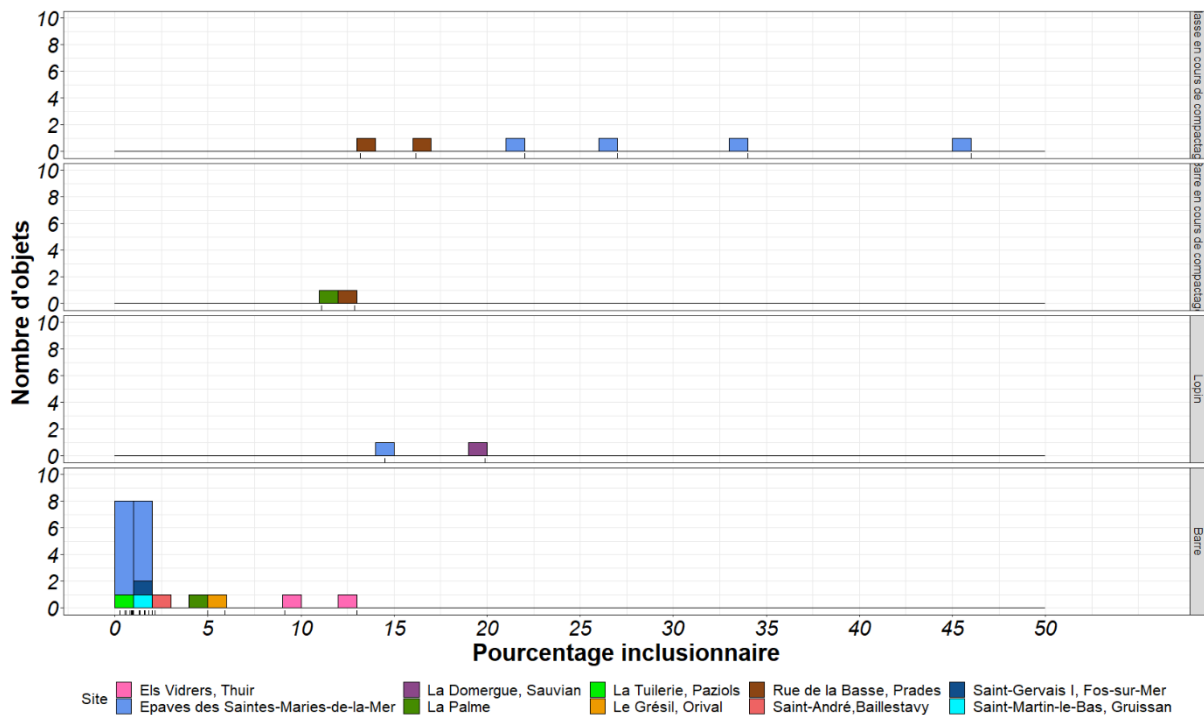


Figure 150 : Répartition des valeurs des pourcentages inclusionnaires en fonction du type de demi-produit considéré (de haut en bas : masse en cours de compactage, barre en cours de compactage, lopin et barre)..

Il est donc tentant de relier l'aspect extérieur du demi-produit et son degré de martelage apparent à une de ses caractéristiques internes : le pourcentage inclusionnaire. Dans certains cas, plus l'objet semble avoir été martelé, plus il est propre. En effet, les masses des Saintes-Maries-de-la-Mer ne présentent pas ou quasiment pas de surfaces martelées contrairement aux fragments de masses de Prades. De ce fait, comme nous l'avons vu, elles possèdent un pourcentage inclusionnaire nettement supérieur à celui des fragments de masses de Prades, qui semblent donc issus d'un stade de mise en forme plus avancé et pour lesquels le travail d'épuration a débuté. Cependant, ce constat n'est pas toujours vérifié et l'aspect extérieur peut parfois s'avérer trompeur. Les lopins, qui possèdent davantage de surfaces martelées que les barres en cours de compactage ou les masses en cours de compactage de la Palme et de Prades,

possèdent pourtant un pourcentage inclusionnaire plus élevé. Il semblerait donc dans certains cas, que ce soit la forme requise qui prédomine sur la qualité. Dans le cas des lopins, les forgerons n'ont visiblement pas cherché à épurer davantage le métal mais simplement à lui donner une forme. Ainsi, la répartition des inclusions et des porosités au sein des lopins est inhérente à leur mode de fabrication. La propreté inclusionnaire est meilleure à proximité des surfaces qu'au cœur de l'objet, là où subsistent de grandes porosités encore largement ouvertes car la matière n'a été que peu travaillée.

La présence d'une barre en cours de compactage et de deux fragments de masses en cours de compactage sur le site de Prades permet de comparer, sur un même site, l'évolution des pourcentages inclusionnaires en fonction du degré de mise en forme. Si la barre en cours de compactage est davantage mise en forme, sa propreté inclusionnaire n'est pas très différente de celles des fragments de masses en cours de compactage. Il est donc envisageable que sur le site de Rue de Basse, les fragments de masse brute soient compactés afin de leur donner une forme avant de les commercialiser sans pour autant chercher à les épurer davantage. Au contraire, à la Palme, les deux demi-produits retrouvés présentent une nature de métal très semblable : ils sont majoritairement ferritiques et présentent quelques zones aciérées pouvant atteindre l'hypereutectoïde. Cependant, leur mise en forme est à un stade d'épuration très différent : l'un est une barre en cours de compactage, l'autre est une barre 4C bien mieux épurée. On peut penser que la barre en cours de compactage est une préforme de la barre 4C. L'acquisition de ces produits de même nature, mais à des stades différents d'épuration, visait donc probablement à répondre à des demandes différentes.

Enfin, on peut penser que moins le demi-produit est épais, plus il a été martelé et donc probablement plus épuré et compacté. L'élaboration d'artefacts fins comme les tôles nécessitent une propreté inclusionnaire élevée car les inclusions sont des points de fragilité dans le métal qui peuvent engendrer des ruptures et des fissures. Les analyses menées par Gaspard Pagès sur les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer montrent une homogénéité des pourcentages inclusionnaires par type de barres, et indiquent que c'est l'épaisseur de la section, et donc l'aplatissement de la barre qui influe sur cette propreté, davantage que la petitesse de la section.

Pour les demi-produits de notre corpus à un stade de mise en forme avancé (quatre ou six faces planes), on ne note pas de tendance générale (Figure 151). Toutefois, il faut préciser que les variations de pourcentage inclusionnaire et d'épaisseur sont faibles. Dans la majorité des cas, ils sont respectivement inférieurs à 2% et 4 cm. De plus, pour une même épaisseur, seuls deux ou trois objets sont considérés. On note cependant que les demi-produits de plus de

4 cm d'épaisseur ont des pourcentages inclusionnaires plus élevés. Les demi-produits les moins épais semblent donc plus propres.

On remarque toutefois que, pour la barre de la Palme, dont la largeur est proche de celle des barres de Thuir, mais dont l'épaisseur est plus importante, le pourcentage inclusionnaire est bien plus faible. Ceci tend à montrer que la volonté du forgeron doit être prise en considération, dans le cas de la barre de type 4C de la Palme, un travail d'épuration soigné a été apporté, tandis que pour les barres de Thuir, c'est la mise en forme qui a primé sur la volonté d'épurer le matériau.

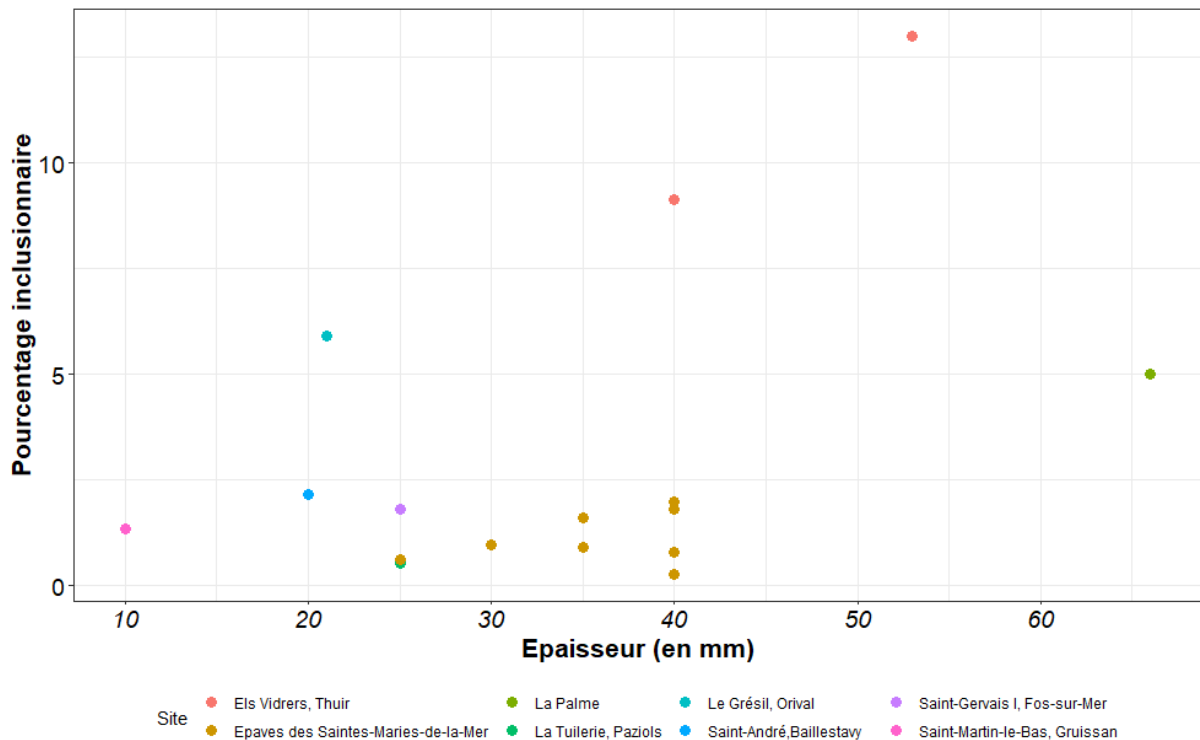
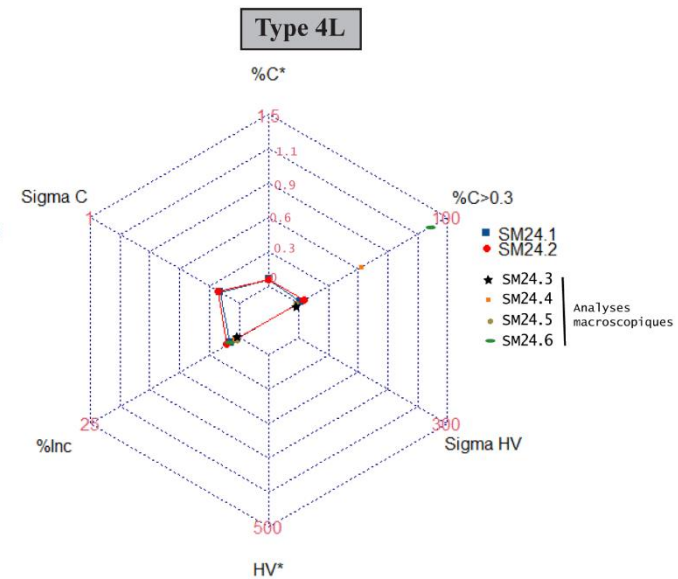
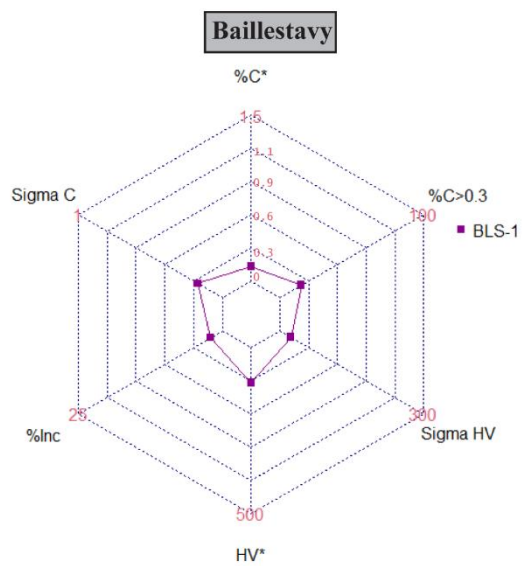
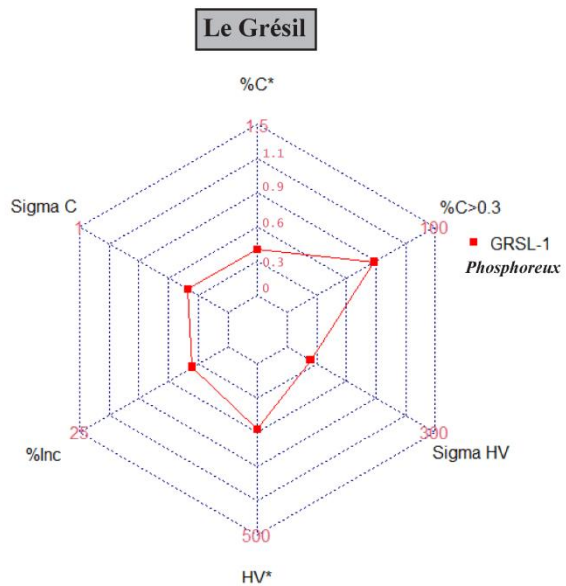
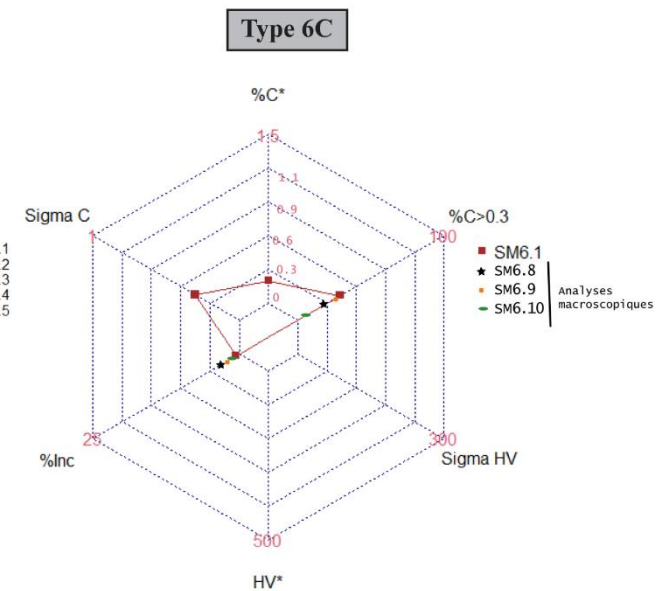
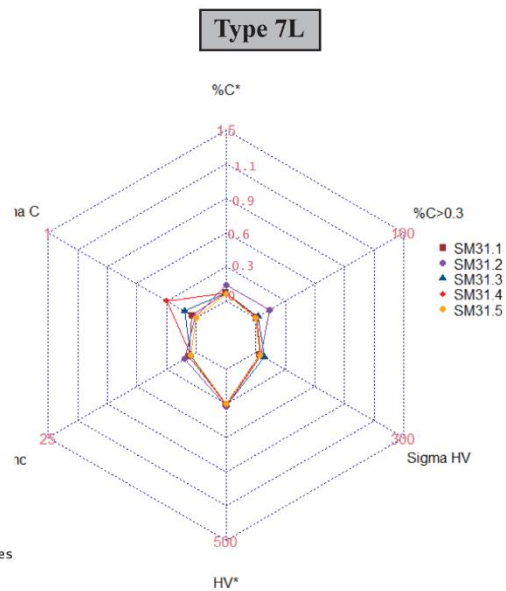
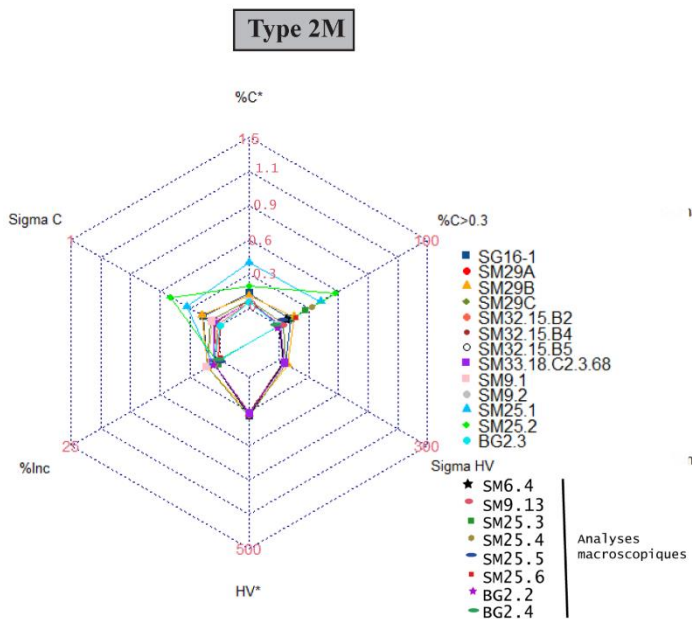


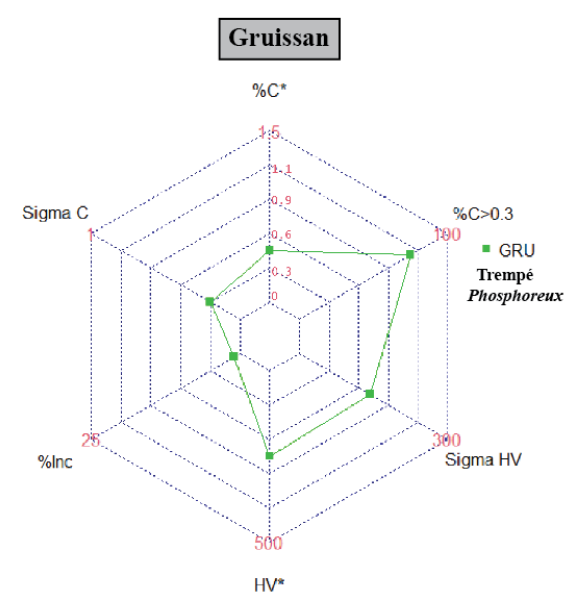
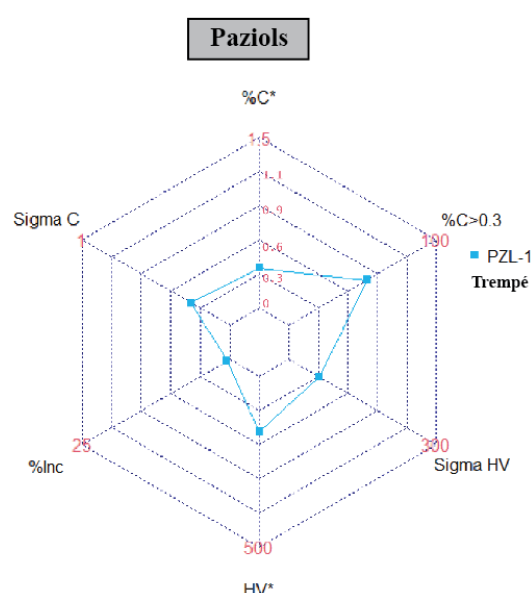
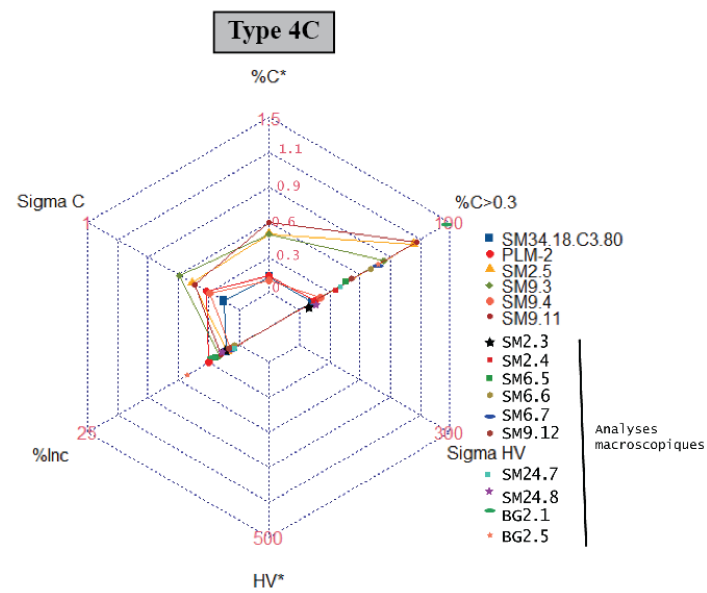
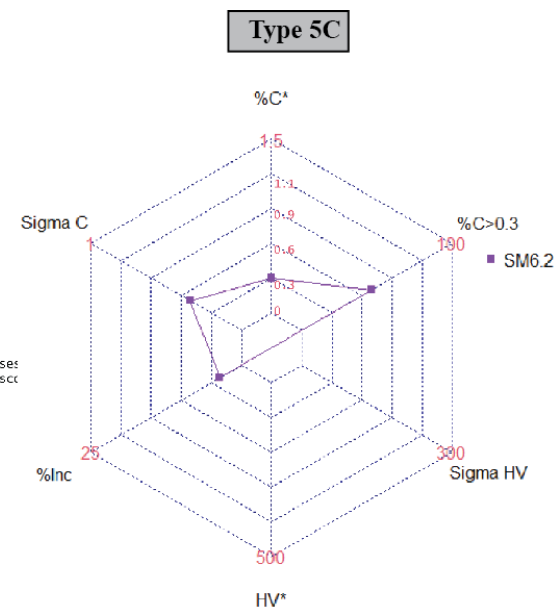
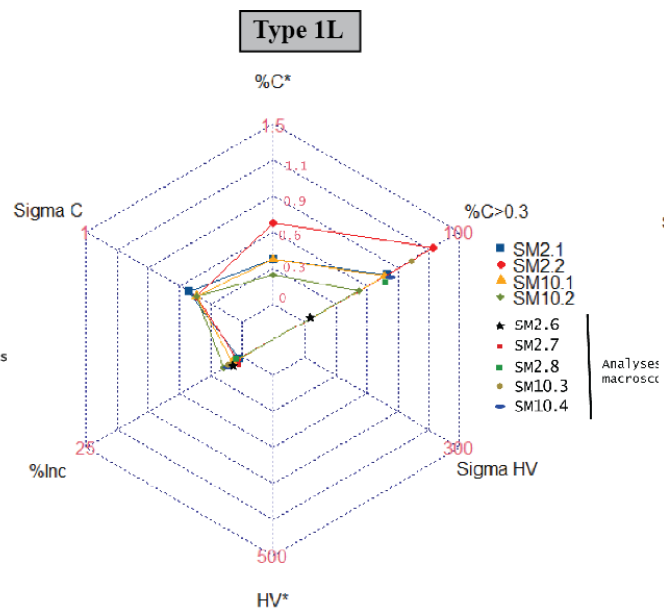
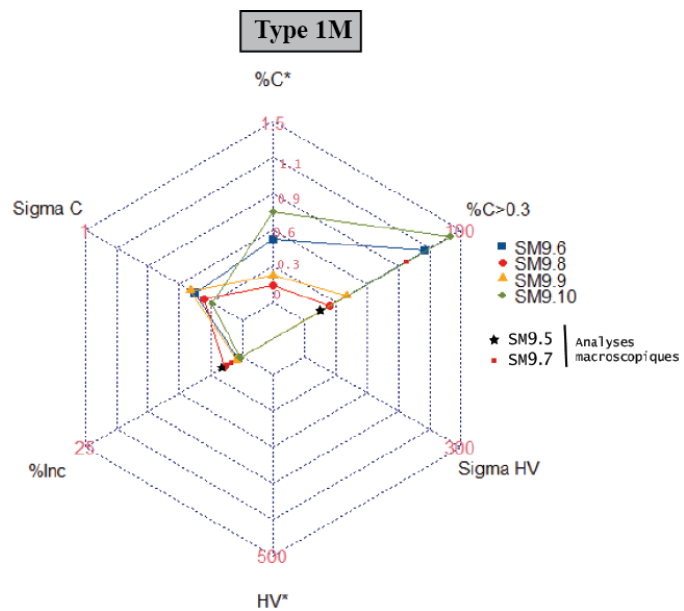
Figure 151 : Relation entre l'épaisseur de la barre et sa propreté inclusionnaire.

En tenant compte de l'ensemble des paramètres décrits précédemment pour définir la nature du métal, nous remarquons que les combinaisons sont multiples et les natures de métal peuvent être très diverses. Cette diversité doit permettre de répondre à la demande et aux besoins des consommateurs. En ce sens, nous voyons donc l'importance de la reconnaissance des natures de métal par le forgeron dans l'optique de faire connaître cette nature du métal au moment de sa diffusion, et pour ce faire la forme du demi-produit pouvait être un élément important.

2. Des formes, des qualités et des standards

L'étude des vingt-et-une barres du corpus a permis de mettre en évidence une grande variabilité dans les natures de métal en circulation, mais aussi une grande diversité des formes de ces barres. Afin de servir de support à la discussion qui va suivre, la Figure 152 regroupe, par type de barre, les caractéristiques concernant la nature et la dureté du métal. Les barres dont la morphologie ne pouvait être rattachée à aucun des types connus sont présentées sur un graphique qui leur est propre.





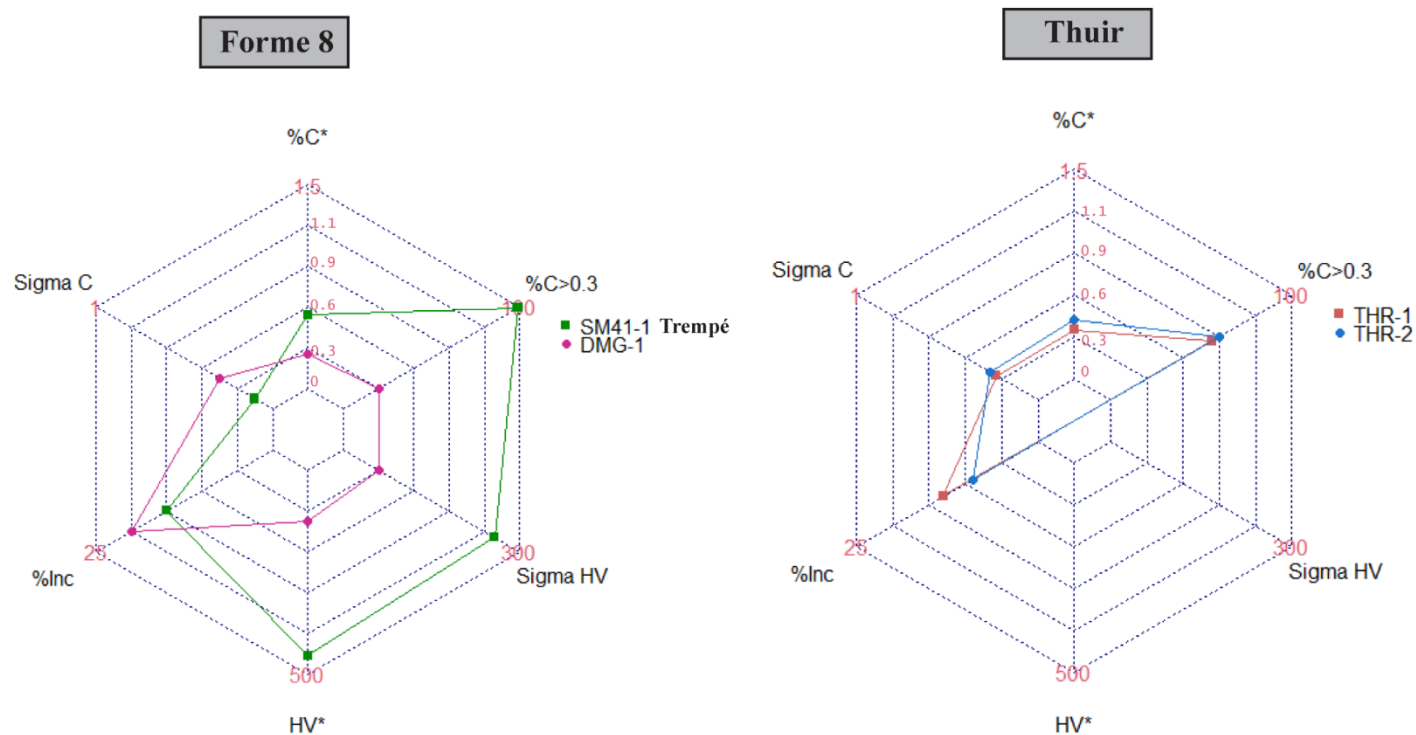


Figure 152¹²⁷ : Caractéristiques métallographiques et de microdureté pour les barres étudiées à l'échelle microscopique pour notre corpus et par Gaspard Pagès, en fonction de leur typologie.

¹²⁷ Les données présentées sont celles issues de l'analyse des demi-produits de ce corpus et de celui étudié par Gaspard Pagès (Pagès, 2008). Une branche de l'étoile correspond à un des paramètres parmi le taux de carbone moyen (%C*), le pourcentage surfacique carburé (%C > 0,3), l'écart type à ce taux de carbone (Sigma C), la microdureté moyenne (HV*), l'écart type à la microdureté (Sigma HV) et le pourcentage inclusionnaire (%Inc). Lorsque les sections étudiées étaient trop volumineuses, les analyses de microdureté n'ont pu être réalisées. C'est pourquoi ; certains graphiques sont incomplets. Pour les objets volumineux pour lesquels l'intégralité de la section ne peut être étudiée, une première analyse a lieu à l'échelle macroscopique (cf. chapitre IV). Elle permet d'examiner la répartition des inclusions et des zones carburées (% C>0,3) et d'estimer leur pourcentage surfacique pour la section entière. Une partie de cette section, jugée représentative de l'ensemble, est ensuite prélevée pour analyse à l'échelle microscopique et un pourcentage inclusionnaire (%Inc), un pourcentage surfacique carburé (%C > 0,3) et un taux de carbone moyen (%C*) peuvent être déduits. Les valeurs indiquées sont celles issues de l'analyse microscopique, de la section entière de l'objet ou d'une partie de cette section. Certaines barres n'ont été étudiées uniquement qu'à l'échelle macroscopique. Dans ce cas, les valeurs indiquées pour le pourcentage surfacique carburé et le pourcentage inclusionnaire concernent la section entière de l'artefact et sont déduites des analyses macroscopiques. Les artefacts concernés sont indiqués dans la légende des graphiques étoiles.

a) Des correspondances entre formes et qualités

Nos travaux menés à partir des barres des Saintes-Maries-de-la-Mer ont permis d'enrichir la recherche menée par Gaspard Pagès (Pagès, 2008) et de développer les correspondances entre forme et qualité pour de nouveaux types.

L'analyse des barres de type 2M a permis de confirmer que ces barres sont toutes majoritairement ferritiques. Cette correspondance a pu être étendue à d'autres demi-produits du bassin méditerranéen (Figure 152) comme celui de Saint-Gervais (Fos-sur-Mer). Elle montre l'implication d'autres bras du Rhône, que celui de Saint-Ferréol, pour la diffusion des demi-produits (*cf.* chapitres II et III). Pour ces barres de type 2M, les duretés mesurées sont toutes centrées autour de 100 HV, valeur cohérente à celle attendue pour un matériau ferritique. Par ailleurs, les analyses de traction ont montré que la valeur de l'allongement à la rupture pour ce type de barre était parmi les valeurs les plus élevées mesurées, en comparaison à d'autres types de barres. Ces analyses permettent donc de dire, comme l'indique Gaspard Pagès, que le type 2M pourrait être employé dans la conception de tout ou partie d'objets ductiles, ne nécessitant pas d'être durs (Pagès, 2008).

La correspondance entre forme et qualité s'est également vérifiée pour un autre type de barres : le type 7L. En effet, les cinq barres analysées sont majoritairement ferritiques, leur pourcentage surfacique carburé ($\%C > 0,3$) est toujours inférieur à 10 % et leur taux de carbone moyen inférieur à 0,2 %. De plus, leur pourcentage inclusionnaire est faible, inférieur au pourcent (*cf. supra* §I.D.1.a). Elles possèdent une nature de métal en tout point similaire à celle des barres de type 2M (Figure 152).

Il est intéressant de noter également que les barres de type 6C possèdent des natures de métal équivalentes à celles du type 2M et donc du type 7L (Figure 152). La différence réside dans une propreté inclusionnaire plus élevée pour les barres de type 6C, ce qui amène Gaspard Pagès à considérer que ce type possède une valeur ajoutée plus importante (G. Pagès, 2008). Néanmoins, si les différences en termes de propreté inclusionnaire existent, elles sont très faibles. De plus, ce paramètre peut être modifié par l'action du forgeron en épurant davantage le matériau. Ainsi, à nature de métal quasiment équivalente, il faut aussi envisager que la forme du demi-produit peut conduire l'acquéreur à privilégier le choix d'un type de barre par rapport à un autre. Ces formes pourraient être destinées à des usages différents et à des domaines de

destinations fonctionnelles spécifiques. La grande longueur¹²⁸ des barres de type 7L leur confère une valeur ajoutée supérieure aux autres types de barres précédemment cités. Elles pourraient être employées pour l'élaboration d'objets fins et longs tandis que le type 6C pour celui d'objets plus courts et plus massifs (Pagès, 2008).

D'autres types sont majoritairement aciérés mais présentent une grande diversité interne. L'analyse d'une barre de type 4C a permis de confirmer la grande hétérogénéité des natures de métal pour ce type. En effet, la barre étudiée possède un pourcentage surfacique carburée de 8 %, située dans les valeurs les plus basses atteintes pour cette forme. Ainsi, si les barres de type 4C sont majoritairement aciérées, certaines comportent une part non négligeable de ferrite. Il s'est avéré que la correspondance entre forme et nature de métal pouvait s'appliquer à d'autres demi-produits du bassin Méditerranéen comme la barre de Palme (Aude) qui elle aussi possède une faible proportion de sa surface aciérée (Figure 152). Elle est un exemplaire inédit de ce type découvert en contexte terrestre. Cette même diversité est à noter sur les barres de types 1L et 1M, même si, de façon majoritaire, ceux-ci sont aussi plutôt aciérés. Cette variabilité se retranscrit également par les analyses de traction qui montrent que les barres de type 1L et 1M présentent des comportements similaires, mais très hétérogènes au sein d'un même type.

Pour ces trois types, des différences peuvent être remarquées concernant le pourcentage inclusionnaire, généralement plus faible pour les types 1M et 1L. De ce fait, si ces trois types de barres peuvent être employés dans la conception de tout ou partie d'objets résistants et durs, les barres de type 1M et 1L produiront des objets de meilleure qualité (G. Pagès, 2008). Ici encore, la forme de la barre est à considérer puisqu'à nature de métal équivalente, les barres 1L, plus longues présentent donc une valeur ajoutée plus importante, et les destinent à la conception d'un type d'objets différent de ceux envisagés à partir des barres massives de type 4C.

Enfin, un dernier type a été étudié : la forme 8 représentée par des lopins circulaires. Le lopin étudié pour ce type est composé entièrement d'acier. Il semble donc être le seul type des produits des Saintes-Maries-de-la-Mer à présenter cette particularité. De plus, il montre que des demi-produits trempés étaient amenés à circuler. Etant donné qu'un seul lopin a été analysé, nous ne pouvons tirer de conclusion sur la correspondance entre forme et qualité pour ce type de demi-produits.

¹²⁸ Elles peuvent parfois atteindre 1,50 m (cf. chapitre III)

Ainsi, pour les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer et d'autres demi-produits du bassin méditerranéen, pour la période du Haut-Empire, des natures de métal spécifiques pouvaient être reconnues grâce à des formes de barres identifiables. Ceci semble les destiner à des domaines de destinations fonctionnelles particuliers. Il faut néanmoins préciser que, si la nature du métal et la forme permet d'établir des rapprochements entre certaines barres, les essais de traction ont montré que de grandes différences internes aux groupes morphologiques existaient. Par exemple, les barres de types 6C et 2M, pourtant composées d'une même nature d'alliage, présentent un comportement mécanique différent.

Pour des périodes plus tardives, pour le Bas-Empire, sur le site de Thuir, deux courtes barres en contexte de circulation ont été identifiées. Ces barres présentent des caractéristiques morphologiques et métrologiques en tous points similaires. De plus, leur analyse a permis de montrer que la nature du métal qui les compose est également très proche (Figure 152). La propreté inclusionnaire de ces barres, qualifiée de basse, ainsi que la répartition des inclusions dans la matrice métallique, montre que la volonté de mise en forme de la matière par les forgerons a primé sur la volonté d'épurer la matière. Par ailleurs, ces barres présentent toutes deux des zones aciérées à hauteur de 60 % de la surface. Ainsi, cette correspondance morphologique, métrologique et structurale pourrait attester de la persistance de la standardisation des formes pour le Bas-Empire.

b) D'autres formes et d'autres natures

Pour le Haut-Empire, la barre de Gruissan (Aude) a permis de montrer que d'autres formes, différentes de celles des Saintes-Maries-de-la-Mer, circulaient dans le bassin Méditerranéen à la même période. La microstructure de cette barre pourrait la rapprocher des barres de type 1L ou 1M en considérant les pourcentages surfaciques carburés et les propretés inclusionnaires les plus élevés atteintes pour ce type de barre (Figure 152). Toutefois, elle est phosphoreuse et présente la particularité d'être trempée, ce qui lui confère une dureté élevée. Cette barre présente donc une forme et une nature de métal dissociées des standards connus pour le Bassin Méditerranéen à cette période.

Pour d'autres cas, comme pour la barre du Grésil (Seine-Maritime), si sa forme, ou du moins sa section, l'apparentait à première vue à un fragment de barre de type 2M, l'analyse métallographique montre que ni la forme ni la nature ne s'en approche (Figure 152). Elle est donc beaucoup plus courte que les barres de type 2M (*cf.* chapitre III). De plus, elle est plus

carburée que les barres de type 2M et présente une dureté supérieure dû à la présence de carbone et de phosphore. Elle présente également une propriété inclusionnaire plus basse. Ainsi la correspondance entre forme et qualité n'est ici pas respectée. Cette barre, issue d'un contexte géographique éloignée au sud de la Gaule, semble donc dissociée des standards en vigueur dans le bassin Méditerranéen.

Dans d'autres cas, certaines barres, issues de contextes plus tardifs, laissaient penser que leur forme pouvait être une forme dérivée de celles des Saintes-Maries-de-la-Mer. C'est le cas par exemple de la barre de Paziols (Aude), qui présente une morphologie similaire à la barre de Chilly-Mazarin (Essonne) datée du Bas-Empire (M. Berranger, 2013) et à celles d'Aoste (Hérault) datée du Haut-Empire (J. Rougier, 1987), elles-mêmes apparentés aux barres de type 5C des Saintes-Maries-de-la-Mer (*cf.* chapitre III). Toutefois, la section de la barre de Paziols est plus fine. Il pourrait donc s'agir d'un type spécifique, partiellement dérivé de la typologie des Saintes-Maries-de-la-Mer. Si la barre de Chilly-Mazarin présente une corrélation structurale avec les barres de types 5C, la barre de Paziols est différente. En effet, la barre de Chilly-Mazarin est composée uniquement de ferrite. Quelques zones d'acier très localisées sont visibles, mais elles restent minoritaires (M. Berranger, 2013). En revanche, la barre de Paziols présente plus de 50 % de sa surface aciérée ($\% C > 0,3$) et trempée. Ainsi si la barre de Chilly-Mazarin laisse à penser qu'il existait une continuité dans les standards appliqués, entre le Haut-Empire et le Bas-Empire, la barre de Paziols n'a pas permis de renforcer cette hypothèse.

Dans le même ordre d'idée, le lopin de la Domergue (Hérault) daté du V^{ème} siècle et retrouvé en contexte de forge présente une masse et des dimensions identiques au lopin des Saintes-Maries-de-la-Mer (forme 8 de la typologie) issu d'un contexte de circulation pour le Haut-Empire (*cf.* chapitre III). Ainsi, le lopin de la Domergue pourrait correspondre à une forme dérivée de la forme 8 de la typologie des Saintes-Maries-de-la-Mer pour un contexte plus tardif. La nature du métal de ces lopins n'a pas permis de valider cette hypothèse. Du point de vue de la propriété inclusionnaire, elle est similaire pour les deux lopins. Le métal a été mis en forme mais n'est que faiblement compacté et épuré. Cependant, comme nous l'avons vu, la nature du métal des lopins est différente. L'un est majoritairement ferritique, l'autre est aciéré (Figure 152). Il ne semble donc pas exister de corrélation entre ces deux lopins provenant de deux périodes chronologiques distinctes.

Enfin, pour l'Antiquité tardive, la barre de Baillestavy (Pyrénées-Orientales) montre que circulent des barres ferritiques qui possèdent une propreté inclusionnaire très élevée. Cette nature de métal similaire aux barres de type 2M des Saintes-Maries-de-la-Mer pour le Haut-Empire, s'exprime toutefois sous une forme différente (Figure 152). En effet, la barre de Baillestavy présente une section rectangulaire et elle est plus courte que les barres de type 2M.

II. Le mobilier de Castel-Minier

Dans cette partie, seront détaillés les résultats métallographiques relatifs au corpus issu du site de Castel-Minier. Ce dernier a connu quatre grandes phases d'occupation (F. Téreygeol, 2017), exposées dans le chapitre II, correspondant à des changements dans les infrastructures de production. Les résultats métallographiques seront donc présentés en suivant cette segmentation chronologique. Ce mode de présentation nous permettra, dans une dernière partie, de décrire la nature du métal produit et de discuter l'influence du système de production.

A. Première période d'occupation (fin XIII^{ème} siècle– début XIV^{ème} siècle) :

Trois artefacts ont été étudiés pour cette première période. Ces artefacts peuvent être considérés comme des ébauches d'objets (*cf.* chapitre III). La Figure 153 en présente les principales caractéristiques métallographiques que nous allons détailler point par point dans la suite. Les micrographies et les informations complémentaires relatives à ces objets sont rassemblées dans le catalogue analytique situé dans le volume Annexes.

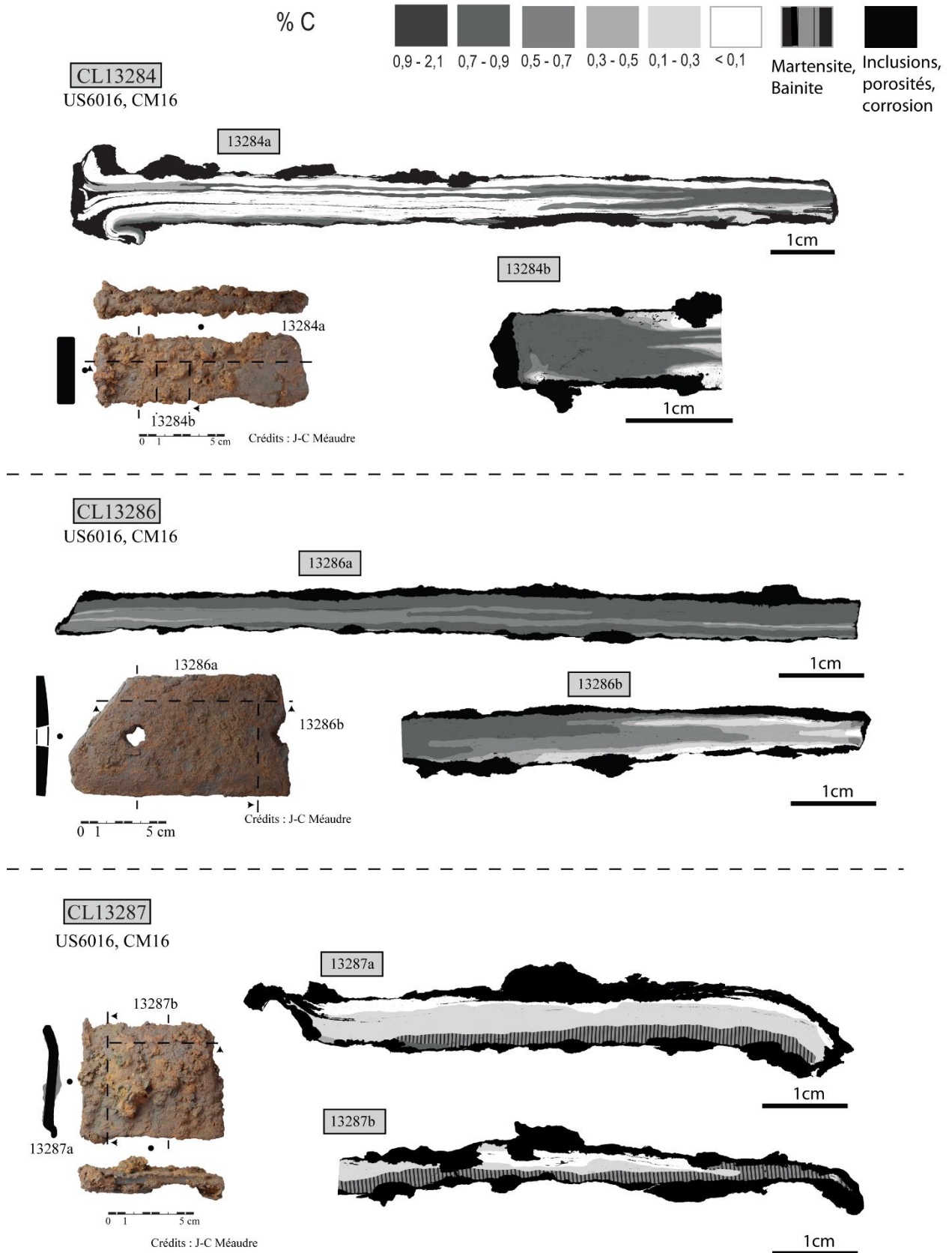


Figure 153 : Caractéristiques métallographiques des trois objets analysés pour la fin du XIII^{ème} - début du XIV^{ème} siècle.

1. Propreté inclusionnaire

Le pourcentage surfacique inclusionnaire pour chacun des demi-produits est inférieur à 2 % (Tableau 52). Les inclusions sont fines ($< 10 \mu\text{m}$ en moyenne), réparties de façon homogène sur l'ensemble de la surface et suivent le sens de l'allongement de la matière par martelage. L'alignement régulier des inclusions peut témoigner d'un corroyage intense de la matière mais aussi marquer la présence de ligne de soudures.

2. Microstructures et composition

Les trois artefacts étudiés sont hétérogènes et se caractérisent par la coexistence de zones ferritiques et de zones aciérées s'organisant le plus souvent sous forme de bandes orientées dans le sens de l'allongement de la matière suite au martelage (Figure 153). De nombreuses lignes de soudures sont visibles, superposées les unes aux autres. De part et d'autre de celles-ci, la nature du métal peut être identique ou non et dans certains cas, une décarburation peut être observée. Pour les deux sections analysées pour l'artefact CL13287 (CM16, US6016), les bandes de carburation diverses forment un gradient de carbone de la partie supérieure ferritique à la partie inférieure aciérée et trempée par endroits (Figure 153).

Dans les zones carburées, la perlite a majoritairement été observée sous forme lamellaire. L'observation systématique de structures de Widmanstätten, identifiables par la présence de ferrite aciculaire, montre que le refroidissement a eu lieu loin des conditions d'équilibre thermodynamique. Des structures martensitiques et bainitiques ont été observées pour le demi-produit CL13287 (CM16, US6016). Cependant, un revenu partiel a été opéré car les structures de martensite laissent place par endroits à de la cémentite sous forme de globules. Ce revenu a eu pour conséquence de diminuer la dureté de ces phases trempées (autour de 180 HV). Pour les artefacts CL13286 (CM16, US6016) et CL13284 (CM16, US6016), de la perlite nodulaire a été observée localement, entourée de perlite lamellaire dans une zone à 0,8 % de carbone. Cette structure témoigne également d'un refroidissement rapide de la matière. Enfin, même si dans la majorité des cas, les teneurs en carbone des zones carburées ne dépassent pas la valeur de l'eutectoïde, des zones d'acier hypereutectoïde, caractérisées par des aiguilles et des plaquettes de cémentite, sont visibles en périphérie de l'échantillon CL13284a (Figure 154).

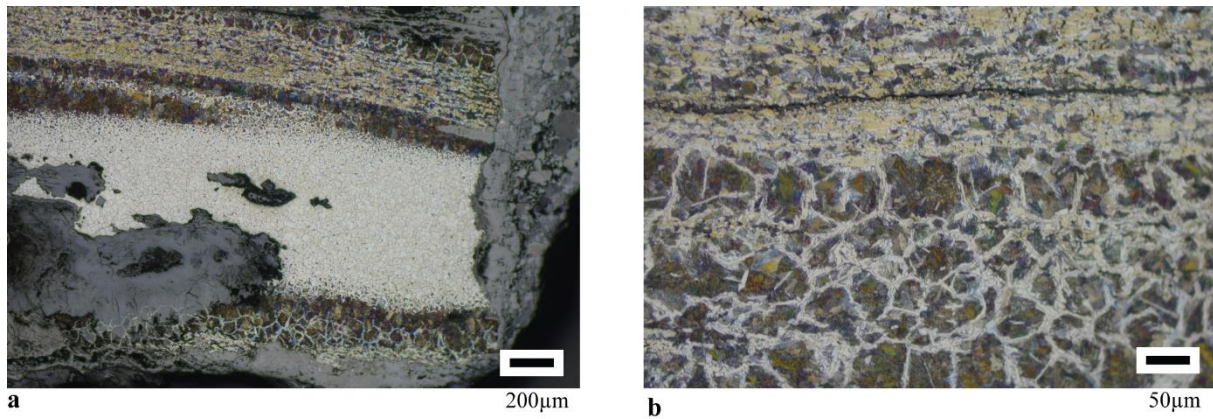


Figure 154 : Echantillon CL13284a - a) Variation des teneurs en carbone et des structures observées au sein de la section longitudinale – de haut en bas : fonte, acier eutectoïde, ferrite, acier eutectoïde et acier hypereutectoïde b) Détails de la microstructure : acier hypereutectoïde et fonte.

Concernant les zones ferritiques, les grains sont équiaxes, preuve que le martelage a été effectué à chaud ou qu'un recuit a été opéré après la dernière phase de martelage (Figure 155a). Seule une des extrémités de l'échantillon CL13284a (CM16, US6016) présente un écrouissage des grains dû au martelage et à l'écrasement de cette partie, déjà visible par observations macroscopiques (Figure 153 – partie gauche de l'échantillon 13284a et Figure 155b).

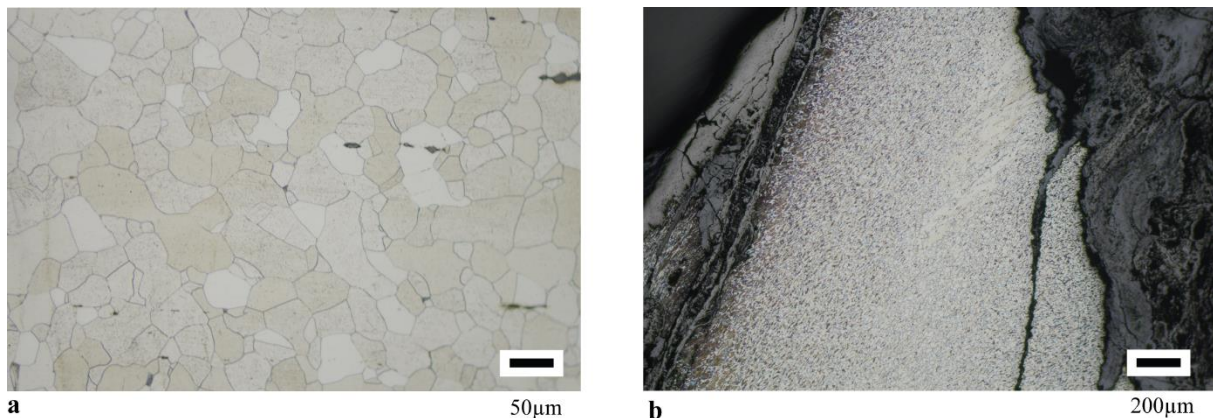


Figure 155 : Echantillon CL13284a : a) Grains de ferrite équiaxes b) Partie supérieure présentant des grains écroûs suite à un martelage non suivi d'un recuit.

Au vu de ces observations, les teneurs moyennes en carbone sont estimées¹²⁹. Les trois chutes de demi-produits présentent des taux de carbone moyen variables compris entre 0,21 % et 0,65 % (Figure 156). L'artefact CL13286 (CM16, US6016) est le plus carburé avec un taux de carbone moyen de 0,65 % et 92 % de sa surface possède une teneur en carbone supérieure à 0,3 %. Ce demi-produit est majoritairement composé d'aciers fortement carburés (% C > 0,5)

¹²⁹ Pour l'artefact CL13287 (CM16, US6016), les teneurs en carbone ne sont pas estimables pour les zones constituées de martensite et de bainite. Une fourchette des valeurs possibles pour le taux de carbone moyen a donc été établie en minorant à 0,3 % et en majorant à 0,8 % les zones martensitiques et bainitiques (cf. chapitre IV).

(Figure 153). Sans surprise, il possède également la dureté moyenne la plus élevée (210 HV). Les deux autres demi-produits ont un taux de carbone moyen plus faible et moins de la moitié de la surface des sections analysées est carburée (% C > 0,3). L'hétérogénéité de leur composition est confirmée par l'écart type à la moyenne, compris entre 0,1 et 0,3 (Figure 156).

De plus, parmi les artefacts, une hétérogénéité de composition entre la section longitudinale et la section transversale est à noter, particulièrement pour le demi-produit CL13284 (CM16, US6016). En effet, la section transversale est deux fois plus carburée que la section longitudinale. Son taux de carbone moyen est estimé à 0,67 % et 87 % de sa surface sont occupés par un acier dont la teneur en carbone est supérieure à 0,3 %. La section longitudinale a un taux de carbone moyen de 0,33 % et seuls 42 % de sa surface sont carburés. Les deux autres artefacts présentent une section longitudinale et transversale dont le taux de carbone moyen est proche. La partie transversale de CL13286 (CM16, US6016) montre cependant que plus on s'approche de la partie externe de l'échantillon, plus les teneurs en carbone diminuent.

L'ensemble des observations et des résultats métallographiques décrits précédemment est résumé dans le Tableau 52 et par la Figure 156.

Tableau 52 : Caractéristiques métallographiques et dureté du mobilier étudié pour la période fin XIII^{ème} - début XIV^{ème} siècle à Castel-Minier.

Code Labo	%Inc	%C> 0,3	%C*	σ_c	Forme perlite	Martensite/Bainite	HV*
13284	1,3	43	0,34	0,32	Lamellaire	Non	168 ($\sigma=65$)
13286	0,7	92	0,65	0,19	Lamellaire	Non	210 ($\sigma=55$)
13287	0,7	33	0,21- 0,37 ¹³⁰	0,1- 0,3	Lamellaire et globulaire	Oui	129 ($\sigma=37$)

3. Bilan

Pour ce qui est de la fin du XIII^{ème} siècle, nous avons donc mis en évidence des demi-produits hétérogènes, qui certes, diffèrent en termes de teneur en carbone, mais qui sont tous relativement carburés.

Le niveau de propreté inclusionnaire de ces trois demi-produits est proche (Tableau 52). Nous avons vu dans le chapitre III que ces artefacts se rapprochent davantage de l'ébauche d'objet que du demi-produit. Par la suite, ces pourcentages inclusionnaires seront donc

¹³⁰ Martensite et bainite évaluées au minimum à 0,3% de carbone et au maximum à 0,8% de carbone

comparés à d'autres objets finis et demi-produits afin de pouvoir comprendre plus précisément l'évolution de ce paramètre en fonction de la place de l'objet dans la chaîne opératoire. Nous pouvons toutefois d'ores et déjà constater que les demi-produits CL13286 (CM16, US6016) et CL13287 (CM16, US6016), plus fins et plus travaillés, présentent des pourcentages inclusionnaires plus faibles que le demi-produit CL13284 (CM16, US6016) qui est plus épais, ce qui semble logique.

Concernant leur teneur en carbone, nous avons vu que ces demi-produits sont hétérogènes. Leur hétérogénéité peut provenir de celle de la masse brute dont ils sont issus. Les bandes longitudinales de carburation variable témoignent du corroyage qu'ils ont subi. Nous avons également remarqué des lignes de soudure sur les sections longitudinales pouvant parfois séparer deux natures de métal différentes. Toutefois, il est difficile de conclure sur la nature de ces soudures. Il pourrait s'agir de soudure de repli ou bien s'agir de soudure entre deux éléments métalliques distincts.

Nous avons observé que dans certains cas, les zones carburées peuvent suivre un gradient de pourcentage de carbone, et que les zones les plus carburées étaient localisées en périphérie de l'objet. C'est le cas notamment, pour CL13287 (CM16, US6016). Ces gradients peuvent laisser penser à une cémentation qui n'aurait été menée que sur une seule face de l'objet. Or, pour ce dernier cas, une ligne de soudure sépare les zones carburées des zones ferritiques. La cémentation est donc à exclure dans ce cas. Pour les autres cas, on remarque que les zones carburées en périphérie peuvent parfois atteindre les teneurs des aciers hypereutectoïdes, comme pour CL13284 (CM16, US6016). Si une cémentation avait effectivement été réalisée, cela aurait nécessité une durée importante pour atteindre une teneur en carbone aussi élevée. De plus, ces aciers hypereutectoïdes ont aussi été observés au cœur de l'objet. Il est donc probable que cette répartition des zones aciérées soit due à l'hétérogénéité initiale de la masse brute et au travail de mise en forme par repli. Il est à noter toutefois qu'une légère carburation en périphérie peut aussi apparaître au cours du travail de forge.

Enfin, des structures hors équilibre de type martensite ou bainite ont pu être observées. Toutefois, il est difficile de conclure quant au caractère volontaire de ces refroidissements rapides, car même s'ils sont localisés, ils ne semblent pas pour autant correspondre à une volonté particulière d'améliorer les qualités mécaniques d'une partie de l'objet. Ils peuvent donc avoir été obtenus accidentellement en déposant l'objet encore chaud dans un endroit mouillé ou humide.

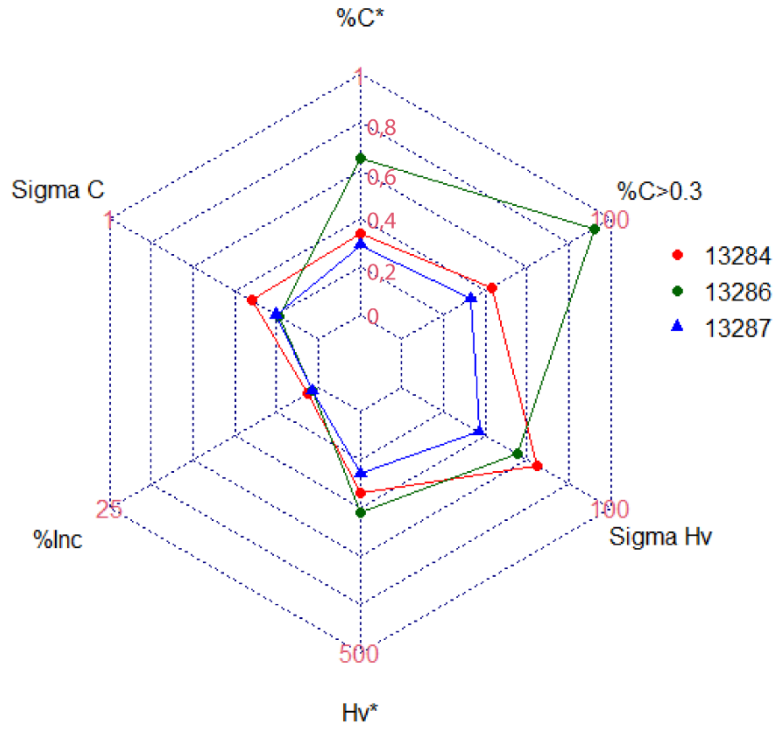


Figure 156 : Caractéristiques métallographiques des ébauches fin XIII^{ème}, début XIV^{ème} siècle, Castel-Minier. Les limites numériques aux extrémités des branches de l'étoile sont indiquées entre parenthèses pour chacun des paramètres considérés. Pour l'artefact CL13287, montrant des structures de trempe, les valeurs indiquées pour le taux de carbone et l'écart type sont les valeurs moyennes des fourchettes indiquées dans le tableau 1.

B. Deuxième période d'occupation (XIV^{ème} siècle)

Pour le XIV^{ème} siècle, neuf artefacts ont été étudiés : trois chutes de demi-produits, deux ébauches d'objets et quatre pointerolles.

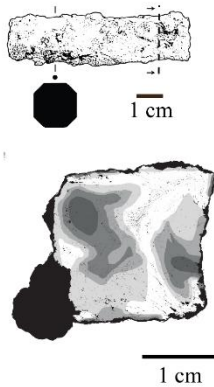
Nous allons tout d'abord présenter les résultats relatifs aux demi-produits et aux ébauches d'objets, avant de présenter les résultats de l'étude menée sur les quatre pointerolles. Nous avons choisi de traiter ensemble demi-produits et ébauches d'objets car la limite entre ces deux catégories est souvent difficile à fixer (*cf.* chapitre III).

1. Les demi-produits et les ébauches d'objets

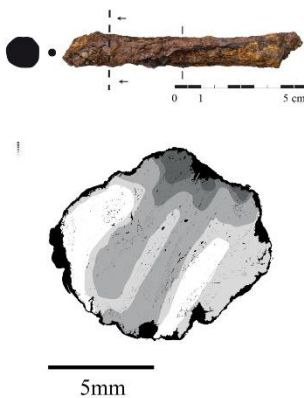
La Figure 157 présente les principales caractéristiques métallographiques des demi-produits et ébauches d'objets que nous allons détailler par la suite. Les micrographies et les informations complémentaires relatives à ces artefacts sont rassemblées dans le catalogue analytique situé dans le volume Annexes.

Demi-produits

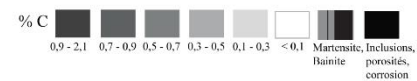
CL12188
CM14, US3082
XIV^e s.



CL12684
CM15, US3160
XIV^e s.

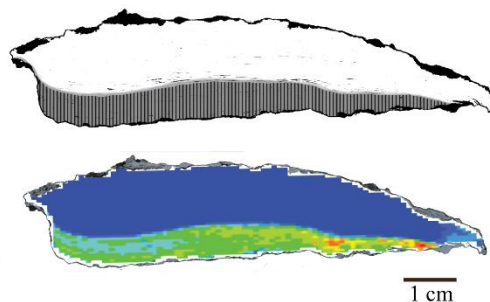
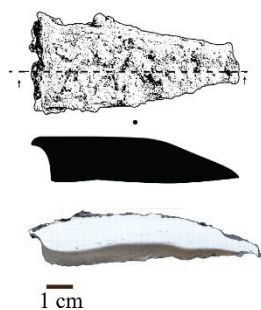


CL13376-5
CM16, US3214
XIV^e s.



Ebauches

CL12185
CM14, US3082
XIV^e s.



CL12234-3
CM14, US3082
XIV^e s.

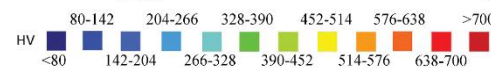
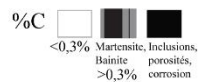
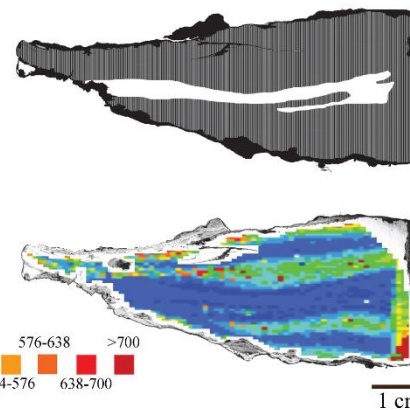
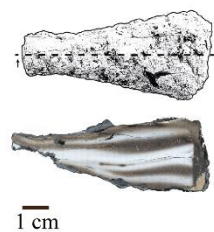


Figure 157 : Caractéristiques métallographiques des demi-produits et ébauches d'objets analysés pour la période du XIV^{ème} siècle.

a) Propreté inclusionnaire

Les pourcentages inclusionnaires pour les demi-produits et les ébauches d'objets du XIV^{ème} siècle varient de 0,9 à 2,4 % (Tableau 53). Les inclusions sont fines (entre 10 et 200 μm), allongées et réparties uniformément sur la surface sauf pour l'ébauche d'objet CL12185 (CM14, US3082). En effet, 75 % de son pourcentage inclusionnaire sont représentés par un alignement d'inclusions localisé dans sa partie centrale et traversant la section dans sa longueur, laissant penser à une soudure entre deux parties métalliques de qualité inclusionnaire différente. La partie supérieure est totalement exempte d'inclusions tandis que la partie inférieure présente une faible quantité d'inclusions réparties sur l'ensemble de la surface. Par ailleurs, cette ébauche présente le pourcentage inclusionnaire le plus faible du corpus du XIV^{ème} siècle.

b) Microstructures et composition

Les demi-produits et les ébauches du XIV^{ème} siècle sont tous hétérogènes en termes de teneur en carbone, et présentent une alternance de bandes ferritiques et carburées (Figure 157). A l'exception de l'ébauche d'objet CL12234-3 (CM14, US3082), les surfaces carburées (% C > 0,3) représentent toujours moins de 50 % de la surface totale de l'objet (Tableau 53 et Figure 157). Les artefacts sont donc à dominante ferritique. Par ailleurs, la ferrite est présente sous forme de grains équiaxes.

Concernant les surfaces carburées (% C > 0,3), les demi-produits présentent des structures hors équilibre de type structure de Widmanstätten. La perlite est toujours lamellaire. Localement, les teneurs en carbone peuvent atteindre celle de l'eutectoïde mais ne la dépassent jamais.

Pour les deux ébauches d'objets (CL12185 et CL12234-3), les surfaces carburées présentent des structures hors équilibre de type martensite, bainite et perlite nodulaire témoignant d'un refroidissement rapide (Figure 158 et Figure 159). La présence simultanée de ces trois types de structures témoigne d'une variation des teneurs en carbone ou de vitesse de refroidissement au sein de l'échantillon. Ces variations sont également distinguées par analyse de microdureté¹³¹. Du fait de la présence de ces structures hors équilibre, les valeurs de dureté sont plus élevées localement et en moyenne (Figure 157). Elles peuvent dépasser 1000 HV,

¹³¹ Les cartographies issues des analyses de microdureté peuvent être consultées dans les fiches annexes A se rapportant aux échantillons concernées.

comme c'est le cas au niveau de l'extrémité aplanie de l'échantillon CL12234-3a (CM14, US3082), composée de martensite.

L'échantillon CL12185a (CM14, US3082) présente une séparation nette entre une partie ferritique et une partie trempée. Comme l'indique l'alignement des inclusions entre ces deux parties, celles-ci sont vraisemblablement soudées entre elles, puis l'objet a été trempé.

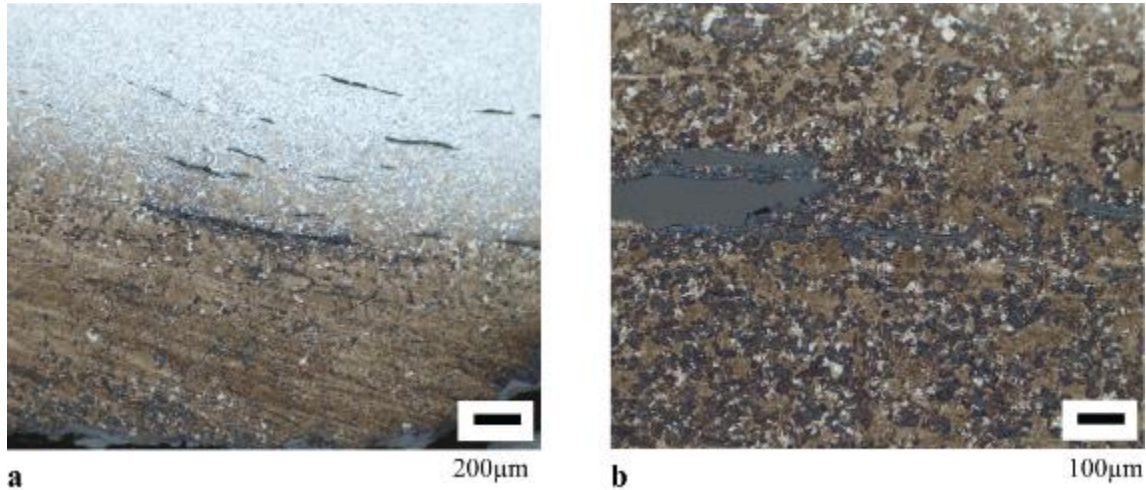


Figure 158 : Echantillon CL12185a (CM14, US3082) : a) Gradient de teneur en carbone – de haut en bas : ferrite, acier à 0,3 % de carbone, structure des trempe (martensite, bainite et perlite nodulaire) et ligne de soudure b) Structures de trempe (martensite, bainite et perlite nodulaire).

L'échantillon CL12234-3a (CM14, US3082), présente quant à lui, une extrémité aplanie entièrement trempée tandis que le reste de la section est constitué d'une alternance de bandes d'acier trempé (martensite, bainite et perlite nodulaire) et de bandes ferritiques. Des lignes de soudure traversent également l'échantillon dans le sens de sa longueur. Le pourtour de l'objet entièrement carburé pourrait refléter une cémentation, suivie d'une trempe. La tête, ainsi durcie, et qui plus est aplanie, pourrait correspondre à une surface de frappe.

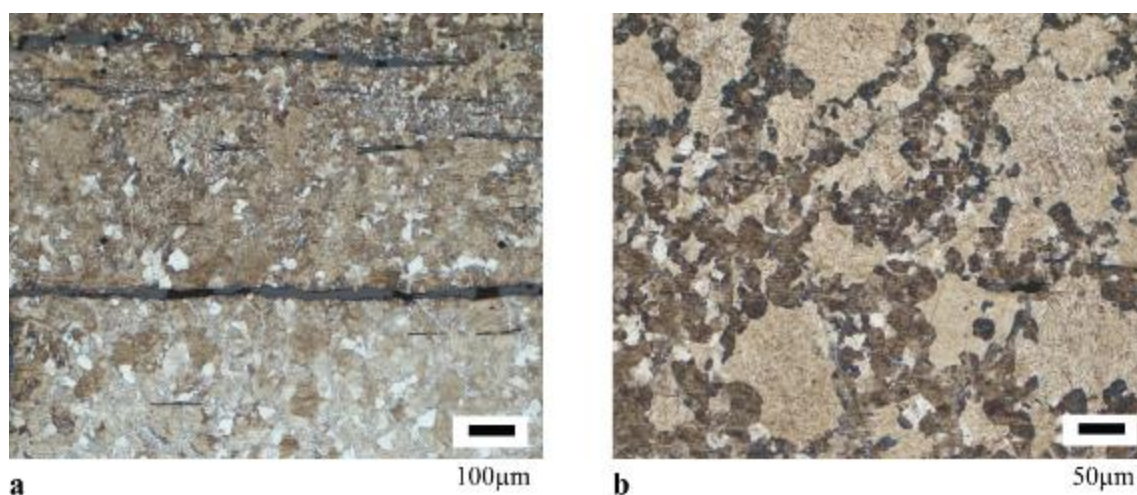


Figure 159 : Echantillon CLI2234-3a (CM14, US3082) : a) Structure de trempe (martensite, bainite et perlite nodulaire) et ligne de soudure b) Structures de trempe (martensite, bainite et perlite nodulaire).

En moyenne, les teneurs en carbone varient de 0,14 à 0,3 % (Tableau 53). Le mobilier du XIV^{ème} siècle étudié est donc relativement peu carburé bien que nous ayons vu que des zones aciérées et trempées étaient localement présentes. Toutefois, il faut noter que les teneurs en carbone ne sont pas estimables pour les zones constituées de martensite et de bainite. Une fourchette des valeurs possibles pour le taux de carbone moyen a donc été établie en minorant à 0,3 % et en majorant à 0,8 % dans le calcul, les zones martensitiques et bainitiques (cf. chapitre IV). Le calcul de l'écart type à la moyenne a confirmé l'hétérogénéité de ces produits. Ces derniers varient de 0,1 à 0,24.

L'ensemble des caractéristiques métallographiques relatives à ces artefacts sont reportées dans le Tableau 53.

Tableau 53 : Caractéristiques métallographiques et dureté du mobilier étudié pour la période du XIV^{ème} siècle à Castel-Minier.

Code Labo	Description	% Inc	% C>0,3	% C*	σ_c	Forme perlite	Martensite/Bainite	HV*
12188	Demi-produit	2,0	38	0,29	0,23	Lamellaire	Non	140 ($\sigma=28$)
12684		1,7	47	0,29	0,18	Lamellaire	Non	/
13376/5		1,5	29	0,26	0,24	Lamellaire	Non	142 ($\sigma=35$)
12185	Ebauche d'objet	0,9	32	0,14-0,30 ²	0,11-0,34	Lamellaire	Oui	190 ($\sigma=122$)
12234-3		2,4	87	0,27-0,7 ¹³²	0,1-0,25	Lamellaire	Oui	262 ($\sigma=140$)

¹³² Pour ces cas particuliers, les zones de martensite et de bainite ont été estimées comprises entre 0,3 % de carbone et 0,8 % de carbone.

2. Les pointerolles :

Quatre pointerolles ont été étudiées. Les caractéristiques métallographiques de chacune de ces pointerolles sont illustrées en Figure 160.

Les pointerolles se composent d'un corps et d'une pointe (*cf.* chapitre III). La nature des pointes pouvant être modifiée par le forgeron en vue de la durcir, nous la dissociions de la nature du corps afin de caractériser la nature des pointerolles. Nous commençons par étudier la façon dont la pointe est rapportée au corps.

Différents cas de figure dans les modes de conception de ces pointerolles sont à noter. Pour la pointerolle CL12485 (CM15, US2519), on note par analyse métallographique et par analyse de microdureté (Figure 160), la différence dans la nature des matériaux employés entre le corps hétérogène, ferritique et aciéré (118 à 250 HV) et la pointe entièrement aciérée et trempée (>700 HV). On remarque, au niveau de la pointe, la présence d'alignements d'inclusions par endroits et d'une démarcation après réactif Oberhoffer. Cela peut témoigner de la présence d'une soudure en bout visant à rapporter cette pointe aciérée sur le corps. Toutefois cette soudure est difficilement visible, probablement parce qu'elle a été bien réalisée. Nous aurions donc également pu penser que la pointe a été cémentée puis trempée mais si tel était le cas, la cémentation aurait été menée sur plus de cinq millimètres de profondeur. Or, on sait que pour cémenter sur une profondeur de 3 mm, en employant du charbon de bois et en travaillant à 1000°C environ, l'opération dure une dizaine d'heure (F. Giolitti, 1914). De ce fait, la cémentation sur une profondeur de 5 mm semblant trop chronophage, l'hypothèse d'une soudure en bout est donc privilégiée.

La pointe de la pointerolle CL11085-1 (CM12, US 2338), est entièrement corrodée. De ce fait, l'analyse métallographique ne nous permet guère d'apprécier sa nature, ni la façon dont elle a été, éventuellement, rapportée au corps. Cependant, on remarque que le corps est de plus en plus aciéré au fur et à mesure que l'on se rapproche de la pointe et que les valeurs de dureté croissent, elles aussi (Figure 160). Il est donc très probable que la pointe ait été elle aussi aciérée. De plus, on remarque également une ancienne fissure dans la corrosion qui pourrait être la trace d'une soudure en bout visant à apporter cette pointe aciérée.

Pour la pointerolle CL13069 (CM16, US2397), la pointe n'est pas entièrement aciérée. L'alternance de bandes ferritiques et aciérées dans le corps, est continue de la tête jusqu'à

l'extrémité de la pointe. La pointe présente, par endroits, des zones où la teneur en carbone est n'est pas suffisante pour permettre une trempe optimale. On note donc des variations de dureté dans cette partie de l'objet : les parties aciérées et trempées pouvant atteindre 500 HV contrairement aux parties de plus faibles teneurs en carbone à 200 HV. La pointe ne semble donc pas avoir été rapportée.

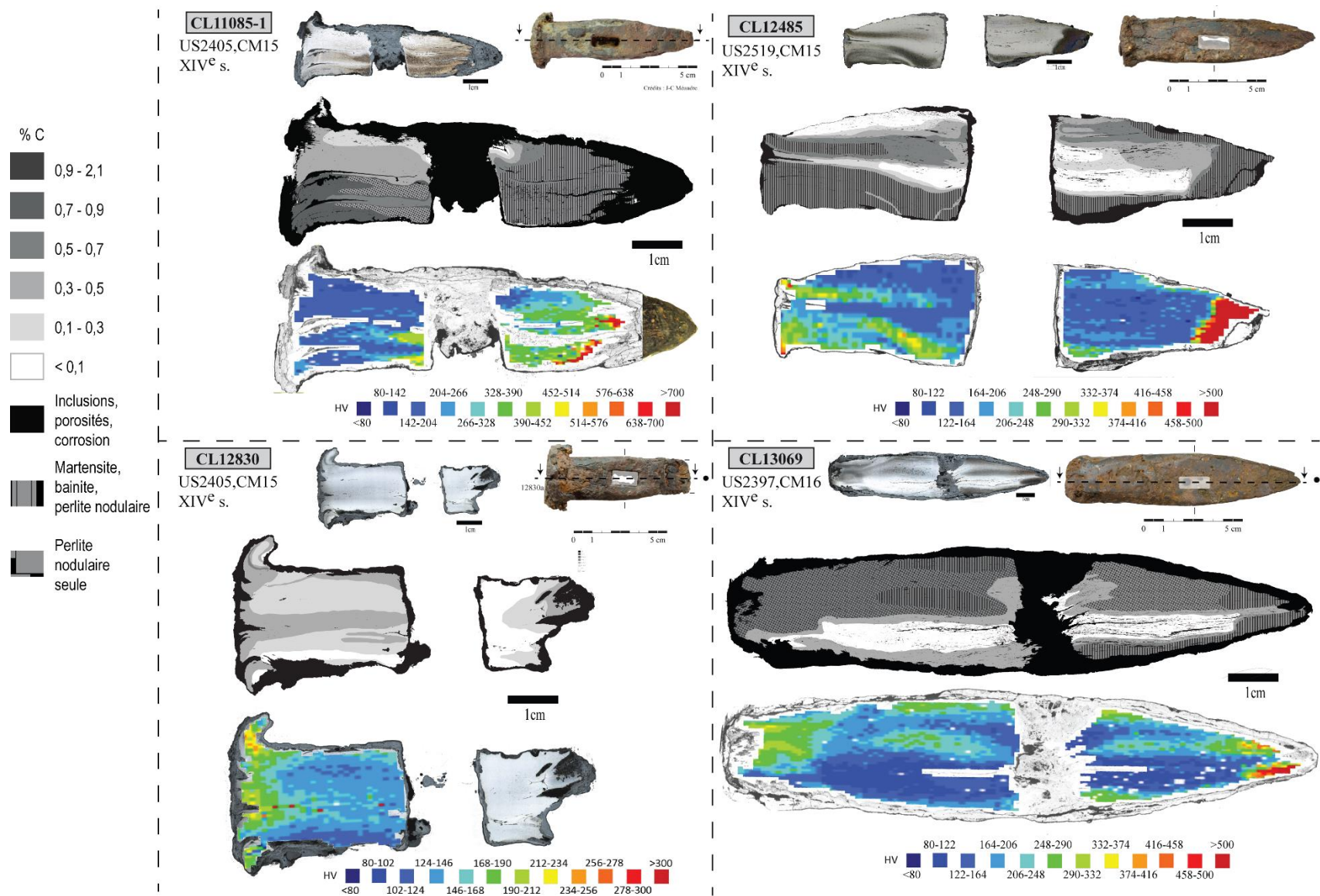


Figure 160 : Caractéristiques métallographiques et dureté des pointerolles analysées pour la période du XIV^{ème} siècle.

a) Qualité inclusionnaire

Les pointerolles présentent toutes des pourcentages inclusionnaires inférieurs à 4 % (Tableau 54). Une seule pointerolle présente une teneur plus élevée, autour de 6 %. Les inclusions sont déformées dans le sens du martelage et réparties sur l'ensemble de la surface. Cependant, la pointe est toujours plus propre que le reste du corps.

b) Microstructures et composition

Du point de vue de la microstructure et de la composition, les pointerolles sont hétérogènes. L'acier se répartit à la fois dans le corps et dans la pointe (Figure 160).

Concernant le corps, aucune tendance générale n'est à noter. Des zones ferritiques et aciérées s'organisent sous forme de bandes, suivant le sens du martelage (Figure 161a). Pour la pointerolle CL11085-1 (CM12, US 2338), on remarque trois bandes métalliques aciérées soudées l'une à l'autre. Les lignes de soudure traversent l'objet de la tête à la pointe. La pointerolle CL12830 (CM15, US2405), se différencie des autres dans le sens où elle est moins carburée, les teneurs en carbone locales ne dépassent que très rarement 0,3 %. Pour les autres pointerolles, l'eutectoïde est souvent atteint. La perlite est le plus souvent sous forme lamellaire. Des structures de Widmanstätten ont été relevées. Des structures de type martensite, bainite ou perlite nodulaire ont également été observées dans le corps de trois pointerolles en périphérie mais aussi dans le cœur de l'objet (CL11085-1, CL12485 et CL13069)

Les grains sont équiaxes, sauf au niveau de la tête, où un écrouissage a été observé de façon systématique sur une profondeur de 5 mm au maximum (Figure 161b). Témoin de l'utilisation de ces pointerolles, ce phénomène est dû aux chocs répétés du marteau. En revanche, aucune macule n'est visible.

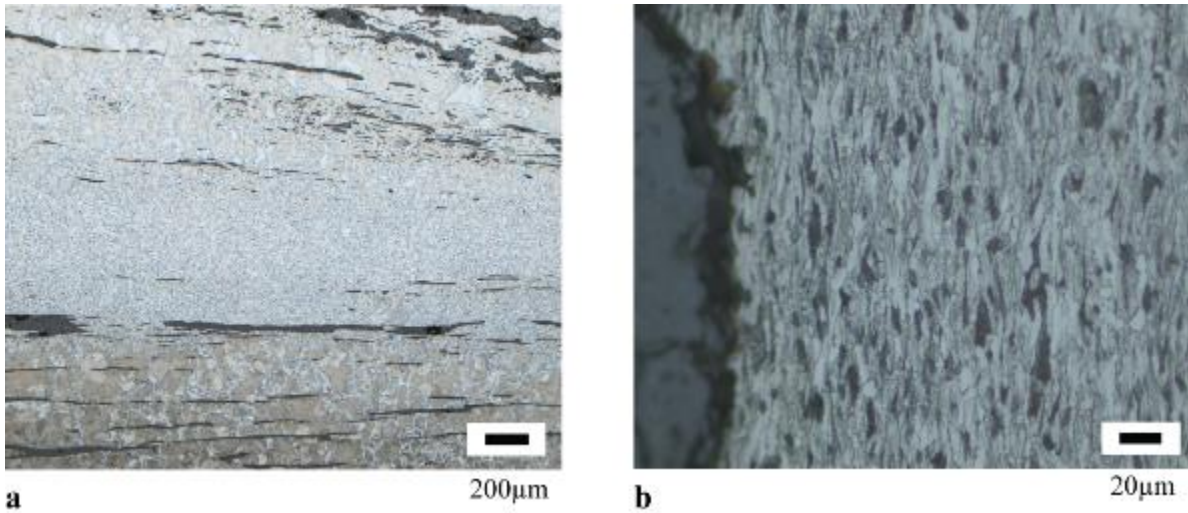


Figure 161: a) Hétérogénéité de composition du corps de la pointerolle CL13069 (CM16, US2397) - b) Ecrouissage des grains au niveau de la tête de la pointerolle CL12830 (CM15, US2405).

Concernant les pointes, encore conservées pour deux pointerolles, l'acier y est toujours présent, de façon exclusive (CL12485) ou couplée à des zones entièrement ferritiques (CL13069 - CM16, US2397). Des structures hors équilibre de type martensite, bainite ou perlite nodulaire ont aussi été observées systématiquement (Figure 162).

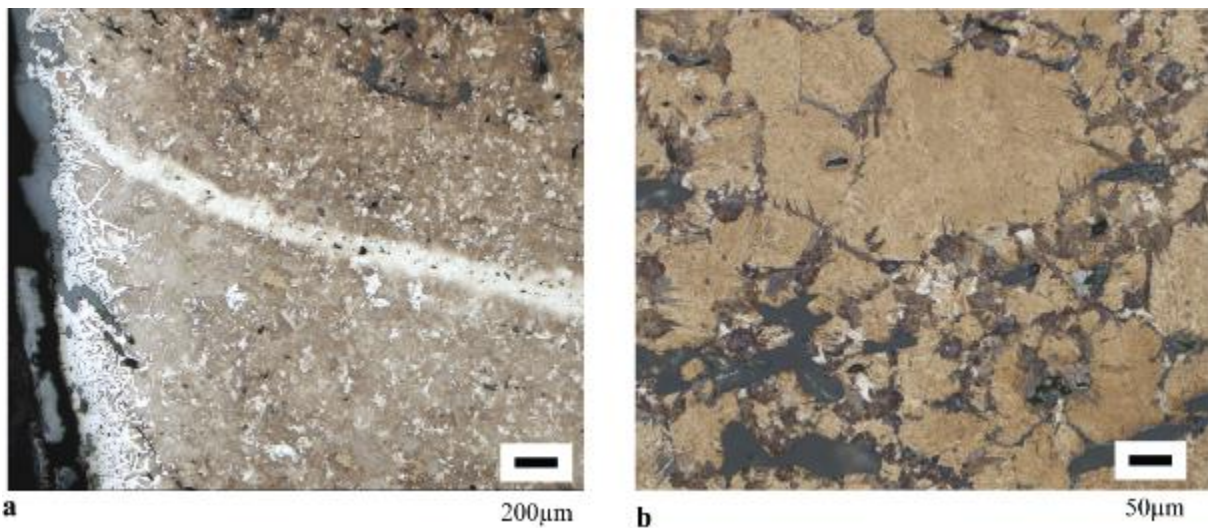


Figure 162 : Structures de trempe sur la pointerolle CL11085-1 (CM12,US2338) a) Ligne de soudure, décarburation périphérique et martensite, bainite et perlite nodulaire b) Détails : martensite et perlite nodulaire.

Les principaux résultats issus des analyses métallographiques¹³³ et de dureté sont récapitulés dans le Tableau 54.

Tableau 54 : Caractéristiques métallographiques et fourchettes de dureté des pointerolles étudiées pour la période du XIV^{ème} siècle à Castel-Minier.

Code Labo	% Inc	% C > 0,3	Nature du corps	HV (corps)	Nature de la pointe	HV (pointe)	Particularité notable
11085-1	6,2	93	Perlite localement trempée	150-500	Corrodée	170-900	Soudure en bout ?
12485	2,4	72	Ferrite et perlite (majoritaire) localement trempée	120-400	Acier trempé	100-1000	Soudure en bout
12830	2,1	32	Ferrite et perlite	100-200	Manquante	/	
13069	3,4	80	Ferrite et perlite (majoritaire) localement trempée	80-300	Hétérogène partie trempée et non trempée	80-650	

3. Bilan

Pour le XIV^{ème} siècle, nous venons de décrire la nature du métal de trois types de produits issus de différents stades de la chaîne opératoire : celle des demi-produits, celle des ébauches et de celle des objets finis (pointerolles).

Les ébauches et les pointerolles, objets les plus travaillés, ne présentent pas forcément un pourcentage inclusionnaire plus faible que ceux des demi-produits. Au contraire, ils présentent une gamme similaire mais plus étendue que les demi-produits (Figure 163). Ainsi, sur la base du pourcentage inclusionnaire seul, nous voyons que les objets finis du XIV^{ème} siècle à Castel-Minier n'ont pas subi un travail d'épuration significativement plus poussé que les demi-produits ou que les ébauches.

¹³³ Pour ces pointerolles, les structures observées étant trop éloignées des structures obtenues par refroidissement dans les conditions de l'équilibre thermodynamiques, nous n'avons pas cherché à évaluer un taux de carbone moyen.

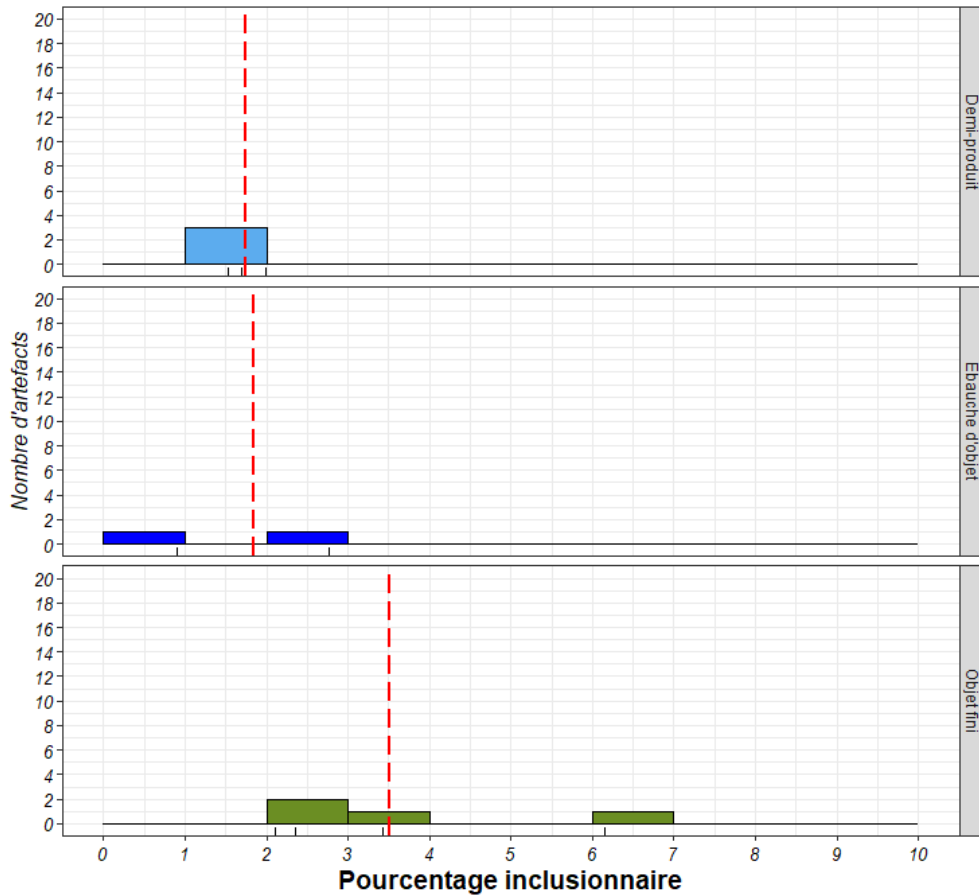


Figure 163 : Distribution des pourcentages inclusionnaires pour les artefacts du corpus XIV^{ème} siècle en fonction de leur place dans la chaîne opératoire, la ligne rouge indique la moyenne des pourcentages inclusionnaires par catégorie.

En ce qui concerne la nature du métal, nous avons constaté qu'elle était hétérogène aussi bien pour les demi-produits que les ébauches ou le corps des pointerolles.

Pour les demi-produits, cette hétérogénéité semble refléter l'hétérogénéité de composition de la masse brute à partir de laquelle ils sont issus. En revanche, il faut remarquer que, pour les objets finis, la nature du métal est modifiée par des traitements volontaires mis en œuvre par les forgerons dans le but d'en changer les propriétés mécaniques. Nous avons noté, pour certaines pointerolles, l'ajout d'une pointe en acier, par soudure en bout, sur un corps souvent hétérogène en carburation et reflétant donc l'hétérogénéité de la masse brute initiale. Cependant, il ne semble pas y avoir une seule et unique façon de concevoir les pointerolles à Castel-Minier. De plus, nous avons noté la présence systématique de martensite ou de bainite, témoignant d'une trempe appliquée à la pointe afin de la rendre plus dure. Mais, pour les pointerolles CL13069 (CM16, US2397), CL11085-1 (CM12, US 2338), et CL12485 (CM15, US2519), on remarque que si la trempe est effectivement présente sur la pointe, elle ne semble pas être seulement localisée à cet endroit. Des structures de martensite et de bainite ont également pu être remarquées au niveau du corps. On pourrait alors penser que ces pointerolles

ont été trempées dans la masse. Toutefois, on remarque que la dureté est toujours plus élevée au niveau de la pointe et que les pointerolles ne sont pas entièrement trempées. Certaines zones du corps possédant des teneurs en carbone supérieures à 0,3% ne le sont pas alors qu'elles pourraient l'être. Il y a donc un traitement particulier supplémentaire mené au niveau de la pointe visant à la durcir davantage.

Pour les ébauches d'objet, nous avons également noté des traitements particuliers comme la présence de soudures entre deux matériaux hétérogènes ou encore la présence de structures de trempe. Toutefois, pour ces cas, la question de l'intentionnalité de ce refroidissement rapide reste ouverte. Les structures de bainite et de martensite ne sont pas localisées à un endroit spécifique sur les ébauches. Dès que la teneur en carbone était suffisante pour permettre la trempe, ces structures ont été observées. L'objet semble donc avoir été trempé dans son intégralité.

Enfin, il faut rappeler que les deux ébauches d'objet - CL12185 (US3082, CM14) et CL12234-3 (US3082, CM14) - et le demi-produit CL12188 (US3082, CM14) ont été retrouvés en dépôt, adossés au mur de la fonderie. Au vu de leur microstructure et de leur composition, la cause de ce dépôt reste énigmatique. Ces ébauches et ce demi-produit ne présentent pas, par exemple, de fissure laissant penser qu'ils auraient nécessité une réparation particulière expliquant ainsi leur regroupement.

C. Troisième période d'occupation (XV^{ème} siècle)

Le XV^{ème} siècle est la période la plus représentée dans notre étude avec un corpus de 50 artefacts. Comme déjà notifié au chapitre III, notre sélection reflète les différentes étapes de la chaîne opératoire : un fragment de masse brute, 41 demi-produits et 8 objets finis. Nous commencerons par la présentation du fragment de masse brute, CL13625/1 (CM17, US6069).

1. Fragment de masse brute en cours de compactage

Pour rappel, ce fragment de masse brute est de forme globalement circulaire (Figure 164). L'une des deux plus grandes faces est plane, tandis que l'autre est bombée. Quelques facettes sont aplaties tandis que d'autres sont encore brutes, ce qui montre que le martelage a débuté mais a été abandonné. (*cf.* chapitre III)

a) Propreté inclusionnaire

La section polie (Figure 164a) présente de nombreuses inclusions et porosités visibles à l'œil nu après découpe. Les inclusions ne sont pas réparties de façon homogène, la partie gauche (Figure 164a) est moins propre que le reste de la section. Le pourcentage inclusionnaire s'élève à 25 %. Parmi ces 25 %, 12 % sont représentés par des porosités. Le degré de compacité du métal est faible. Du charbon de bois est emprisonné dans les porosités. Les inclusions ne présentent pas d'orientation préférentielle et semblent avoir été peu déformées. Leur taille peut varier d'une centaine de microns à plusieurs centimètres. Par endroits, le métal n'est pas complètement aggloméré. Il est sous forme de filaments ou de globules emprisonnés dans une matrice de scories, témoignant d'une opération de réduction interrompue précocement. Ainsi, la microstructure interne est en accord avec l'aspect extérieur de ce fragment de masse possédant des surfaces aplanies : le travail de compactage a débuté mais a été interrompu.

b) Microstructures et composition

Le fragment de masse brute en cours de compactage est fortement et entièrement carburé (Figure 164b). La ferrite occupe moins de 2 % de la surface et est présente uniquement dans une zone à très fort taux d'inclusions. Elle coïncide avec ces zones métalliques globulaires ou filamenteuses décrites précédemment. Quelques zones d'aciers à faible teneur en carbone (0,2 %-0,3 %) sont observables autour des porosités témoignant d'une décarburation périphérique. Les bords extérieurs de la masse ne sont pas décarburés, ce qui pourrait signifier que son passage en forge d'épuration a été relativement bref ou que le travail en forge a été mené en atmosphère réductrice. La section est majoritairement constituée d'acier eutectoïde pour lequel la perlite est lamellaire (31 %) et d'acier hypereutectoïde (50 %) présentant des aiguilles (Figure 164e) ou des plaquettes de cémentite. Ces structures de cémentite se retrouvent dans les produits de corrosion sous forme de « fantômes » de cémentite. Des zones de fonte blanche sont également visibles sur la partie gauche de la section (Figure 164c). Des structures hors équilibre de type perlite nodulaire ont pu être observées, en périphérie mais aussi au cœur du fragment. Cela témoigne d'un refroidissement rapide. L'ensemble de ces observations a permis d'estimer le taux de carbone moyen de ce fragment de masse brute comme étant supérieur à 0,9 %.

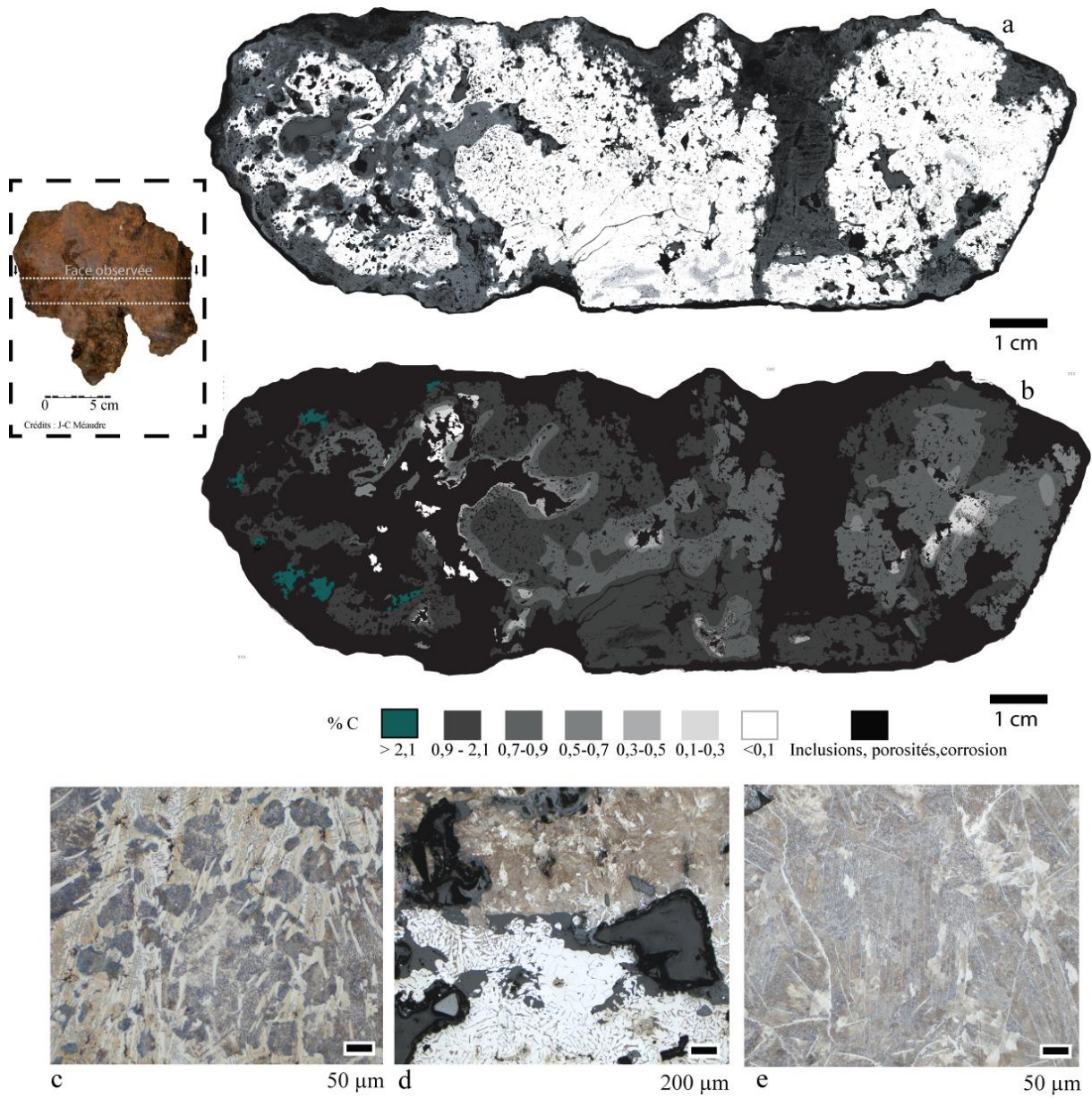


Figure 164 : Masse brute en cours de compactage - CL13625/1(CM17, US6069) - a) Section avant attaque, b) Schéma interprétatif des distributions des teneurs en carbone au sein de la section, c) Zone de fonte, d) Séparation nette entre un acier à 0,1 % de carbone et un acier à 0,8 % de carbone, e) Acier hypereutectoïde.

2. Les demi-produits

Nous allons décrire la nature des demi-produits du XV^{ème} siècle à Castel-Minier en segmentant leur présentation en fonction des critères morphologiques exposés dans le chapitre III. Seront premièrement traités les fers plats représentés par 29 objets, puis, les fers ronds représentés par 12 objets.

a) Les fers plats

Comme nous allons le voir par la suite, les fers plats de Castel-Minier présentent différentes caractéristiques en termes de microstructure et de composition. En Figure 165, des demi-produits représentatifs de ces différentes caractéristiques sont présentés. Les micrographies et les informations complémentaires relatives à l'ensemble des fers plats sont rassemblées dans le catalogue analytique situé dans le volume Annexes.

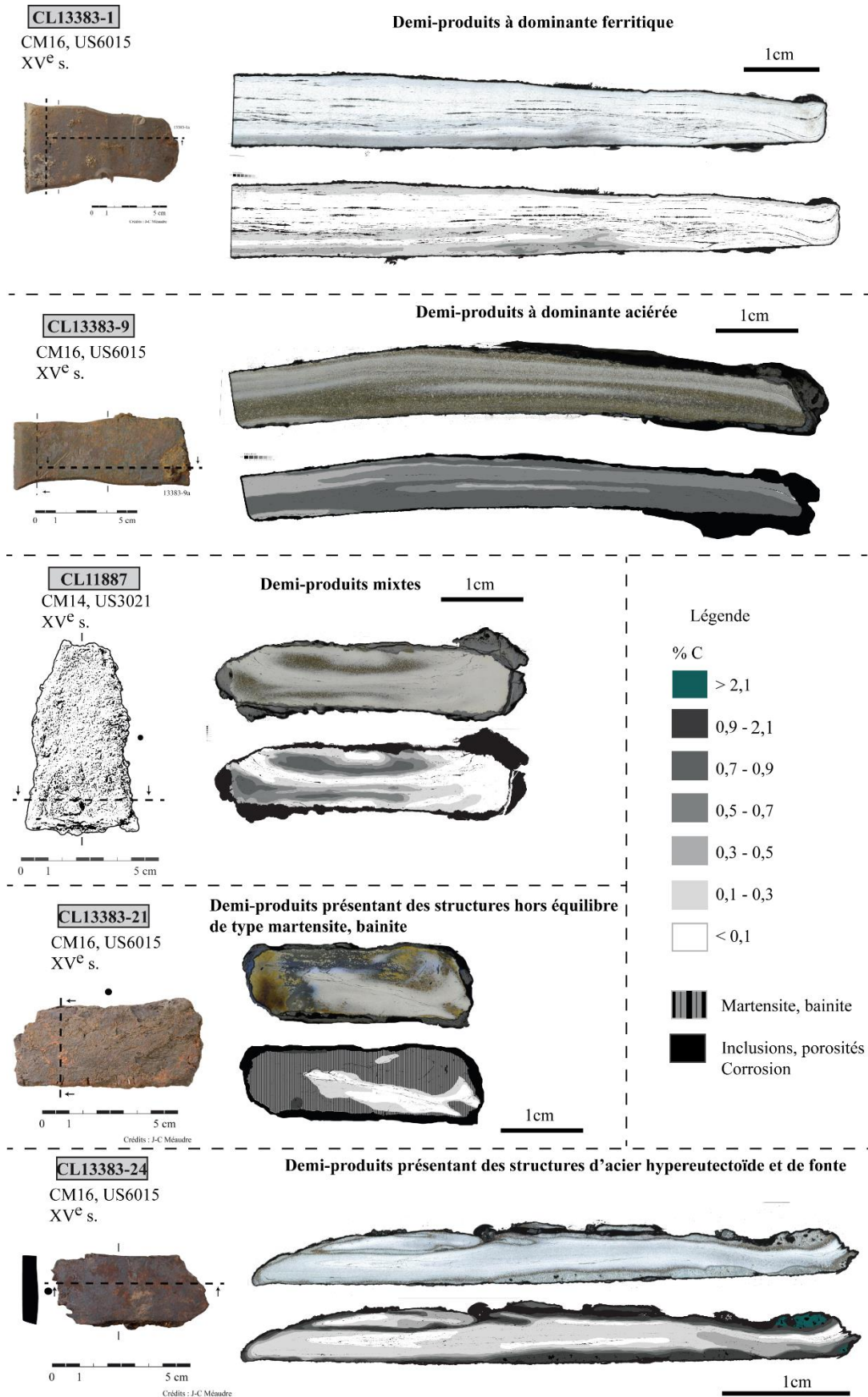


Figure 165 : Caractéristiques métallographiques et dureté des fers plats analysés pour la période du XV^{ème} siècle.

i) Propreté inclusionnaire :

L'ensemble des demi-produits du corpus « fers plats » présente un pourcentage inclusionnaire moyen de 2,4 % avec un écart type de 2,3 et des teneurs qui s'étalent de 0,5 % à 10 %. A l'exception de trois d'entre eux - CL13383-1 (CM16, US6015), CL12242-2 (CM14, US3071) et CL13509 (CM17, US6056)- le pourcentage inclusionnaire se situe toujours en dessous de 4 % et la majorité du corpus possède un pourcentage inclusionnaire compris entre 1 % et 3 % (Figure 166). Les porosités sont mineures, elles constituent de façon générale moins de 0,1 % du pourcentage inclusionnaire. Elles ont vraisemblablement été écrasées et repliées sur elles-mêmes lors des précédentes phases de la chaîne opératoire.

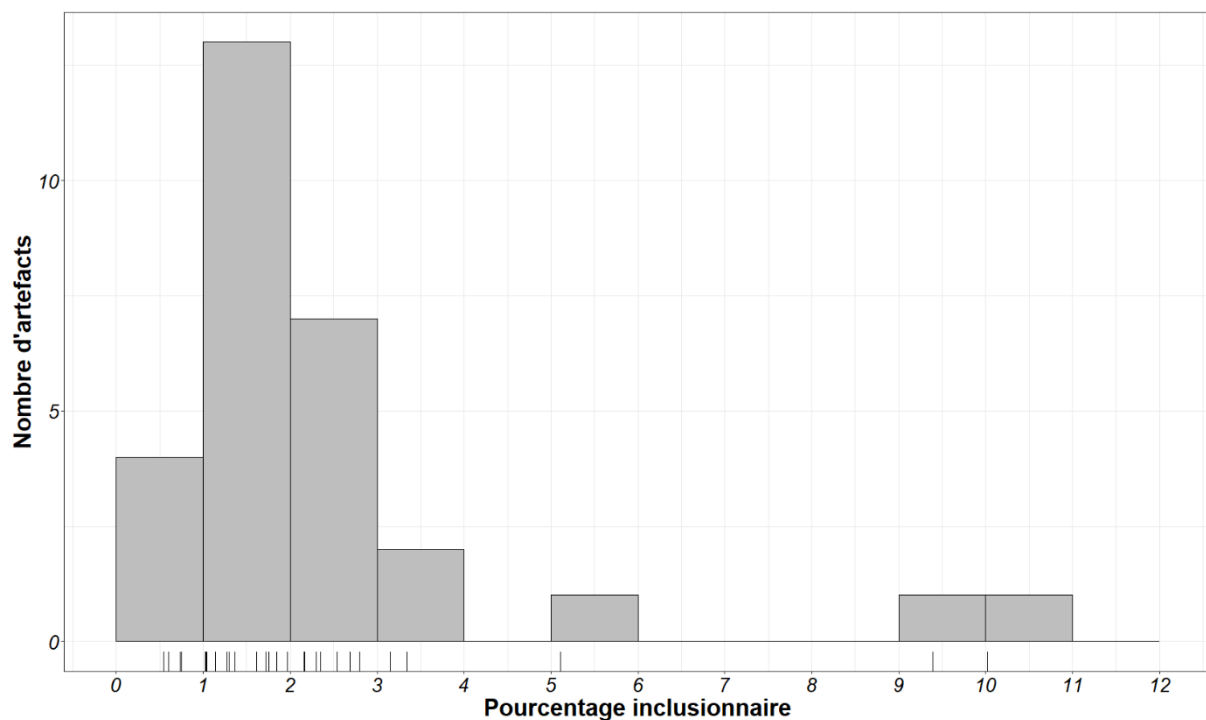


Figure 166 : Distribution des effectifs de demi-produits en fonction du pourcentage inclusionnaire pour les fers plats de Castel-Minier.

Les inclusions montrent un taux de déformation important. Elles se présentent sous la forme d'inclusions peu épaisses (en général moins de 100 μm d'épaisseur), allongées dans le sens de l'étirement de la matière consécutive au martelage, et s'organisent sous forme de bandes superposées (Figure 167). Ces bandes peuvent symboliser un étirement, un corroyage, une mise en forme de la matière par replis successifs sur elle-même ou encore indiquer la présence de lignes de soudure entre deux éléments métalliques distincts. Elles sont réparties de façon uniforme sur l'ensemble de la surface indiquant un martelage régulier de l'ensemble de la barre.

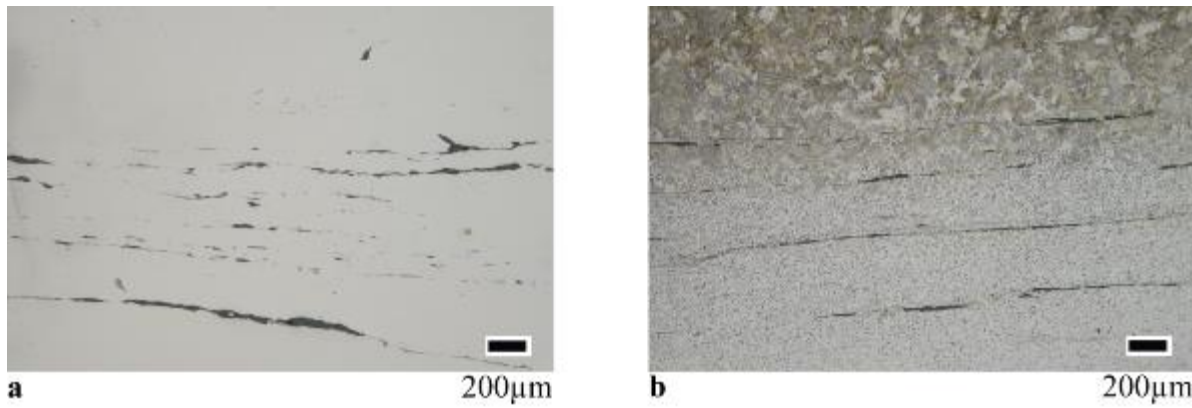


Figure 167 : Métallographie avant attaque Nital et après attaque Nital de l'échantillon CL13383-10a (CM16, US6015) montrant des inclusions fines orientées de façon longitudinale.

ii) Microstructures et composition

Les sections analysées pour les demi-produits du XV^{ème} siècle se caractérisent par la présence simultanée de bandes longitudinales ferritiques et aciérées orientées selon le sens du martelage, tout comme l'orientation des inclusions, et qui témoignent des replis successifs qu'a subi la matière afin de l'épurer et de lui donner sa forme (Figure 165).

Toutefois, les proportions d'acier et de ferrite varient entre les échantillons. La moitié des demi-produits sont aciérés (% C > 0,3) à plus de 50 %¹³⁴ (Figure 168), l'autre moitié est par conséquent à dominante ferritique.

¹³⁴ D'après l'observation de leur section longitudinale et transversale.

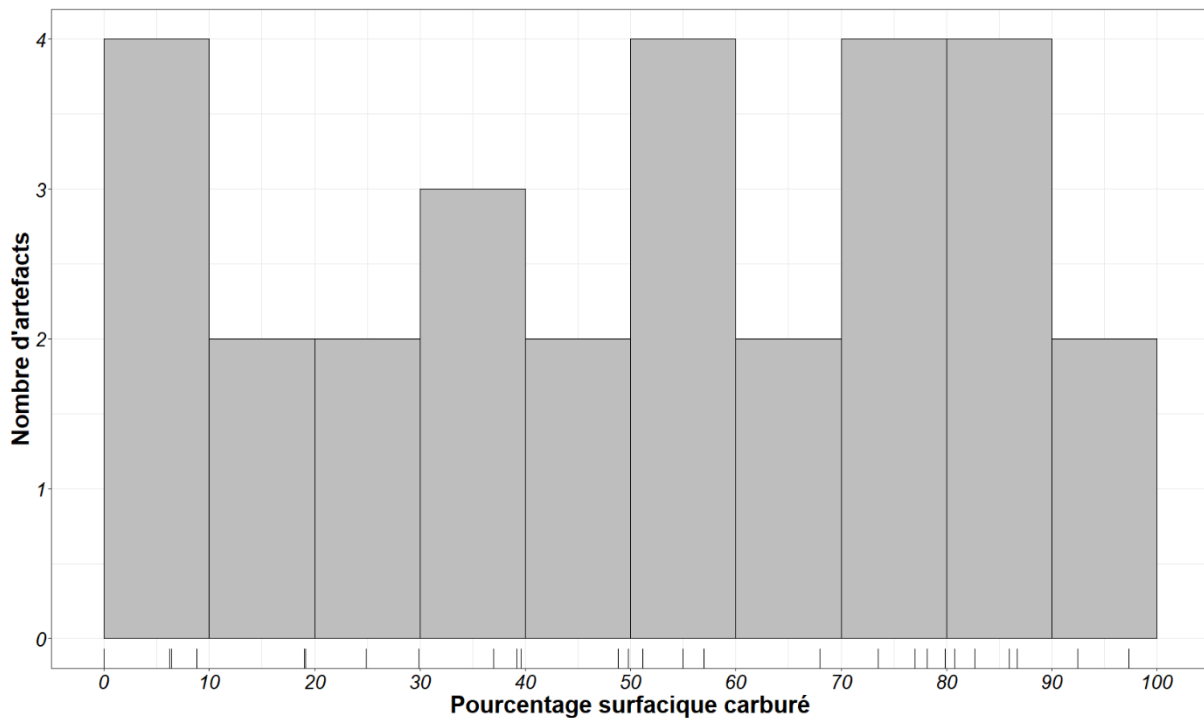


Figure 168 : Distribution des pourcentages surfaciques carburés au sein du corps de fers plats, Castel-Minier, XV^{ème} siècle.

Dans la majorité des cas, les grains de ferrite sont équiaxes. La mise en forme du demi-produit a probablement été réalisée à une température suffisamment élevée ($> 650^{\circ}\text{C}$) ou a été suivie d'une chauffe après les derniers coups de marteau permettant ainsi la recristallisation des grains. La taille des grains est hétérogène au sein d'un même échantillon. A Castel-Minier, des variations locales dans les tailles de grains sont observées en fonction de l'intensité du martelage. Les grains sont généralement de petite taille ($50\ \mu\text{m}$ - $100\ \mu\text{m}$), preuve d'une phase de martelage intense. Aucune macle, témoin d'un martelage à froid n'est à signaler dans ces grains de ferrite.

Lorsque l'acier est présent, il se présente sous forme de perlite lamellaire. Seuls deux échantillons - CL12678-3_9b (CM15, US2529) et CL13380-2b (CM16, US6015) - ont présenté des structures de perlite globulaire témoignant d'une chauffe prolongée. Les lamelles de perlite sont souvent très resserrées et parfois difficilement résolues par microscopie. Il est parfois possible d'observer des structures de perlite nodulaire au sein de zones à l'eutectoïde composées de perlite lamellaire, phénomène témoignant d'un refroidissement rapide des objets après la forge. De plus, les structures de Widmanstätten observées montrent que le refroidissement a eu lieu hors des conditions d'équilibre thermodynamique. Pour cinq fers plats, des structures de trempe (bainite et martensite) ont été rencontrées en périphérie mais aussi au cœur des sections longitudinales et transversales (Figure 169). Ces structures ne se retrouvent pas de façon uniforme sur l'ensemble de l'échantillon : certaines parties dont la teneur en

carbone est suffisamment élevée pour permettre la trempe ($\%C > 0,3$), ne sont pourtant pas trempées. Pour les échantillons présentant ce type de structures, les valeurs de dureté sont supérieures à 200 HV.

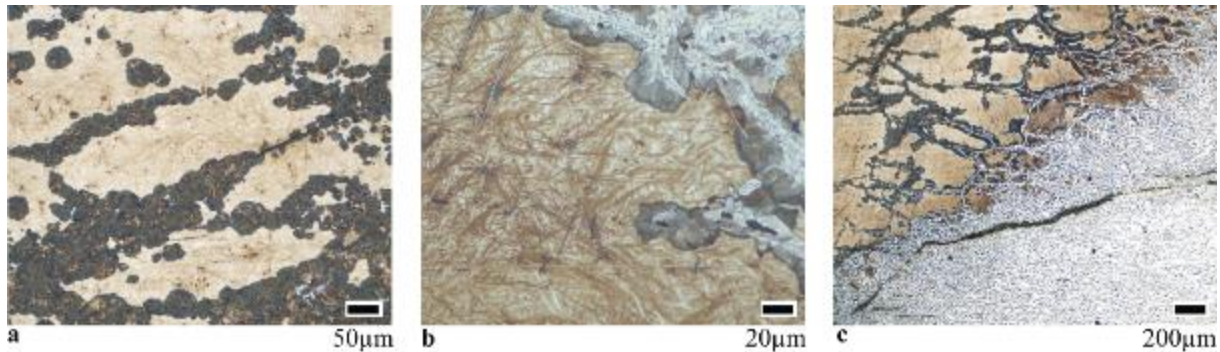


Figure 169 : Image métallographique après attaque Nital de l'échantillon CL13383-22b (CM16, US601) présentant des structures de trempe, Micrographies 1 : Martensite, bainite et perlite nodulaire 2 : Aiguilles de martensite et bainite 3 : Trempe hétérogène, partie supérieure trempée, partie inférieure non trempée car la teneur en carbone n'est pas suffisante pour permettre la trempe.

Dans la majorité des cas, les teneurs en carbone des zones aciérées sont celles appartenant à la gamme des aciers hypoeutectoïdes ou correspondant à l'eutectoïde mais six demi-produits présentent localement des teneurs en carbone supérieures à l'eutectoïde. Dans ce cas, de la cémentite sous forme d'aiguilles ou de plaquettes a été observée (Figure 170). Des zones de fonte blanche sont observables pour de rares cas, comme par exemple pour le demi-produit CL13383-24 (CM16, US6015). Ces zones très carburées sont le plus souvent observées en périphérie de l'échantillon, menant de façon graduelle à un acier hypoeutectoïde.

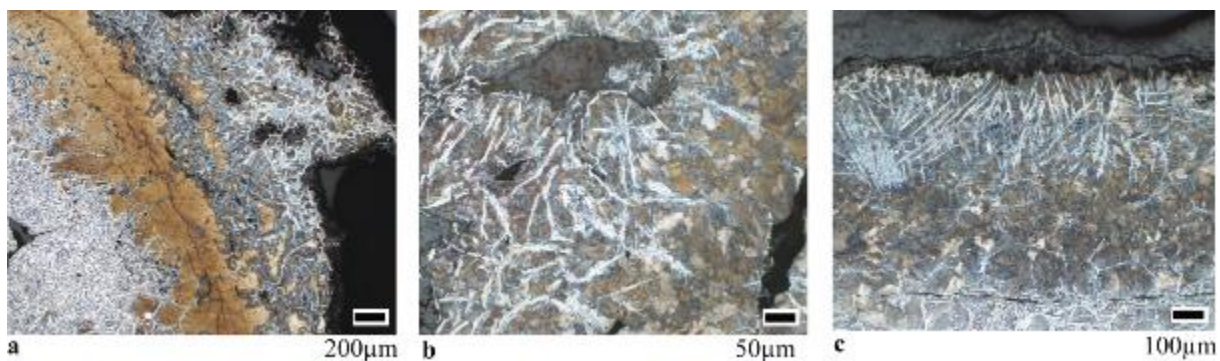


Figure 170 : Exemples de zones d'aciers hypereutectoïdes et de fonte pour les chutes de demi-produits de fers plats, XV^{ème} siècle. a) Gradient des teneurs en carbone d'une zone de fonte vers un acier à 0,3 % de carbone en passant par une zone d'acier hypereutectoïde et un acier trempé pour l'échantillon CL13383-22b (US6015, CM16) b) Acier hypereutectoïde : aiguilles de cémentite visible sur la section de l'échantillon CL12678-4-6-a (US2529, CM15) c) Gradient des teneurs en carbone visible sur l'échantillon CL13383-21a (US6015, CM16), acier hypereutectoïde et aiguille de cémentite vers un acier à 0,6 % de carbone.

L'ensemble de ces observations a permis d'estimer les taux de carbone moyen pour chacun des fers plats étudiés. Ils oscillent entre 0,10 % et 0,65 % et la moyenne de ces teneurs

est située autour de 0,38 %¹³⁵ avec un écart type de 0,19 (Figure 171). Il est à noter également que ces fers plats sont hétérogènes en termes de teneur en carbone. En effet, dans la majorité des cas, les écarts types à la moyenne sont compris entre 0,2 et 0,3.

Les valeurs de microdureté obtenues sont à relier avec les taux de carbone moyen. Les fers plats présentent des duretés moyennes comprises entre 115 HV et 392 HV. La moyenne de ces duretés est de 189 HV et l'écart type associé à cette moyenne est de 75. Plus de la moitié des valeurs de dureté est comprise entre 100 HV et 200 HV avec une prédominance des valeurs entre 100 HV et 150 HV.

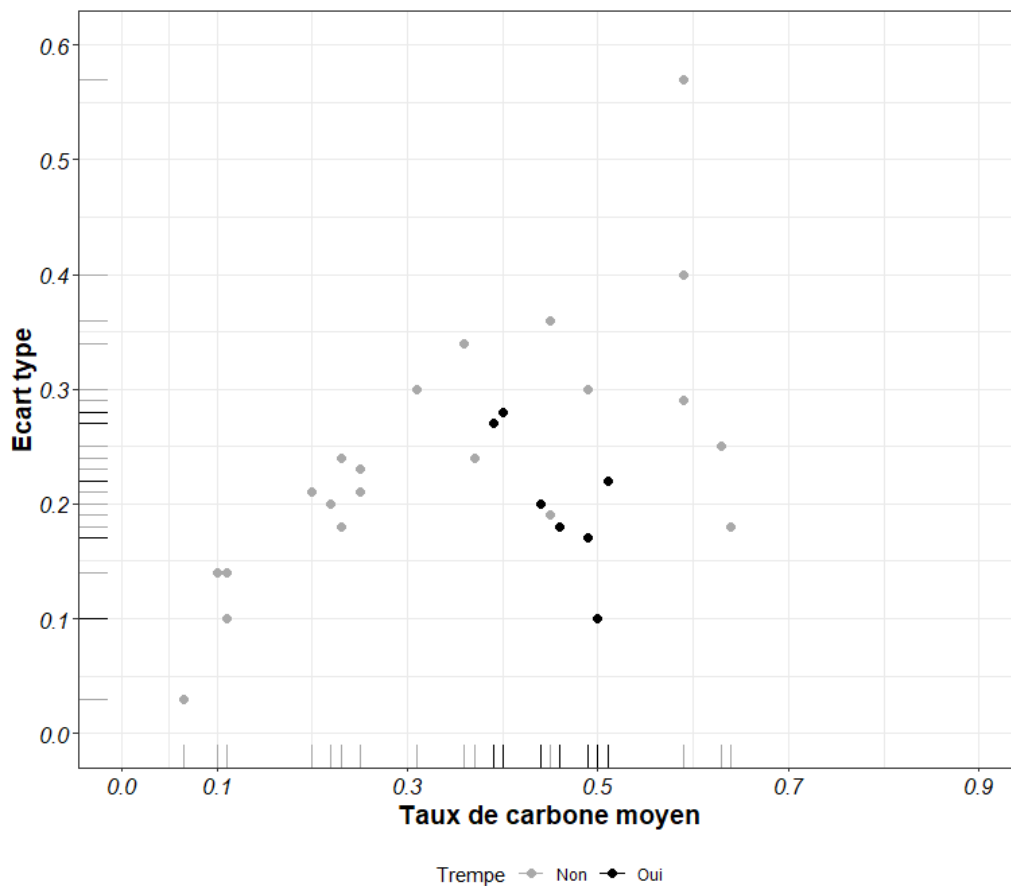


Figure 171 : Relation entre taux de carbone moyen et écart type – à noter que les points noirs représentent les demi-produits présentant des structures de trempe et pour lesquels les teneurs en carbone et les écarts types sont sous-évalués.

Les résultats métallographiques relatifs à ce corpus sont récapitulés dans le Tableau 55.

¹³⁵ En considérant la moyenne des taux de carbone minimaux et maximaux pour les échantillons trempés (cf. Tableau 55)

Tableau 55 : Caractéristiques métallographiques et duretés du corpus de fers plats étudiés pour la période du XV^{ème} siècle à Castel-Minier

Code Labo	% Inc	% C>0,3	% C*	σ_c	Forme perlite	Martensite/Bainite	HV*
11887	1,3	19,1	0,2	0,21	Lamellaire	Non	123 ($\sigma=40$)
12292-2	9,4	97,3	0,64	0,18	Lamellaire	Non	208 ($\sigma=43$)
12247-3	2,8	57	0,37	0,25	Lamellaire	Non	147 ($\sigma=42$)
12292-5	1,7	19	0,22	0,2	Lamellaire et globulaire	Non	122 ($\sigma=28$)
12472-2-1	1,1	92,5	0,37-0,63*	0,03-0,16	Lamellaire	Non (Perlite nodulaire)	222 ($\sigma=52$)
12678-3_9	2,7	57	0,45	0,36	Globulaire	Non	173 ($\sigma=45$)
12678-4-6	2,4	49,6	0,36	0,34	Lamellaire	Non	146 ($\sigma=40$)
12678-4-7	1,3	68	0,32-0,48*	0,17-0,28	Lamellaire et globulaire	Non	191 ($\sigma=58$)
12678-14-2	2,3	55	0,59	0,4	Lamellaire	Non	176 ($\sigma=70$)
13380-1	0,5	73,5	0,25-0,62*	0,1-0,3	Lamellaire	Oui	284 ($\sigma=136$)
13380-2	1,6	39,6	0,25	0,21	Lamellaire et globulaire	Non	126 ($\sigma=27$)
13381-6	2,0	78,2	0,45	0,19	Lamellaire	Non	156 ($\sigma=31$)
13381-15	0,8	86,7	0,43-0,6*	0,20-0,22	Lamellaire et globulaire	Non	230 ($\sigma=48$)
13383-1	5,1	6,23	0,11	0,1	Lamellaire	Non	115 ($\sigma=17$)
13383-2	1,4	77	0,27-0,65*	0,1-0,27	Lamellaire	Oui	364 ($\sigma=252$)
13383-3	2,2	24,9	0,23	0,24	Lamellaire	Non	126 ($\sigma=42$)
13383-8	3,2	29,9	0,25	0,23	Lamellaire	Non	135 ($\sigma=41$)
13383-9	0,7	68	0,49	0,3	Lamellaire	Non	206 ($\sigma=73$)
13383-10	1,0	82,7	0,63	0,25	Lamellaire	Non	214 ($\sigma=63$)
13383-15	1,0	79,9	0,42-0,59*	0,28-0,31	Lamellaire	Non	238 ($\sigma=72$)
13383-20	2,2	39,2	0,31	0,30	Lamellaire	Non	129 ($\sigma=39$)
13383-21	1,7	51,7	0,27-0,51*	0,18-0,35	Lamellaire	Oui	289 ($\sigma=218$)
13383-22	1,1	80,8	0,43-0,75*	0,28-0,30	Lamellaire	Oui	392 ($\sigma=263$)
13383-24	1,8	48,8	0,59	0,57	Lamellaire	Non	196 ($\sigma=62$)
13383-25	2,5	8,84	0,11	0,14	Lamellaire	Non	118 ($\sigma=23$)
13509	10	6,43	0,1	0,14	Lamellaire	Non	/
13570-3	1,0	37	0,23	0,18	Lamellaire	Non	125 ($\sigma=22$)
13625-3	3,3	0	0,065	0,03	Lamellaire	Non	146 ($\sigma=20$)
13646	0,6	86	0,27-0,7*	0,1-0,23	Lamellaire	Oui	/
Moyenne	2,4		0,37				189
Ecart type	2,3		0,19				74

*Du fait de la présence de structures martensitiques ou bainitiques au sein des sections de ces demi-produits, le taux de carbone moyen n'a pu être évalué par métallographie, une teneur minimale et maximale sont donc indiquées en supposant que ces zones hors équilibre possèdent un taux de carbone d'au moins 0,3 % massique et d'au plus 0,8 % massique. Cette même méthode a été employée pour la perlite nodulaire, quand aucun gradient de carbone, qui nous aurait éclairé sur la teneur en carbone de cette perlite nodulaire, n'a été observé (cf. chapitre IV).

b) Les fers ronds:

Nous allons à présent nous intéresser à une seconde catégorie de fers apparaissant au XV^{ème} siècle à Castel-Minier : les fers ronds. Ce corpus se compose de douze artefacts, qui, pour rappel, ont été sélectionnés en fonction de leur métrologie comme expliqué au chapitre III. La planche ci-dessous présente six sections représentatives de ce corpus de barres rondes.

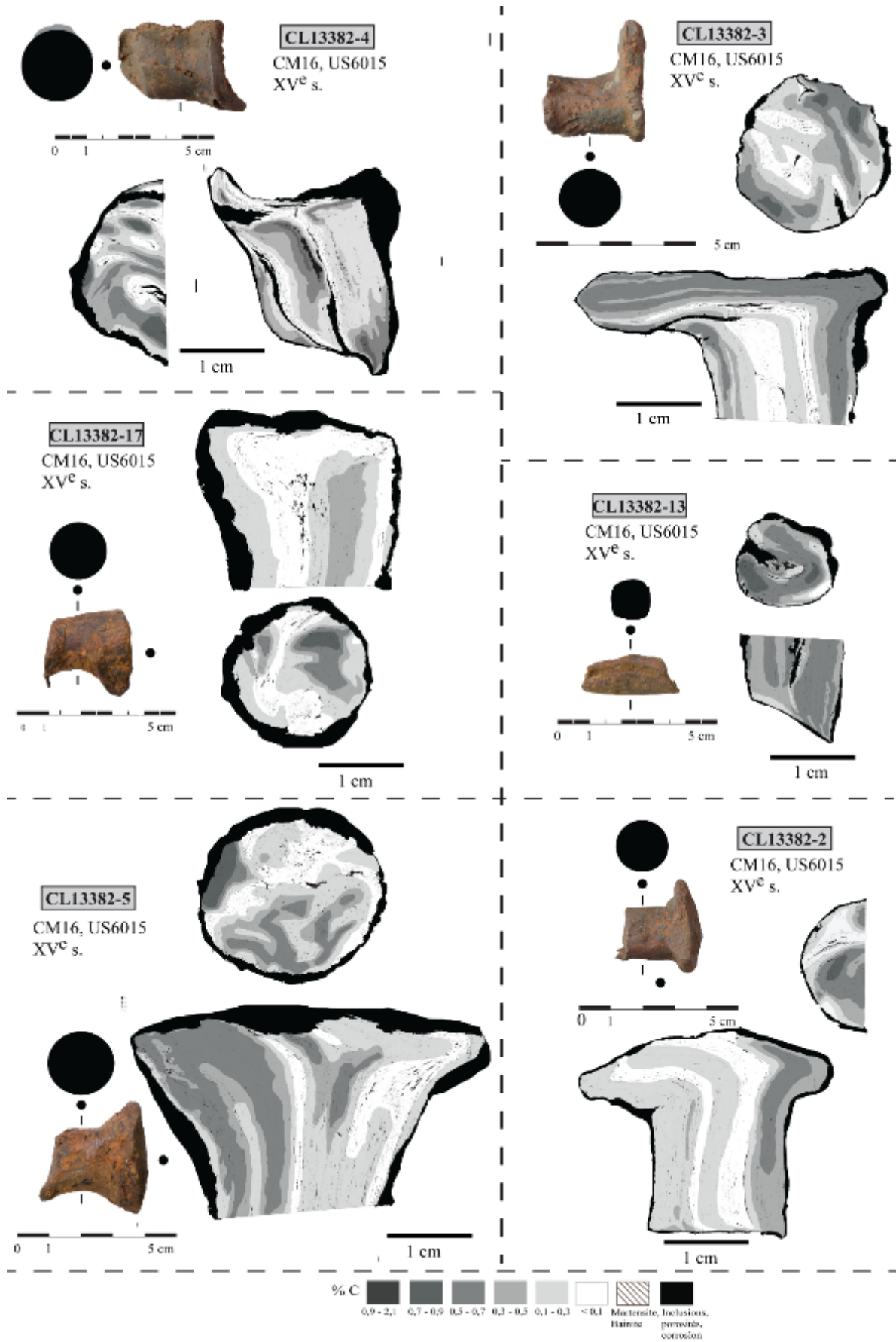


Figure 172 : Caractéristiques métallographiques et dureté des barres de fer rondes analysées pour la période du XV^{ème} siècle.

i) Propreté inclusionnaire :

Les fers ronds présentent des pourcentages inclusionnaires compris entre 1 % et 4 %. En moyenne, le pourcentage inclusionnaire des sections est de 2,3 % avec un écart type de 0,81 (Figure 173).

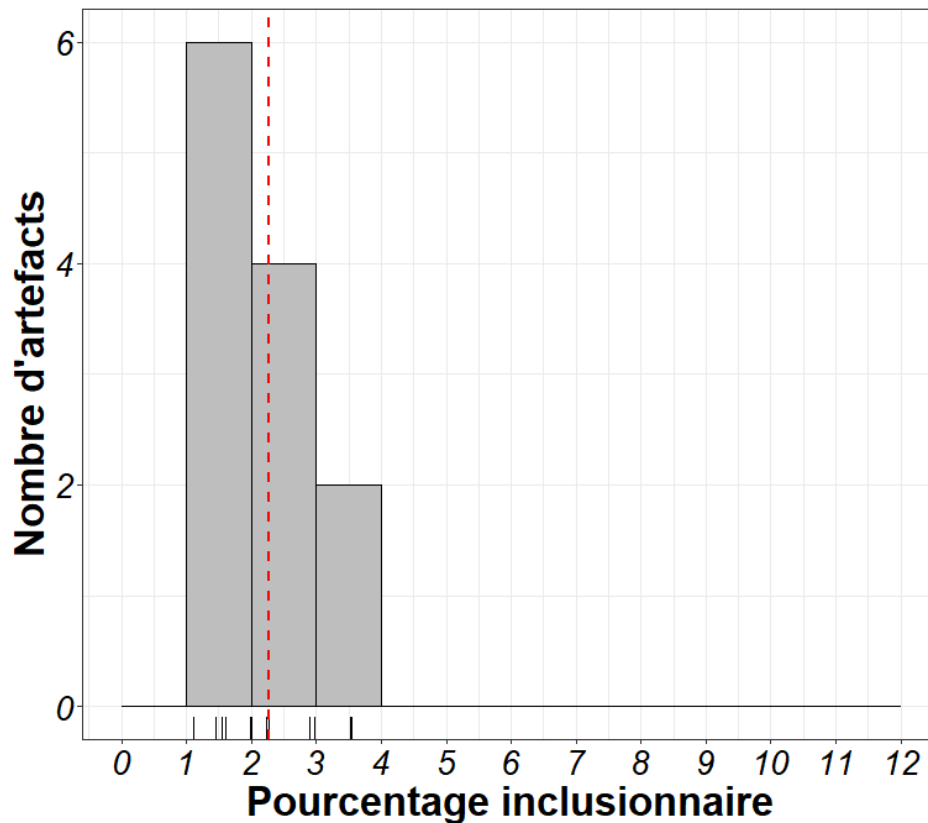


Figure 173 : Distribution des pourcentages inclusionnaires pour les fers ronds, la ligne pointillée rouge indique la position de la moyenne de ces pourcentages inclusionnaires.

Pour la section longitudinale, dans le corps, les inclusions s'organisent en bandes, suivant le sens du martelage et de l'étirement du matériau (Figure 174b), c'est-à-dire orientées de la tête vers l'extrémité tranchée (Figure 172). Pour la zone de la tête, elles suivent le sens de l'écrasement, et pour la zone de l'extrémité tranchée, elles suivent le sens de découpe. Ces inclusions linéaires très fines peuvent également signaler la présence d'une ligne de soudure, orientée de la tête à l'extrémité tranchée (Figure 172). Certaines soudures, mal réalisées, sont remarquables par l'observation de lignes de corrosion ayant rempli les cavités formées par deux parties métalliques mal soudées.

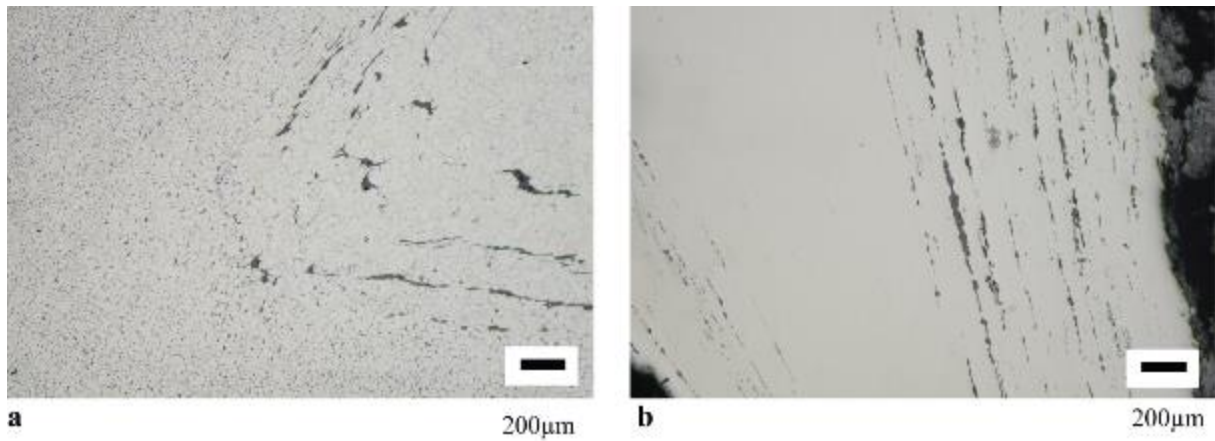


Figure 174 : a) Inclusions suivant le mouvement de l'écrasement de la tête pour la barre ronde CL13382-2 b) Inclusions très allongées suite au martelage pour CL13382-6.

Pour la section transversale, les inclusions présentent une autre organisation. Elles s'organisent toujours sous forme de bandes, mais enroulées en spirale autour d'une plus grosse inclusion centrale et suivent le mouvement de courbure du fer rond (Figure 174a).

ii) Microstructures et composition

La distribution en carbone alterne entre bandes ferritiques et bandes carburées orientées longitudinalement de la tête vers la tranche (Figure 172 et Figure 176). Pour les sections transversales, représentant l'intégralité de la section circulaire, les bandes carburées s'orientent en spirale autour d'un cœur central.

Aucun fer rond n'est entièrement ferritique ou entièrement carburé. Toutefois, la majorité est à dominance ferritique : seuls 3 artefacts sur les 12 ont plus de 50% de la surface étudiée carburée, c'est-à-dire supérieure à 0,3 % (Figure 175).

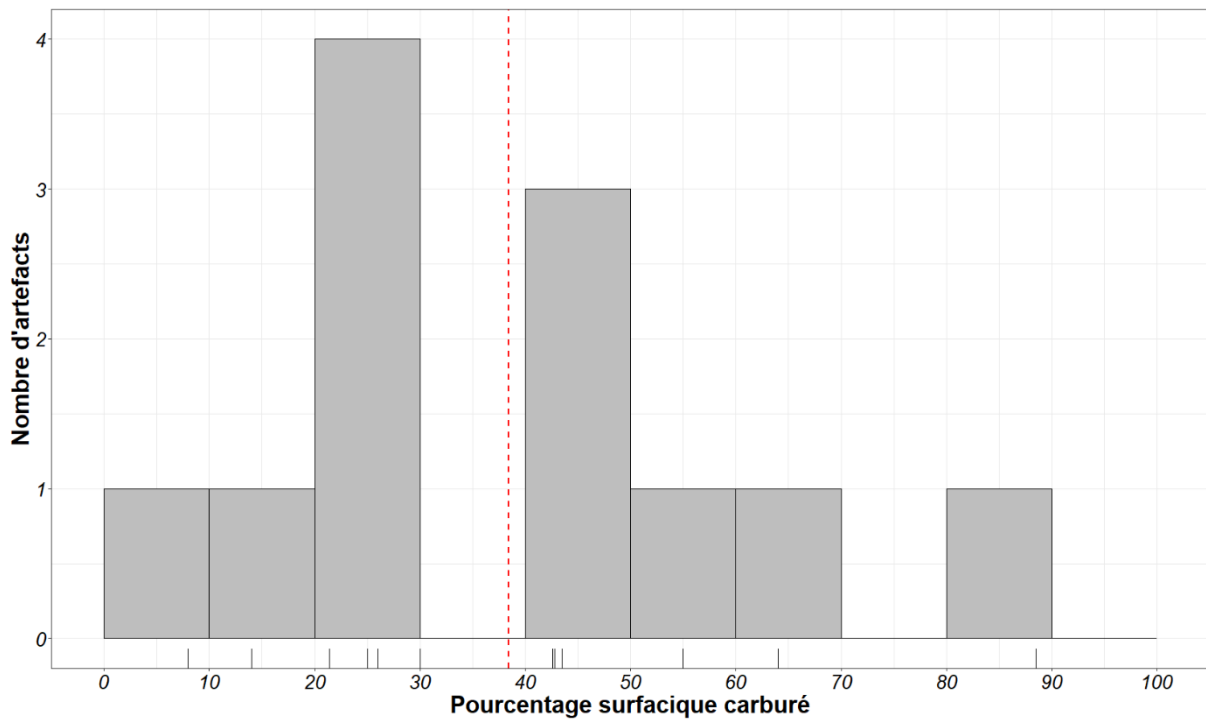


Figure 175 : Distribution des surfaces carburées (%C > 0,3) pour les fers ronds

Des structures hors équilibre de type Widmanstätten ont été relevées sur l'ensemble des échantillons. Les deux échantillons issus du fer rond CL13382-1 (CM16, US6015), présentent une structure de perlite globulaire. Tous les autres échantillons sont composés de perlite lamellaire lorsque l'acier est présent. A l'exception des structures précédemment citées, aucune autre structure hors équilibre n'a été révélée. Les teneurs en carbone dans les aciers ne dépassent pas celle de l'eutectoïde à l'exception du demi-produit CL13382-15 (CM16, US6015), dont 20 % de la surface analysée est occupée par de l'acier hypereutectoïde.

Les grains sont équiaxes mis à part ceux situés au niveau de la tête, légèrement écrouis, conséquence de l'aplatissement par martelage de cette dernière et quelques fois au niveau de l'extrémité tranchée.

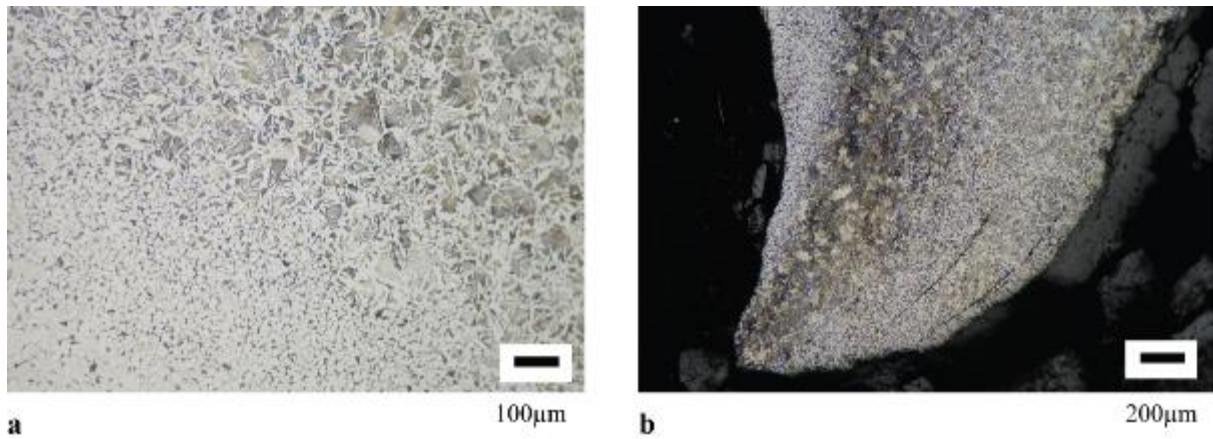


Figure 176 : Variation des teneurs en carbone au sein des barres de fers rondes a) De la ferrite à l'acier à 0,4% de carbone pour CL13382-2 b) Acier à 0,2% de carbone et acier à 0,8% de carbone au niveau de l'extrémité tranchée à chaud de CL 13382-4.

Ainsi, les teneurs moyennes en carbone de ces barres de fers rondes sont comprises entre 0,1 et 0,3 % de carbone à l'exception de deux objets à 0,5 % de carbone. L'ensemble des barres présente un taux de carbone moyen de 0,29 % pour un écart type de 0,12. La représentation de l'écart type à la moyenne en fonction du taux de carbone moyen montre des artefacts à tendance moyennement hétérogène¹³⁶ (Figure 177). Les écarts types s'étendent de 0,12 à 0,38 avec une moyenne de 0,19 et un écart type de 0,06. Un seul objet présente un écart type important (0,38), il s'agit du CL13382-15 (CM16, US6015) comportant de l'acier hypereutectoïde.

¹³⁶ D'après la définition de Leroy *et al.* 2017

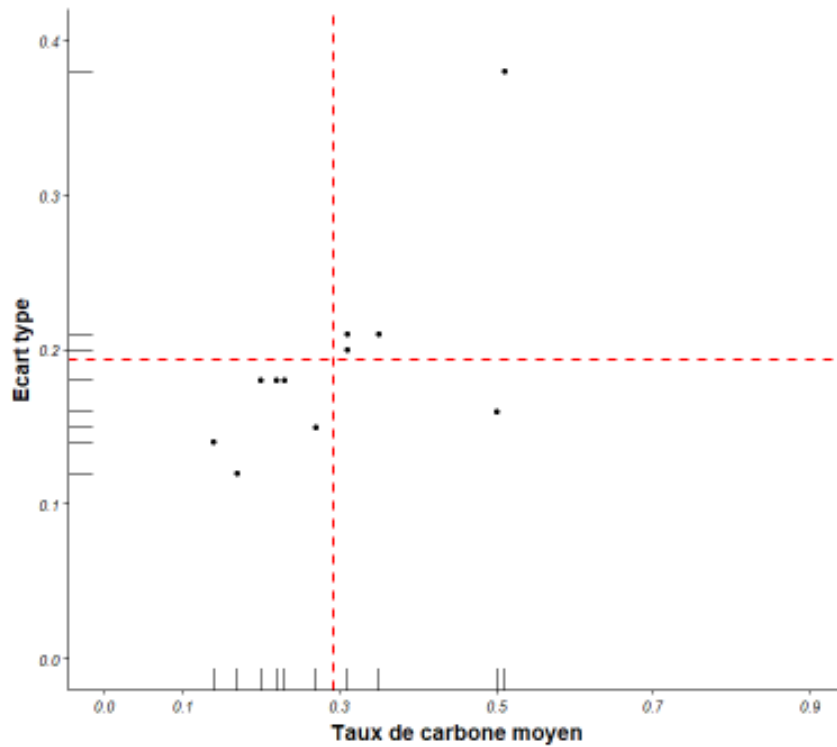


Figure 177 : Caractéristiques structurales des fers ronds, distribution des teneurs en carbone et de l'hétérogénéité des teneurs en carbone, les lignes en pointillés rouges indiquent les positions des moyennes pour les taux de carbone moyen et les écarts types à la moyenne pour ce corpus.

En corrélation avec la variabilité des teneurs en carbone, les fers ronds présentent tous des duretés moyennes comprises entre 100 et 200 HV avec une prédominance des valeurs de dureté comprises entre 100 et 150 HV. La dureté du demi-produit CL13382-1 (CM16, US6015) est légèrement supérieure (150 HV) à celle attendue pour un tel taux de carbone moyen (0,17 %). Ceci est d'autant plus étonnant que nous aurions dû nous attendre, de par la présence de perlite globulaire, à des valeurs de dureté plus faible en comparaison à un artefact de même teneur en carbone et présentant de la perlite sous forme lamellaire (*cf.* chapitre I). Il est possible que la teneur en carbone soit ici sous-estimée, la globularisation de la perlite rendant la lecture plus complexe.

L'ensemble des résultats issus des analyses métallographiques précédemment décrits est résumé dans le Tableau 56.

Tableau 56 : Caractéristiques métallographiques et duretés du corpus de fers ronds étudiés pour la période du XV^{ème} siècle à Castel-Minier.

Code Labo	% Inc	% C>0,3	% C*	σ_c	Forme perlite	Martensite/Bainite	HV*
13382-1	2,3	14	0,17	0,12	Globulaire	Non	150 ($\sigma=36$)
13382-2	1,1	26	0,22	0,18	Lamellaire	Non	129 ($\sigma=30$)
13382-3	1,5	55	0,35	0,21	Lamellaire	Non	136 ($\sigma=35$)
13382-4	2,9	42,6	0,31	0,2	Lamellaire	Non	125 ($\sigma=40$)
13382-5	2	43,5	0,31	0,21	Lamellaire	Non	125 ($\sigma=32$)
13382-6	2,2	21,4	0,2	0,18	Lamellaire	Non	118 ($\sigma=24$)
13382-7	3,5	25	0,23	0,18	Lamellaire	Non	122 ($\sigma=27$)
13382-8	3,5	8	0,14	0,14	Lamellaire	Non	121 ($\sigma=28$)
13382-11	1,6	30	0,27	0,15	Lamellaire	Non	141 ($\sigma=25$)
13382-13	2,0	88,5	0,5	0,16	Lamellaire	Non	172 ($\sigma=36$)
13382-15	3,0	64	0,51	0,38	Lamellaire	Non	154 ($\sigma=33$)
13382-17	1,6	42,8	0,31	0,21	Lamellaire	Non	125 ($\sigma=30$)
Moyenne	2,3		0,29				
Ecart type	0,81		0,12				

iii) Mise en forme :

Au vu des résultats métallographiques présentés ci-dessus et de la morphologie des demi-produits, le modèle suivant peut être proposé. Le produit de départ est un fer plat identique à ceux décrits dans la partie C.2.a. Un des côtés du demi-produit est replié sur lui-même, jusqu'à un peu moins de la moitié du centre. Le second côté est également replié en venant recouvrir légèrement le premier repli (Figure 178-Etapes 1 et 2). Il est également possible qu'un seul repli soit effectué pour des fers plats de faible largeur (Figure 179). Ce sont ces replis successifs qui sont retranscrits par l'alignement des inclusions et les lignes de soudures visibles dans les sections métallographiques. A ce stade, et comme observé pour la section longitudinale du corps des barres rondes, les inclusions sont orientées de façon linéaire tout comme elles l'étaient pour le fer plat. La tête est ensuite écrasée par martelage (Figure 178-Etape 3). C'est pourquoi, les inclusions sont déformées dans cette partie de la barre. Ce surplus de matière va permettre de maintenir la barre à l'aide d'une pince au cours du martelage du corps. La barre va ensuite être tournée progressivement sur elle-même, pour être martelée, afin de lui donner sa forme circulaire (Figure 178-Etape 3'). Une fois cette forme obtenue, il ne reste plus qu'à trancher à chaud la tête, inutile désormais (Figure 178-Etape 4).

Les différences de diamètre du corps des fers ronds peuvent donc s'expliquer par une différence dans le choix du fer plat à l'origine de la barre. En effet, en suivant notre modèle de production de ces barres rondes, on peut en déduire que l'épaisseur de la barre correspond au

diamètre des fers ronds et que l'aire de la section du fer plat équivaut à l'aire de la section des barres rondes.

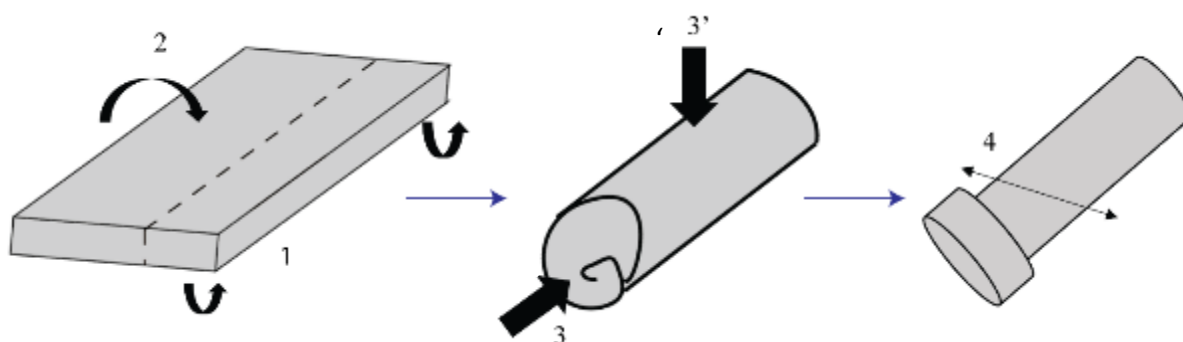


Figure 178 : Proposition d'un mode d'élaboration des fers ronds.

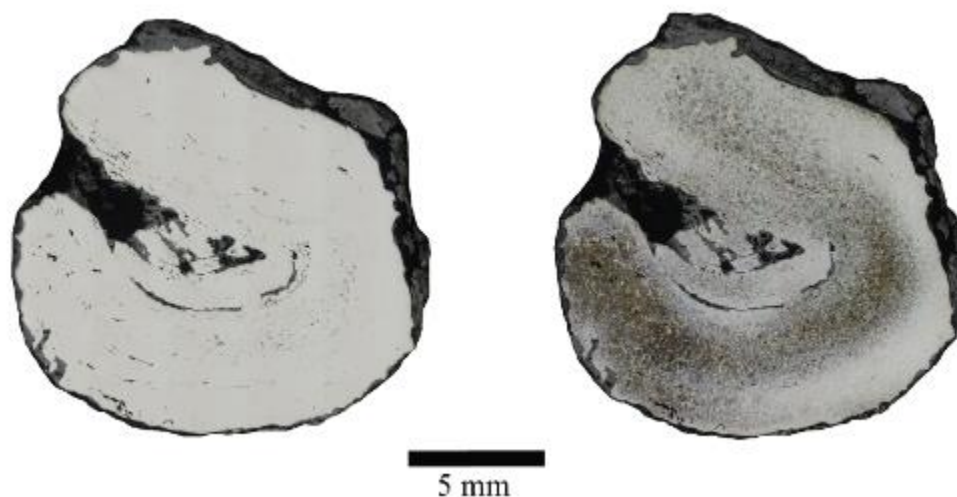


Figure 179 : Section métallographique transversale avant et après attaque pour un fer rond - CLI3382-13 (CM16, US6015) - montrant le repli de la matière sur elle-même.

Si ce modèle peut s'appliquer dans la majorité des cas, pour d'autres, il est à noter que l'enroulement des inclusions n'est pas toujours clairement visible. Il est donc possible que ce mode de production soit un mode parmi d'autres et que, pour d'autres cas, un mode de formation plus « classique », par martelage des coins d'une section plate ait donné ces fers ronds.

3. Objets finis

Deux éléments de chaîne, un fer de hache et cinq pointerolles ont été étudiés. Une description de ces objets finis peut être trouvée au chapitre III.

a) Les éléments de chaîne

Un fragment d'anneau (CL13269/2, CM16, TB19_11) et un fragment de crochet (CL13269/1, CM16, TB19_11) ont été étudiés. Leur analyse métallographique est présentée en Figure 180 et est détaillée dans le catalogue analytique présent dans le volume Annexes.

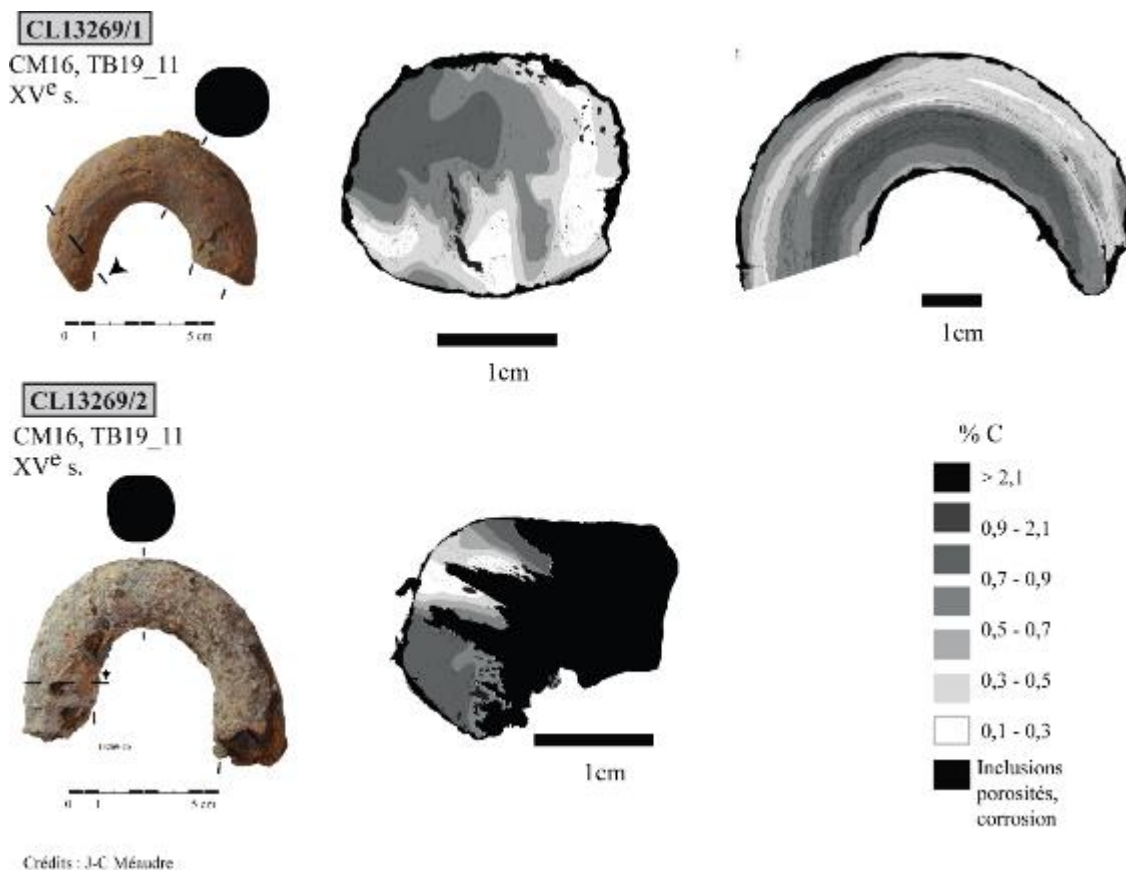


Figure 180 : Caractéristiques métallographiques et dureté du crochet et de l'anneau analysés pour la période du XV^{ème} siècle.

Pour les deux objets, il a été observé un enchaînement des bandes ferritiques et carburées organisées en spirales pour les sections transverses, et en bandes rectilignes pour les sections longitudinales. A cela, il faut ajouter que les inclusions s'organisent de façon similaire aux bandes carburées. Les alignements d'inclusions matérialisent des lignes de soudures de repli au sein de la matière.

A l'exception des structures de Widmanstätten, aucune structure hors-équilibre n'est à relever. La perlite est sous forme lamellaire et les grains sont équiaxes.

Le crochet et l'anneau présentent tous deux des taux de carbone moyen similaires autour de 0,5 % et des pourcentages inclusionnaires également proches compris entre 2 et 3 %.

L'ensemble des résultats relatifs à ces deux objets est résumé dans le tableau ci-dessous :

Tableau 57 : Caractéristiques métallographiques et dureté du crochet et de l'anneau.

Code Labo	% Inc	% C>0,3	% C*	σ_c	Forme perlite	Trempe	HV*
13269/1 (Crochet)	2,9	60	0,45	0,27	Lamellaire	Non	174 ($\sigma=48$)
13269/2 (Anneau)	1,9	73	0,54	0,28	Lamellaire	Non	190 ($\sigma=52$)

b) Le fer de hache :

Un petit fragment de hache a été étudié (CL13396-1, CM16, US6015). Le tranchant étant le lieu où un traitement thermique est susceptible d'avoir été appliqué préférentiellement, une découpe dans la longueur à partir de ce tranchant a été réalisée pour l'étude métallographique.

Ce fer de hache présente un pourcentage inclusionnaire de 0,95 %. Les inclusions sont fines, orientées dans le sens du martelage et réparties de façon uniforme sur l'ensemble de la surface.

L'ensemble de la surface est carburé. En partant de la pointe du tranchant vers l'extrémité opposée, deux parts se font face. Une des faces de la hache est composée d'acier à 0,3 % de carbone pour lequel la perlite est sous forme lamellaire (Figure 181a). L'autre face est composée d'un acier estimé à 0,5 % de carbone sous forme de perlite globulaire (Figure 181c). A l'interface de ces deux zones, on note la présence d'une bande d'acier eutectoïde et d'une ligne de soudure (Figure 181). A partir de ces observations, la teneur moyenne en carbone est estimée à 0,54 % avec un écart type à la moyenne de 0,14.

Les résultats obtenus en microdureté sur ce fer de hache confirment les résultats obtenus en métallographie et sont conformes aux propriétés attendues pour ce type d'objet, résistant et dur. Le Tableau 58 résume les différents résultats obtenus pour ce fragment de fer de hache.

Tableau 58 : Caractéristiques métallographiques et de dureté du fragment de fer de hache CL13396-1.

Code Labo	% Inc	% C>0,3	% C*	σ_c	Forme perlite	Martensite/Bainite	HV*
13396-1	0,9	100	0,54	0,14	Lamellaire et globulaire	Non	190 ($\sigma=20$)

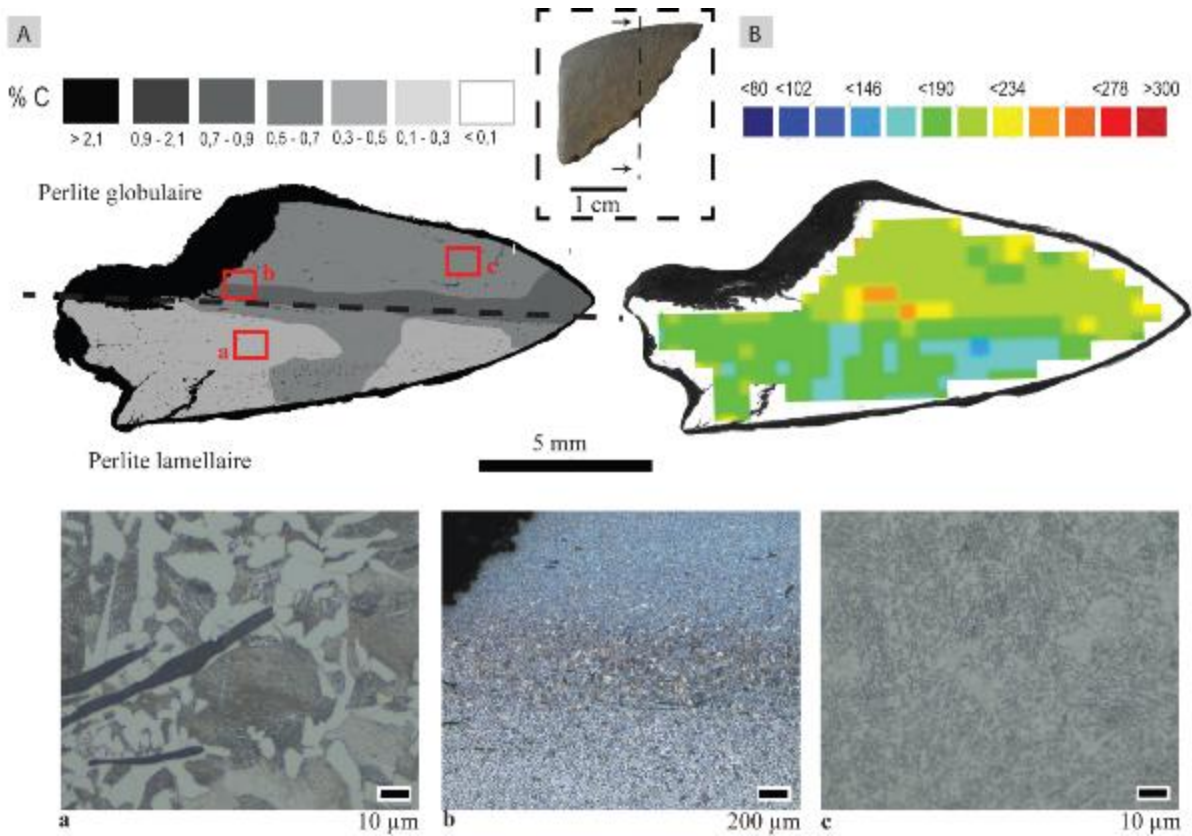


Figure 181 : Echantillon CL13396-1a (CM16, US6015) A) Distribution des teneurs en carbone au sein de l'échantillon B) Cartographie de distribution des valeurs de dureté. Micrographies : a) Perlite lamellaire et ferrite b) Transition d'un acier présentant une structure de perlite globulaire à un acier à perlite lamellaire, au centre une bande d'acier eutectoïde c) Perlite globulaire.

c) Les pointerolles :

Cinq pointerolles ont été étudiées. Les caractéristiques métallographiques et les cartographies de dureté de chacune de ces pointerolles sont illustrées en Figure 182.

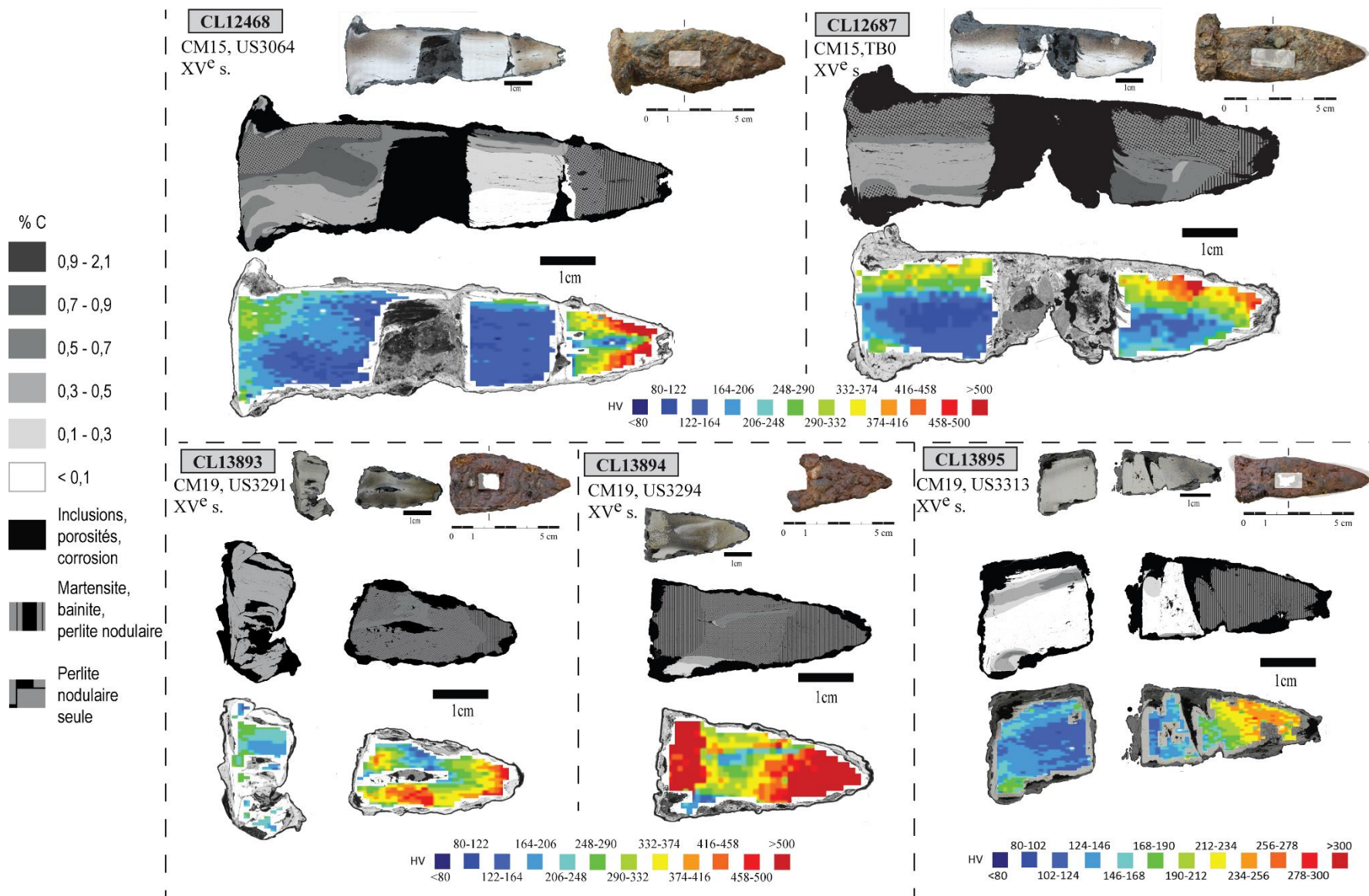


Figure 182 : Caractéristiques métallographiques et dureté des pointerolles analysées pour la période du XV^{ème} siècle.

i) Propreté inclusionnaire

Les pointerolles présentent toutes des pourcentages inclusionnaires inférieurs à 3 % à l'exception d'une seule pointerolle (CL13893, CM19, US3291). Pour cette dernière, on remarque une porosité très grande au centre de la partie située entre l'extrême pointe et l'œil. Pour les autres pointerolles, les inclusions sont déformées dans le sens du martelage et réparties de façon homogène sur l'ensemble de la surface.

ii) Microstructures et composition

Tout comme pour le XIV^{ème} siècle, les pointerolles du XV^{ème} siècle sont hétérogènes en composition. Des différences notables ont été relevées entre le corps et la pointe de la pointerolle.

On remarque différentes techniques destinées à conférer une pointe aciérée à la pointerolle. Dans le cas de la pointerolle CL13894 (CM19, US3294), on note une soudure en gueule de loup. Une légère décarburation de la matière est observée au niveau de la soudure (Figure 182). La pointe aciérée de la pointerolle CL13893 (CM19, US3291) semble également avoir été rapportée par soudure en gueule de loup.

Pour deux pointerolles -CL12468 (CM15, US 3064) et CL13895 (CM19, US 3313) - on note que la pointe a été rapportée, au moyen d'une soudure en bout, sur le corps dont la teneur en carbone peut être variable. Ces soudures sont facilement identifiables car elles sont matérialisées par une fissure que la corrosion a comblée (Figure 182). Les soudures sont donc de qualité moyenne. Les structures martensitiques, localisées uniquement sur la pointe soudée pour la pointerolle CL13895, témoignent donc d'une trempe sélective, après soudure, visant à durcir spécifiquement cette partie de l'objet.

Cette technique semble également avoir été employée pour réparer les pointerolles usagées. En effet, pour la pointerolle CL13895 (CM19, US 3313), on note deux soudures successives au niveau de la pointe. Ceci peut témoigner de traces de réparation au niveau de la pointe (Figure 182). La pointe s'est brisée et a donc dû être ressoudée au corps. Si l'on suppose que la soudure la plus proche du corps est la soudure originelle issue de la formation de la pointerolle, nous pouvons en conclure qu'au moins une réparation a été effectuée par soudure en bout pour cet outil.

Enfin pour la pointerolle CL12687 (CM15, TB0), le mode de fabrication est moins évident. Aucune ligne de soudure n'a été mise en évidence au niveau de la pointe. La

carburation observée dans la pointe semble être dans la continuité de celle observée sur le reste du corps. On remarque, d'ailleurs, une variation des structures de trempe dans la pointe, reflétant l'hétérogénéité des teneurs en carbone au sein de cette dernière.

On distingue donc différents cas de figures pour la nature du corps. Le corps peut être composé de bandes d'acier de teneur en carbone différentes et de ferrite orientées dans le sens du martelage. Pour la pointerolle CL12687 (CM15, TB0), on remarque un gradient des teneurs en carbone. Ce gradient court de l'acier eutectoïde sous forme de perlite nodulaire ou lamellaire en périphérie de l'objet à un acier à 0,2 % au centre. Dans certains cas, la ferrite est majoritaire comme pour la pointerolle CL13895 (CM19, US3313). Dans d'autres cas, l'acier est majoritaire et parfois même omniprésent comme pour les pointerolles CL13893 (CM19, US3291), ou CL12687 (CM15, TB0). La perlite est lamellaire mais on observe parfois des structures hors équilibre de type martensite, bainite ou perlite nodulaire issues d'un refroidissement plus rapide qu'à l'équilibre (Figure 183a). Enfin, les grains sont majoritairement équiaxes sauf au niveau de la tête, où le martelage a entraîné un écrouissage des grains (Figure 183b).

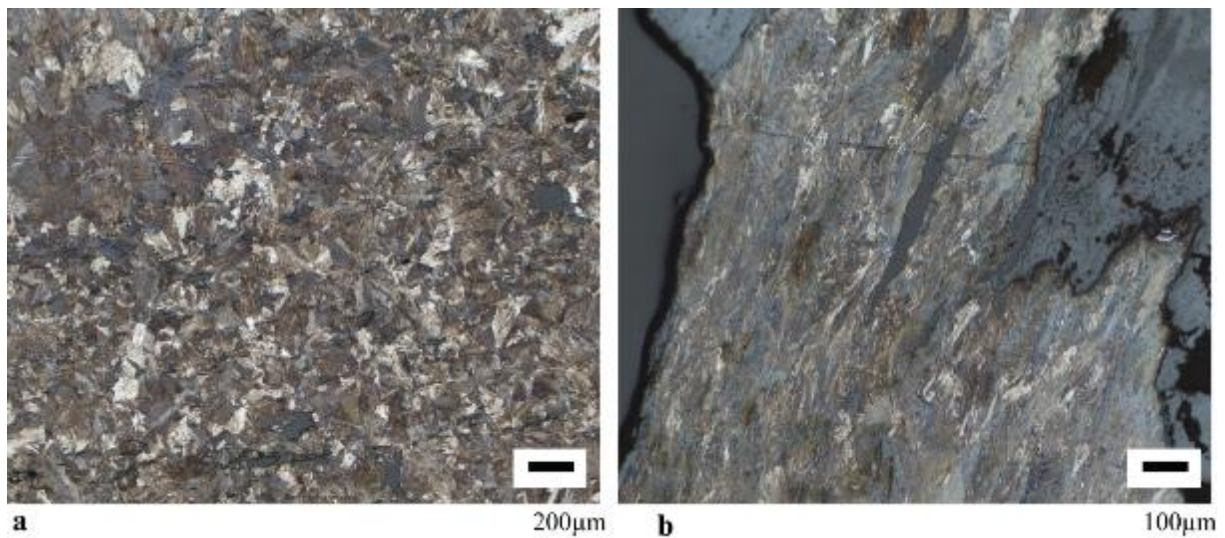


Figure 183 : Micrographies de la pointerolle CL12687 (CM15, TB0) a) Perlite nodulaire observée dans le corps de l'outil b) Ecrouissage des grains d'acier au niveau de la tête.

Pour la pointe, on remarque que l'acier est toujours présent. De plus, des structures de martensite, bainite ou de perlite nodulaire ont systématiquement été relevées, témoignant d'une trempe destinée à durcir la pointe de la pointerolle (Figure 184).

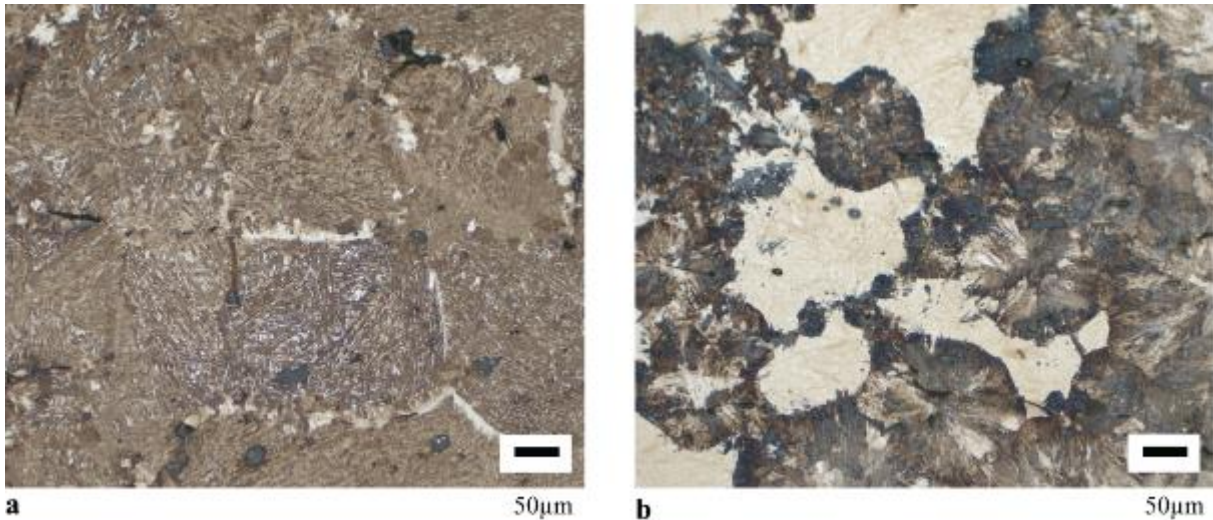


Figure 184 : Structures de trempe observées sur la pointerolle CL12687 (CM15,TB0) a) Martensite, bainite b) Perlite nodulaire et martensite.

Les mesures de dureté attestent bien cette volonté, les valeurs sont toujours plus élevées au niveau de la pointe (Figure 182). Pour la pointerolle CL13894 (CM19, US3294), pour laquelle seule la pointe a été conservée, on note qu'elle est entièrement carburée et présente à la fois des structures de martensite, de bainite et de perlite nodulaire. Ces différentes structures de trempe, reflétant probablement différentes carburations ou différentes vitesses de refroidissement engendrent des variations de dureté. Ainsi, la présence de martensite entraîne des duretés comprises entre 700 et 1000 HV tandis que la perlite nodulaire génère des duretés autour de 350-400 HV (Figure 182). En revanche, une seule pointe, celle de la pointerolle CL13895 (CM19, US3313), présente des duretés plus faibles que celles observées par ailleurs pour la martensite. Elles se situent autour de 250 HV. Il se peut alors que cette pointe soit moins carburée que les autres ou qu'un revenu partiel ait été opéré afin de rendre la pointe moins fragile. Il est à noter, par ailleurs, qu'au niveau de ces pointes, des fissures sont parfois observables, pouvant correspondre à des tapures de trempe causées par une trempe trop sévère et sans revenu postérieur qui aurait permis d'adoucir la trempe et de diminuer la dureté de la pointe.

Le tableau ci-dessous récapitule les principaux résultats. L'ensemble des résultats métallographiques et de dureté peut être consulté dans le catalogue analytique en annexe.

Tableau 59 : Caractéristiques métallographiques et fourchettes de dureté pour les pointerolles étudiées pour le XV^{ème} siècle à Castel-Minier.

Code Labo	% Inc	% C > 0,3	Nature du corps	HV (corps)	Nature de la pointe	HV (pointe)	Particularité notable
12468	1,4	77	Ferrito-perlitique Avec perlite nodulaire	80-300	Acier trempé	300-680	Soudure en bout
12687	2,8	86	Ferrito-perlitique Avec perlite nodulaire	100-400	Acier trempé	150-1000	
13893	5,9	100	Acier	150-230	Acier trempé	140-600	
13894	2,0	98	Manquant	/	Acier trempé	150-1000	Soudure en gueule de loup
13895	1,9	42	Hétérogène (Dominante ferritique)	80-160	Acier trempé	140-270	Double soudure en bout

4. Bilan

La présentation des résultats ci-dessus nous a permis de décrire la nature du métal pour chacun des produits correspondant aux différentes étapes de la chaîne opératoire. Nous allons désormais comparer ces différents produits en se basant sur leur qualité inclusionnaire, et sur la microstructure et la nature de leur alliage, afin de décrire l'évolution de la nature du métal au sein de la chaîne opératoire. Ceci permettra d'établir des filiations entre les différentes étapes pour la période du XV^{ème} siècle.

a) Propreté inclusionnaire :

Pour les produits étudiés pour le XV^{ème} siècle, les pourcentages inclusionnaires varient de 0,5 à 25 %. Ces variations en termes de pourcentage inclusionnaire sont à relier à la place qu'occupe l'objet au sein de la chaîne opératoire. En effet, la valeur la plus forte des pourcentages inclusionnaires correspond à la matière issue des premiers stades de la chaîne opératoire, c'est-à-dire à celle du fragment de masse brute en cours de compactage (25 %). Puis, on observe une diminution très forte de la valeur du pourcentage inclusionnaire au fur et à mesure que l'on s'approche du stade du demi-produit ou de l'objet fini (Figure 185).

En effet, les demi-produits présentent des pourcentages inclusionnaires significativement plus faibles que celui de la masse brute, mais dont la gamme est étendue, variant de 0,5 % à 10 %. Leur moyenne se situe à 2,4 avec un écart type de 1,9. Parmi les demi-produits, les barres de fers ronds présentent une gamme de pourcentages inclusionnaires plus

restreinte. La valeur maximale atteinte est de 3,5 %. Les valeurs de pourcentages inclusionnaires de ces barres rondes sont similaires aux valeurs relevées pour la majorité des fers plats. Nous avons vu que les fers ronds étaient formés à partir de fers plats roulés sur eux-mêmes. Un travail d'épuration supplémentaire n'est donc visiblement pas nécessaire pour passer du fer plat à la barre, mis à part celui inhérent à l'étape de mise en forme.

Enfin, les objets finis, à un stade encore plus avancé de la chaîne opératoire, présentent des pourcentages inclusionnaires encore plus faibles, entre 1 et 3 % à l'exception d'une pointerolle à 6 %. Le métal du fer de hache démontre un travail d'épuration particulièrement soigné. Son pourcentage inclusionnaire (0,95%) est le plus faible de l'ensemble des objets finis étudiés.

Ces observations montrent ainsi que les demi-produits, à Castel-Minier, sont à un stade d'épuration très éloigné de celui de la masse brute. Si l'on se base sur le critère de la qualité inclusionnaire seule, il apparaît que ces demi-produits pourraient être employés directement en forge afin d'aboutir à un objet fini. En effet, pour la grande majorité des demi-produits, les pourcentages inclusionnaires sont aussi bas que ceux des objets finis.

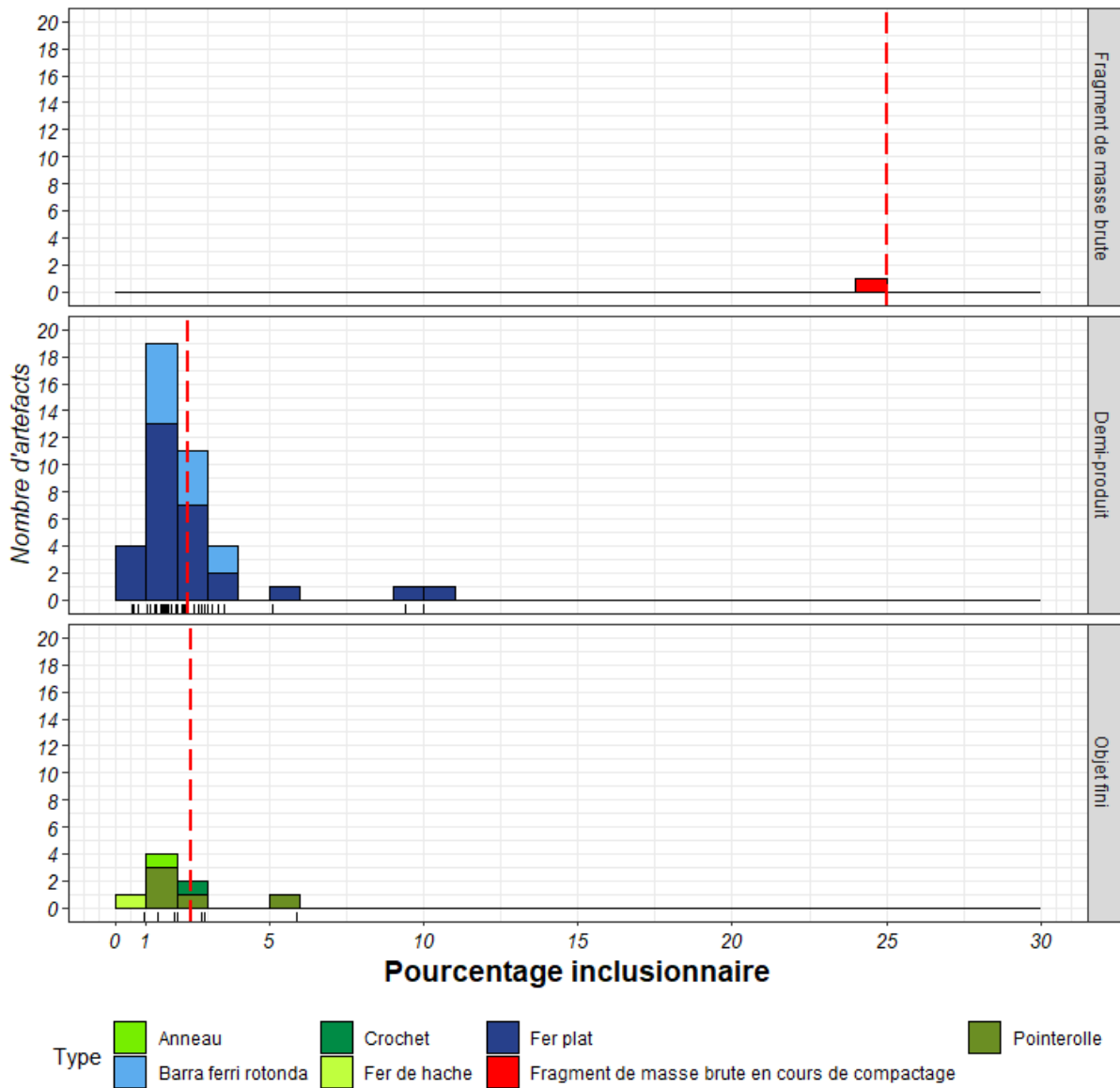


Figure 185 : Distribution des pourcentages inclusionnaires pour le mobilier du corpus XV^{ème} siècle en fonction de leur place dans la chaîne opératoire, la ligne rouge indique la moyenne des pourcentages inclusionnaires par catégorie.

b) Microstructures et composition

Entre le fragment de masse brute, les demi-produits et les objets finis, il est à noter des natures de métal différentes, parfois induite par une action volontaire du forgeron.

Comme nous l’avons vu, le fragment de masse brute – CL13625/1 (CM17, US6069) est le produit possédant le taux de carbone le plus élevé. En effet, il est entièrement carburé et se compose d’acier eutectoïde, hypereutectoïde et de fonte. En revanche, les demi-produits et les objets finis sont quant à eux hétérogènes.

Concernant les demi-produits, il ne semble pas qu’une nature de métal particulière se dégage, ni qu’un tri de la matière soit effectué au préalable afin de conserver une nature de

métal bien spécifique. Certains sont à dominante ferritique, d'autres à dominante aciérée, et les taux de carbone moyen peuvent varier de 0,1 à 0,65 %. Localement, des zones d'acier hypereutectoïdes et de fonte ont été observées. Les barres de fer rondes présentent en moyenne un taux de carbone moyen plus faible que celui des fers plats, mais les caractéristiques métallographiques de ces barres rondes sont toutefois similaires à celles de la majorité des fers plats (Figure 186).

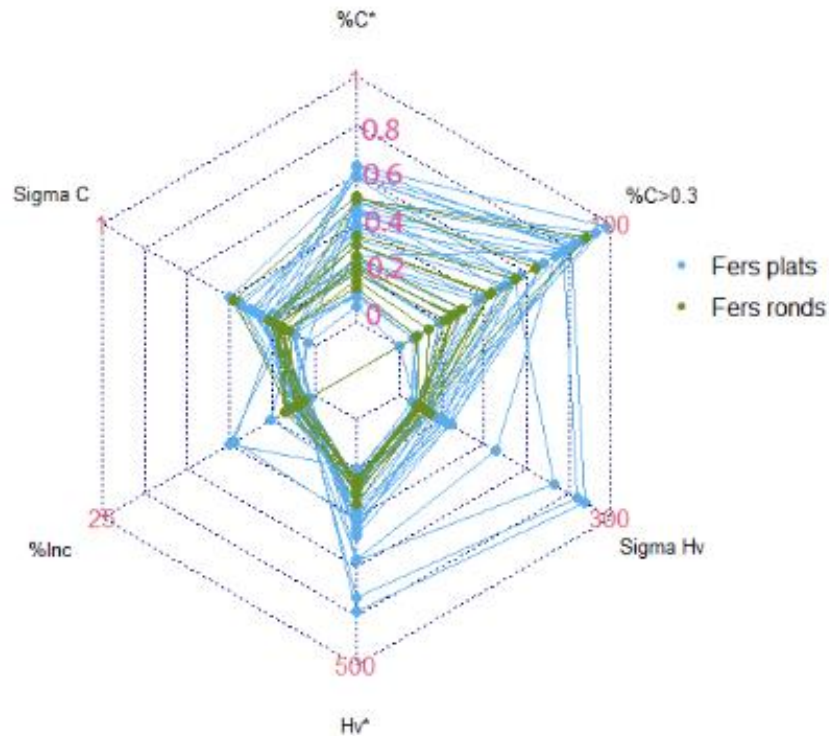


Figure 186 : Caractéristiques métallographiques des fers plats et des fers ronds du XV^{ème} siècle, Castel-Minier. Pour les fers plats comportant martensite et bainite, la valeur du taux de carbone moyen et celle de l'écart-type indiquées sur le graphique sont les valeurs minimales. Elles peuvent être supérieures.

Concernant la nature des fers plats à l'origine de ces barres rondes, il ne semble pas non plus qu'une nature de métal spécifique soit requise, ni qu'un tri préalable de la matière ne soit mené. Aucun travail supplémentaire visant à modifier la nature du métal n'est visible. Les barres de fer rondes sont donc une étape de mise en forme supplémentaire des fers plats, dont la spécificité tient plus à la forme qu'à la nature du métal. Les différentes morphologies produites correspondent donc davantage aux attentes et aux demandes très probables de l'acquéreur, qui choisissait en fonction de son besoin et de la destination fonctionnelle du demi-produit, une typologie de barre aux dimensions souhaitées.

L'hétérogénéité intrinsèque de ces demi-produits résulte en partie de l'hétérogénéité de la masse brute dont ils sont issus. Des bandes de carburation différentes sont visibles et suivent le sens de l'allongement de la matière. Toutefois, des lignes de soudures ont pu être mises en

évidence. Elles séparent parfois deux natures de métal différentes, mais ce cas n'est pas systématique. Il est difficile, sans analyse inclusionnaire de conclure quant à la nature de ces soudures. Il peut s'agir de replis successifs de la matière – et dans ce cas l'hétérogénéité du demi-produit résulterait de l'hétérogénéité de la masse brute – ou de soudures de deux ou plusieurs éléments métalliques différents. Dans certains cas, les opérations de forge ont pu modifier la nature du métal. Nous avons pu observer une décarburation de la matière visible au niveau des soudures et en périphérie ou encore, pour d'autres cas, à l'inverse, une carburation de la matière en périphérie. La question de la cémentation peut alors se poser. En effet, des gradients de carbone sont parfois visibles en partance de la périphérie de l'objet. Il est difficile de savoir s'il s'agit d'une carburation périphérique due aux cycles répétés de chauffe en foyer de forge, d'une répartition hétérogène des zones carburées de la masse brute ou bien d'une cémentation volontaire. Ces gradients sont souvent observés sur une seule face du demi-produit. Toutefois, ce constat ne permet pas d'exclure l'hypothèse de la cémentation car il est possible de ne cémenter qu'une partie de l'objet en protégeant une partie de la surface en lui évitant d'être exposée aux conditions réductrices. Cependant, il est certain que les opérations de cémentation sont souvent chronophages, et leur utilité sur les demi-produits¹³⁷ peut poser question.

Enfin, nous avons vu pour cinq chutes de fers plats, des structures hors équilibre de type martensite ou bainite. Ces dernières posent question. En effet, ces structures ne sont pas localisées à un endroit particulier de la barre. Il ne semble pas y avoir de volonté d'appliquer un traitement de trempe dans le but d'améliorer les propriétés mécaniques du matériau. Elles semblent plutôt être de nature accidentelle. Il est important de rappeler que nous travaillons sur des chutes de demi-produit retrouvées dans le canal du XV^{ème} siècle. Nous ne pouvons donc savoir si la barre entière était trempée ou si seule la chute a subi une trempe accidentelle. Une première hypothèse peut être que ces chutes, une fois séparées de la barre destinée à la circulation, aient été jetées directement à chaud dans le canal et aient ainsi subi une trempe indépendante du souhait du forgeron. Cependant, il est à noter que cette trempe n'est pas systématique à l'ensemble des chutes retrouvées dans le canal, quand bien même leur teneur en carbone suffisamment élevée aurait permis la réalisation d'un tel traitement. Une deuxième hypothèse peut être que cette trempe ait été réalisée dans le but de tester la nature du métal de la barre avant exportation

¹³⁷ Des cémentations volontaires permettant de faciliter les soudures ont été mises en évidence sur des *currency bars* (cf. chapitre I et Berranger *et al.*, 2007).

Le fragment de masse brute – CL13625/1 (CM17, US6069) est entièrement carburé et se compose d'acier eutectoïde, hypereutectoïde et de fonte. Certains demi-produits présentent, en périphérie, ces types de structures, fortement carburées. Une masse brute de cette nature aurait donc pu être à l'origine des demi-produits les plus carburés de notre corpus. Toutefois, au vu de la nature de la production des demi-produits, il n'est pas exclu que les masses brutes généralement produites à Castel-Minier soient moins carburées et plus hétérogènes que le fragment analysé. Nous pouvons donc nous interroger sur la représentativité de ce fragment de masse brute par rapport à l'ensemble de la production de matière première. Constitue-t-il une perte représentative de ce qui était produit à Castel-Minier ou bien est-ce un rejet de la matière par les forgerons car le matériau est trop dur ? On remarque que pour ce fragment, le travail d'épuration compactage a débuté, une première étape de martelage a eu lieu. Toutefois, seules les parties les moins dures, composées d'acier eutectoïde ou hypereutectoïde semblent avoir été martelées : elles sont plus aplaties. La partie composée de fonte ne présente pas, quant à elle, de traces de martelage. Elle est par ailleurs nettement moins bien épurée que l'autre extrémité. On peut alors poser comme hypothèse que ce fragment de masse brute a été rejeté car il était trop difficile à travailler. De plus, au vu de la quantité importante de matière métallique retrouvée dans le canal du XV^{ème} siècle, la question du recyclage et de l'économie de la matière ne semble pas au cœur des préoccupations des artisans de Castel-Minier. Au vu de cet argument et du fait que l'unité stratigraphique 6069 constitue une zone de rejet, ce fragment de masse brute pourrait donc être un rejet issu d'un tri de la matière par les forgerons. Mais, ce fragment est le seul fragment retrouvé à Castel-Minier pour le XV^{ème} siècle. La question du tri de la matière ne peut donc être élucidée à partir de ce seul fragment.

Enfin, en ce qui concerne les objets finis, nous avons pu observer de fortes similitudes entre les éléments de chaîne et une catégorie de demi-produits : les barres de fer rondes. En plus de fortes correspondances morphologiques¹³⁸, le crochet - CL13269/1 (CM16, TB19_11) - et l'anneau - CL13269/2 (CM16, TB19_11) - présentent une microstructure similaire à celle des fers ronds. Les taux de carbone moyens (autour de 0,5 %) sont similaires aux teneurs observées pour les barres rondes bien que leur teneur se trouve plutôt dans la gamme des valeurs les plus élevées (Figure 187). Par ailleurs, aucun traitement thermique ou mécanique, visant à renforcer les propriétés mécaniques du matériau n'a été observé. Ces dernières seraient donc des demi-

¹³⁸ Pour rappel, les diamètres du crochet et de l'anneau correspondent aux gammes établies pour les barres de fers ronds, cf. chapitre III.

produits propres à l'emploi sans qu'un travail supplémentaire d'épuration ou de modification de la nature du métal ne soit nécessaire pour leur utilisation.

Si elles ne permettent pas de conclure de façon certaine, les différentes observations métallographiques concernant l'anneau et le crochet ne soulèvent pas d'incompatibilité majeure quant à la possibilité que ces objets finis soient issus de la mise en forme de barres de fer rondes. Ces éléments permettent donc d'illustrer les domaines de destination fonctionnelle¹³⁹ possibles pour cette catégorie de demi-produits de Castel-Minier.

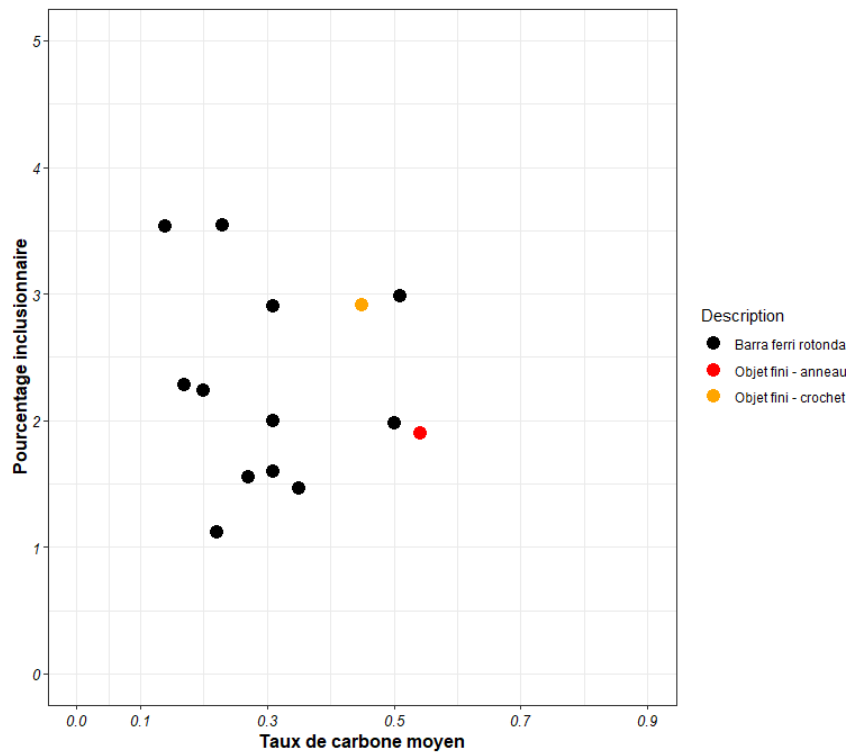


Figure 187 : Positionnement des taux de carbone moyen et des pourcentages inclusionnaires de l'anneau et du crochet dans le spectre des fers ronds.

Pour les pointerolles, nous avons vu que si le corps était aussi hétérogène que les demi-produits en termes de nature de métal, la pointe était dans la majorité des cas aciérée. Cette pointe en acier était parfois rapportée au corps dans le but spécifique de modifier la nature de cette partie de l'objet pour le renforcer. Des structures de type martensite, bainite et perlite nodulaire ont été observées, quelquefois dans le corps de l'objet, et de façon systématique dans la pointe. Ces structures, contrairement à celles observées sur les demi-produits, sont de façon certaine le fruit d'un traitement volontaire appliqué par les forgerons dans le but de renforcer les propriétés mécaniques de la pointe.

¹³⁹ Dans le sens de la définition donnée par G.Pagès (Pagès, 2008)

D. Quatrième période d'occupation (XVI^{ème} siècle)

Comme expliqué au chapitre III, les résultats présentés ci-après sont le fruit du travail réalisé par Ivan Stepanov (Téreygeol, 2014, Annexe III). Nous reprenons les principales caractéristiques des objets de son corpus d'étude, soient cinq petits fragments de masses brutes, seize demi-produits et 6 objets finis, représentatifs de la production du XVI^{ème} siècle.

1. Les fragments de masse brute en cours de compactage

Les caractéristiques métallographiques des fragments de masse brute en cours de compactage sont présentés en Figure 188.

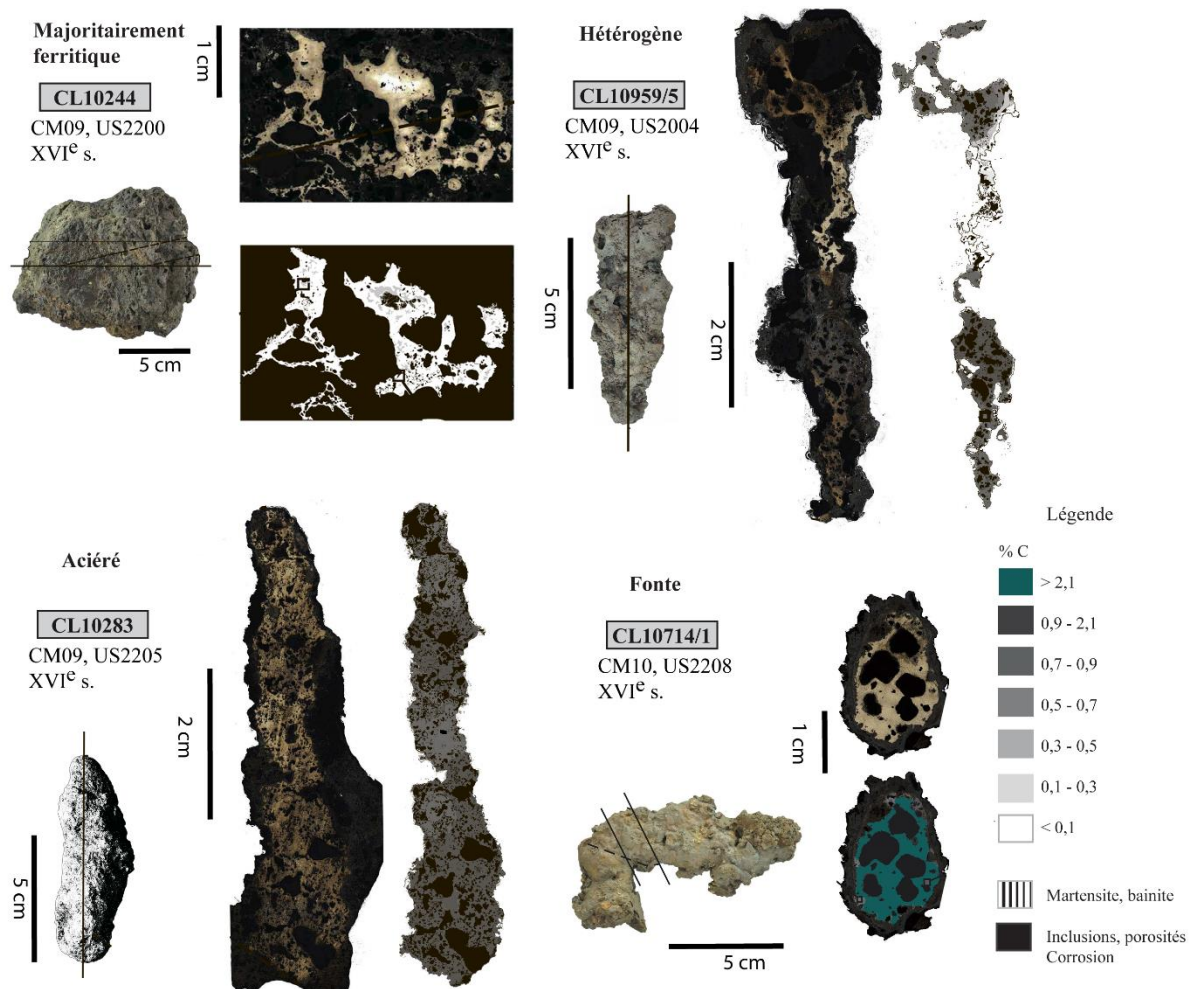


Figure 188 : Caractéristiques métallographiques de quatre fragments de masses brutes représentatifs de ceux analysés pour la période du XVI^{ème} siècle, d'après I. Stepanov

a) Propreté inclusionnaire

Les fragments de masses brutes en cours de compactage présentent des pourcentages inclusionnaires compris entre 18 et 48 %. Les sections présentent de grandes porosités (>200 μm), très peu déformées, réparties de façon uniforme sur la surface. En accord avec leur aspect extérieur irrégulier, ils sembleraient donc que ces fragments n'aient pas été martelés.

b) Microstructures et composition

Les fragments de masse brute sont composés majoritairement d'acier (% C>0,3). Trois d'entre eux le sont par ailleurs entièrement (Figure 188). De plus, les teneurs en carbone pour ces fragments sont élevées. En effet, les échantillons CL10283 (CM09, US2205) et CL10699/4 (CM10, US2199) sont entièrement composés d'acier hypereutectoïde. Le fragment CL10714/1 (CM10, US2208) comporte même des zones de fonte blanche. Le fragment CL 10959/5 (CM09, US2004), composé d'acier (% C>0,3) à 79%, est plus hétérogène, il se compose de zones ferritiques, mais aussi de zones aciérées dont la teneur en carbone égale ou dépasse celle de l'eutectoïde. Pour ces fragments, lorsqu'elle est présente, la perlite est lamellaire mais quelques zones de perlite nodulaire sont aussi à relever. Aucun fragment n'a présenté de structures de trempe, de type martensite ou bainite.

Le fragment CL10244 (US2200, CM09) se distingue des autres fragments car il n'est pas carburé. Il se compose majoritairement de ferrite et de quelques zones d'acier à 0,2 %. Des structures de Widmanstätten ont été notées. Il faut toutefois noter que ce dernier fragment se compose de zones métalliques emprisonnées dans une matrice scoritique et de ce fait, se distingue des autres fragments.

Tableau 60 : Caractéristiques métallographiques des fragments de masse brute du XVI^{ème} siècle d'après I. Stepanov.

Code Labo	% Inc	% C>0,3	% C*	σ_c	Martensite/Bainite	HV*
10244	18	0	0,07	0,03	Non	/
10283	38	100	0,94	0,09	Non	/
10699/4	18	100	0,97	0,08	Non	/
10714/1	48	100	2	0,19	Non	/
10959/5	30	79	0,69	0,33	Non	/
Moyenne	30		0,77			
Ecart type	13		0,43			

2. Les demi-produits

Des demi-produits représentatifs des différentes caractéristiques en termes de nature de métal pour le XVI^{ème} siècle sont présentés en Figure 189.

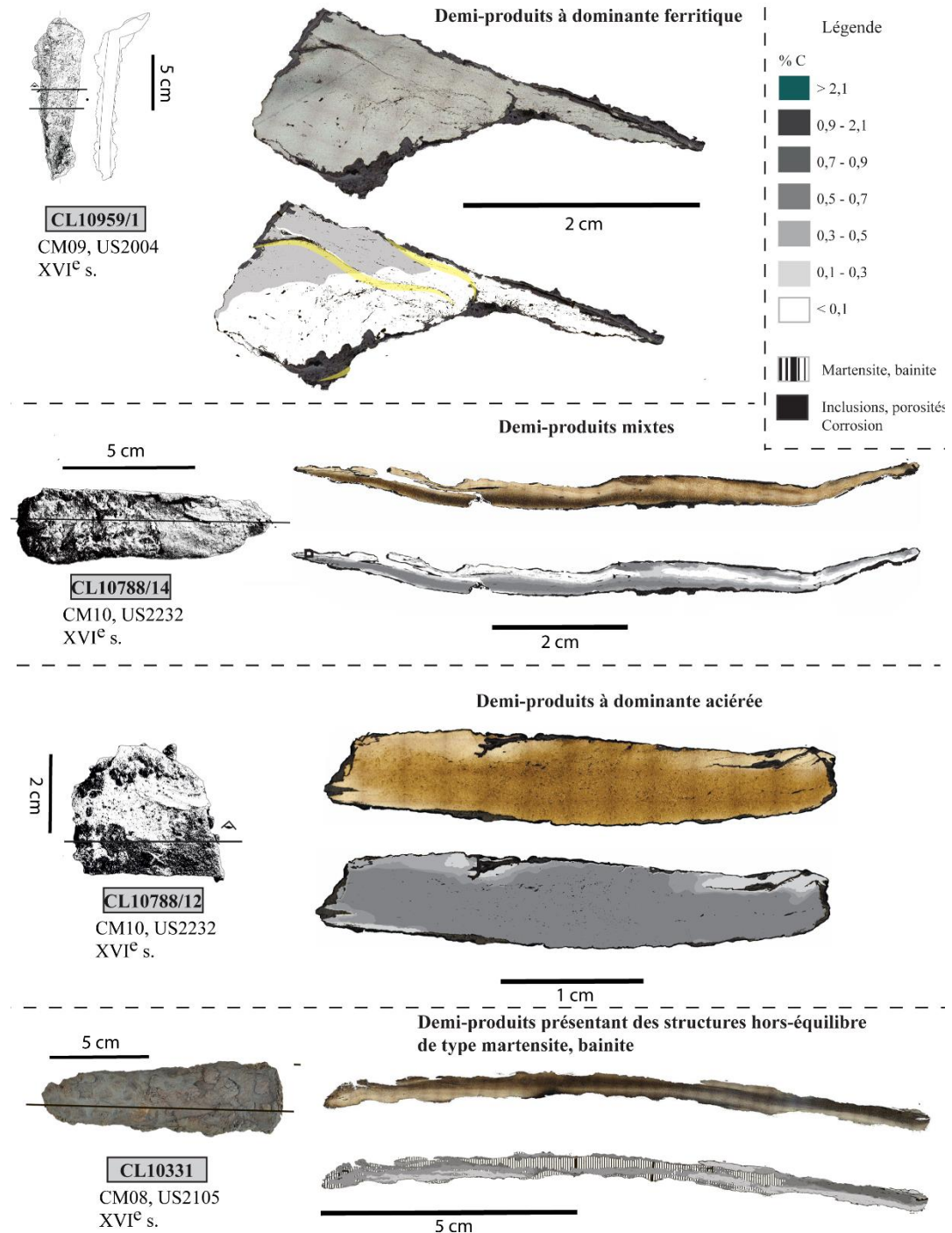


Figure 189 : Caractéristiques métallographiques de quatre demi-produits représentatifs des demi-produits analysés pour la période du XVI^{ème} siècle, d'après I. Stepanov

a) Propreté inclusionnaire

Les demi-produits du XVI^{ème} siècle présentent des pourcentages inclusionnaires compris entre 0,7 et 7,6 %. La majorité d'entre eux présente, néanmoins, des pourcentages inclusionnaires inférieurs à 4 % (Figure 190). La moyenne des pourcentages inclusionnaires est de 2,8 % ($\sigma=2,3$).

Les inclusions s'organisent sous forme de bandes courbes orientées dans le sens de l'étirement de la matière. Par ailleurs, ont été notés, sur ces demi-produits, en surface, des creux et des bosses, conséquentes au martelage. Les inclusions suivent le mouvement formé par ces creux et ces bosses. Dans certains cas, les inclusions marquent la présence de lignes de soudure. Dans la majorité des cas, les inclusions sont réparties de façon homogène sur l'ensemble de la surface. L'échantillon CL10856 (US2232, CM11) fait figure d'exception. En effet, il présente deux parties métalliques, aux pourcentages inclusionnaires très différents (2 et 20 %), séparées par une ligne de soudure très corrodée.

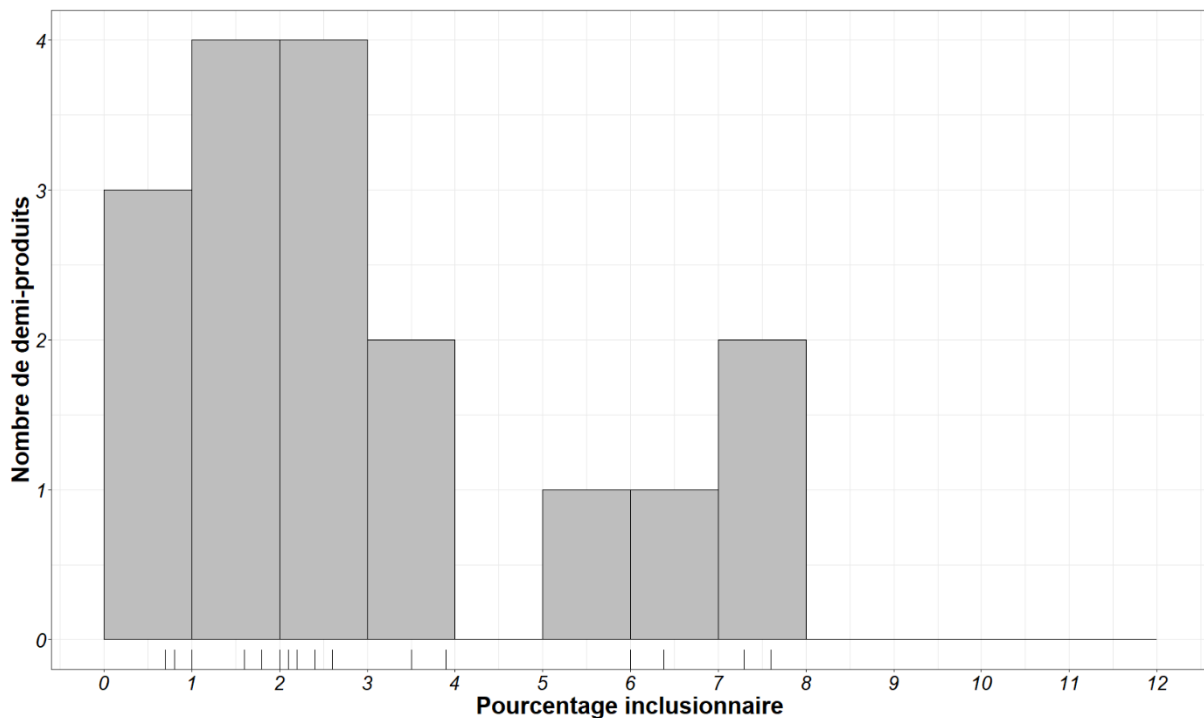


Figure 190 : Distribution des pourcentages inclusionnaires pour les demi-produits, XVI^{ème} siècle.

b) Microstructures et composition

Seuls 6 demi-produits sur 17 présentent plus de 50 % de leur surface analysée carburée c'est-à-dire supérieure à 0,3 % de carbone (Figure 191). Pour certains demi-produits, les zones carburées se répartissent sous forme de bandes de teneurs en carbone différentes, alternant parfois ferrite et acier. Elles témoignent d'un cycle de chauffe et replis successifs réalisé par le forgeron. Parfois, ces zones carburées peuvent être présentes, de façon ponctuelle, en périphérie de l'objet et peuvent donc être la cause d'une carburation de la matière en forge. Au contraire, on observe parfois une décarburation de la matière, en périphérie ou autour des lignes de soudure, conséquence du travail en forge sous atmosphère oxydante. Des lignes de soudures sont visibles sur tous les échantillons, pouvant s'agir de repli de la matière ou de soudure de deux éléments métalliques différents.

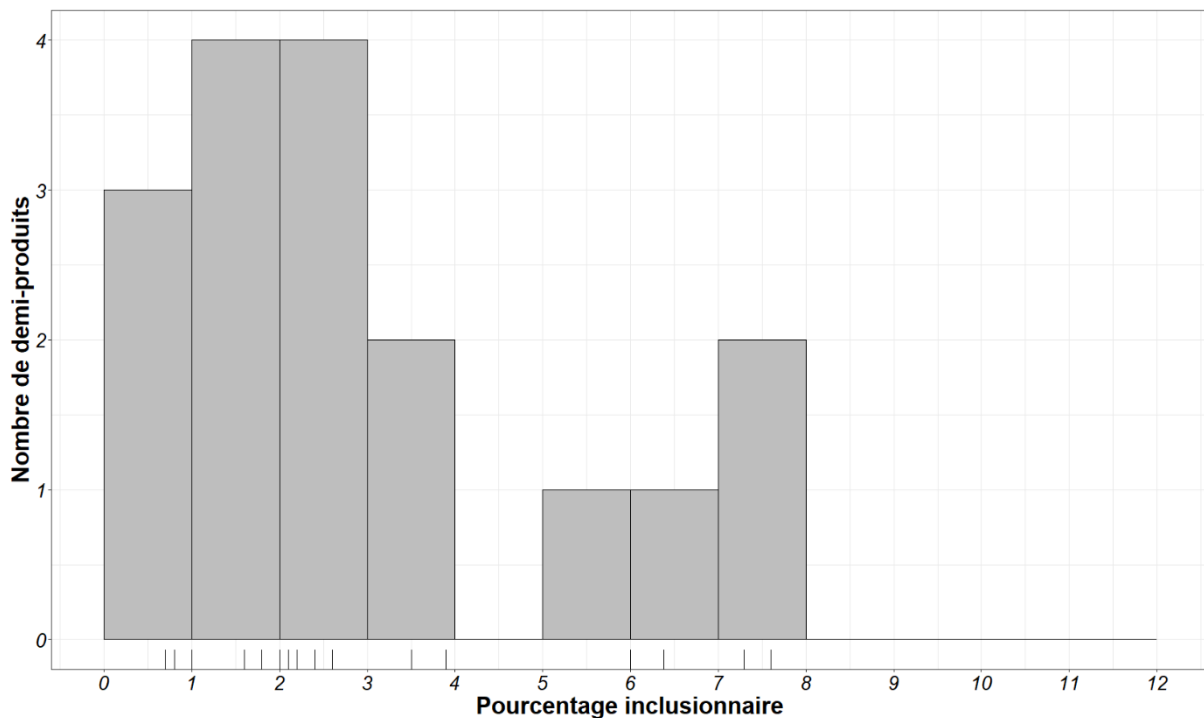


Figure 191 : Distribution des pourcentages surfaciques carburés pour les demi-produits, XVI^{ème} siècle.

Pour ces zones carburées, la perlite est majoritairement lamellaire. Deux demi-produits présentent une structure de perlite globulaire pour laquelle la cémentite est en cours de globularisation. Ceci témoigne d'un maintien en température de la matière ou d'un revenu trop poussé. Des structures de Widmanstätten ont également été observées sur certains échantillons. L'eutectoïde est souvent atteint et, localement, trois échantillons présentent même des zones d'acier hypereutectoïde, en périphérie de l'objet. Trois échantillons, - CL10331 (US2105, CM2008), CL10788/2 (US2232, CM10) et CL10870 (US2277, CM2011) - présentent des

structures de martensite et de bainite, au cœur d'une matrice perlitique témoignant d'un refroidissement rapide de la matière.

Pour les zones ferritiques, les grains sont, le plus souvent, équiaxes. Pour sept demi-produits, un écroissage des grains a été relevé, au niveau des extrémités des demi-produits ou parfois même au cœur de la matière, indiquant un travail à froid non suivi d'un recuit.

Les taux de carbone moyen pour les demi-produits du XVI^{ème} siècle sont compris entre 0,1 et 0,72 %. La majorité d'entre eux possède un taux de carbone moyen inférieur à 0,4 %. La moyenne de ces teneurs est située autour de 0,34 % de carbone ($\sigma=0,18$). De plus, ils sont hétérogènes. En effet, la grande majorité d'entre eux possède un écart type supérieur à 0,2.

Tableau 61: Caractéristiques métallographiques des demi-produits du XVI^{ème} siècle, d'après I. Stepanov.

Code Labo	% Inc	% C>0,3	% C*	σ_C	Forme perlite	Martensite/Bainite	HV*
10331	2,2	76	0,45*	0,18	Lamellaire et globulaire	Oui	/
10694	1,6	80	0,51	0,21	Lamellaire et globulaire	Non	/
10708	3,5	24	0,21	0,26	Lamellaire	Non	/
10716	0,7	24,8	0,20	0,18	Lamellaire	Non	/
10788/2	1,6	99	0,66*	0,23	Lamellaire	Oui	/
10788/3	2,0	64	0,45	0,29	Lamellaire	Non	/
10788/4	2,4	46	0,37	0,29	Lamellaire	Non	/
10788/5	7,6	10	0,12	0,14	Lamellaire	Non	/
10788/12	1	93	0,72	0,18	Lamellaire	Non	/
10788/14	1,8	51	0,38	0,29	Lamellaire	Non	/
10856/1	6	45	0,27	0,15	Lamellaire	Non	/
10856/2	7,3	14	0,15	0,23	Lamellaire	Non	/
10870	2,6	28	0,22*	0,20	Lamellaire	Oui	/
10916	0,8	13	0,15	0,20	Lamellaire	Non	/
10959/1	3,9	0	0,10	0,06	Lamellaire	Non	/
10959/2	2,1	50	0,36	0,25	Lamellaire	Non	/
13402-3-1	6,4	67	0,4	0,21	Lamellaire	Non	/
Moyenne	2,8		0,34				
Ecart type	2,3		0,18				

*Moyenne des valeurs extrêmes obtenues en pondérant les zones martensitiques et bainitiques à 0,3% de carbone au minimum et 0,8% de carbone au maximum

3. Les objets finis

Trois clous, deux burins et un coin ont été étudiés par I.Stepanov.

a) Les clous

Les clous étudiés présentent, tous trois, plus de 50 % de leur surface carburée (% C > 0,3). Ils se composent de bandes de carburation différentes alternant ferrite et acier pouvant atteindre l'eutectoïde (Figure 192).

Pour les zones carburées, la perlite est le plus souvent lamellaire mais elle être parfois globulaire, comme c'est le cas pour le clou CL10024 (CM07, US2002). Pour le clou CL10055, une zone de fonte blanche, très localisée et ponctuelle est visible en périphérie. Des structures de martensite et de bainite ont été relevées au cœur du clou CL10292 (CM09, US2214). Les grains de ferrite sont équiaxes et leur petite taille (50-100 μm) suggère qu'un recuit a été effectué. Si la disposition et la microstructure des zones carburées varient pour ces trois clous, leur teneur moyenne en carbone sont similaires, autour de 0,4 %.

L'ensemble de ces caractéristiques est présenté en Figure 192 et rassemblé dans le Tableau 62.

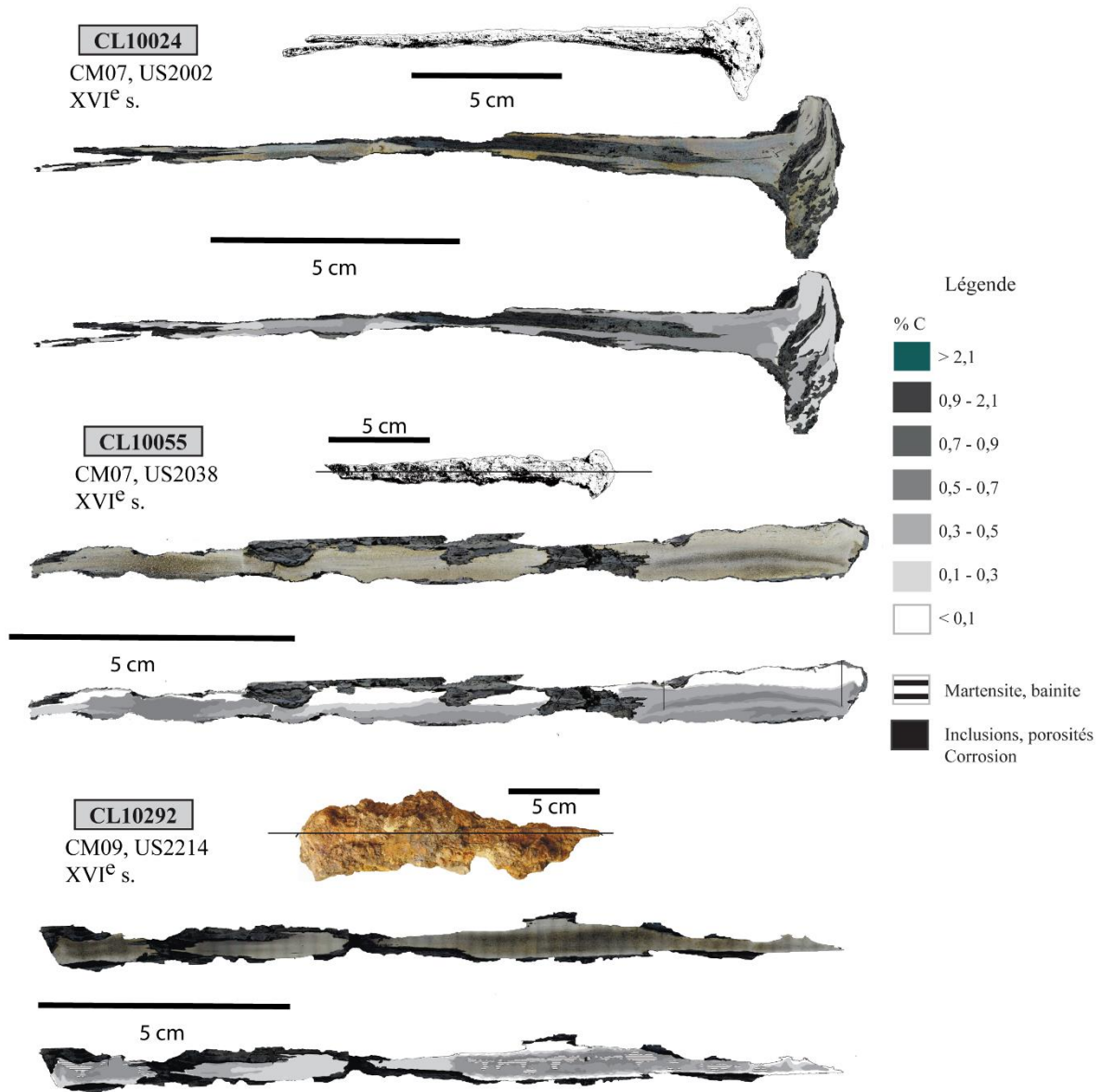


Figure 192 : Caractéristiques métallographiques des clous CL10024, CL10055 et 10292 analysés pour la période du XVI^{ème} siècle, d'après I.Stepanov.

Tableau 62 : Caractéristiques métallographiques des clous étudiés pour le XVI^{ème} siècle, I. Stepanov.

Code Labo	% Inc	% C>0,3	% C*	σ_c	Forme perlite	Martensite/Bainite	HV*
10024	1,6	67,35	0,40	0,16	Lamellaire et globulaire	Non	/
10055	3,5	64,95	0,40	0,26	Lamellaire	Non	/
10292	1,9	59,18	0,38	0,23	Lamellaire	Oui	/

b) Les burinsi) Propreté inclusionnaire

Les deux burins présentent un niveau de propreté inclusionnaire différent. Il est à noter que le burin CL10706/1 présente un pourcentage inclusionnaire de 4 % contrairement au burin CL10854 pour lequel le pourcentage s'élève à 1 % seulement. Pour ce premier burin, les inclusions ne sont pas réparties de façon homogène contrairement au burin CL10854.

ii) Microstructures et composition

Les deux burins de Castel-Minier présentent des points communs mais aussi des différences en termes de structure et de composition (Figure 193)

Ils se composent d'une partie ferritique et d'une partie aciérée (% C > 0,3) se faisant face dans la longueur. Cependant, la répartition de ces zones n'est pas similaire entre les deux objets. Le burin CL10706/1 (CM10, US2122) est majoritairement ferritique. Seuls 20 % de la section étudiée sont carburés. Le burin CL10854 (CM10, US 2249/1004), est, quant à lui, plus carburé. 70 % de la surface étudiée sont composés d'acier (% C > 0,3).

Pour les deux burins, la partie aciérée est composée de plusieurs bandes, de carburation différente, orientées dans la longueur de l'objet. La perlite y est lamellaire. Par endroits, des structures de martensite et de bainite ont été observées au sein de la matrice perlitique. De façon surprenante, la pointe de l'objet n'est pas ou peu carburée. Elle se compose de ferrite ou d'acier dont la teneur est inférieure à 0,3 % de carbone. Etant usés, il est possible que la pointe initiale de ces objets, plus aciérée, ait disparue avec le temps.

Concernant la partie ferritique, les grains sont équiaxes sauf dans la tête où les grains sont écrouis. Cela témoigne d'un martelage à froid de cette partie de l'objet, témoin de son utilisation. Pour le burin CL10854 (CM10, US 2249/1004), des macles sont visibles dans les grains de ferrite. Il est à noter que ce burin a été travaillé à l'aide d'un poinçon. A la surface, des renforcements réguliers de la matière montrent qu'il a été martelé à l'aide d'un petit outil. Il se pourrait alors que ces macles soient issues de ce travail du corps de l'objet, afin de le durcir. Il peut être aussi la conséquence de chocs répétés durant son utilisation.

L'ensemble de ces caractéristiques est présenté en Figure 193 et rassemblé dans le Tableau 63.

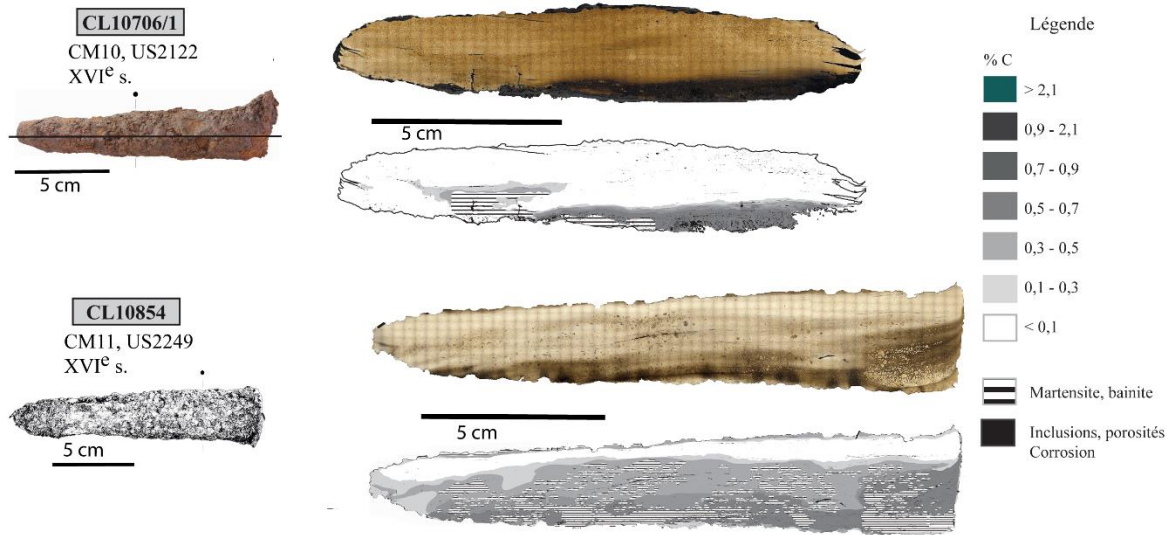


Figure 193 : Caractéristiques métallographiques des burins CL10706/1 et CL10854 analysés pour la période du XVI^{ème} siècle.

Tableau 63 : Caractéristiques métallographiques des burins étudiés pour le XVI^{ème} siècle, d'après I. Stepanov.

Code Labo	% Inc	% C>0,3	% C*	σ_C	Forme perlite	Martensite/Bainite	HV*
10706/1	4,5	20	0,16	0,22	Lamellaire	Oui	/
10854	1,3	70	0,36	0,23	Lamellaire	Oui	/

4. Bilan

a) Propreté inclusionnaire

Pour le XVI^{ème} siècle, les pourcentages inclusionnaires des artefacts analysés s'étalent de 0,7 % à 48 %. Comme attendu, les variations sont à relier à la place qu'occupe le produit au sein de la chaîne opératoire (Figure 194). Les fragments de masse brute, sont les produits possédant les pourcentages inclusionnaires les plus élevés, compris entre 18 % et 48 %. Le pourcentage inclusionnaire est principalement composé de porosités et de quelques inclusions très peu déformées, attestant d'une étape de martelage inexistante ou sommaire.

Concernant, les demi-produits, leur pourcentage inclusionnaire diminue de façon conséquente par rapport aux fragments de masse brute. Ils sont compris entre 0,7 % et 7,6 %. La taille et la forme des inclusions changent également. Les porosités se referment et parfois même disparaissent. Les inclusions sont orientées dans le sens de l'allongement de la matière, elles ont été écrasées par martelage. Les demi-produits se divisent en deux gammes de qualité inclusionnaire différentes : ceux dont le pourcentage est inférieur à 4 % et ceux dont le

pourcentage est supérieur. Ivan Stepanov distingue donc les demi-produits résultant d'un martelage intense (%Inc <4 %) de ceux résultant d'un martelage plus primaire (%Inc >4 %).

D'après lui, en considérant aussi bien l'aspect extérieur que la qualité interne du demi-produit, ceux dont le pourcentage inclusionnaire est supérieur à 4 % n'auraient pas été mis en forme ou martelés sous marteau hydraulique mais plutôt à l'aide de la force manuelle.

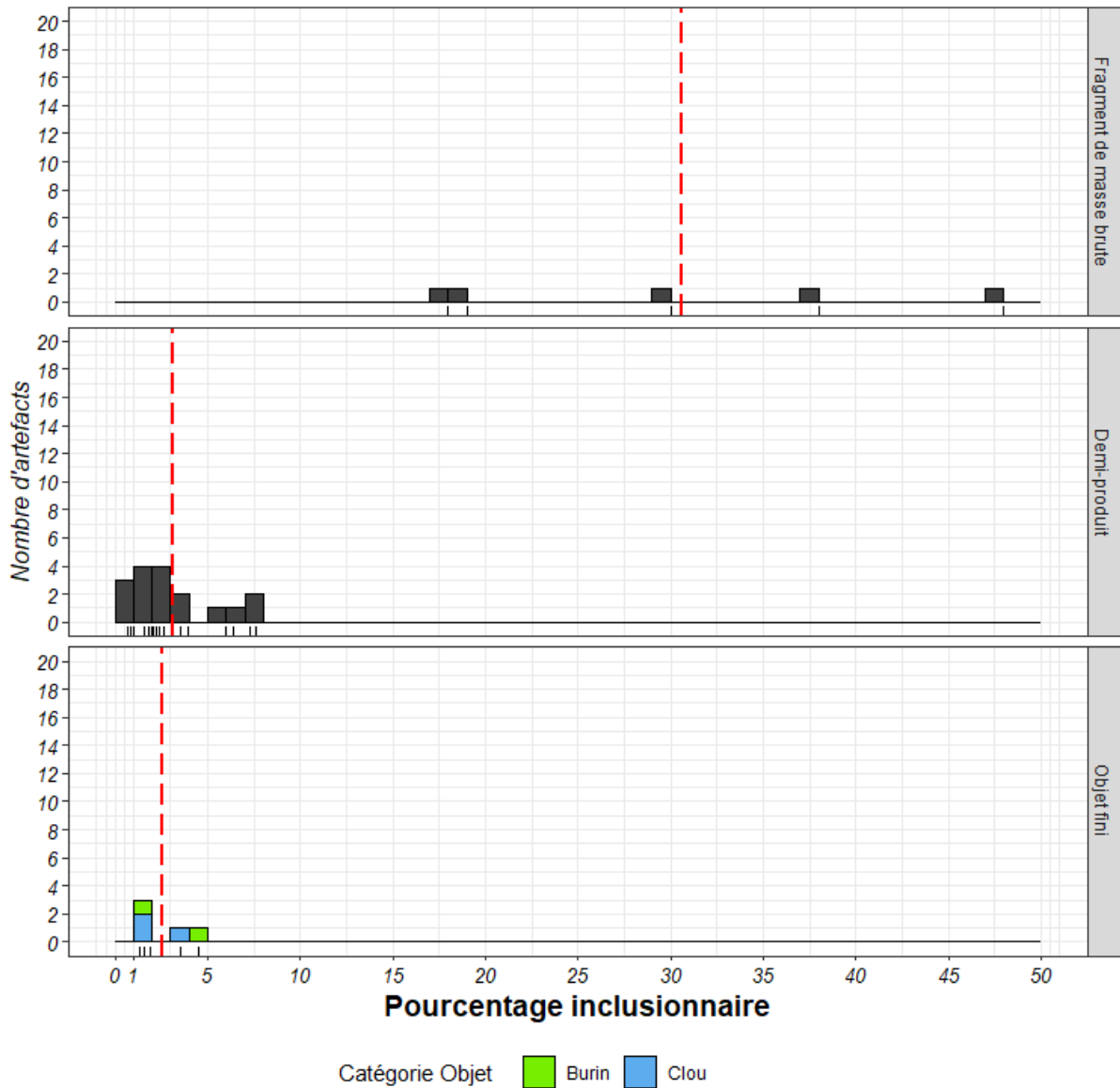


Figure 194 : Distribution des pourcentages inclusionnaires pour les échantillons du corpus XVIème siècle en fonction de leur place dans la chaîne opératoire , la ligne rouge indique la moyenne des pourcentages inclusionnaires par catégorie.

Enfin, les objets finis présentent des pourcentages inclusionnaires proches de ceux du premier groupe formé par les demi-produits, c'est-à-dire inférieur à 4 %. Ils témoignent d'un martelage et d'une épuration plus poussée de la matière.

b) Microstructures et composition

En fonction de la place du produit au sein de la chaîne opératoire, il est à noter des natures de métal différentes (Figure 195).

Les fragments de masse brutes sont les produits dont les pourcentages surfaciques carburés ($\% C > 0,3$) sont les plus élevés. En effet, nous avons vu que pour trois fragments sur cinq, l'acier occupait toute la surface de la section. De plus, nous avons vu que ces fragments étaient composés d'aciers très carburés : d'acier eutectoïde, hypereutectoïde ou de fonte.

Les demi-produits, quant à eux, sont très hétérogènes. Ils présentent une alternance de surface ferritique et de surface carburée ($\% C > 0,3$) pouvant résulter de l'hétérogénéité de la masse brute dont ils sont issus mais aussi de cycles répétés de chauffe et de repli de la matière en forge. C'est pourquoi, on remarque de nombreuses soudures au sein de la section. Egalement, par endroit, des phénomènes de carburation de la matière en périphérie de l'objet sont visibles, conséquence du travail en forge.

On remarque que la nature du métal est très différente entre fragment de masse brute et demi-produits. Nous notons une diminution du pourcentage surfacique carburé du fragment de masse brute au demi-produit. Les zones d'acier hypereutectoïde ou de fonte sont très peu présentes. Il est toutefois difficile de penser que seul le travail en forge a provoqué une décarburation conséquente de la matière. Ceci nous amène à nous interroger sur la représentativité des fragments de masse brute par rapport à la production du XVI^{ème} siècle. Il est possible qu'ils résultent d'un tri de la matière, d'une fragmentation d'une masse brute hétérogène pour laquelle, ont été séparées les différentes natures de métal. Ces fragments très carburés, peuvent avoir été rejetés car trop difficiles à travailler (notamment la masse entièrement composée de fonte).

Pour les objets finis, et plus particulièrement pour les clous, on ne note pas de grandes différences en termes de nature de métal par rapport aux demi-produits. Aucun traitement de la matière visant à leur conférer des propriétés spécifiques n'est à noter. Les burins ne permettent pas non plus de mettre en valeur les savoir-faire des forgerons. En effet, au vu de leur fonction, nous aurions pu nous attendre à ce que les pointes de ces outils soient plus carburées. On remarque au contraire, une zone d'acier dans la longueur de l'objet en périphérie. Cette zone comporte des structures martensitiques et bainitiques. Pour cette partie de l'objet, on comprend mal l'utilité d'une telle trempe. Toutefois, nous avons noté que certains demi-produits présentent eux aussi ce type de structures hors équilibre. Il est donc possible que pour ces cas,

les structures de martensite et de bainite résultent d'un refroidissement rapide involontaire de la part du forgeron et ne témoignent pas d'une volonté de durcir spécifiquement ces parties du produit.

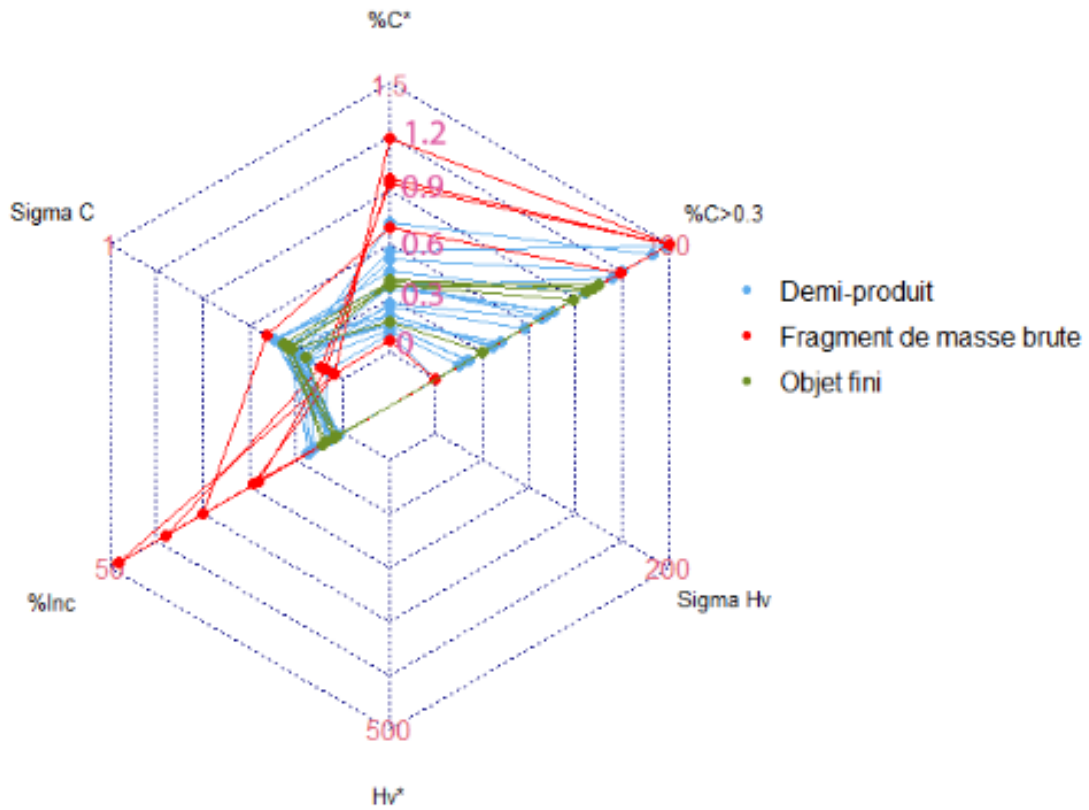


Figure 195 : Caractéristiques métallographiques des échantillons XVI^{ème} siècle, Castel-Minier¹⁴⁰.

¹⁴⁰ La microdureté n'a pas été mesurée sur les échantillons XVI^{ème} siècle.

E. Synthèse

1. L'acier à Castel-Minier

Dans l'historiographie, les Pyrénées centrales et en particulier le comté de Foix et la vicomté de Couserans sont une région réputée pour leur production d'acier (*cf.* chapitres I et II). Ainsi, l'étude du mobilier de Castel-Minier nous permet, pour la première fois, de préciser la nature de la production d'un site pyrénéen au Moyen Âge, permettant de discuter de cette notion de « région de production d'acier ».

a) Une production hétérogène

La production de Castel-Minier est hétérogène, et ce à plusieurs niveaux. Nous allons considérer ici les produits semi-finis qui n'ont pas subi de traitement volontaire de carburation comme par exemple les tranchants ou les pointes d'outils (fer de hache ou pointe de pointerolle).

En se basant sur le pourcentage surfacique carburé, nous pouvons remarquer qu'à Castel-Minier, les demi-produits couvrent l'ensemble de la gamme des valeurs disponibles, sans que des paliers ne soient nettement distinguables (Figure 196). De fait, nous choisissons de conserver le mode de classification précédemment employé (*cf. supra*, §I.F). Pour rappel, les demi-produits à tendance ferritique comme ceux dont la surface carburée (% C > 0,3) est inférieure à 20 % de la surface totale. Les demi-produits dont la surface carburée est comprise entre 20 % et 50 % sont désignés comme des objets mixtes à dominance ferritique et ceux dont la surface carburée est comprise entre 50 % et 80 % sont considérés comme des objets mixtes à dominance aciérée. Enfin, ils sont dits aciérés si la surface carburée est supérieure à 80 % de la surface totale analysée.

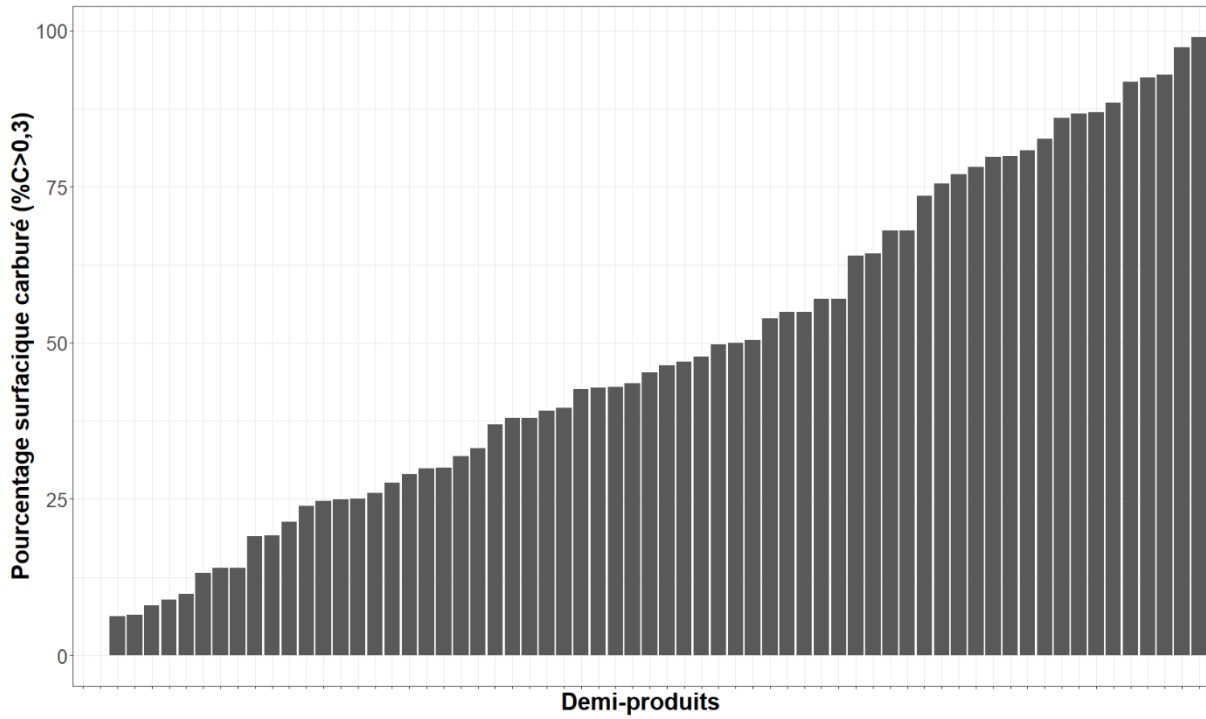


Figure 196 : Distribution des pourcentages surfaciques carburés au sein du corpus de demi-produits.

Ainsi à Castel-Minier, les demi-produits sont majoritairement de nature mixte - 43 représentants- (Figure 197). Parmi ceux-ci, 27 sont mixtes à dominance ferritique et 16 sont mixtes à dominance aciérée. Seuls 11 sont de nature aciérée et 12 sont de nature ferritique.

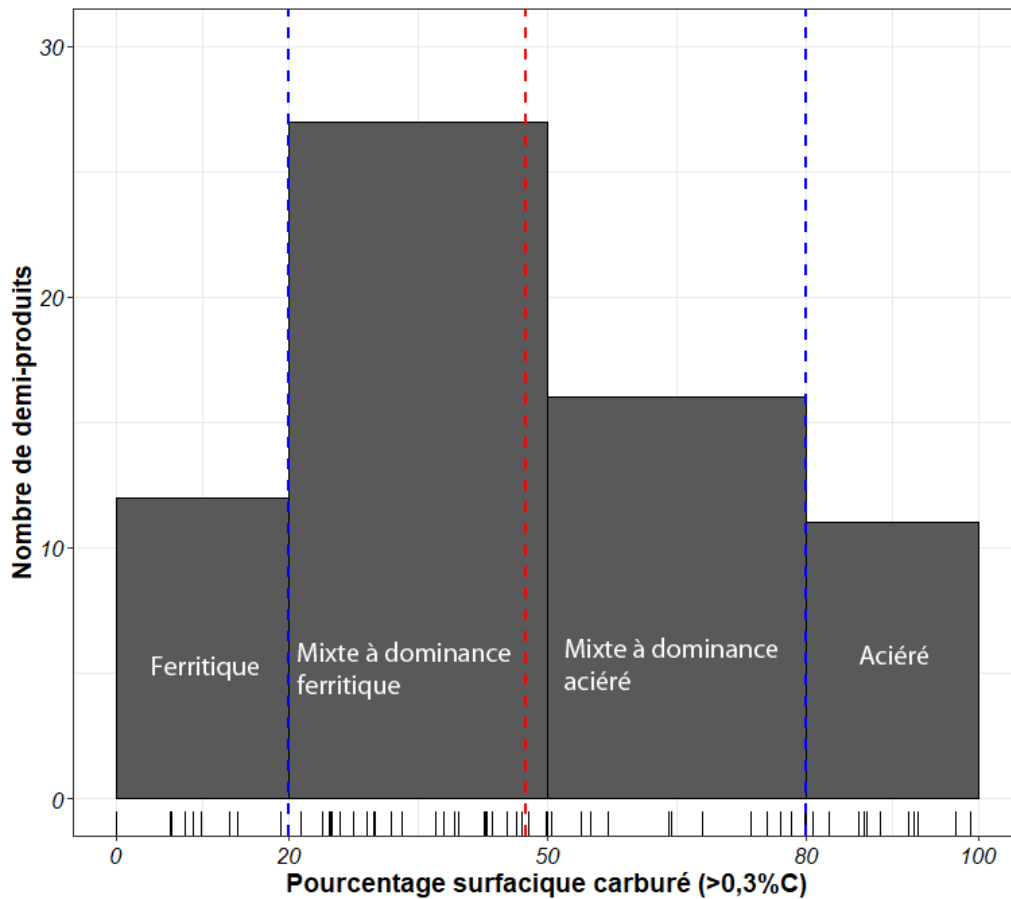


Figure 197 : Distribution des pourcentages surfaciques carburés au sein du corpus de demi-produits, la ligne rouge indique la moyenne des pourcentages surfaciques carburés pour l'ensemble des demi-produits, et les lignes bleues la limite à 20% et 80%.

A ce premier critère, concernant le pourcentage surfacique carburé ($\% C > 0,3$) s'ajoute le taux de carbone moyen. Ces derniers sont également très variables : ils varient de 0,07 % à 0,71 %. La moyenne de ces teneurs se situe autour de 0,32 % de carbone ($\sigma=0,17$). Au vu des valeurs prises par nos échantillons et en adéquation avec la littérature, nous avons choisi de qualifier les artefacts dont la teneur moyenne en carbone est comprise entre :

- < 0,1 %C de très faiblement carburés
- 0,1 et 0,3 %C de faiblement carburés
- 0,3 et 0,6 %C de moyennement carburés
- >0,6 %C de fortement carburés

A Castel-Minier, les classes les plus représentées sont celles correspondant aux artefacts faiblement carburés, entre 0,1 % et 0,3 % de carbone ainsi que celles moyennement carburées, comprises entre 0,3 % et 0,6 % de carbone. Les objets faiblement carburés peuvent être ferritiques ou mixtes à dominance ferritique, tandis que les objets moyennement carburés peuvent être aciérés, mixtes à dominance ferritique ou mixtes à dominance aciérée (Figure 198).

On voit que les objets très faiblement carburés ($\% C < 0,1$) ou fortement carburés ($\% C > 0,6$) sont minoritaires avec respectivement 2 et 7 représentants. (Figure 198). Comme attendu, les objets très faiblement carburés appartiennent exclusivement à la gamme des objets ferritiques et les objets fortement carburés à celle de la gamme aciée.

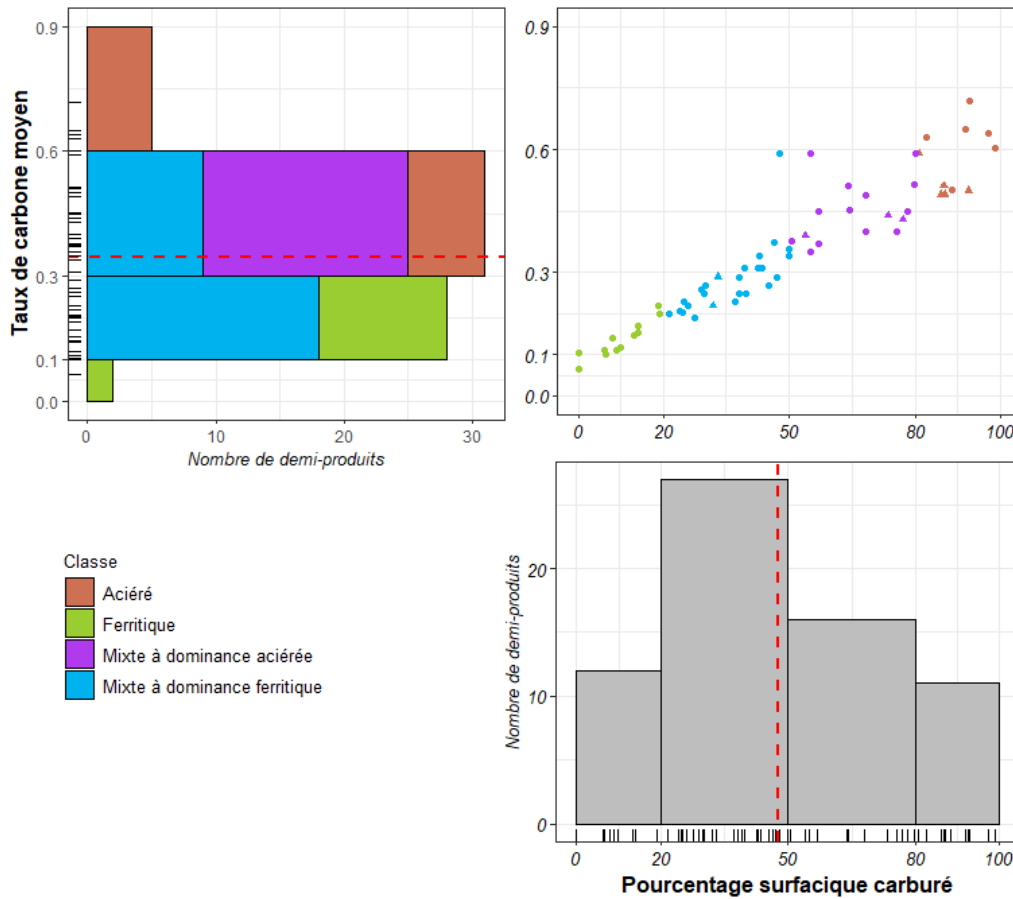


Figure 198 : Relation entre taux de carbone moyen et pourcentage surfacique carburé ($\% C > 0,3$) et distribution des effectifs au sein du corpus des demi-produits pour chacun des deux facteurs, les lignes rouges indiquent les moyennes pour chacun des paramètres considérées pour le corpus des demi-produits, les triangles indiquent les demi-produits pour lesquels de la martensite, bainite ou perlite nodulaire ont été observées- Mode de représentation d'après Pagès, 2008.

Les demi-produits de Castel-Minier présentent également une hétérogénéité interne, exprimée par l'écart type au taux de carbone moyen (S. Leroy *et al.*, 2017) (pour son calcul, cf. chapitre IV). Ces derniers sont compris entre 0,03 et 0,4. La moyenne est de 0,21 et l'écart type de 0,06. Par les résultats obtenus pour le corpus de Castel-Minier, nous pouvons reprendre les termes¹⁴¹ employés par Leroy *et al.* pour la définition de l'hétérogénéité interne aux objets. La production à Castel-Minier est majoritairement hétérogène (Figure 199). Plus de la moitié du corpus étudié possède un écart type moyen supérieur à 0,2. S'il n'est pas étonnant que les

¹⁴¹ Pour rappel, si l'écart type au taux de carbone moyen est compris entre 0 et 0,1 alors l'objet est considéré comme homogène, entre 0,1 et 0,2 comme moyennement homogène, entre 0,2 et 0,3 comme hétérogène et entre 0,3 et 0,4 il est alors considéré comme très hétérogène.

échantillons ferritiques très faiblement carburés soient classés comme homogènes, il est à noter qu'ils sont les seuls dans cette catégorie. Aucun échantillon moyennement carburé ou fortement carburé n'est homogène. En ce qui concerne les échantillons homogènes ou moyennement homogènes, on y retrouve des échantillons ferritiques, aciérés, mixtes à dominance ferritique ou mixte à dominance aciérée, et les teneurs en carbone atteintes correspondent aussi bien à des objets faiblement carburés qu'à des objets moyennement carburés ou fortement carburés. Enfin, les échantillons très hétérogènes sont représentés par des échantillons aciérés ou mixtes à dominance aciérée pour lesquels les teneurs en carbone avoisinent les 0,6 % (Figure 199).

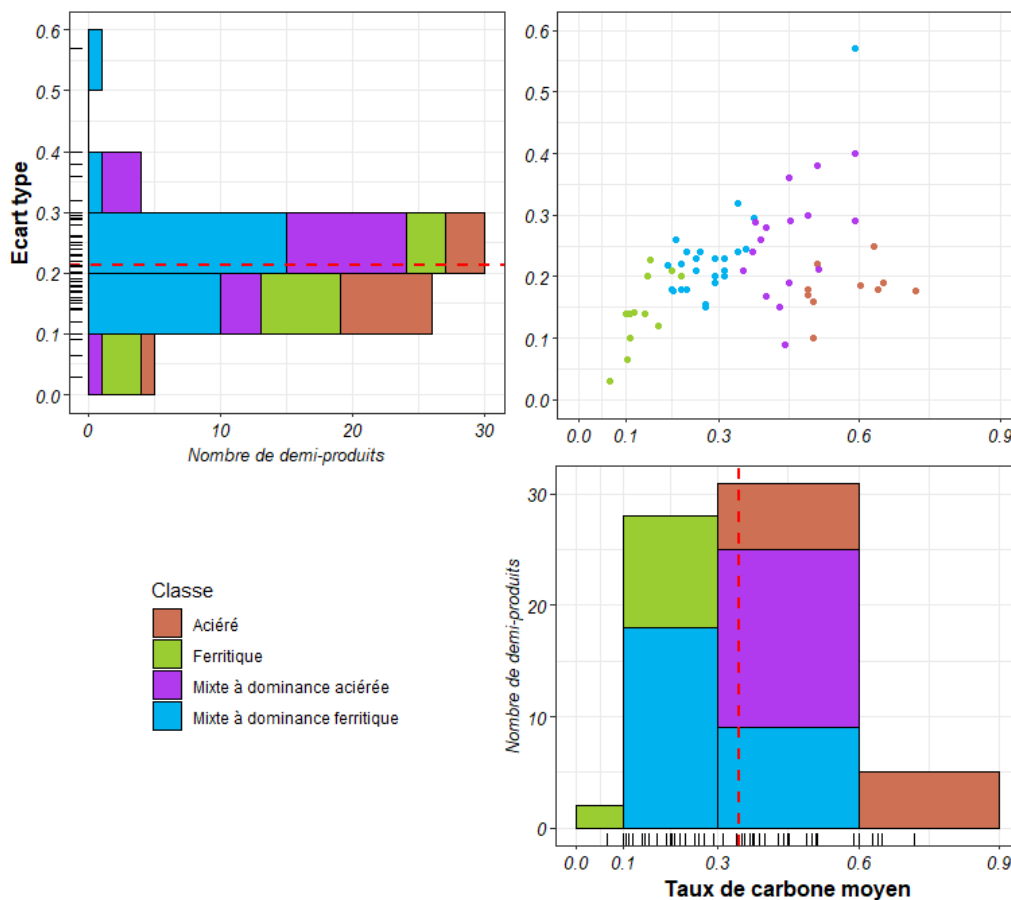


Figure 199 : Relation entre taux de carbone moyen et écart type à la moyenne et distribution des effectifs au sein du corpus des demi-produits pour chacun des deux facteurs.

Diverses natures de métal étaient produites à Castel-Minier et en ce sens la production est hétérogène. Elle n'est pas orientée vers une production de demi-produits entièrement aciérés ou ferritiques. Elle est principalement composée de demi-produits mixtes à dominance ferritique ou aciérée, faiblement ou moyennement carburés. L'hétérogénéité est également interne aux objets puisque leur écart type à la moyenne au taux de carbone est estimé comme moyennement homogène ou hétérogène. Si l'acier est bel et bien présent au sein des demi-produits, il est souvent accompagné de parties plus ferritiques.

La production d'acier est représentée par les artefacts aciérés à plus de 0,6 % de carbone et ceux mixtes à dominance aciérée dont la teneur est comprise entre 0,3 % et 0,6 % de carbone. Ceci concerne 20 artefacts soit environ 38 % du corpus étudié.

b) Des duretés variées

Cette hétérogénéité en termes de nature de métal produite génère des demi-produits de duretés variables que nous avons pu évaluer par mesures de microdureté¹⁴² Vickers pour les échantillons des XIII^{ème}, XIV^{ème} et XV^{ème} siècles. Les duretés moyennes des demi-produits vont de 115 HV à 392 HV. La moyenne est de 174 HV avec un écart type de 64 HV.

En considérant l'ensemble de nos résultats, nous avons choisi de diviser les duretés obtenues en quatre catégories :

- La première pour laquelle la dureté moyenne est comprise entre 100 et 150 HV
- La deuxième pour laquelle la dureté moyenne est comprise entre 150 et 200 HV
- La troisième pour laquelle la dureté moyenne est comprise entre 200 et 250 HV
- La quatrième pour laquelle la dureté moyenne dépasse 250 HV

Ainsi, la production de Castel-Minier se compose majoritairement de demi-produits de dureté appartenant au premier groupe. En effet, 26 demi-produits présentent une dureté inférieure à 150 HV (Figure 200). Ces duretés correspondent principalement à des artefacts faiblement ou moyennement carburés, ferritiques ou mixtes à dominance ferritique.

¹⁴² Les mesures de dureté ont été réalisées sous une charge de 100g, sur l'ensemble de la section afin d'établir des cartographies de dureté et de déterminer une dureté moyenne, moyenne arithmétique de l'ensemble des points (cf. chapitre IV).

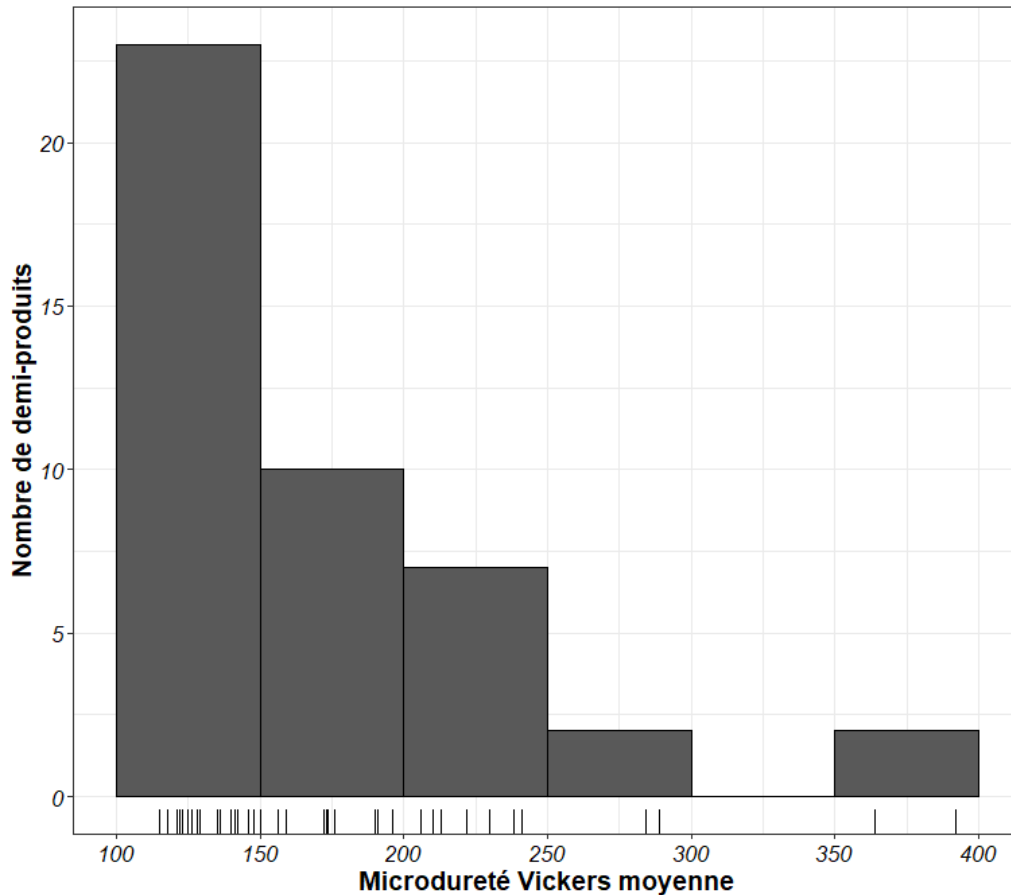


Figure 200 : Distribution des effectifs de dureté au sein du corpus des demi-produits du XIII^{ème} siècle au XV^{ème} siècle.

Les 10 demi-produits présentant des duretés comprises entre 150 et 200 HV sont de nature moyennement carburée, aciérée, mixte à dominance ferritique ou mixte à dominance aciéré, et présentent parfois des structures hors-équilibre de type martensite ou bainite, mais sur une faible proportion de leur surface. Les sept dont la dureté est supérieure à 200 HV sont des objets mixtes à dominance aciérée moyennement carburés, ou aciérés fortement carburés, ainsi que quelques échantillons présentant des structures de bainite ou de martensite. Enfin, ceux dont la dureté est supérieure à 250 HV ne sont représentés uniquement que par des demi-produits présentant des structures hors équilibre de type martensite ou bainite. Il est à noter que comme attendu, les variations de dureté suivent une corrélation linéaire positive avec les variations de teneurs en carbone à l'exception des objets trempés qui s'en écartent (Figure 201).

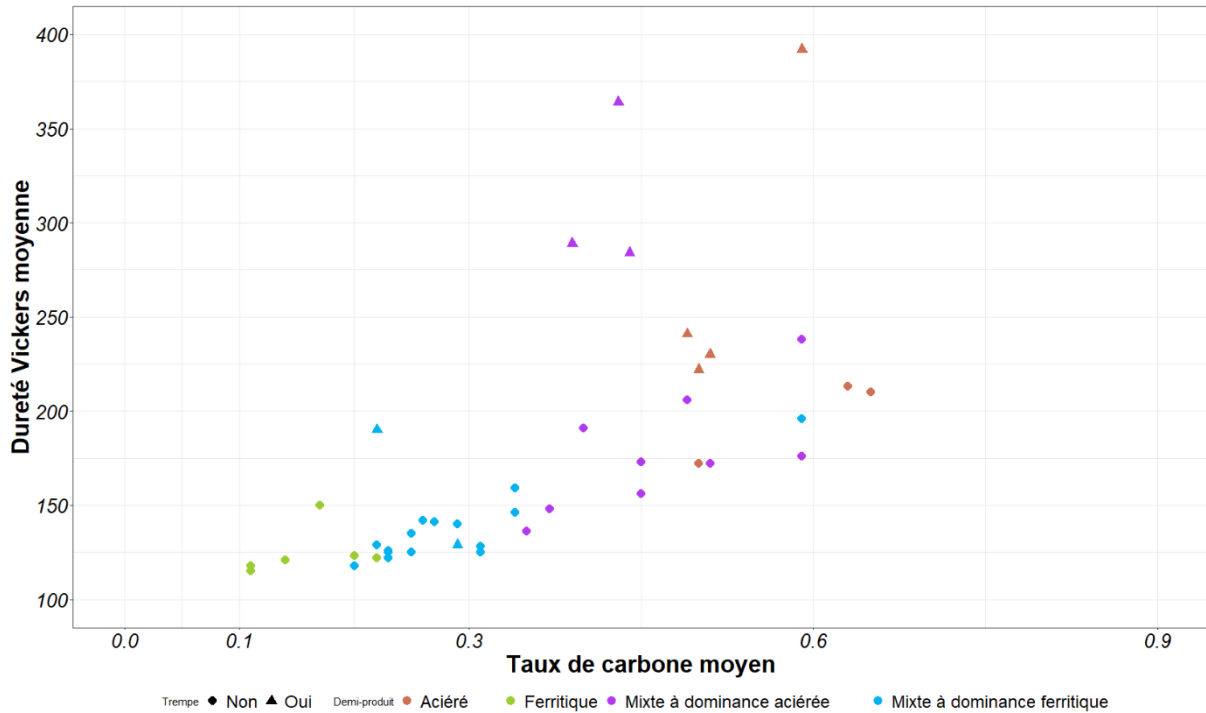


Figure 201 : Relation entre taux de carbone moyen et microdureté Vickers moyenne.

Également, les écarts types à la moyenne de dureté sont variables et reflètent l'hétérogénéité des artefacts en termes de surface carburée ($\% C > 0,3$) et de teneur en carbone. Cette hétérogénéité de composition, qui n'est qu'un paramètre parmi ceux influant sur le comportement mécanique des alliages, rend la compréhension du comportement mécanique plus difficile à cerner que pour un matériau homogène. Il est à noter que les écarts types peuvent varier de 0 à 300 (Figure 202). De façon générale, les écarts types ne dépassent pas 75, sauf pour les échantillons qui présentent des structures hors équilibre de type martensite ou bainite. Les autres classes de teneur en carbone possèdent des écarts types se répartissant entre 0 et 100 sauf pour les objets faiblement carburés que l'on retrouve uniquement dans la catégorie des écarts types inférieurs à 50. Cela n'a rien de surprenant puisque nous avons vu que ces derniers étaient homogènes.

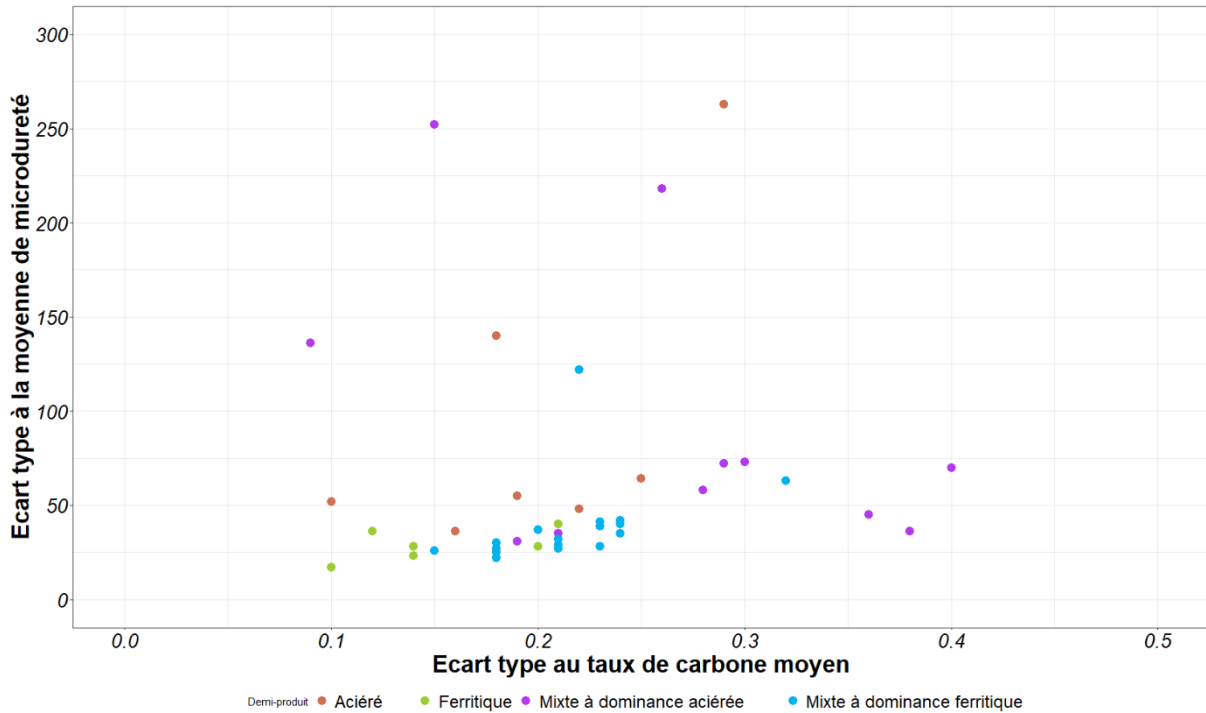


Figure 202 : Relation entre écart type au taux de carbone moyen et écart type à la microdureté Vickers moyenne.

c) Une hétérogénéité quel que soit le système de production

Un point reste à aborder : celui de l'évolution de la nature du métal en fonction des changements dans les infrastructures de production. Rappelons qu'à partir du XV^{ème} siècle, le site se dote de l'énergie hydraulique pour actionner le marteau puis qu'au XVI^{ème} siècle, cette même énergie sert à actionner les soufflets pour la réduction (cf. chapitre II). Il est important de constater qu'il n'existe pas de différence majeure dans la nature du métal produit entre les quatre phases d'occupation (Figure 203 et Figure 204). Pour chacune des quatre phases, les différentes gammes de teneurs en carbone sont représentées de la même manière et les matériaux sont hétérogènes. La production du XIV^{ème} siècle apparaît comme étant légèrement moins carburée que celles des autres périodes, mais le faible nombre d'objets étudiés ne permet pas de l'affirmer de façon certaine. Nous aurions pu nous attendre à observer une variation des natures de métal entre le XV^{ème} siècle et le XVI^{ème} siècle avec l'arrivée de l'hydraulique pour alimenter les soufflets. Cette ventilation forcée entraîne une augmentation des températures au cours de la réduction qui pourrait faciliter la diffusion du carbone au sein du métal dans la masse brute. Il n'aurait donc été surprenant de constater une augmentation de la teneur en carbone moyen pour les demi-produits. Or, on remarque que la production reste hétérogène et que la

proportion de demi-produits moins carburés a même tendance à être supérieure au XVI^{ème} siècle par rapport au XV^{ème} siècle.

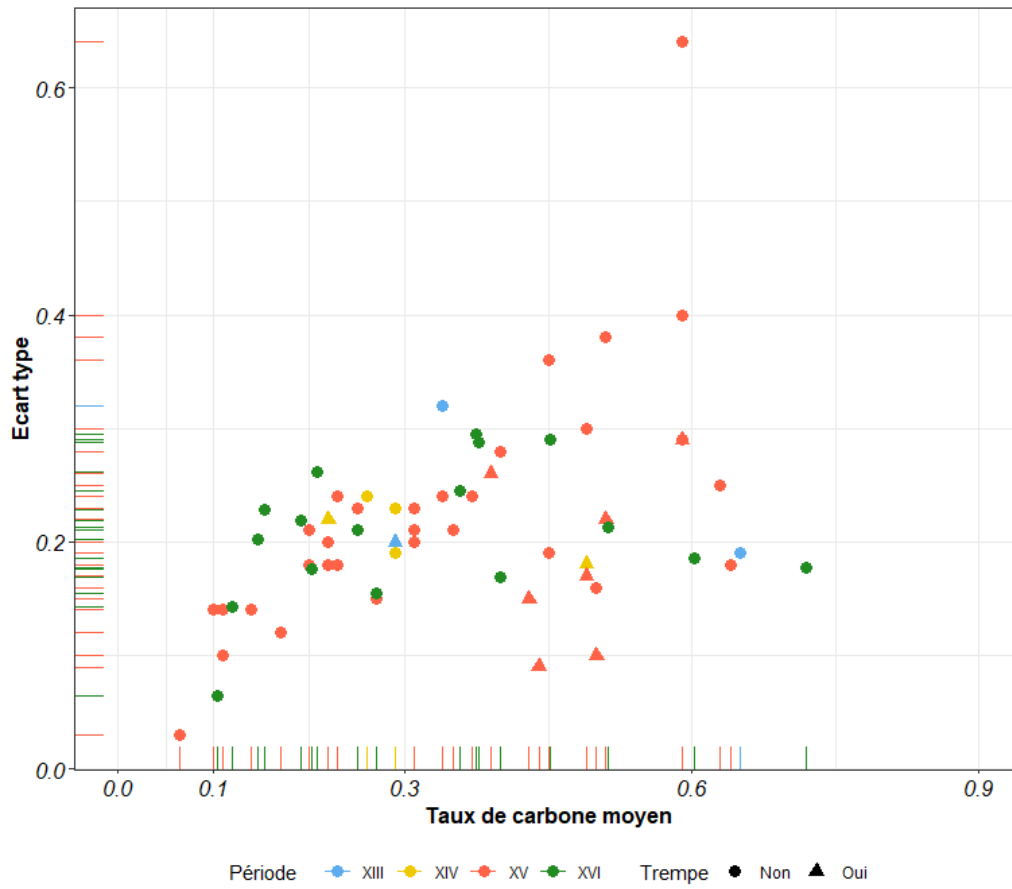


Figure 203 : Relation entre taux de carbone moyen et écart type à la moyenne en fonction de la période d'occupation du site, pour les demi-produits trempés ces valeurs sont souvent sous-évaluées.

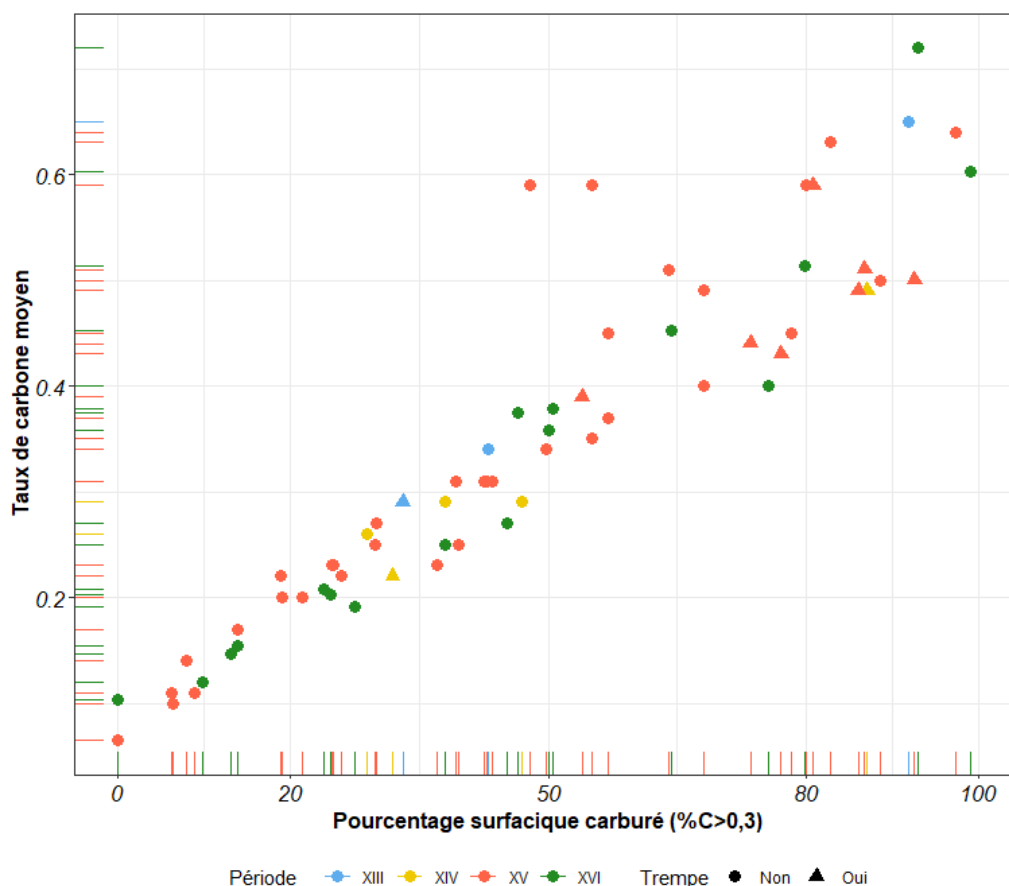


Figure 204 : Relation entre taux de carbone moyen et pourcentage surfacique carburé (%C >0,3) en fonction des périodes d'occupation du site.

Pour autant, cela ne signifie pas forcément que le système de production n'a aucune influence sur les natures de métal. Même si l'influence des modifications techniques n'est pas clairement visible au niveau des demi-produits, elle n'est sans doute pas inexistante. Il faudrait plutôt regarder au niveau de la matière peu transformée sortant du fourneau de réduction.

Concernant cette dernière, peu de fragment de masses brutes ont été retrouvés pour le XV^{ème} siècle, ne permettant pas d'établir des comparaisons poussées entre la matière brute sortant du bas fourneau et celle sortant du bas foyer, mais nous pouvons établir quelques constats.

Au XVI^{ème} siècle, des billes de fonte ont été retrouvées en rejet, preuve que des teneurs en carbone très élevées pouvaient être atteintes (F. Téreygeol, 2017). Les fragments de masse brute étudiés par Ivan Stepanov, à l'exception du CL10244, sont aussi fortement carburés (Tableau 64) (F. Téreygeol, 2014).

Tableau 64 : Caractéristiques métallographiques des fragments de masses brutes, XVI^{ème} étudiés par I. Stepanov.

Echantillons	%C*	Présence d'acier hypereutectoïde	Présence de fonte
CL 10244	0,07	Non	Non
CL10283	0,94	Oui (70 %)	Non
CL 10699/4	0,97	Oui (83 %)	Non
CL 10714/1	2	Oui (4 %)	Oui (96 %)
CL10959/5	0,7	Oui (25 %)	Non

Mais, le fragment de masse brute très carburé, retrouvé pour le XV^{ème} siècle, montre aussi que, même sans soufflerie hydraulique, le métal pouvait être très carburé et que l'acier était produit. Par ailleurs, ces fortes teneurs en carbone se retrouvent parfois dans les demi-produits. Nous avons vu que certains demi-produits pouvaient présenter des structures d'acier hypereutectoïde ou de fonte. Les matières brutes produites ne nous permettent pas non plus de révéler une influence du système technique de production employé, d'autant plus que ces fragments ne sont peut-être pas représentatifs de la production. La masse brute du XV^{ème} siècle, par exemple, a été retrouvée dans une unité stratigraphique correspondant à une unité de rejet (US6069). Un début de martelage est visible sur sa surface, puis l'opération a été abandonnée, sans doute à cause des duretés trop élevées de la matière dues à la présence de fonte et d'acier hypereutectoïde. Nous avons d'ailleurs pu constater que les parties les moins carburées sont celles qui avaient préférentiellement été martelées. Il est donc possible que les forgerons de Castel-Minier éprouvent davantage de difficulté à travailler des masses trop carburées. Il est également possible qu'un tri de la matière première soit réalisé en éliminant les matériaux trop durs à travailler, donc trop carburés. Néanmoins, nous n'avons qu'un seul échantillon pour appuyer notre hypothèse. Cette hypothèse est cependant renforcée car les demi-produits sont généralement moins carburés que les masses brutes retrouvées.

Au vu de la nature des demi-produits, les masses brutes étaient probablement hétérogènes. En effet, nous avons vu que les demi-produits étaient eux-mêmes hétérogènes et se composaient de bandes ferritiques et carburées orientées dans le sens du martelage. Des lignes de soudures ont pu être observées, elles correspondent parfois au repli de la matière et au corroyage, ou bien à la soudure entre deux barres de nature hétérogène, qui pourraient potentiellement venir d'un tri de la matière.

d) Lien supposé entre nature du minerai et nature du métal

D'après Catherine Verna, si différentes qualités de métal étaient distinguées dès le Moyen Âge, cela était également le cas pour les minerais. Par exemple, au milieu du XV^{ème} siècle, les mérites du minerai de Vicdessos sont vantés par le comte de Foix, on en tirerait le meilleur fer du monde, presque aussi bon que l'acier (C. Verna, 2001, p.65). Ainsi, les artisans du fer accordaient une importance au choix du minerai pour l'obtention d'une nature de métal particulière (Verna, 2001, p.109). En effet, certaines mines, et notamment celles du Haut-Sabarthès (Vicdessos, Château-Verdun), seraient plus enclines à fournir de l'acier (C. Verna, 2001, p.65). Dès la fin du XIII^{ème} siècle, les minerais issus de ces mines, étaient désignés dans les textes sous l'appellation *mineriis de ferro calybe vel axero* ou « mine d'acier ». Les hommes du fer des Pyrénées ne sont pas les seuls à distinguer les mines d'acier, des mines de fer. Dans d'autres régions alpines, sur le gisement d'Allevard par exemple, on distingue également la *mena ferri* de la *mena calibis* (C. Verna, 2001, p.65).

Un point commun entre toutes ces mines dites d'acier, est, qu'elles se composent d'un minerai¹⁴³ fortement chargé en manganèse. Parallèlement, une similarité entre les Pyrénées et certaines autres régions (Alpes Lombardes, Carinthie...) situées dans une zone comportant des minerais fortement chargés en manganèse est, qu'elles sont réputées pour être des régions productrices d'acier de qualité (Dillmann *et al.*, 2011, p. 38; Verna, 2001, p.66). Ainsi, la nature du métal produit pourrait dépendre de la qualité du minerai employé, enclin à fournir de l'acier.

Ce constat a donc poussé certains auteurs à penser que le manganèse pouvait jouer un rôle carburigène¹⁴⁴ en réduction directe (E. Truffaut, 1994). Il semblerait qu'il favorise la pénétration du carbone dans le métal. Il semblerait que, sous certaines conditions de température et de pression atteintes dans le bas fourneau, la réduction partielle du manganèse soit possible, et il se formerait des carbures mixtes de fer-manganèse (*cf.* chapitre I). Ces derniers permettraient une carburation du fer et la formation d'acier naturel (E. Truffaut, 1994). Ce phénomène n'est cependant pas décrit de façon précise et l'action de cet élément reste controversée, parmi les auteurs.

¹⁴³ Dans le cas des mines de Sem et de Château-Verdun, la nature du minerai est très variable. Le minerai primaire est la sidérite. Ce dernier comporte du manganèse en son sein, ainsi les minerais de substitution en comprennent donc également (C. Verna, 2001, p.61).

¹⁴⁴ Dans le sens où il favoriserait la pénétration du carbone dans le métal pendant la réduction et non dans le sens de la métallurgie contemporaine, où il favoriserait la précipitation de carbures dans un métal où il est déjà présent.

Castel-Minier nous permet d'apporter des données supplémentaires sur cette question. Comme nous l'avons vu au chapitre II, bénéficiant d'un système d'échange inter-vallées (Videssos-Couserans), les hommes de Castel-Minier emploient le minerai du Mont Rancié, de la mine de Sem dans le Haut-Sabarthès. Ce minerai est chargé en manganèse. Des analyses réalisées à partir du minerai retrouvé à Castel-Minier, ont permis de montrer qu'il comportait du manganèse à des teneurs comprises entre 1,4 % et 10 %_{mass} (S. Leroy, 2010, p.154). De plus, des analyses menées sur deux demi-produits (une plaque et un lingot) issus du ferrier du XVI^{ème} siècle, montrent que les inclusions présentent également une forte teneur en oxyde de manganèse, comprise entre 4 %_{mass} et 25 %_{mass} (P. Dillmann, F. Tereygeol, et C. Verna, 2006 a). Ceci est compatible avec l'emploi d'un minerai au manganèse. Or, des analyses¹⁴⁵ ont permis de montrer que pour la plaque, pourtant très aciérée, le manganèse n'était présent qu'en très faibles quantités (< 60 ppm, 0,01 %_{mass}) (P. Dillmann, F. Tereygeol, et C. Verna, 2006 a). Ainsi, pour d'aussi faibles quantités, le rôle carburigène du manganèse semble restreint.

Par ailleurs, contrairement à ce qui pourrait être attendu, nous avons vu que la production, au travers des produits et des déchets archéologiques trouvés à Castel-Minier, ne peut pas être considérée comme majoritairement aciérée, considérant les critères de lecture de la métallographie, mais plutôt hétérogène comme nous l'avons montré préalablement.

Toutefois, les analyses menées à la microsonde de Castaing¹⁴⁶ pour deux demi-produits de Castel-Minier, l'un carburé (CL 13383-10), l'autre ferritique (CL 13383-1), ont montré que si pour l'échantillon ferritique, le manganèse n'a pas été détecté dans la matrice métallique, le demi-produit carburé en contenait à hauteur de 0,1 % en moyenne (profil transversal à l'échantillon - Figure 205).

¹⁴⁵ Analyses via micro Fluorescence X (μ XRF) sur un générateur de rayons X à anode tournante menée uniquement sur la plaque et non sur le lingot

¹⁴⁶ Analyses menées par Eric Leroy, à l'ICMPE, Thiais (*cf* chapitre IV, 15kV, 200 nA, limite de détection : 120 ppm).

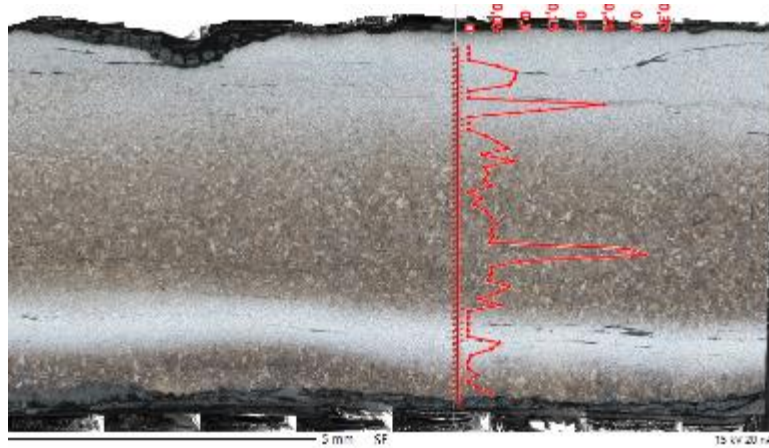


Figure 205 : Variation du pourcentage massique en manganèse replacé sur la métallographie après attaque de l'échantillon CL13383-10, (US6015,CM16). Les zones les plus carburées sont les zones les plus sombres (marron).

Le débat reste donc ouvert sur le rôle des minerais manganésifères dans la production d'acier. D'autres analyses, au sein du métal, devraient être menées pour comprendre davantage le rôle que pourrait jouer le manganèse dans la production d'acier. En tout état de cause, la production sur un fond de minerai chargé en manganèse, comme l'est celui de Vicdessos, ne conduit pas à l'obtention d'objets systématiquement carburés, en tout cas du point de vue des demi-produits, ces derniers étant représentatifs de la production.

2. Comparaison aux sources écrites : des formes et des qualités

Nous venons de voir quelle était la nature du métal produit à Castel-Minier. Nous allons à présent regarder ce que nous apprennent les sources écrites sur la production de demi-produits, pour les Pyrénées, quant à leur forme et à leur qualité.

Pour citer Catherine Verna, il est établi « à partir des versements que l'amodiataire doit fournir au propriétaire de la mouline, [...] que la forge hydraulique produit du fer en barre », qui peut être rond (*barra ferri rotonda*), mais aussi des barres de fer plates (*marlana ferri*, *merlaria*, *merlais*) pouvant peser jusqu'à 84 kg et des tiges, des verges en fer (*virgae ferreae* ou *virgae platae*) pouvant elles aussi être plates. Des morceaux de fer et des ébauches (*scalopones pro vomeribus*, *scapolones vomorum*, *ligonum*), destinés à produire des socs et des houes, ainsi que du fer en plaque (*plata*) sont aussi produits mais, quant à ce dernier, seulement à partir du XV^{ème} siècle (C. Verna, 2001, p.105).

Toutefois, ces dénominations relatives à la forme du métal produit ne nous renseignent pas sur sa qualité. Dans certains cas pourtant, il semblerait que ces dénominations puissent à la

fois renseigner sur une forme et sur une qualité. Quelques points de précision sont apportés par Catherine Verna, concernant les *virgae* et les *merlaria*.

Au XVI^{ème} siècle, le fer *verga* se trouve, dans un acte, distingué du « fer fort », c'est-à-dire un fer carburé. Le fer sous forme de *verga* pourrait donc correspondre à un fer moins carburé, à un fer doux. Cependant, il est possible aussi que certaines de ces barres soient de composition hétérogène, plus ou moins carburées (C. Verna, 2001, p.106) .

Un texte de 1373, statut des rasoirs de la ville de Toulouse, permet d'établir des hypothèses sur le sens des termes *merlar* et *merlaria*, apparaissant dès la fin du XIII^{ème} siècle dans la documentation concernant la vallée de Vicdessos. Une fois travaillé, le fer utilisé par les rasoirs, le *merlar*, donnerait de l'acier. Pour Catherine Verna, le terme *merlaria* pourrait désigner « des barres, des merliers, dont la qualité est également précisée dans le terme même de *merlaria* » (C. Verna, 2001, p.108). Elle précise que « ces *merlaria*, ces barres, se concevraient déjà, à ce premier niveau de lecture, comme produites à partir d'une matière issue du processus de réduction, sans doute hétérogène et à partir de laquelle on pouvait obtenir de l'acier naturel, c'est-à-dire celle du *merlar* ». En effet, par comparaison aux ouvrages techniques des XVIII^{ème} et XIX^{ème} siècle, Catherine Verna indique qu'un produit hétérogène, composé d'une « croûte » aciérée et d'un cœur en fer moins carburé, est produit au sortir du four. Ce produit hétérogène équivaldrait au *merlar* pour les hommes du Moyen Âge. La mise en forme grossière de ces *merlar* serait les *merlaria*.

Ensuite, elle précise que l'acier présent « doit être dégagé de la masse hétérogène du *merlar* », équivalent à des morceaux de massé, ou dégagé des *merlaria*, des merliers, c'est-à-dire « des barres grossièrement martelées et rassemblant des fers hétérogènes et de l'acier ». A la brisure du *merlar* ou des *merlaria*, différentes qualités de métal étaient distinguées et triées à l'œil. De l'acier était extrait, mais cet acier n'était pas homogène. Ainsi, il « faudrait parler autant de fers carburés et de différentes qualités de fer que d'acier et de différentes qualités d'acier » (C. Verna, 2001, p.111). Il est important de noter que lorsqu'il est fait mention dans les versements des amodiataires de barres ou de verges, qu'il est fait mention de fer, mais jamais d'acier. Seules les *merlaria* pourraient correspondre à une production hétérogène contenant de l'acier (C. Verna, 2001, p.113) .

Alors, au vu de ces différentes dénominations et mentions de qualité, que penser des fers de Castel-Minier ?

Nous avons vu, à Castel-Minier, que le fer était produit sous forme de barres plates ou rondes et de tiges plates (*cf.* chapitre III). Les analyses métallographiques ne nous ont pas permis de dégager une nature de métal particulière en fonction de la morphologie. Nous avons vu que la production était une production hétérogène de fers ou d'aciers eux-mêmes relativement hétérogènes.

En ce qui concerne les chutes de barres rondes retrouvées dans le canal du XV^{ème} siècle, même si nous ne disposons pas d'informations précises quant à la nature du métal les composant ou à leur métrologie dans les textes, la forme constitue un bon indice permettant de les associer à la dénomination des *barra ferri rotonda* issue des sources écrites. De plus, il est à noter que ces chutes ont été retrouvées exclusivement au XV^e siècle, période à partir de laquelle, sur le site, la forge devient hydraulique.

Les tiges de fer plates ou verges de fer observées à Castel-Minier sont de nature hétérogène. D'après l'interprétation des textes, menées par Catherine Verna, nous avons vu que les *verga – virgae ferreae* ou *virgae platae*, seraient composées de fer doux par opposition aux fers dits forts. Cependant, elle précise que ces barres pourraient parfois aussi être de composition hétérogène, plus ou moins carburées (C. Verna, 2001, p.106). Ainsi, même si aucune donnée métrique n'est précisée¹⁴⁷, les barres de fer plates de Castel-Minier pourraient être des *virgae ferreae* ou *platae*.

En revanche, si l'on considère, les fers plats observés à Castel-Minier, ils ne semblent pas correspondre à la définition des *merlaria* et *merlais* donnée par Catherine Verna, c'est-à-dire des barres de fer plates pouvant peser 84 kg. En effet, une contradiction d'ordre métrologique et morphologique se pose. Afin de correspondre à la masse de deux quintaux soit 84 kg, une barre de fer plate de section 4 cm², telle qu'il est possible d'en trouver à Castel-Minier, devrait mesurer 26 mètres de long. Ceci est improbable. De plus, même si les fers plats observés à Castel-Minier, pour le XV^{ème} siècle, sont hétérogènes, tout comme les *merlaria* d'après la définition donnée par Catherine Verna, ils semblent être à un stade de mise en forme déjà bien avancé, après passage sous le marteau hydraulique. Ils ne répondent pas à la définition de « barres grossièrement martelées » évoquée par Catherine Verna dans la suite de son ouvrage. Les *merlaria* telles que décrites, ne semblent donc pas avoir été mises en évidence à Castel-Minier.

¹⁴⁷ Catherine Verna les décrit comme « des productions plus légères [que les *merlaria* pouvant peser 84 kg] dont certaines sont plates ».

Enfin, nos analyses n'ont pas permis de mettre en valeur l'hétérogénéité au sein de la masse brute, car nous avons seulement des fragments et qui plus est, en rejet pour le fragment du XV^{ème} siècle. Nous n'avons donc pu observer de *merlar*. Toutefois, nous avons noté, tout comme les textes, que l'acier était présent dans les masses brutes. Nous n'avons pas non plus mis en évidence de façon certaine, la fragmentation et le tri de la matière, qui pourrait, d'après les textes, être réalisé à partir du *merlar* ou des *merlaria*. Il est vrai que les fragments de masse retrouvés pour le XV^{ème} siècle ou le XVI^{ème} siècle pourraient être le résultat d'un tri visant à isoler les parties les plus carburées ou à un rejet des aciers trop carburés, mais cela reste une hypothèse à ce stade.

En effet, les matériaux obtenus étant hétérogènes et comportant de l'acier à teneur en carbone variable et de la ferrite, ils ne semblent pas être issus d'un tri spécifique de la matière visant à fournir un matériau homogène. Des soudures entre deux natures de fers ou d'aciers différentes ont été observées parfois mais sans analyse inclusionnaire, il nous est difficile de conclure quant à la soudure de deux matériaux différents.

Il est donc possible que certains fers plats, observés à Castel-Minier, correspondent à la mise en forme par repli ou par soudure de corroyage de plusieurs fragments de masses brutes hétérogènes, que l'on pourrait rattacher au *merlar*. Une étape intermédiaire entre le *merlar* et ces fers plats pourrait être les *merlaria*. En effet, un martelage plus poussé de ces barres hétérogènes grossières, pourrait probablement donner les fers plats hétérogènes obtenus à Castel-Minier.

Finalement, une possible interprétation des textes et l'ensemble des informations peuvent être résumés dans le Tableau 65. Ce dernier montre qu'une correspondance entre les sources écrites et le matériel archéologique retrouvé sur le site de Castel-Minier est parfois possible.

Tableau 65 : Relevé des différentes formes et natures de métal produites par une forge hydraulique d'après Verna, 2001.

Dénominations issues des sources écrites	Interprétations possibles quant à leur forme	Informations relatives à leur nature	Matériel retrouvé à Castel-Minier ¹⁴⁸
<i>Barra ferri rotonda</i>	Barres rondes		Chutes de barres de fer rondes retrouvées dans le canal du XV ^{ème} siècle
<i>Merlaria, merlais</i>	Barres de fer plates pouvant peser 84 kg.	Barres de composition hétérogène, comprenant des parties aciérées et des parties ferritiques.	
<i>Marlana ferri</i>	Ambiguïté sur le terme <i>marlanum ferri</i> qui a été traduit par merlin de fer.		Deux fragments de merlins retrouvés dans le canal du XV ^{ème} siècle.
<i>Virgae ferreae, virgae platae</i>	Tiges, verges en fer, plus légères que les <i>merlais</i> , et dont certaines sont plates	Acte de 1533, le fer <i>verga</i> est distingué du fer fort. Il pourrait donc être du fer doux.	Chutes de barres de fer plates hétérogènes
<i>Scapolones pro vomeribus, scapolones vomorum et ligonum</i>	Morceaux de fer, ébauches pour fabriquer des socs et des houes		Deux probables ébauches de socs parmi le dépôt de l'US3082.
<i>Plata</i>	Fer en plaque		Plaque en fer au sein du corpus du XVI ^{ème} siècle.
<i>Fer terssat, terceyat, terciat ou tercerat</i>	Apparaît dans les registres d'Arles	Possible ratio 1/3 – 2/3 entre fer et acier	

¹⁴⁸ Equivalent possible avec les textes

3. Du demi-produit à l'objet fini

Bien que Castel-Minier soit, concernant sa production d'alliages ferreux, un site producteur de demi-produits principalement, de nombreux objets finis ont été retrouvés sur place. Maintenant que la nature des demi-produits a été examinée, nous la comparerons à celle des objets finis et discuterons des savoir-faire des artisans de Castel-Minier permettant de rendre les objets aptes à leur fonction.

Dans un premier temps, nous allons discuter de la qualité du travail d'épuration afin de constater ou non des gradations au sein de la chaîne opératoire.

a) Qualité du travail d'épuration

i) Les demi-produits

Pour les demi-produits à Castel-Minier, si l'on considère la propreté inclusionnaire, trois groupes peuvent être distingués (Figure 206). La majorité des demi-produits se situe dans le premier groupe représenté par un pourcentage inclusionnaire inférieur à 4 %. La moyenne de ce groupe est de 1,90 et l'écart type est 0,83. Un second groupe se dessine, dont les pourcentages inclusionnaires sont supérieurs à 5 %. Les artefacts de ce groupe sont plus rares. Encore plus rares, seuls deux demi-produits, présentent des teneurs supérieures à 9 %.

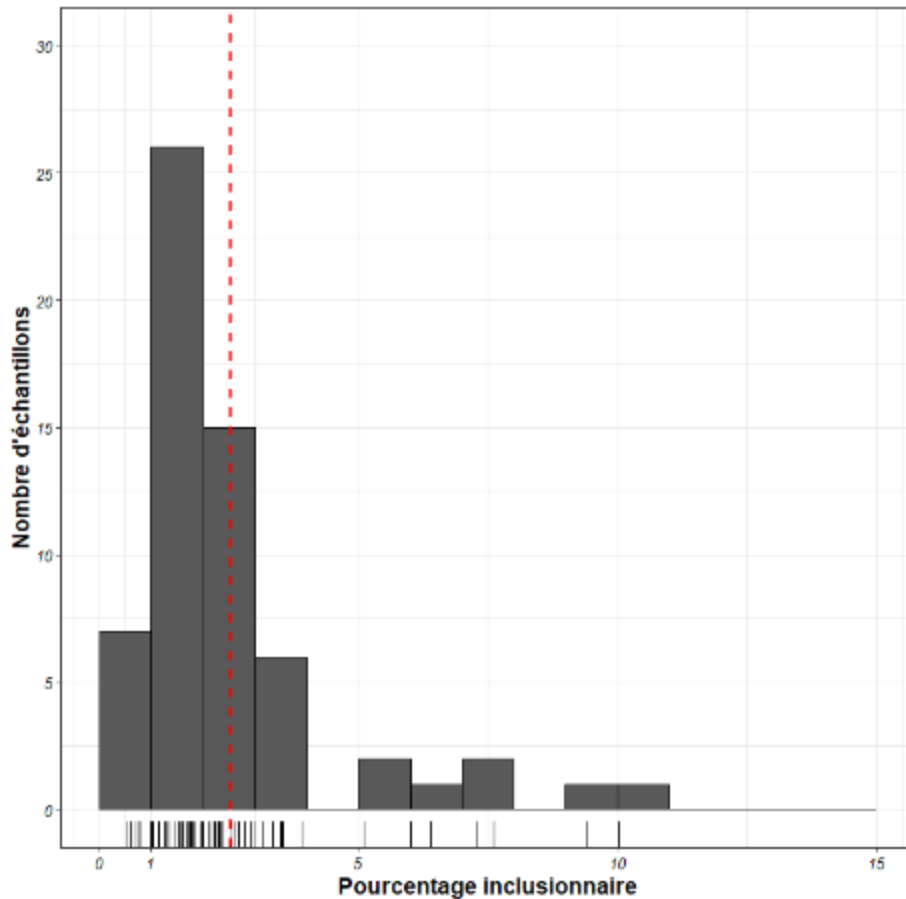


Figure 206 : Distribution des pourcentages inclusionnaire pour le corpus des demi-produits (et ébauches).

Nous pouvons alors nous interroger, au sein des demi-produits, sur l'origine de la variation du pourcentage inclusionnaire. Dans la suite du texte, les différentes sources de variations possibles seront étudiées au cas par cas. Cependant, nous gardons à l'esprit que la variabilité n'est peut-être pas à expliquer par le biais d'un seul paramètre, mais par la combinaison de plusieurs paramètres qui sont liés.

Une des premières hypothèses pourrait être une variation de qualité inclusionnaire en fonction du type de demi-produits : fer plat, fer rond, fer en barre¹⁴⁹...

On remarque que pour les pourcentages inclusionnaires les plus faibles appartenant au premier groupe (<4 %), on retrouve des représentants issus de chaque catégorie typologique (Figure 207). On note toutefois que les barres de section les plus fines, les tiges de fer plat, présentent des pourcentages inclusionnaires plus faibles. Toutefois, nous n'avons que deux

¹⁴⁹ Les différentes typologies sont explicitées au chapitre III.

représentants de ce type. Le deuxième et le troisième groupe sont représentés uniquement par des fers plats.

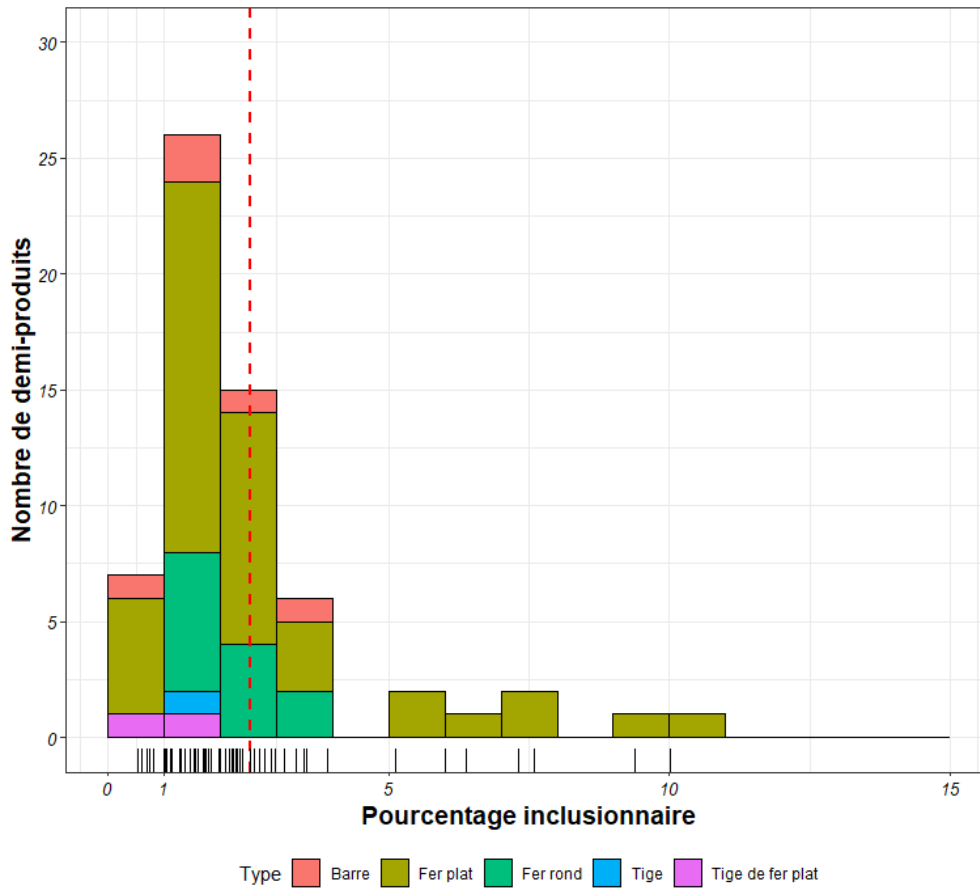


Figure 207 : Variation du pourcentage inclusionnaire en fonction de la typologie du demi-produit.

Une seconde hypothèse, indirectement liée à la première, pourrait amener à regarder du côté de l'épaisseur du demi-produit. En effet, nous pourrions penser que plus le demi-produit est fin, plus il a été travaillé, épuré et donc son pourcentage inclusionnaire devrait être plus faible. Cette hypothèse ne semble pas se vérifier à Castel-Minier. En effet, pour des demi-produits de même épaisseur, les pourcentages inclusionnaires sont variables (Figure 208). Le même constat a pu être effectué en se basant non plus sur l'épaisseur seule, mais sur la section.

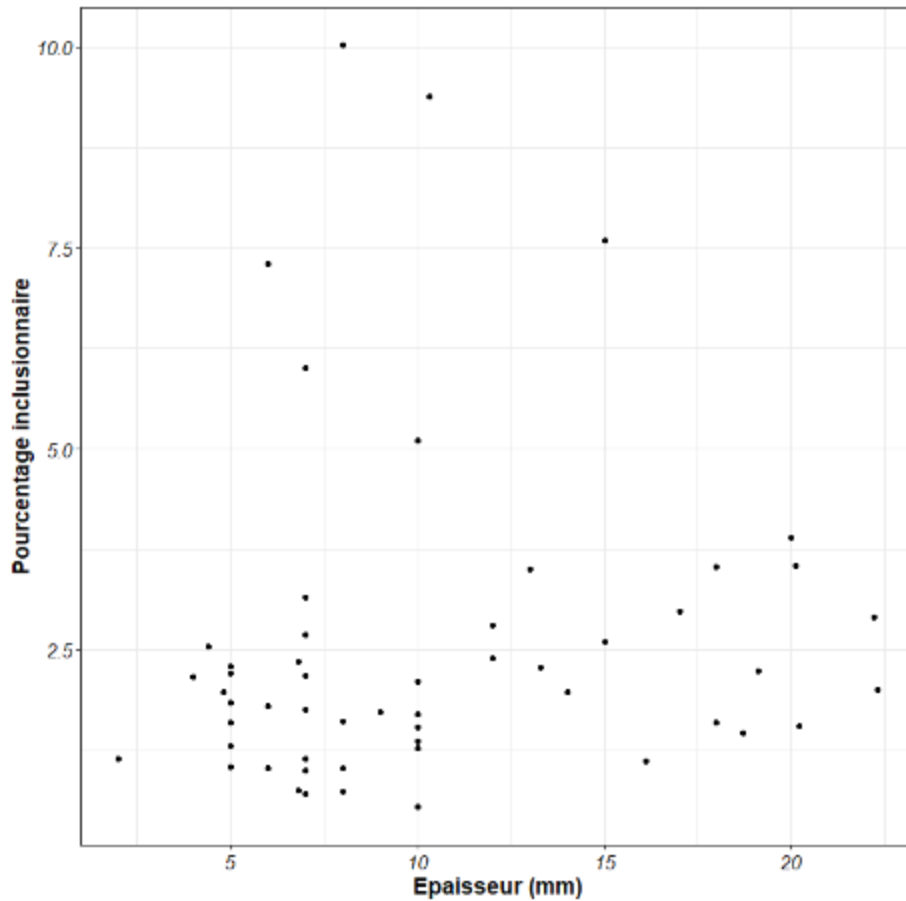


Figure 208 : Relation entre épaisseur du demi-produit et pourcentage inclusionnaire.

Il est à noter également qu'aucun lien direct n'a été observé entre la teneur moyenne en carbone et le pourcentage inclusionnaire. On note toutefois une tendance, la médiane des pourcentages inclusionnaires semble diminuer avec l'augmentation de la teneur en carbone (Figure 209). Les demi-produits les plus carburés seraient plus propres. Mais, on remarque aussi qu'une valeur reste élevée pour les teneurs $>0,6$ % de carbone. Un tel lien peut être délicat à mettre en évidence dans le cadre de notre corpus composé de demi-produits hétérogènes en leur sein.

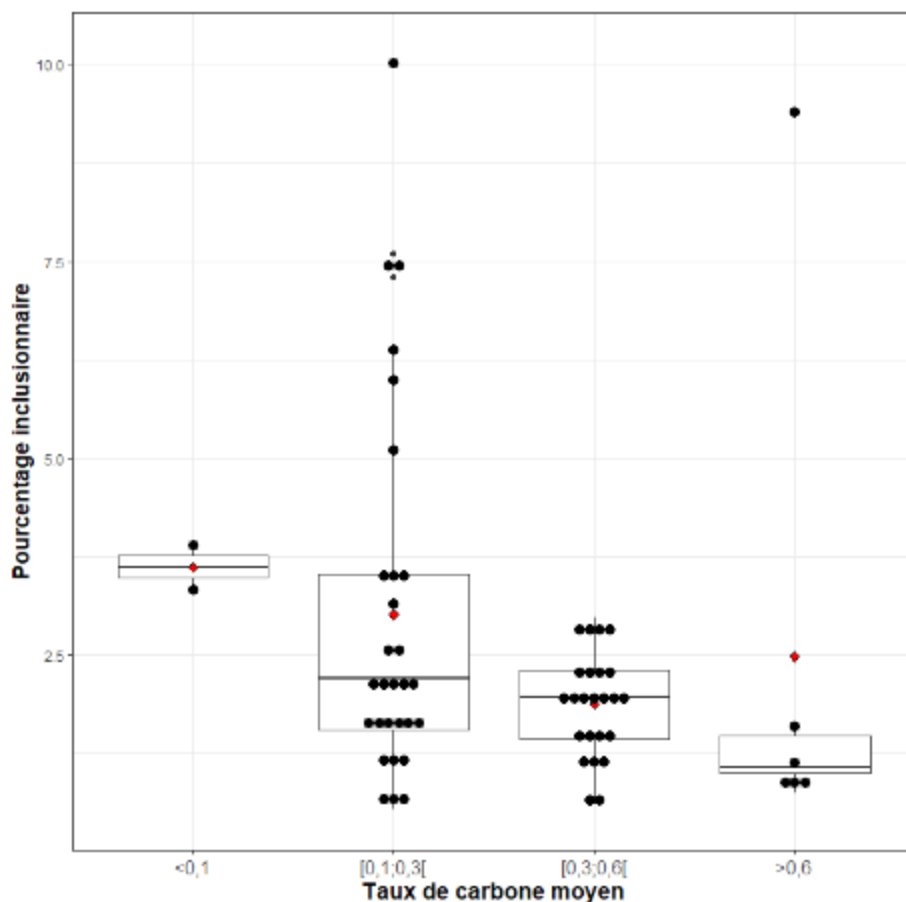


Figure 209 : Relation entre taux de carbone moyen et pourcentage inclusionnaire pour les demi-produits.

Enfin, dernier point, il ne semble pas y avoir de corrélation entre les teneurs inclusionnaires et les périodes d'occupation (Figure 210). En effet, les corpus du XV^{ème} siècle et du XVI^{ème} siècle comportent des échantillons qui se situent dans chacun des groupes précédemment mentionnés. A titre de comparaison, nous avons intégré les demi-produits/ébauches du XIII^{ème} siècle et les deux ébauches d'objets du XIV^{ème} siècle. Ces demi-produits/ébauches du XIII^{ème} siècle et du XIV^{ème} siècle présentent des valeurs toutes situées dans le premier groupe et inférieures à 4 %. Mais il faut garder à l'esprit que dans ces cas particuliers, et pour ces périodes, le plus faible pourcentage inclusionnaire est plutôt à relier au stade d'avancement des produits étudiés dans la chaîne opératoire.

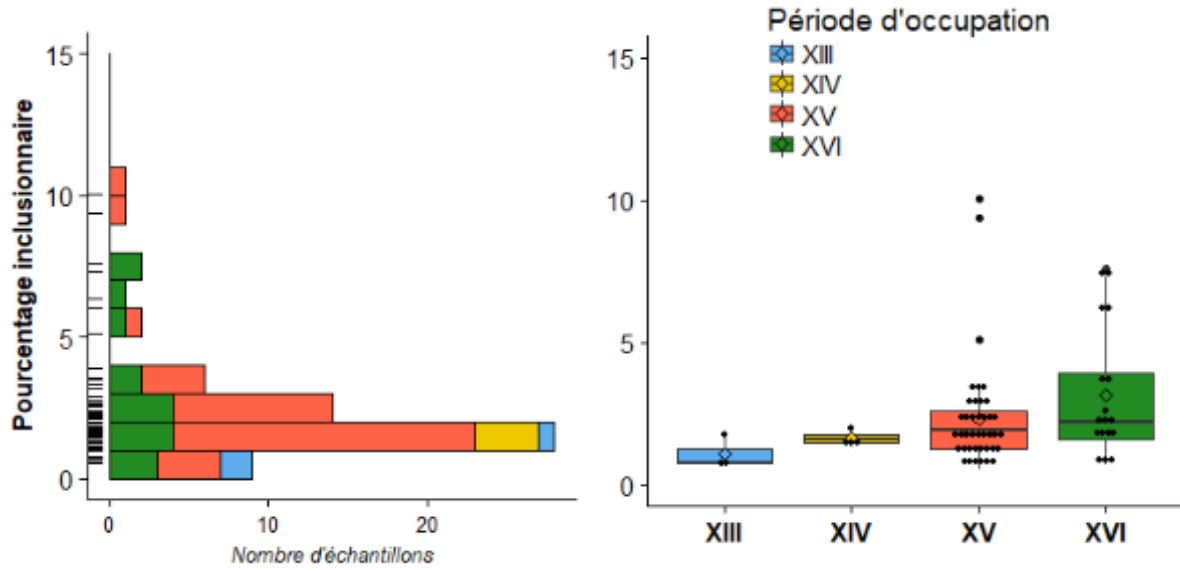


Figure 210 : Influence de la période d'occupation sur le pourcentage inclusionnaire.

A cela, il faut ajouter que les demi-produits au XVI^{ème} siècle ne présentent pas les mêmes typologies que ceux du XV^{ème} siècle, rendant leur comparaison difficile. Cependant, pour des demi-produits du XV^{ème} siècle et du XVI^{ème} siècle d'épaisseur similaire, on ne note pas d'augmentation ou de diminution du pourcentage inclusionnaire entre périodes (Figure 211). Nous ne pouvons donc pas vraiment conclure quant à l'influence particulière de l'arrivée du marteau hydraulique à Castel Minier au XV^{ème} siècle sur la propreté inclusionnaire des demi-produits, et donc sur leur degré d'épuration. Il est possible que le marteau ait été employé pour augmenter la productivité parfois au détriment de la qualité finale du métal du point de vue de la teneur en inclusions.

la masse brute tendent à diminuer, voire même à devenir inexistantes, pour les demi-produits. De plus, les inclusions s'affinent et diminuent en nombre.

On remarque que les demi-produits du premier groupe (%Inc<4 %) ont des pourcentages inclusionnaires similaires à ceux des objets étudiés. Il semblerait donc que pour ce type d'objets (pointerolle, fer de hache, éléments de chaînage ...), la propreté inclusionnaire atteinte pour les demi-produits soit suffisante et qu'un travail d'épuration plus abouti, mis à part celui inhérent à la mise en forme, ne soit pas nécessaire. Quelques pointerolles présentent des pourcentages inclusionnaires similaires à ceux du deuxième groupe (Figure 212).

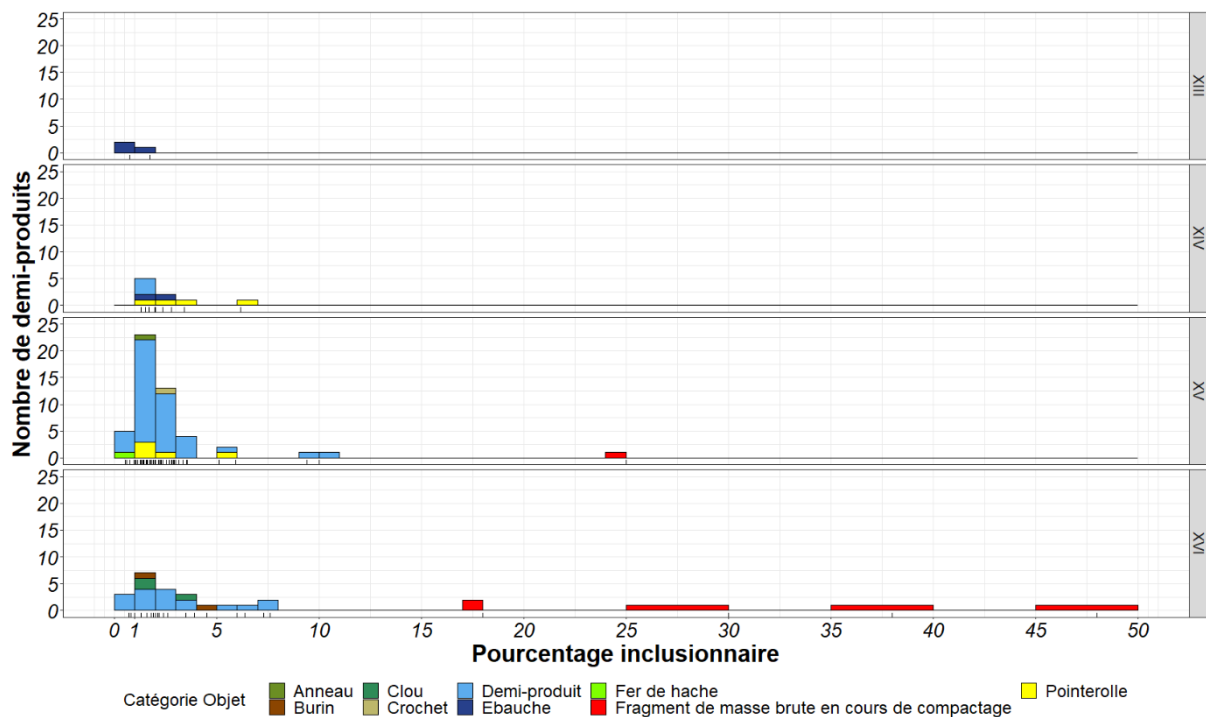


Figure 212 : Variation du pourcentage inclusionnaire pour des produits situés à différents niveaux de la chaîne opératoire, les traits pointillés rouges indiquent la moyenne des pourcentage inclusionnaire pour chaque catégorie.

b) Qualité des objets finis utilisés sur le site

Dans cette sous-partie, nous allons étudier la nature des objets finis retrouvés sur le site et très probablement produits sur place. Ces objets - pointerolles, fer de hache et éléments de chaîne - doivent répondre à une fonction particulière. Nous allons donc étudier la façon dont les forgerons de Castel-Minier appréhendaient la nature du métal qu'ils produisaient et l'adaptaient ou non en vue de permettre aux objets finis de répondre à leur usage.

i) Les pointerolles :

La pointerolle, outil emblématique du mineur, se doit de posséder différentes caractéristiques structurales afin de remplir sa fonction. Ainsi, il est attendu que leur pointe soit suffisamment dure pour entamer la roche sans se briser. Certains auteurs affirment, après observations de différentes pointerolles, que « sans être d'une technologie difficile, la fabrication d'un tel outil [pointerolle] requiert une certaine habileté » (I. Guillot *et al.*, 1987). Ces outils s'usaient rapidement, il fallait donc aussi savoir les entretenir. Ainsi, l'habileté du forgeron s'exprime en plus de la conception des pointerolles par sa capacité à les réparer. Alors qu'en est-il des pointerolles de Castel-Minier ? Que nous apprennent-elles sur les savoir-faire des artisans du site ?

En ce qui concerne le corps des pointerolles, on ne note pas de tendance particulière. Ce dernier est hétérogène, ce qui reflète la production de Castel-Minier. Cinq pointerolles ont un corps composé de zones aciérées et ferritiques et trois sont totalement aciérés avec des teneurs en carbone variable. Des bandes de carburation différentes sont à remarquer, comme pour les demi-produits, parfois soudées entre elles ou bien issues du corroyage du produit de départ hétérogène. La composition du corps, hétérogène, ne semble donc pas être un choix significatif dans la conception des pointerolles.

La pointe est en revanche la partie de l'outil laissant le mieux transparaître les savoir-faire des forgerons.

Nous avons vu premièrement, que toutes les pointerolles de Castel-Minier présentent, lorsqu'elle est encore conservée, une pointe en acier trempée. Pour chacune des pointerolles, des structures de martensite, de bainite ou de perlite nodulaire ont été observées à l'extrémité de la pointe. Ces structures vont conférer une très grande dureté à cette partie de l'objet. Nos mesures de dureté dans les pointes ont permis de montrer que les valeurs maximales atteintes aux extrémités étaient supérieures à 500 HV et pouvaient même atteindre des valeurs encore bien supérieures avoisinant les 1000 HV. Les variations de dureté reflètent les différences de teneur en carbone et de vitesse de refroidissement, engendrant différentes structures. Ainsi, la présence de martensite entraîne des duretés comprises entre 700 et 1000 HV tandis que la perlite nodulaire génère des duretés autour de 350-400 HV. Nous avons également noté la particularité de la pointerolle CL13895 (CM19, US 3313), dont la pointe martensitique, possède une dureté plus faible que celle attendue, suite à un possible revenu ou bien à cause de teneur en carbone faible.

Toutefois, nous avons vu que pour une pointerolle (CL13069, CM16, US2397), l'acier n'était pas le seul composant de la pointe. Des aciers à teneur en carbone, inférieure à 0,3 % de carbone, et ne prenant pas la trempe pouvaient y être rencontrés.

De prime abord, ces trempes, nous permettent de dire que le travail des forgerons de Castel-Minier a correctement été mené pour que les pointerolles puissent remplir leur fonction. Mais ces savoir-faire ne se limitent pas à la trempe de la pointe. Si l'on s'intéresse à la façon dont les pointerolles ont été formées, concernant l'ajout ou la réalisation de la pointe, nous relevons différentes techniques employées.

Pour deux pointerolles-CL12468 (CM2015, US 3064) et CL13895 (CM19, US 3313) - on identifie un ajout de la pointe en acier par soudure en bout sur le corps, dont la teneur en carbone peut être variable. Pour la pointerolle CL13895 (CM19, US 3313), on note la volonté de rapporter une pointe en acier sur un corps majoritairement ferritique ou peu carburé. Ce type de soudure demande une maîtrise technique particulière et est plus complexe à réaliser car il faut amener au blanc soudant en même temps les deux parties métalliques (I. Guillot et P. Fluzin, 1987). Les structures martensitiques, localisées uniquement sur la pointe soudée, témoignent d'une trempe sélective, après soudure, visant à durcir spécifiquement cette partie de l'objet. Pour la pointerolle CL12485 (CM2015, US2519), le mode de fabrication n'est pas aussi évident. Nous avons vu précédemment que les indices métallographiques laissaient à penser que la présence d'acier au niveau de la pointe était issue d'une soudure en bout plutôt que d'une cémentation. Nous avons noté que cette technique pouvait aussi avoir été employée pour la pointerolle CL11085-1 (CM2012, US2338), mais sans certitude car la pointe est très corrodée.

Pour la pointerolle CL13894, nous avons identifié un insert en acier au niveau de la pointe par soudure en gueule de loup. Les lignes de soudures, presque invisibles, témoignent d'une bonne exécution des savoir-faire. La pointerolle CL13893 (CM19, US3291) pourrait également être une preuve de ce type de savoir-faire.

Enfin, pour d'autres pointerolles, comme pour la CL13069 (CM16, US2397) et CL12687 (CM15, TB0), la carburation observée dans la pointe semble être dans la continuité des bandes observées sur le reste du corps (Tableau 66, Figure 160 et Figure 182). L'acier est donc présent, mais de façon « non volontaire » au niveau de la pointe qui est ensuite trempée. C'est pour cette raison que l'on note par exemple pour la pointerolle CL13069, des parties de la pointe pour lesquelles la trempe n'a pas été efficace car elles sont moins carburées.

Si nous avons vu que ces savoir-faire étaient employés au moment de la conception des pointerolles, ils sont réitérés tout au long de la vie de l'objet. Les forgerons de Castel-Minier entretenaient leur matériel : des traces de réparation de la matière sont observables. La technique de la soudure en bout semble, par exemple, avoir été employée pour réparer les pointerolles usagées. C'est le cas pour la pointerolle CL13895, sur laquelle on note deux soudures successives au niveau de la pointe. Nous pouvons donc en déduire qu'au moins une réparation a été effectuée par soudure en bout pour cette pointerolle. De plus, contrairement à ce que l'on observe pour les demi-produits, on note pour les pointerolles différentes structures de trempe, de recuit et de revenu, qui témoignent du fait que ces outils étaient sans cesse retravaillés. Notons que ces différentes structures hors équilibre rendent souvent l'interprétation des teneurs en carbone difficile.

Nous venons donc de voir qu'il n'existait pas un unique modèle de fabrication de pointerolles à Castel-Minier. Il est à préciser que l'on ne note pas de tendance dans leur mode de fabrication en fonction des périodes d'occupation (Tableau 66). Les différents savoir-faire semblent s'être transmis de siècle en siècle. Nous constatons les savoir-faire des artisans qui, volontairement, par soudure en gueule de loup ou en bout, ajoutent à un corps hétérogène une pointe aciérée qu'ils trempent ensuite afin de la durcir. Parfois, le travail du forgeron est minimale, il se réduit à la trempe car il se contente de conserver l'hétérogénéité de la matière initiale, sans apport d'acier pour former la pointe.

Les différents cas de figure sont résumés par la Figure 160 en partie B, la Figure 182 en partie C et dans le Tableau 66.

Tableau 66 : Tableau récapitulatif des caractéristiques des pointerolles de Castel-Minier.

Code Labo	Période	Nature du corps	Nature de la pointe	Particularité de la pointe
11085-1	XIV ^{ème} s.	Acier parfois trempé	Corrodée	Soudure en bout ?
12485		Ferrite et acier (majoritaire) parfois trempé	Acier trempé, martensite et bainite	Soudure en bout
12830		Ferrite et acier	Manquante	Manquante
13069		Ferrite et acier (majoritaire) parfois trempé	Hétérogène, acier trempé martensite et bainite mais aussi ferrite	Continuité dans les natures de métal observées entre la pointe et le corps

12468	XV ^{ème} s.	Acier	Acier trempé (martensite et bainite)	Soudure en bout
12687		Acier	Acier trempé martensite	Continuité dans les natures de métal observées entre la pointe et le corps
13893		Acier	Acier trempé (martensite, bainite et perlite nodulaire)	
13894		Manquant	Acier trempé (martensite bainite et perlite nodulaire)	Soudure en gueule de loup
13895		Ferrite (majoritaire) et acier	Acier trempé (martensite revenue)	Soudure en bout (double)

A titre de comparaison, nous nous sommes basés sur la synthèse, réalisée par Guillot *et al.* (I. Guillot *et al.*, 1995), des études métallographiques menées sur un corpus de trente-neuf pointerolles. Cinq proviennent de la mine de Pampailly et sont datées du XV^{ème} siècle. Les autres pointerolles sont datées du XVI^{ème} siècle. Vingt proviennent du vallon du Saint-Piermont (Sainte-Croix-aux-Mines) dont deux proviennent de Wurtzelmauerstollen, cinq de l'Erbstollen de la mine de la fontaine des Chouettes, et treize du complexe minier de Samson. Sept autres proviennent des districts de l'Altenberg et du Neuenberg (Saintes-Maries-aux-Mines). Parmi elles, trois sont datées du XVIII^{ème} siècle. Enfin, huit outils proviennent des Vosges méridionales, trois pointerolles de Giromagny datées du XVI^{ème} siècle, trois pointerolles de l'Erbstollen de la mine Saint-Barthélémy et deux des mines de Plancher-les-Mines. Ce référentiel n'est pas toujours contemporain à celui de nos pointerolles, mais il nous permet toutefois de comparer les savoir-faire des artisans de Castel-Minier à ceux des artisans exerçant sur d'autres sites.

Les études métallographiques menées sur ce corpus ont permis de distinguer différents savoir-faire dans le mode de fabrication des pointerolles (Figure 213). Pour trente-deux pointerolles sur quarante, la pointe en acier a été soudée sur un corps ferritique ou ferrito-perlitique, puis trempée sélectivement (I. Guillot *et al.*, 1995). La soudure de la pointe est menée soit par soudure en bout (14 pointerolles) soit par soudure en gueule de loup formant un insert (18 pointerolles). Cette technique n'a été observée que sur une pointerolle du XV^{ème} siècle à Castel-Minier, en revanche, elle est systématique à Pampailly, pour cette même période. Sur ce dernier site, les pointerolles répondent toutes au même schéma de fabrication : elles sont toutes

formées d'un corps composé de fer ou d'acier à teneur en carbone variable, mais généralement peu carburé, tandis que la pointe est un insert d'acier eutectoïde trempé soudé en gueule de loup. Les soudures sont parfaitement réalisées. Une telle unité dans les modes de production n'a pas non plus été observée à Castel-Minier.

Pour ces trente-deux pointerolles préalablement citées, comme à Castel-Minier, le corps peut être de nature variable. Il est soit formé par corroyage d'une barre unique, engendrant des structures en bandes, soit par corroyage de plusieurs morceaux issus parfois de récupération (Figure 213). Toutefois, à Castel-Minier, aucun corps entièrement ferritique n'a été observé. Il semblerait plutôt qu'à Castel-Minier, le choix du matériau constitutif du corps ne soit pas déterminant même si l'acier est souvent majoritaire. Les forgerons prennent le matériel qu'ils ont à leur disposition, c'est-à-dire un matériau hétérogène.

Dans le cadre de cette étude (I. Guillot *et al.*, 1995), des analyses de dureté ont également été menées sur les pointes trempées composées de martensite, de bainite et parfois de perlite nodulaire. Les valeurs de dureté¹⁵⁰ sont significativement plus importantes dans la pointe que dans le corps. Par exemple, pour la pointerolle V-85-3 de Pampailly, le corps présente des duretés de 140 HV pour les zones ferritiques et de 270 HV pour les zones aciérées. En revanche, la pointe bainito-martensitique atteint des valeurs de dureté de 600 à 700 HV. Dans le cas de la pointerolle MM22 de Saintes-Maries-aux-Mines, les écarts sont encore plus flagrants puisque la pointe martensitique atteint des valeurs avoisinant les 1020 HV (I. Guillot *et al.*, 1995). Le corps, ferritique, présente en revanche des duretés de 140 HV. Ainsi, les résultats sont similaires à ceux obtenus à Castel-Minier : les contrastes entre pointe et corps sont aussi importants et les valeurs atteintes peuvent être aussi élevées comme nous l'avons vu pour la pointerolle CL13894. Il y a donc ici, à n'en pas douter, à Castel-Minier comme ailleurs, une volonté de durcir sélectivement la pointe de l'objet en la trempant pour qu'il puisse remplir sa fonction.

D'autres cas plus rares ont aussi été distingués pour lesquels la pointe n'a pas été rapportée et intervient comme le prolongement direct du corps de la pointerolle. Une pointerolle est entièrement aciérée. Elle se compose de bandes d'acier soudées par corroyage et la trempe a été réalisée dans la masse. Ainsi, des structures bainitiques (HV=500 ou 600) ont été observées au niveau de l'œil. Plus à cœur, de la perlite nodulaire dans un environnement bainitique a été remarquée.

¹⁵⁰ Moyenne des valeurs de dix pointés pour une même zone. La charge utilisée est de 300g.

Trois pointerolles sont composées d'une bande d'acier présente sur toute la longueur de l'objet dans une matrice ferritique. Ces pointerolles ne sont pas trempées. Elles possèdent également des duretés beaucoup plus faibles et sont jugées inaptes à remplir leur fonction, par les auteurs. A Castel-Minier, des pointerolles de ce type ont été observées mais en revanche, elles sont trempées, très probablement dans la masse.

Quatre autres pointerolles sont entièrement ferritiques (I. Guillot *et al.*, 1995) et n'ont pas de pointe. Ces cas de figure sont absents du panorama de Castel-Minier.

L'ensemble des modes de fabrication est résumé dans la Figure 213.

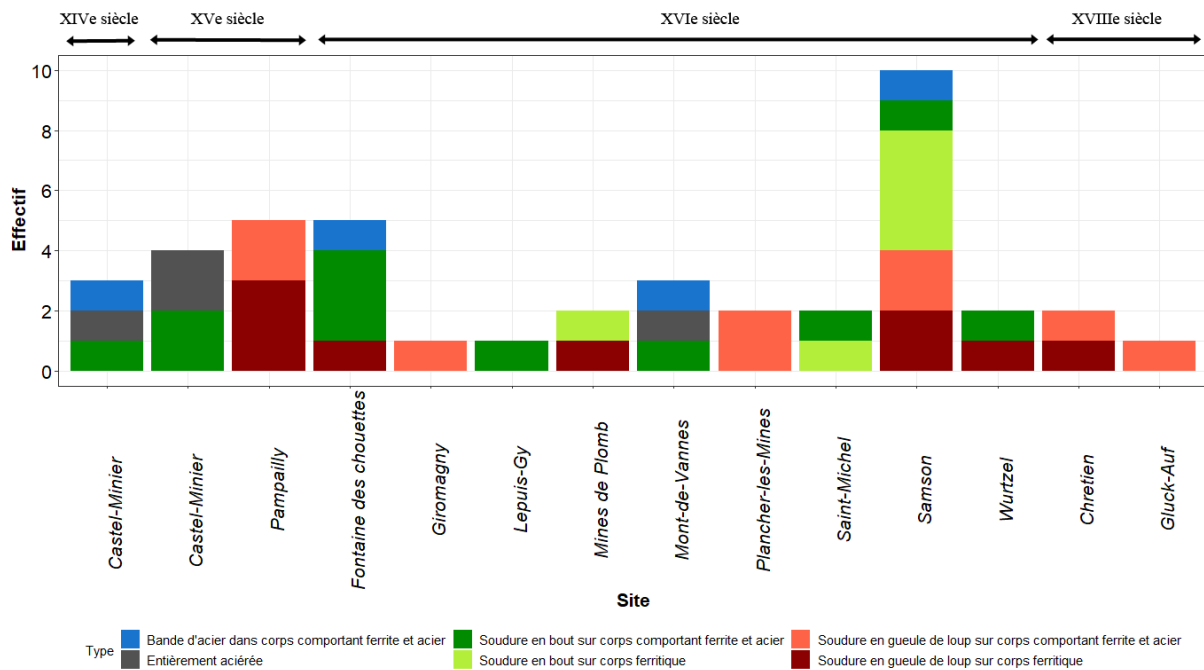


Figure 213 : Composition des pointerolles en fonction des sites.

La question de la réparation et de l'entretien des pointerolles est également au cœur du questionnement des auteurs et permet d'illustrer encore davantage les savoir-faire des forgerons. Les techniques de réparation sont les mêmes que celles employées pour la conception initiale de la pointerolle. Dans leur étude (I. Guillot *et al.*, 1995), les auteurs montrent que sur une des pointerolles de Pampailly, le forgeron a rechargé la pointe brisée, initialement formée d'un insert en gueule de loup, en y soudant en bout un morceau d'acier puis en effectuant une trempe (I. Guillot *et al.*, 1995). Un autre cas, issu de cette même mine, montre une cémentation de la pointe et non une recharge. Un cas de double soudure en bout, identique à celui que nous avons observé à Castel-Minier est également à noter pour une pointerolle de la forge de Samson.

Enfin, cinq cas de soudures en gueule de loup successives ont été observées sur le complexe minier de Samson, à Gluck-Auf, à Wurtzel et à la mine de la Fontaines des Chouettes.

Enfin, concernant la propreté inclusionnaire de ces objets, aucune donnée quantitative n'est renseignée et permet d'établir de comparaisons mais il est mentionné que de nombreuses inclusions de scories déformées dans le sens du martelage ont été observées.

Par comparaison, nous voyons ainsi que les techniques employées, à Castel-Minier, sont similaires à celles employées pour d'autres sites. Il faut toutefois noter qu'il n'existe pas un unique mode de production de pointerolle à Castel-Minier, comme c'est le cas à Pampailly. A Castel-Minier, les forgerons mettent en valeur leur savoir-faire pour utiliser le matériau hétérogène dont ils disposent et l'améliorent en ajoutant une pointe aciérée par soudure en bout ou par soudure en gueule de loup et en la trempant pour permettre aux pointerolles de répondre à leur fonction. Quelques fois, on remarque que la pointe n'est pas rajoutée, elle est dans la continuité du corps et est trempée. En fonction de la carburation de la pointe, la trempe peut être plus ou moins efficace. Nous avons vu également que parfois, la pointerolle était trempée dans la masse.

Un dernier point à aborder concernant la production des pointerolles de Castel-Minier est l'organisation de leur production. En effet, il faut noter qu'aucune pointerolle n'a été retrouvée autour du marteau, ni au niveau du canal. Par contre, certaines ont été retrouvées au niveau de la forge castrale, laquelle a aussi récemment livré des chutes de fer carré. La nature du métal des chutes de fer carré n'a pu être étudiée car leur découverte est trop récente. On peut penser que la production de pointerolles pourrait correspondre à une production séparée, distincte de la production de fers plats réalisée sous le marteau. Une autre hypothèse pourrait être que seule la réparation des pointerolles ait lieu au niveau de la forge castrale.

A titre de comparaison, à la Rouge Mine de Saint-Nicolas à La-Croix-aux-Mines, le fer est livré en barres au XVI^{ème} siècle, tandis que les comptes de Pampailly stipulent que le fer est acheté sous forme de « plat » (Guillot *et al.*, 1995). Cela prouve que la mise en forme de pointerolles à partir de fer carré comme de fer plat est donc possible.

ii) Le fer de hache :

A Castel-Minier, nous avons vu que l'acier était employé sur l'ensemble de la surface du tranchant du fer de hache retrouvé dans le canal (CL13396,1, CM2016, US6015). Cet emploi est un choix des forgerons pour le rendre apte à sa fonction. Par notre grille de lecture, nous

pouvons dire que ce fer de hache est aciéré ($\%C > 0,3 \%$ = 100 %), moyennement carburé ($\%C^* = 0,54$) et moyennement homogène ($\sigma = 0,14$). Nous avons vu que deux natures de métal se faisaient face de part et d'autre du tranchant, séparées par une soudure: l'une est composée d'un acier à 0,3 % de carbone composé de perlite lamellaire (146-190 HV), l'autre d'un acier estimé à 0,5 % de carbone sous forme de perlite globulaire (190-234 HV). Le fil du tranchant est intégré dans cette dernière partie. Une ligne d'acier eutectoïde sépare ces deux parties. La soudure est bien réalisée, elle ne présente pas de fissure et est matérialisée par un alignement fin d'inclusions (Figure 181 p.412). Toutefois, nous aurions pu nous attendre à ce que ce fer soit trempé, pour augmenter sa dureté.

En effet, à titre de comparaison, les fers de hache datés du X^{ème} siècle, retrouvés sur le site d'Andone (A. Debord et N. Dieudonné-glad, 1993) et ceux retrouvés sur la nécropole tardo-antique de Saint-Michel, à Montpellier (J. Hernandez, 2010, p.201-213), présentent, dans la majorité des cas, ce type de structure hors équilibre (Tableau 67). Ces fers ne sont, certes, pas contemporains de ceux de Castel-Minier, mais apportent des informations pertinentes sur les savoir-faire des artisans pour la conception des fers de hache.

Pour la hache n°1 d'Andone, le tranchant se compose de trois bandes de carburation variées et par conséquent de dureté variable : l'une est ferritique (103-126 HV), l'autre est composée de ferrite aciculaire (150-165 HV), enfin, la dernière se compose d'un acier de teneur en carbone plus importante et de perlite nodulaire (283-302 HV). L'extrémité du tranchant n'a pas été conservée. Nous ne savons donc pas s'il était trempé mais la présence de ferrite aciculaire et de perlite nodulaire, témoignant d'un refroidissement rapide après un maintien assez long à une température élevée, incite les auteurs à penser qu'une trempe a effectivement été réalisée. Cette trempe trop sévère pourrait, par ailleurs, être la cause de la rupture du tranchant.

Pour la hache n°2, en revanche, il n'y a aucun doute quant à une trempe menée au niveau du tranchant aciéré, soudé latéralement à un corps ferritique. En effet, des structures de bainite et de martensite sont observées au niveau de la pointe du tranchant lui conférant une grande dureté (689-724 HV). En s'éloignant de l'extrémité, de la perlite nodulaire est observée. La dureté diminue ainsi pour atteindre des valeurs comprises entre 224 et 244 HV. Les auteurs ont donc observé une trempe sélective sur la pointe du tranchant afin d'obtenir un gradient de dureté permettant de donner une plus grande souplesse à l'outil et une grande dureté au tranchant (A. Debord et N. Dieudonné-glad, 1993).

Pour deux des fers de hache (Haches 1038 et 1177) provenant de la nécropole tardo-antique de Saint-Michel, à Montpellier, Gaspard Pagès a montré que ce mode de fabrication, par soudure d'une feuille d'acier sur un corps ferritique, était également pratiqué. Le premier fer de hache de son étude (Hache 1038), tronçonné longitudinalement dans toute sa longueur, est formé d'une masse ferritique à gros grains repliée sur elle-même pour former l'œil. La lame a été façonnée, puis, sur un de ses côtés, une feuille d'acier a été soudée, en englobant le tranchant. Une trempe a ensuite été réalisée suivie d'un recuit. Quelques zones d'acier autour de 0,2 % de carbone, sont visibles en périphérie. Elles peuvent être issues de l'hétérogénéité de la masse brute ou d'une cémentation. L'extrémité du tranchant a été davantage martelé pour donner des grains plus petits et conférer une plus grande résistance au matériau. Ce même mode de formation a également été observé sur un autre fer de hache, pour lequel des structures plus aciérées ont aussi été observées de l'autre côté du tranchant (J. Hernandez, 2010, p.201-213).

Pour la hache 1041, aucune soudure n'est à noter et la lame est entièrement aciérée (étude de la moitié de la lame) à des teneurs comprises entre 0,4 % et 0,7 % de carbone. Le tranchant est davantage carburé, autour de 0,7-0,8 % de carbone. Il est, comme pour les deux autres fers de hache de cette étude, très martelé afin de renforcer sa dureté. Sur l'ensemble de la section, des structures de trempe ont été observées. En fonction des teneurs en carbone et à cause du recuit, la trempe a plus ou moins bien pris.

Par comparaison à ce qui précède, nous voyons qu'à Castel-Minier, même si le tranchant se compose lui aussi d'acier et est soudé à une partie moins carburée, il n'est pas trempé. L'acier possède pourtant une teneur en carbone suffisante pour permettre ce traitement thermique. Par conséquent, les duretés du tranchant du fer de hache à Castel-Minier sont nettement inférieures à celles des fers d'Andone. On remarque cependant, à Castel-Minier, que de la perlite globulaire a été observée sur la moitié du tranchant et sur le fil du tranchant. Il est possible d'envisager que la trempe aurait rendu la hache trop fragile, comme pour la hache n°1 d'Andone, et que cette structure soit issue en réalité de celle correspondant à un revenu réalisé après la trempe, et difficilement différenciable de la perlite globulaire. Ce revenu aurait eu pour intérêt de conserver en partie la dureté du matériau, tout en le rendant moins fragile. Le matériau semble néanmoins avoir conservé une part de sa fragilité car des fissures ont été observées dans le métal au niveau de la zone de rupture, mais aussi au niveau des faces du tranchant. On peut aussi penser que le fer de hache de Castel-Minier s'est brisé avant que sa confection n'ait été achevée, ce qui pourrait expliquer les différences en terme de nature de métal.

Toutefois, les traitements thermiques appliqués au fer de hache ne sont pas une règle générale. Si pour un fer de hache retrouvé en Irlande pour le X^{ème} siècle, la trempe est effectivement présente, pour deux autres, elle est absente et des structures ferritiques peuvent même composer le tranchant (B. G. Scott, 1991). C'est aussi le cas pour un des fers de hache (hache 1097) de la nécropole de Saint-Michel, composé de parties aciérées et ferritiques se côtoyant et pour lequel aucun traitement thermique particulier du tranchant n'est à relever (J. Hernandez, 2010, p.208).

Enfin, en ce qui concerne la propreté inclusionnaire, aucune valeur chiffrée n'est indiquée dans la bibliographie, mais il est toujours fait mention, pour le tranchant, d'un acier bien épuré contrairement au corps qui contient des inclusions en plus grande quantité (A. Debord et N. Dieudonné-glad, 1993). Nous ne pouvons, dans notre cas, comparer le tranchant au corps car ce dernier est absent, mais nous pouvons toutefois remarquer que le tranchant de ce fer de hache présente une propreté inclusionnaire basse (<1 %). Il s'agit du pourcentage inclusionnaire le plus faible de notre corpus d'objets finis. De plus, dans la partie la plus carburée, comportant le fil du tranchant, les inclusions sont quasiment absentes.

Par comparaison à d'autres fers de hache, bien que non trempé, celui de Castel-Minier semble posséder tous les critères lui permettant d'être apte à son usage.

Tableau 67 : Tableau comparatif de la nature des fers de hache d'Andone (A. Debord et N. Dieudonné-glad, 1993) et de la nécropole de Saint-Michel (Hernandez, 2010, p. 201-213, étude G.Pagès) en comparaison à celui de Castel-Minier

Site	Période	Echantillon	Nature du tranchant	Nature de la lame
Castel-Minier	XV ^{ème} s.	CL13396/1	Acier	/
Andone	X ^{ème} s.	Hache 1	Ferrite, ferrite aciculaire et acier (perlite nodulaire)	Ferrite et acier
		Hache 2	Acier (martensite, bainite, perlite nodulaire)	Ferrite
Nécropole de Saint-Michel	Antiquité tardive	Hache 1038	Acier trempé	Ferrite, quelques zones d'acier à 0,2 %
		Hache 1177	Acier trempé	Ferrite et acier
		Hache 1041	Acier trempé	Acier
		Hache 1097	Ferrite et acier	Ferrite et acier

Nous avons vu, plus en amont, que la forge hydraulique produit des *marlana ferri*. (C. Verna, 2001, p.105). Catherine Verna précise que ce terme se retrouve dans la déposition de Bernard Marty, frère de maîtres de mouline, où il est clairement distingué du terme *barra ferri rotonda*. Jean Duvernoy, dans l'édition française des dépositions, traduit ce terme, *marlanum ferri*, par merlin de fer (Verna, 2001, p. 105, note 166). Or, Catherine Verna semble s'opposer à cette traduction. En effet, certaines forges hydrauliques ne fournissent uniquement que des *marlanum ferri*. Partant de là, elle précise qu'il « serait surprenant que la mouline délivre en grande quantité » ce type d'objets finis et ce, de façon exclusive (C. Verna, 2001, p.105). Selon elle, le *marlanum ferri* serait davantage à rapprocher des *merlaria* et des *merlais* : des barres de fer plates. De plus, si le *marlanum ferri* est un fer de hache comme le propose Jean Duvernoy dans sa traduction, il est surprenant de devoir préciser qu'il faille clairement le distinguer des *barra ferri*. En effet, le fer de hache et les fers ronds ont *a priori* peu de points communs. La différence est peut-être à chercher du côté de la qualité des matériaux.

Il apparait, qu'à Castel-Minier, deux fers de haches¹⁵¹ ont été retrouvés (*cf.* chapitre III). Si nous ne pouvons les désigner de façon certaine comme étant des *marlana ferri* car le terme reste ambigu, ils s'apparentent à des merlins. Leur localisation n'est pas anodine : ils ont été retrouvés dans le canal du XV^{ème} siècle, là où ont été retrouvées de nombreuses chutes de demi-produits. Par ailleurs, aucun autre objet fini (à l'exception des clous et des fers d'équidés) n'a été retrouvé dans ce canal (F. Téreygeol, 2017, p.223). Leur localisation, proche du marteau, pourrait alors laisser penser qu'il s'agit d'une production du site. Toutefois, il est assez difficile de conclure quant à une production locale destinée aux besoins du site ou à une production destinée à l'exportation. Au vu du faible nombre de fragments retrouvés, on pourrait pencher pour une production uniquement destinée aux besoins du site. En effet, ces fragments sont les deux seuls retrouvés sur le site. Toutefois, la faible représentation numérique de ces éléments, pourrait aussi aller dans le sens d'un rejet de la matière cassée, issue de la production d'une autre mouline ayant fourni du fer de hache. Seule la comparaison des signatures chimiques menées par analyse inclusionnaire pourrait nous permettre d'éclairer ce dernier point.

iii) Les éléments de chaînage

Nous ne reviendrons pas en détail sur les éléments de chaînage que nous avons décrits au préalable (Figure 180). Cependant, nous pouvons rappeler que ces deux éléments, l'anneau (CL13269/2, CM16, TB19_11) et le crochet (CL13269/1, CM16, TB19_11), sont le reflet d'un

¹⁵¹ Par souci de conservation du matériel d'étude, seul un fragment a fait l'objet d'une étude métallographique.

emploi direct des demi-produits sur le site. En effet, nous avons vu qu'ils présentaient une mise en forme similaire aux barres de fers ronds. Les pourcentages inclusionnaires de ces objets finis sont du même ordre de grandeur que les fers ronds, renforçant l'idée préalablement évoquée, que ces demi-produits n'ont pas besoin d'être épurés davantage pour la réalisation de ce type d'objet. Nous avons vu cependant que les teneurs moyenne en carbone des objets finis correspondaient aux teneurs moyennes les plus élevées des *barra ferri rotonda*. S'agit-il d'un choix technique et d'une reconnaissance de la matière ? A ce stade, il est difficile de conclure sur ce point. Précisons enfin qu'aucun traitement thermique n'a été appliqué afin de durcir le matériau ou d'en modifier les propriétés. Pour ce type d'objet, les fers ronds semblent donc directement employables, l'étape de mise en forme étant vraisemblablement le seul travail supplémentaire à fournir.

En conclusion, au vu des résultats précédemment décrits, il semblerait que les artisans de Castel-Minier emploient la production hétérogène du site pour concevoir les objets finis dont ils ont besoin sur place et que pour des besoins spécifiques (pointes ou tranchants) l'acier soit particulièrement privilégié. Un tri préalable de la matière ne semble pas être effectué. En effet, nous avons montré que les pointerolles étaient hétérogènes. Certes l'acier est privilégié pour former la pointe, mais il se retrouve également dans le corps, du fait de l'hétérogénéité de la masse brute. Nous n'avons pas observé, par exemple comme à Pampailly, des pointerolles dont le corps est à dominance ferritique et l'acier réservé pour la pointe. Pour appuyer cet argument, également, les études d'Ivan Stepanov sur quelques clous du XVI^{ème} siècle à Castel-Minier, montre que ces objets étaient hétérogènes, de la même manière que l'est la production de demi-produits. Ces objets ne nécessitent pourtant pas d'être carburés pour remplir leur fonction. Ce constat est à mettre en relation avec le fait que le site n'a pas pour finalité de produire des objets finis. Ainsi, il paraît cohérent qu'il n'existe pas une production particulière destinée à ces objets finis. Néanmoins, nous avons vu que les forgerons cherchaient à améliorer la qualité pour l'adapter au besoin. En effet, la présence d'acier, par exemple, est favorisée, au niveau du tranchant pour le fer de hache ou au niveau de la pointe pour les pointerolles, par soudure en bout. De plus, ces dernières sont trempées afin d'augmenter leur dureté.

III. Le mobilier de Glinet

Dans cette partie, seront détaillés les résultats métallographiques relatifs au corpus issu du site de Glinet. Les caractéristiques métallographiques générales des demi-produits, puis des objets finis, seront présentées. A la fin de la partie, une synthèse générale permettra de s'interroger sur la nature du métal produit et sur les savoir-faire des artisans de Glinet, pour ce site de production par procédé de réduction indirect. Les informations relatives à chacun des échantillons sont détaillées dans les fiches échantillons situées en annexes.

A. Les demi-produits

Vingt demi-produits ont été analysés pour le site Glinet dans le cadre de notre étude. La Figure 214 donne quelques exemples représentatifs des caractéristiques structurales typiques de ces demi-produits que nous allons détailler par la suite.

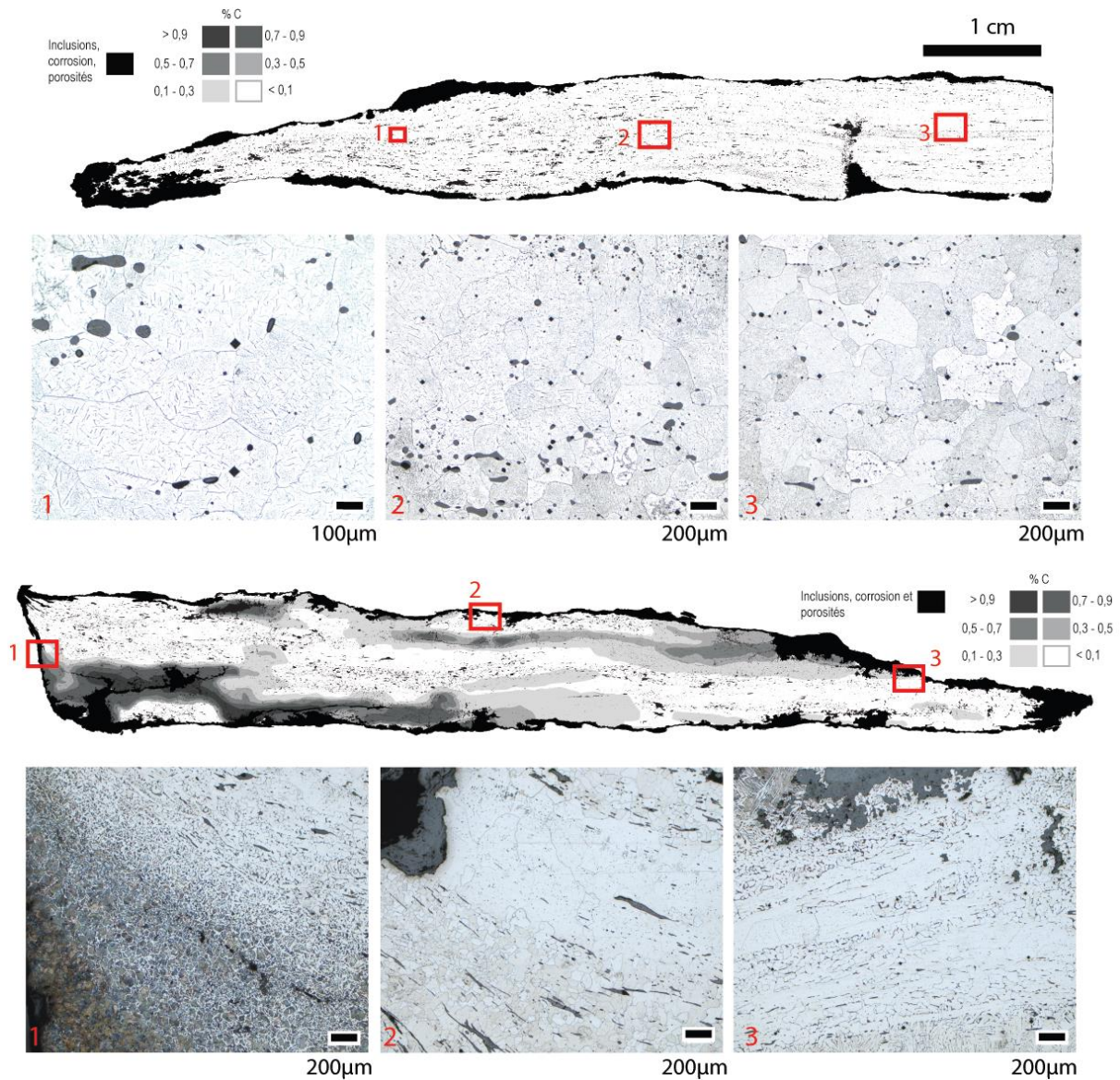


Figure 214 : Métallographies des sections polies des demi-produits GL00-50 (en haut) de nature ferritique, et GL00-39 (en bas), de nature majoritairement ferritique avec quelques zones plus carburées, représentatifs des demi-produits de Glinet.

1. Propreté inclusionnaire

Les demi-produits étudiés présentent un pourcentage inclusionnaire très variable, compris entre 2 et 18 % (Figure 215). La moyenne se situe à 6,1 % pour un écart type de 3,9. La majorité d'entre eux possède un pourcentage inclusionnaire inférieur à 5 % mais, pour deux en particulier (GL06-37 et GL06-131), la teneur en inclusions est plus élevée et excède 10 %.

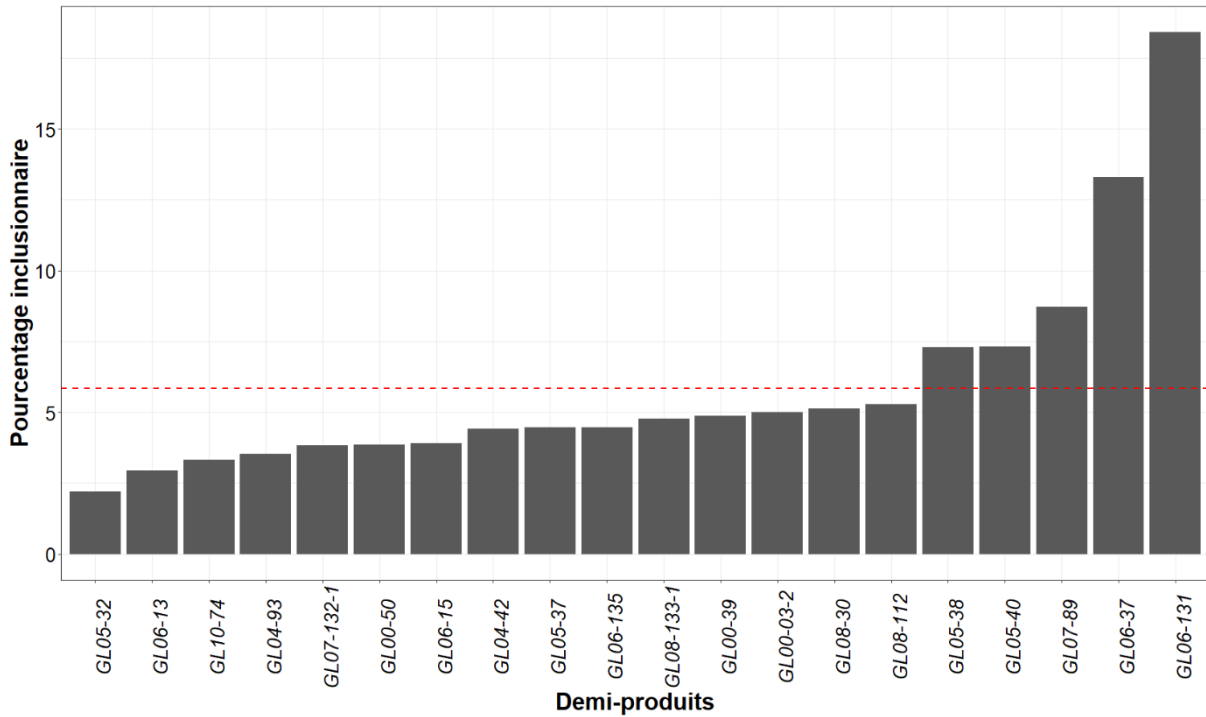


Figure 215 : Distribution des pourcentages inclusionnaires pour les demi-produits de Glinet.

Les inclusions sont de tailles et de formes très variables, et ces différences peuvent être observées au sein d'un même échantillon. Ces inclusions sont généralement déformées et orientées dans le sens du martelage (Figure 216), cependant dans certains cas, certaines sont peu déformées, circulaires, encore épaisses, et aucune orientation particulière n'est à signaler. La répartition des inclusions au sein d'une section est homogène : elles occupent l'ensemble de la surface, sans localisation préférentielle. Ceci indique un martelage uniforme du demi-produit. Les inclusions sont majoritairement vitreuses ou composées d'une matrice fayalitique avec globules ou dendrites de wüstite. Dans certains cas, des microporosités peuvent être présentes, mais elles ne sont pas majoritaires.

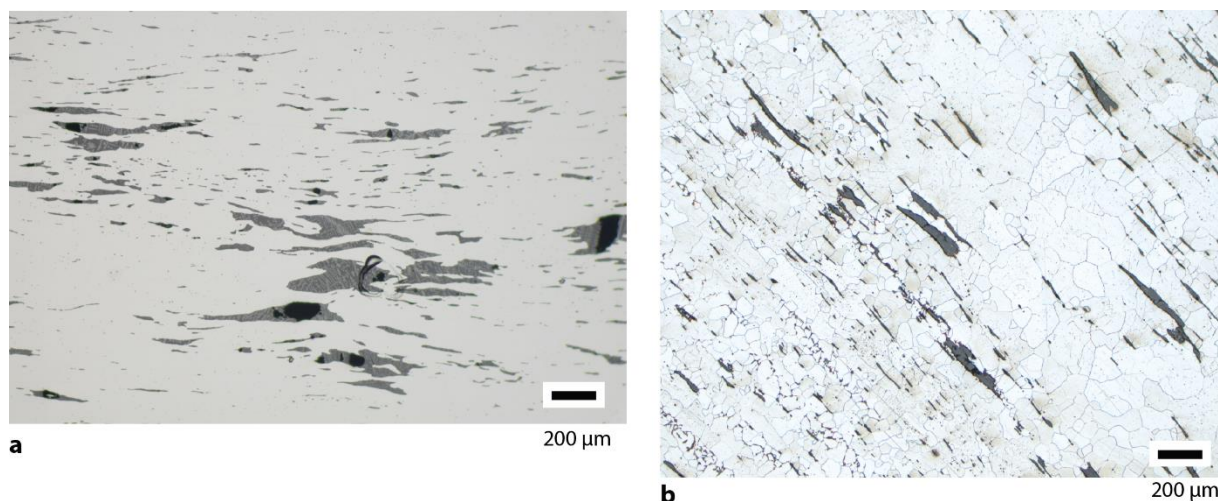


Figure 216 : Inclusions plus ou moins fines, aplaties et orientées selon le martelage pour a) GL00-50 et b) GL08-30.

Pour les deux demi-produits à forte teneur en inclusions (GL06-37 et GL06-131), elles sont de taille importante ($>500 \mu\text{m}$) et sont très peu déformées par martelage. Pour rappel, l'aspect extérieur du produit GL06-131 (*cf.* chapitre III), possédant deux faces martelées planes mais des bords irréguliers nous avait incités à le classer préférentiellement dans la catégorie des demi-produits plutôt que dans celles des chutes de travail (éclat de compactage ou chute facettée). Or, par comparaison à l'éclat de compactage GL05-39¹⁵², la forme et la distribution des inclusions présentent des similitudes (Figure 217). Ces deux produits (GL06-37 et GL06-131) sont plutôt à interpréter comme des chutes facettées ou des éclats de compactage. Nous ne les considérerons donc pas dans la suite de notre étude.

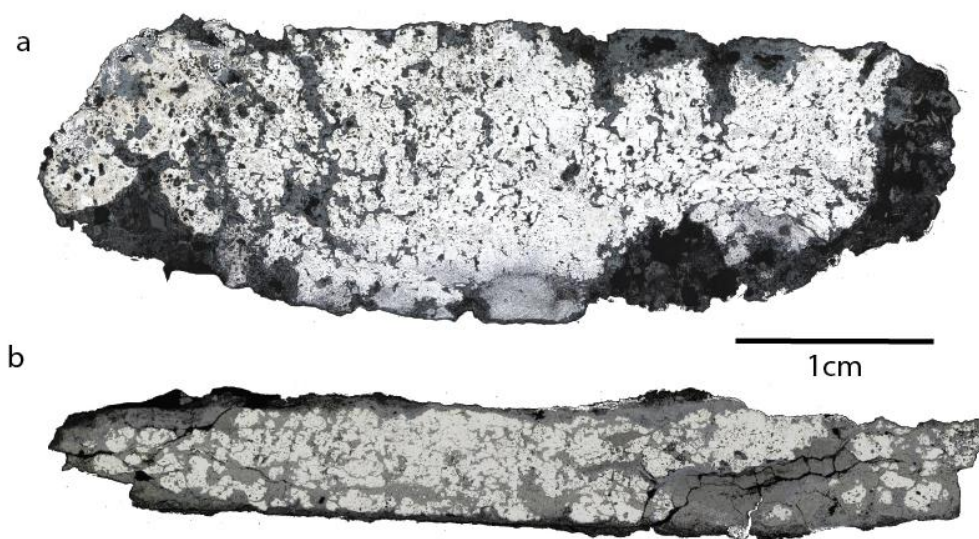


Figure 217 : Section polie pour les artefacts a) GL06-131 et b) GL05-39 (éclat de compactage).

¹⁵² Étudié de façon complémentaire dans le cadre de ce travail

Enfin, les variations observées entre les demi-produits en termes de pourcentage inclusionnaire ne semblent pas être liées à l'épaisseur du demi-produit, ni à sa typologie (Figure 218). Pour une même épaisseur, le pourcentage inclusionnaire présente en effet une grande amplitude de variation.

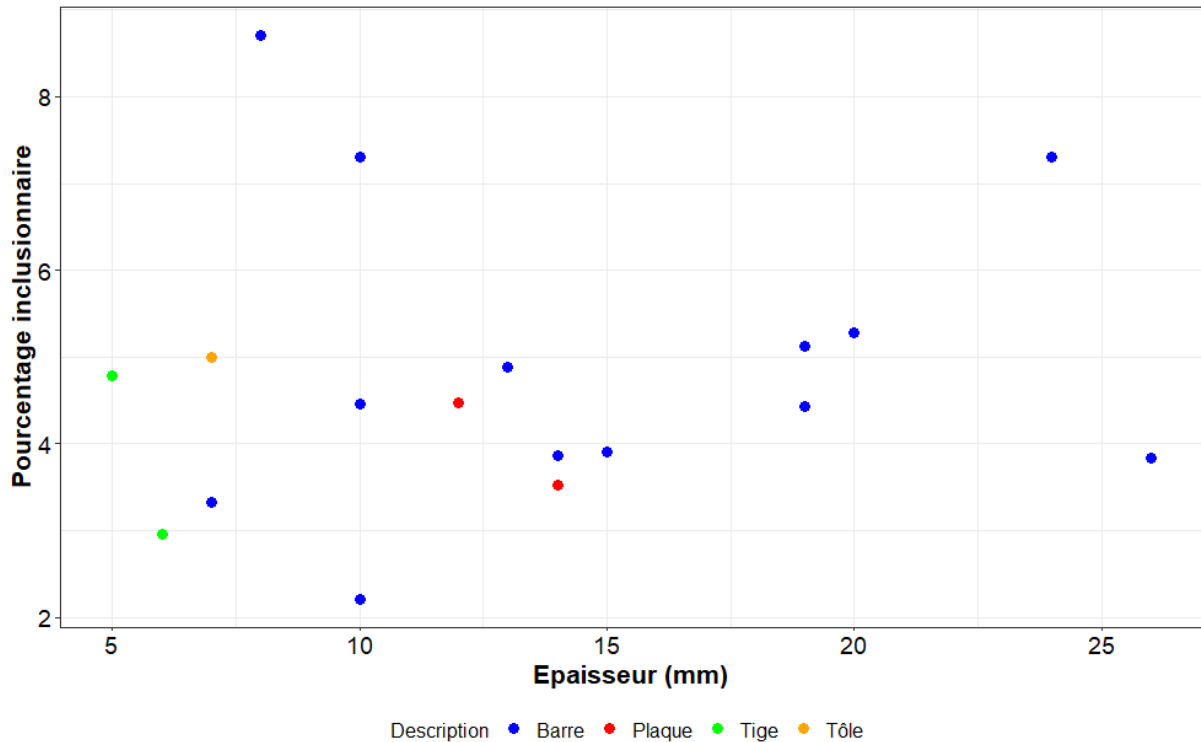


Figure 218 : Influence de l'épaisseur sur le pourcentage inclusionnaire.

2. Microstructures et composition

Comme représenté en Figure 219, le pourcentage surfacique carburé ($\%C > 0,3$) ne dépasse jamais 20 %, à l'exception de deux demi-produits. Dans la majorité des cas, il est inférieur à 10 %. La ferrite ou l'acier peu carburé ($\%C < 0,3$) est donc la composante majoritaire des demi-produits. Six demi-produits ont un pourcentage surfacique carburé nul ($\%C > 0,3$ %). Les demi-produits présentent ainsi dans la majorité des cas des sections similaires à celle présentée en Figure 214a.

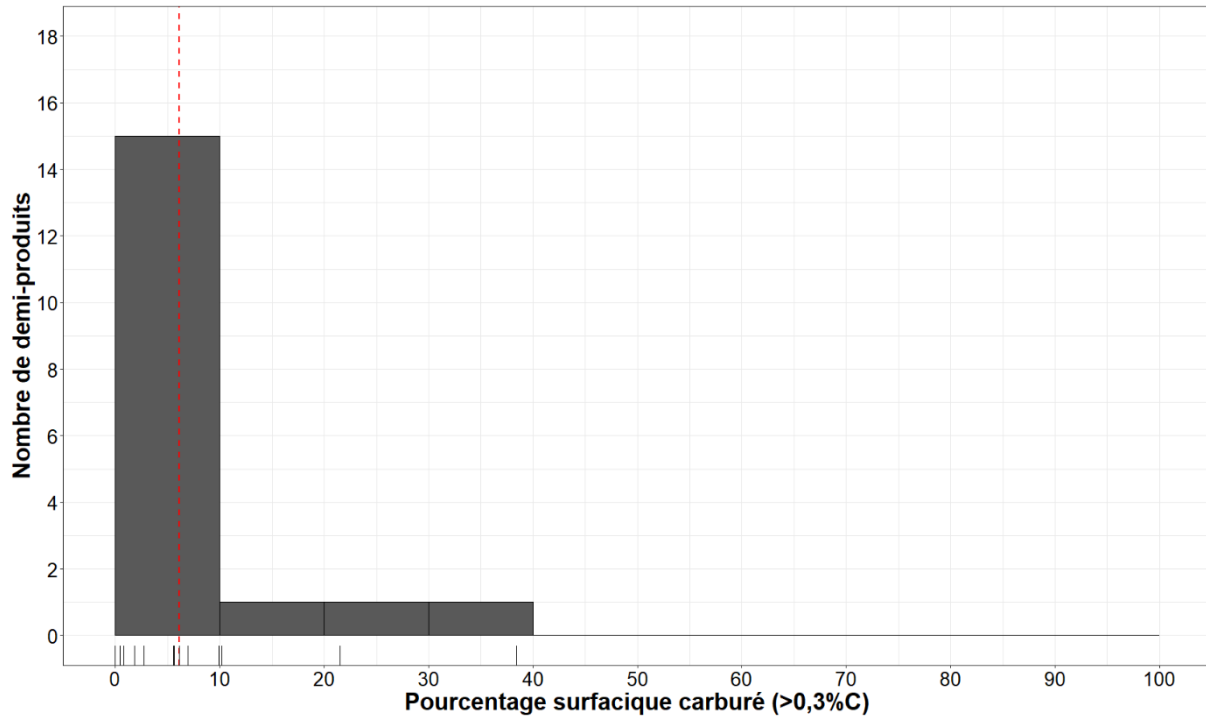


Figure 219 : Distribution des pourcentages surfaciques carburés pour chacun des demi-produits correspondant au corpus de Glinet, la ligne rouge indique la moyenne de ces pourcentages.

Aucune soudure n'est visible. Il semblerait que les demi-produits soient issus de la déformation d'une unique masse métallique.

Les grains de ferrite sont de tailles très variables au sein d'un même échantillon, et entre les échantillons (Figure 220a). Ils peuvent varier de 50 μm à 400 μm . A l'exception de certaines parties très localisées pour quelques échantillons, les grains sont équiaxes. Ceci indique qu'un recuit, volontaire ou non, a été effectué à une température supérieure à 650°C, après l'étape de martelage, favorisant la recristallisation des grains. Six échantillons (issus des demi-produits GL04-42, GL04-93, GL05-38, GL06-15, GL08-112 et GL06-135) présentent par endroits des macles, visibles dans les grains de ferrite. Cela pourrait laisser supposer que certains demi-produits aient subi des chocs à froid, et aient été sollicités par un choc (lors d'une utilisation éventuelle) sur le site, par exemple en tant qu'outils ou bien en support de calage. C'est notamment le cas pour l'échantillon GL08-112a, qui présente, en plus des macles, des traces d'écroutissage au niveau de la tête (Figure 220b et c). Au vu de sa morphologie, ce dernier avait été classé dans la catégorie des ébauches d'objets ou des potentiels demi-produits employés sur le site (*cf.* Chapitre III). Les observations métallographiques ont confirmé ce point. Exceptées ces différences morphologiques et structurales, ces potentielles ébauches d'objet ou demi-

produits employés sur le site, ne présentent pas de différence majeure avec le reste du corpus des demi-produits. C'est pourquoi, nous les présentons conjointement.

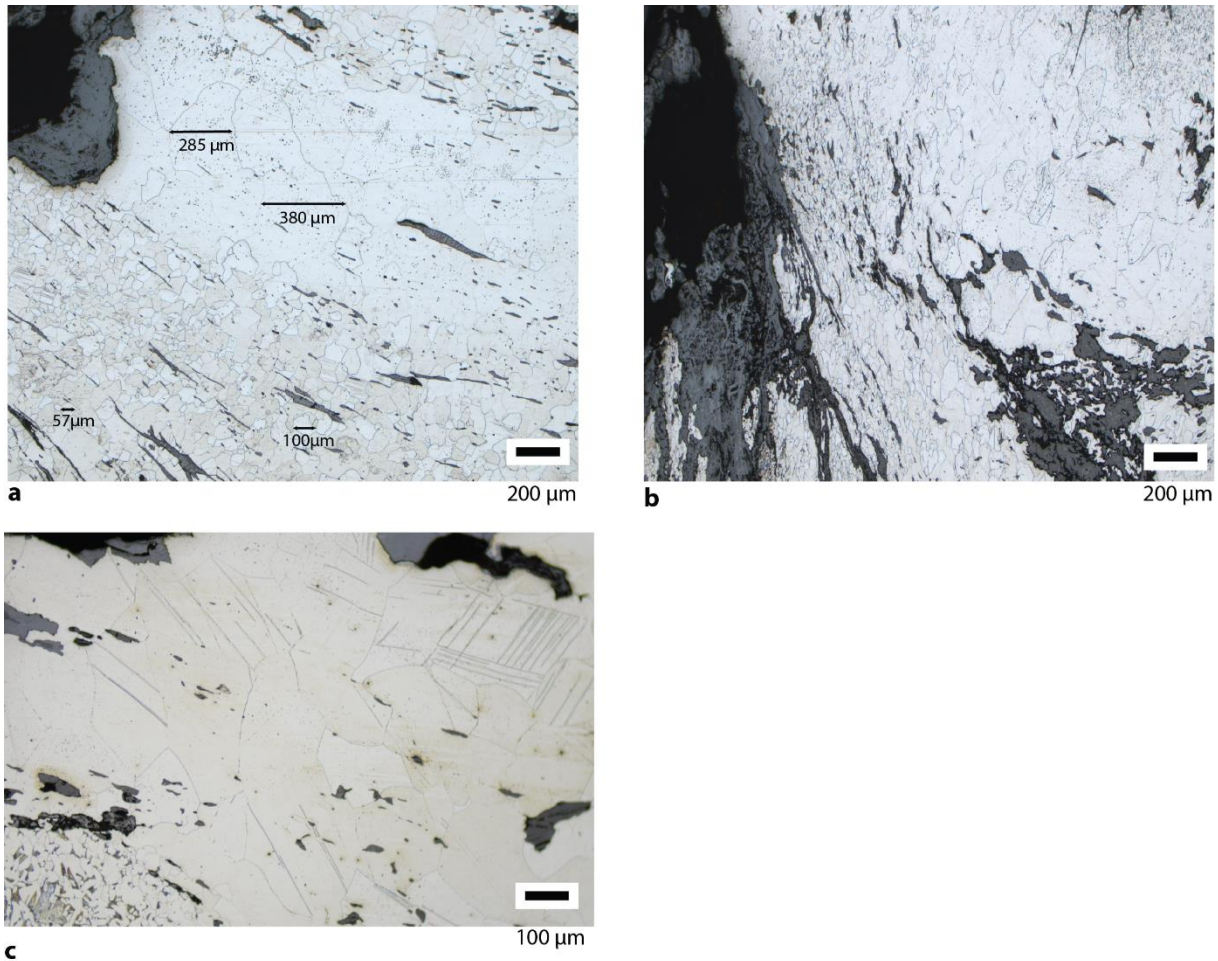


Figure 220 : a) Ferrite équiaxe, variations de taille de grains au sein de l'échantillon GL00-39 b) Ecrouissage d'une extrémité du demi-produit/ébauche GL08-112 c) Macles observés pour le demi-produit/ébauche GL08-112.

Lorsque l'acier est présent, il n'est pas localisé à un endroit spécifique du demi-produit. Les zones carburées se présentent plutôt sous la forme de bandes situées au cœur de l'objet, et orientées dans le sens du martelage, ou alors à des endroits très ponctuels. Ces zones sont parfois situées à proximité de porosités qui peuvent avoir joué le rôle de puits de transport gazeux. Dans ces zones aciérées, de la perlite sous forme lamellaire a été observée. Seuls les deux échantillons (section longitudinale et transversale) du demi-produit GL06-15 ont présenté une structure de perlite globulaire pouvant témoigner d'un maintien en température. Tous les échantillons comportant de l'acier présentent des structures de Widmanstätten qui témoignent d'un refroidissement hors des conditions d'équilibre thermodynamique. Le métal a été

surchauffé, puis refroidi relativement rapidement. Aucune structure de trempe n'a été observée parmi les demi-produits.

Au sein des échantillons, les teneurs en carbone sont généralement celles des aciers hypoeutectoïdes. Des zones ponctuelles et localisées d'aciers eutectoïdes ont été observées (Figure 221). Un échantillon, GL00-39a, présente une zone d'acier hypereutectoïde avec aiguilles de cémentite, mais cette dernière occupe moins de 2 % de la surface totale (Figure 221b). En revanche, la présence de fonte n'est jamais mise en évidence, ce qui confirme l'interprétation typo-morphologique comme demi-produits.

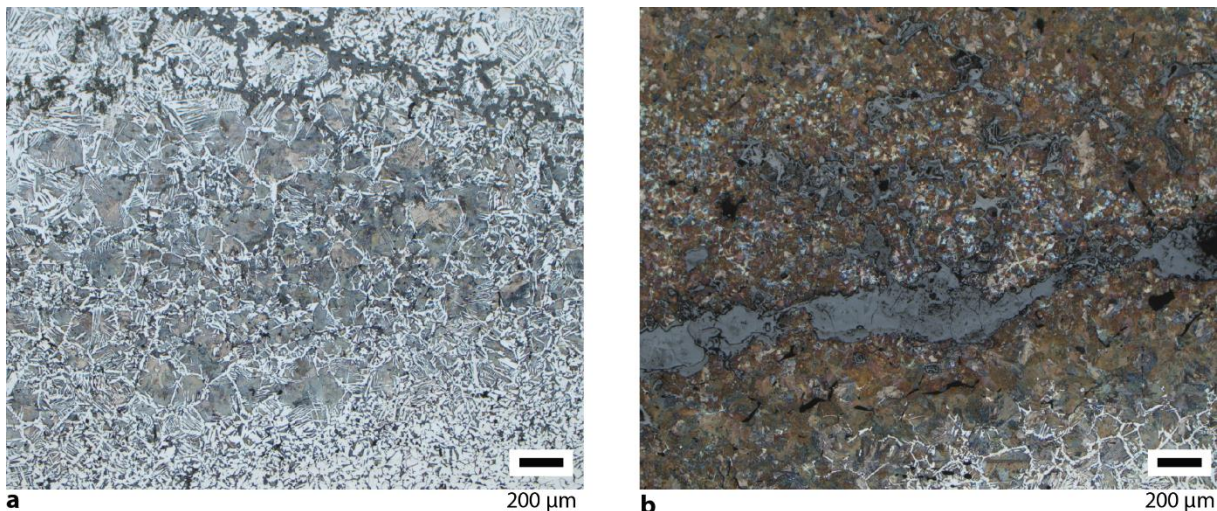


Figure 221 : Micrographies issues de l'objet GL00-39 a) Acier à 0,7 % de carbone encerclé par un acier à plus faible teneur autour de 0,3% b) Structure localisé d'acier hypereutectoïde au sein d'un acier eutectoïde.

La teneur moyenne en carbone de chacun des échantillons a pu être estimée (Figure 222 et Tableau 69). Les demi-produits présentent toujours un taux de carbone moyen inférieur à 0,26 %. La moyenne pour l'ensemble des demi-produits se situe autour de 0,1% avec un écart type de 0,05. Ils se situent tous dans la gamme de teneur en carbone <0,1 % ou 0,1-0,3 % (Figure 222). L'homogénéité structurale de ces artefacts s'exprime également par l'écart type associé à la moyenne qui, dans la majorité des cas, est inférieur à 0,1 (Figure 222). Quelques demi-produits présentent une hétérogénéité de composition plus forte : leur écart type à la moyenne peut atteindre 0,3. Ce sont les plus carburés.

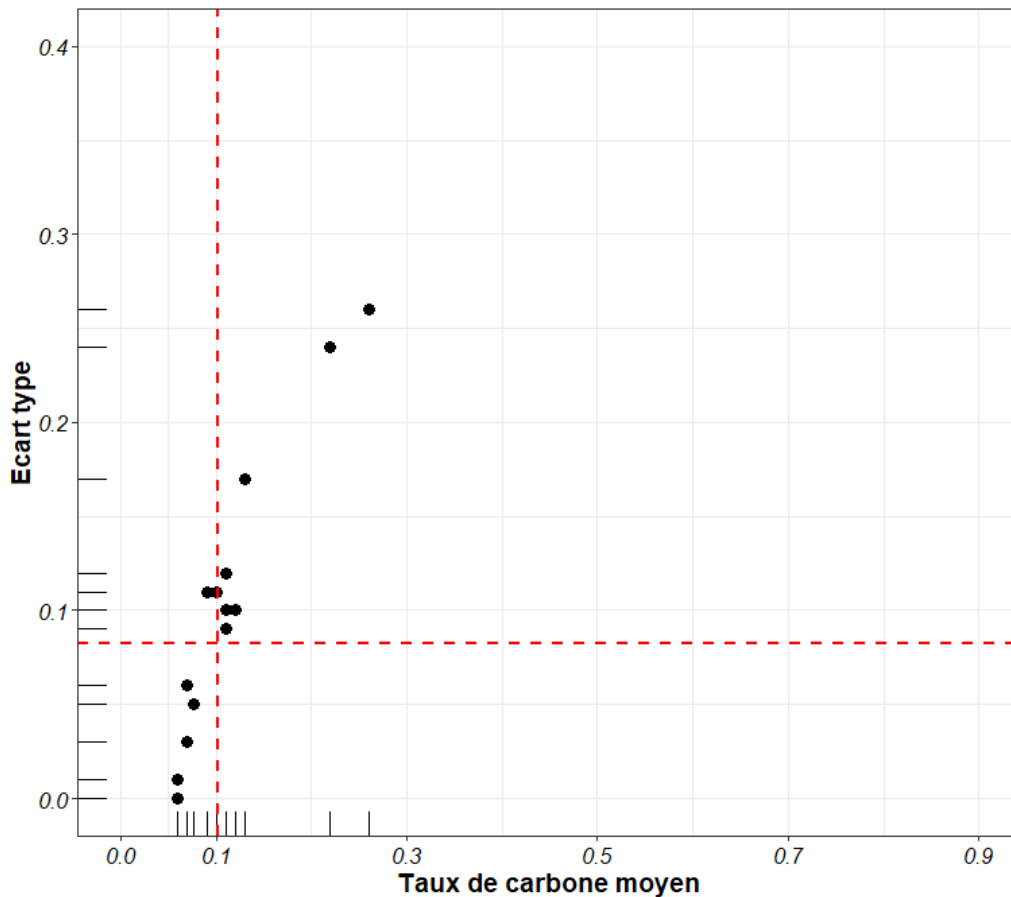


Figure 222 : Relation entre taux de carbone moyen et écart type, les lignes rouges indiquent les valeurs moyennes du taux de carbone moyen ou de l'écart type pour l'ensemble des demi-produits.

L'attaque au réactif Oberhoffer a révélé la présence de phosphore¹⁵³ sur l'ensemble des sections métalliques étudiées (Tableau 69), matérialisé par de bandes plus claires orientées dans le sens du martelage (Figure 223) ou par des structures fantômes (Figure 223-Micrographies 1,2,3). Pour chacun des échantillons, ce type de structure se retrouve sur l'ensemble de la section. Il est à noter l'appauvrissement de la teneur en phosphore au niveau des joints de grains. Cela peut s'expliquer par le fait qu'il s'agit des lieux de croissance à haute température de l'austénite, dans laquelle la limite de solubilité du phosphore est plus faible que pour la ferrite (J.-W. Stewart, J. A. Charles, et E.-R. Wallach, 2000 a). Par ailleurs, autour des inclusions, l'attaque au réactif Oberhoffer révèle un assombrissement, témoin d'un appauvrissement de la

¹⁵³ La présence de phosphore est à mettre en relation avec l'emploi d'un minerai phosphoreux sur le site de Glinet. La teneur en phosphore moyenne de ce minerai est du même ordre de grandeur que dans celle de la minette de Lorraine (P. Dillmann *et al.*, 2003), c'est-à-dire proche de 1% (A.-M. Desaulty, 2008; S. Leroy, 2010)

teneur en phosphore dans la partie métallique (Figure 223c). Ceci témoigne du caractère déphosphorant des inclusions, également mis en évidence par E. Vega (E. Vega *et al.*, 2002) .

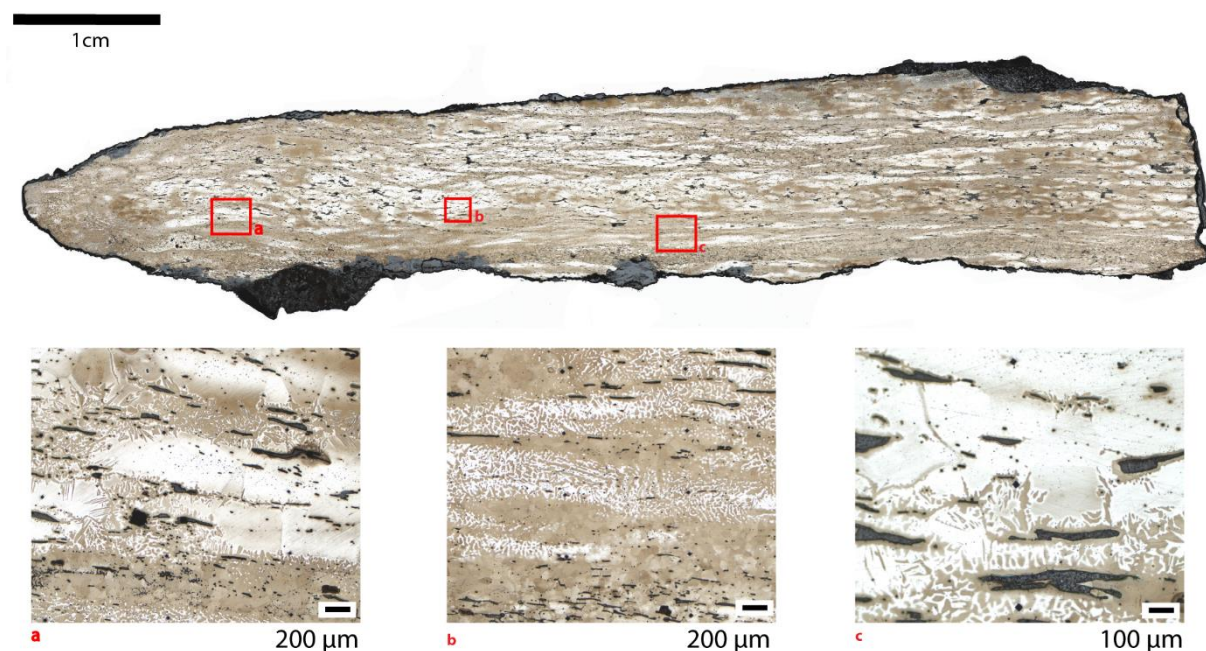


Figure 223 : a) Distribution du phosphore au sein de l'échantillon GL04-93 à Glinet. b,c,d : Structures fantômes et mise en évidence de l'appauvrissement en phosphore autour des inclusions (marqué par des zones plus sombres) témoignant du caractère déphosphorant des inclusions pour la micrographie c.

L'absence de structures fantômes, après attaque Oberhoffer, ne signifie pas systématiquement que le phosphore est absent de la matrice métallique (Stewart *et al.*, 2000b). En effet, dans le cas d'un refroidissement lent, les structures fantômes peuvent être amenées à disparaître, car le phosphore s'homogénéise dans la matrice (E. Vega *et al.*, 2002). De plus, si cette attaque permet de renseigner sur la répartition du phosphore dans la matrice, elle ne permet pas de donner d'indications précises quant à sa teneur (J.-W. Stewart, J. A. Charles, et E.-R. Wallach, 2000 b). Les structures fantômes sont susceptibles d'apparaître pour des teneurs comprises entre 0,1 % et 0,6 % massique (Stewart *et al.*, 2000b).

Afin de pouvoir quantifier plus précisément la teneur en phosphore du métal, des dosages à la microsonde¹⁵⁴ électronique de Castaing ont été menés sur cinq échantillons. Pour rappel, comme explicité au chapitre IV, plusieurs profils transversaux ont été réalisés pour chacun des échantillons afin de mesurer la teneur en phosphore en différentes positions. Même

¹⁵⁴ Dosages réalisés par E. Leroy à l'ICPME, Thiais (cf. chapitre IV)

s'il est difficile de donner une valeur moyenne au vu de l'hétérogénéité de répartition du phosphore et de l'impossibilité de cartographier toute la section, afin de pouvoir comparer les échantillons entre eux nous avons tenté de l'évaluer, en sélectionnant des profils représentatifs des différentes structures observées par Oberhoffer.

Tableau 68 : Résultats des dosages réalisées à la microsonde en vue de quantifier le pourcentage massique de phosphore au sein des échantillons de Glinet, %_{mass} P* est le pourcentage massique moyen de phosphore pour une ligne ou pour un échantillon.

Echantillon	Profil	% _{mass} P*	Ecart type	Valeur min	Valeur max
GL10-74	L1	0,18	0,08	0,06	0,37
	L2	0,16	0,08	0,05	0,44
	L3	0,15	0,07	0,022	0,31
	L4	0,2	0,07	0,07	0,32
	Total	0,17	0,08	0,02	0,44
GL00-39	L1	0,18	0,11	0,04	0,48
	L2	0,17	0,11	0,01	0,4
	Total	0,17	0,11	0,01	0,48
GL05-38	L1	0,48	0,15	0,14	0,71
	L2	0,50	0,16	0,2	0,8
	L3	0,47	0,2	0	0,79
	Total	0,48	0,18	0	0,79
GL00-03-2	L2	0,31	0,15	0,07	0,56
	L3	0,3	0,17	0,07	0,63
	Total	0,3	0,17	0,07	0,63
GL00-50	L1	0,13	0,05	0,02	0,2
	L2	0,08	0,03	0,04	0,15
	Total	0,11	0,05	0,02	0,2

En moyenne, les teneurs massiques en phosphore varient d'un échantillon à l'autre, de 0,2 % à 0,48 %. Ces valeurs permettent de qualifier ces échantillons comme étant des fers phosphoreux (E. Vega *et al.*, 2003). En fonction des échantillons, la dispersion des valeurs autour de la moyenne peut s'avérer plus ou moins importante (Figure 224). On remarque que l'écart type est le plus faible pour l'échantillon GL00-50, pour lequel les structures fantômes sont quasiment absentes de la section. Localement, la majorité des teneurs sont comprises entre 0,1 et 0,2 % mais certaines valeurs peuvent atteindre des teneurs plus élevées autour de 0,8 %.

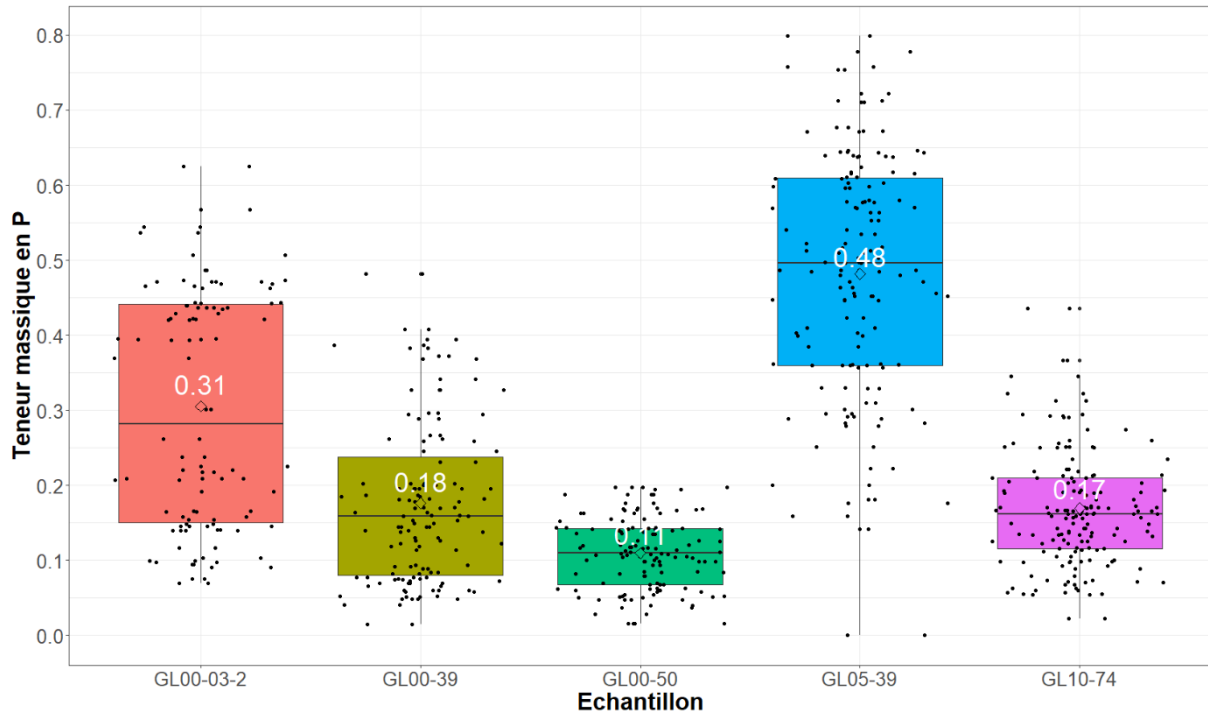


Figure 224 : Variation des teneurs en phosphore pour les demi-produits de Glinet.

3. Dureté

Les duretés moyennes ont été mesurées pour chacun des demi-produits. Elles sont comprises entre 110 HV et 204 HV (Figure 225). La dureté moyenne pour l'ensemble des demi-produits est de 164 HV avec un écart type de 26.

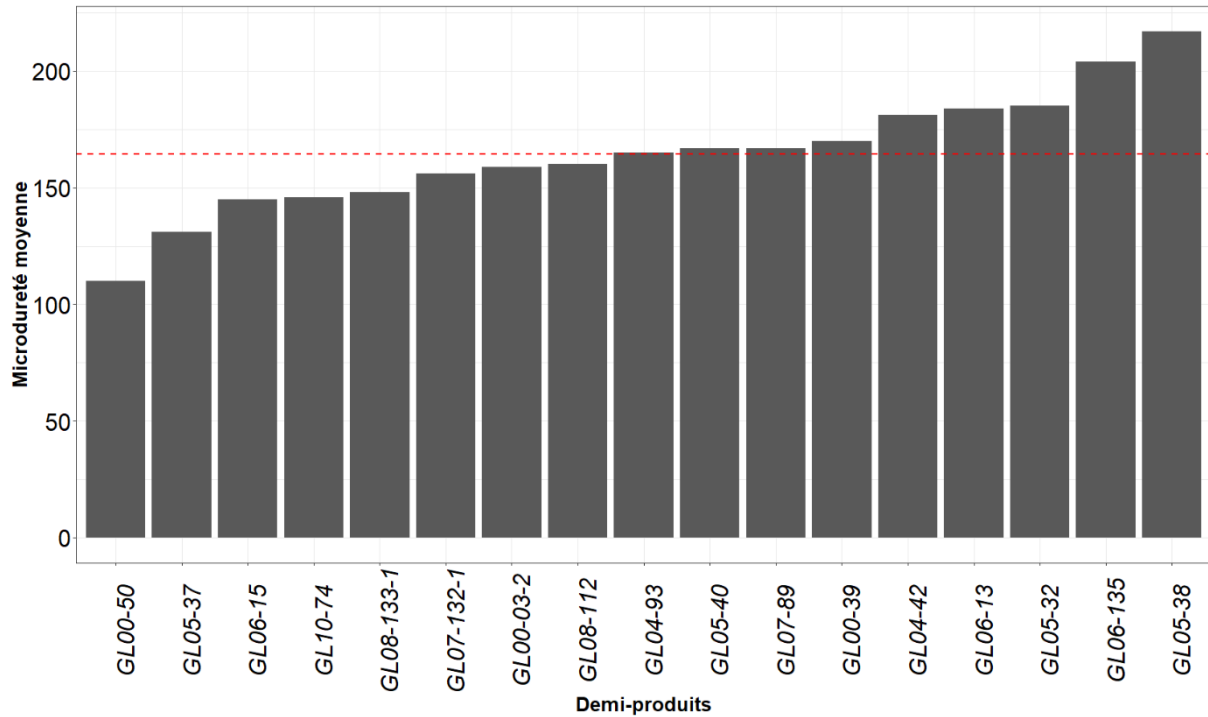


Figure 225 : Distribution des dureté moyennes pour les demi-produits de Glinet, la ligne rouge indique la position de la moyenne.

A Glinet, la différence des valeurs de dureté observées entre les demi-produits est principalement due à un facteur principal : la présence de phosphore. En effet, la Figure 226 montre clairement que les teneurs moyennes en carbone sont trop faibles pour avoir une influence significative sur la dureté. Dans le cas des demi-produits ferritiques, les valeurs des échantillons de Glinet, varient entre 140 et 205 HV et sont donc supérieures à celles attendues pour la ferrite (80-100 HV). Ceci est dû à la présence de phosphore dans la matrice métallique. L'augmentation des valeurs de dureté pour les fers phosphoreux est un phénomène déjà bien connu de la littérature (J.-W. Stewart, J. A. Charles, et E.-R. Wallach, 2000 a; A. Thiele et J. Hosek, 2015).

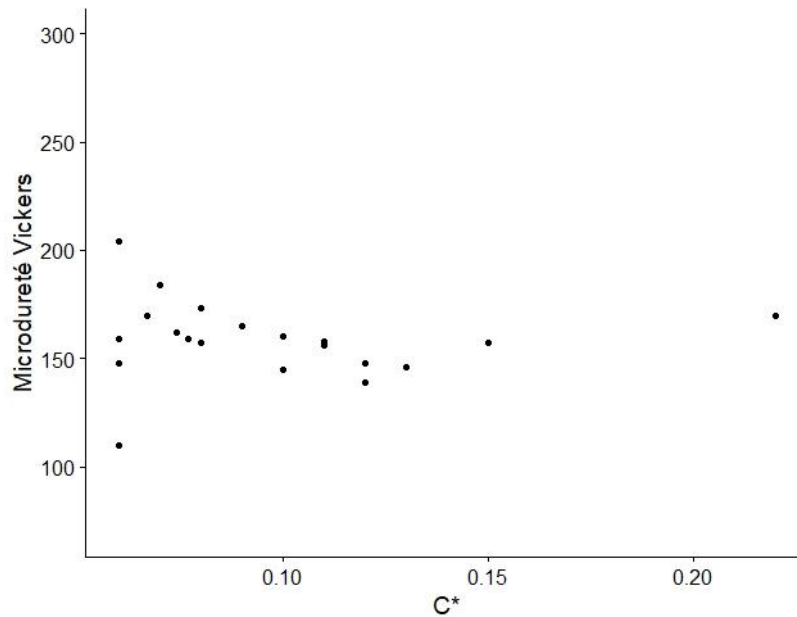


Figure 226 : Relation entre taux de carbone moyen et dureté moyenne pour les demi-produits de Glinet.

Si l'on considère désormais les variations de dureté locales pour un même échantillon, les teneurs minimales atteintes pour la ferrite sont de 80 HV et les valeurs maximales de 350 HV. Pour chacun des demi-produits, les écarts type varient entre 18 et 107. Ces variations locales sont dues à l'hétérogénéité de distribution du phosphore dans la matrice métallique. Les dosages réalisés à la microsonde permettent de relier les teneurs en phosphore locales aux valeurs de dureté locales. Plusieurs lignes de profils de microdureté Vickers (charge 100 g) ont été réalisées dans la largeur de l'échantillon avant toute mesure à la microsonde. Les pointés sont espacés de 300 microns. Ces lignes d'indents ont ensuite servi de repères, et un pointé microsonde a été réalisé juste à côté de chaque indent. Comme la zone sondée par la microsonde et celle analysée en microdureté ne sont pas exactement les mêmes du fait de la différence de résolution spatiale entre les appareils, du positionnement du pointé et des variations très locales des teneurs en phosphore nous ne pouvons établir une relation directe précise entre teneur en phosphore et dureté. Toutefois, nous avons pu noter certaines tendances, en accord avec ce qui a été observé dans la littérature. Nous pouvons observer, comme attendu, une corrélation linéaire positive entre la teneur en phosphore et la dureté pour les zones à dominance ferritique. Pour les zones aciérées, la présence de carbone influe également sur la dureté du matériau et la linéarité n'est plus respectée. Il est à noter que le carbone ne semble influencer de façon significative que pour des teneurs supérieures à 0,3 %. En effet, les pointés réalisés dans les zones aciérées dont la teneur avoisine 0,1 % se confondent avec ceux réalisés dans la ferrite.

Pour ces cas, la teneur en phosphore semble davantage expliquer la variation de dureté que la teneur en carbone. Enfin, on peut également remarquer que les zones aciérées possèdent des teneurs en phosphore toutes inférieures à 0,4 % massique.

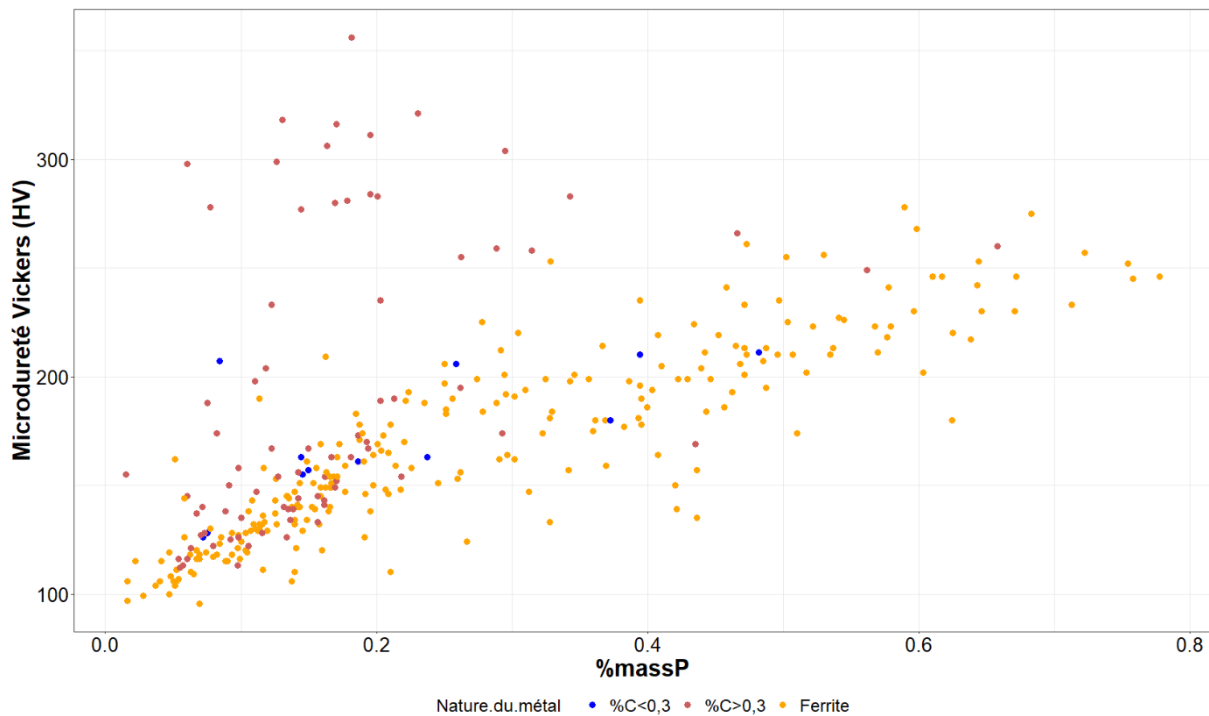


Figure 227 : Relation entre teneurs en phosphore et microdureté - Pointés locaux.

Afin d'illustrer plus en détails ces résultats, nous présentons les résultats pour deux échantillons.

Le premier est l'échantillon GL10-74 constitué principalement de ferrite et de quelques zones carburées dont la teneur en carbone n'excède pas 0,2 %. Pour cet échantillon, quatre profils ont été réalisés. Pour chacun d'entre eux, nous pouvons observer la corrélation entre les variations de duretés et des teneurs en phosphore. Les valeurs de dureté les plus fortes sont observées là où les teneurs en phosphore sont les plus élevées, correspondant aux zones plus claires sur la cartographie Oberhoffer et aux zones présentant des structures fantômes.

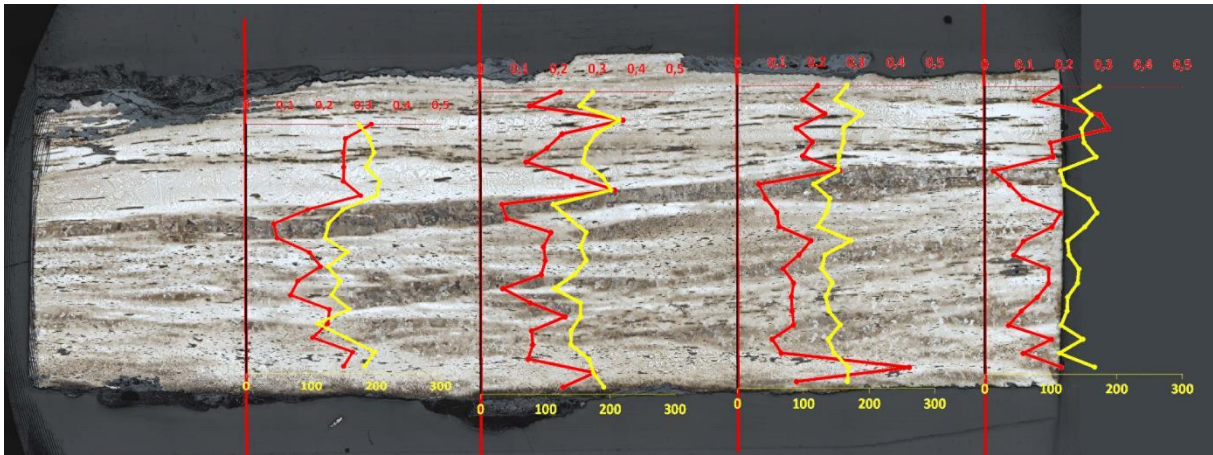
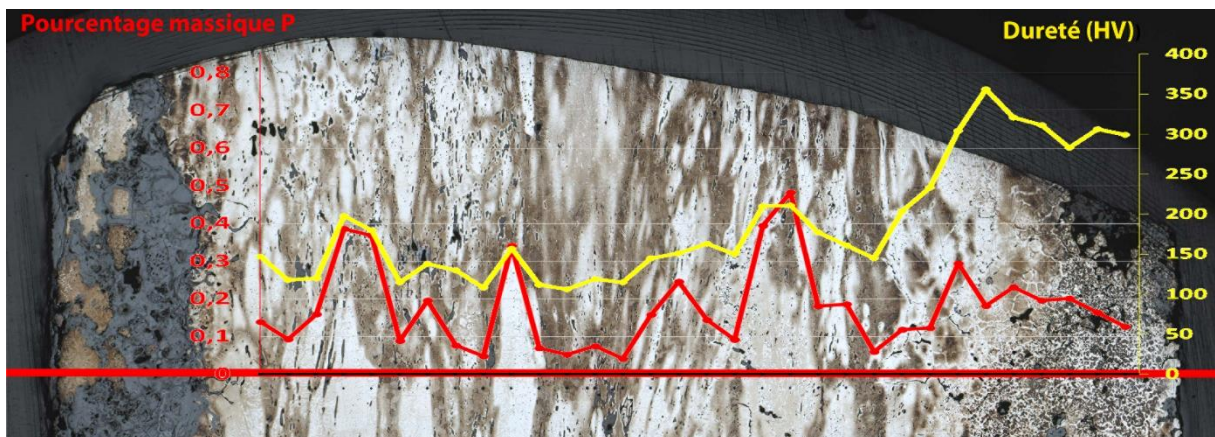


Figure 228 : Variation de la teneur en phosphore (rouge) et de la dureté (jaune) pour quatre lignes de profil réalisées dans l'échantillon GL10-74.

Le second échantillon est l'échantillon GL00-39, qui présente une carburation plus importante que les autres échantillons. Des structures d'acier eutectoïde et hypereutectoïde ont été observées pour ce cas.

Les courbes de variation de dureté, de teneur en phosphore et en carbone en fonction de la position du pointé ont été superposées aux images métallographiques acquises après attaque Oberhoffer et Nital (Figure 229). La ligne de profil réalisée sur cet échantillon hétérogène du point de vue de sa carburation montre une corrélation entre la teneur en phosphore et la dureté mesurée pour chaque indent. Les variations de dureté suivent les variations de teneur en phosphore. Dès lors que la teneur en carbone augmente, la dureté augmente de façon plus significative tandis que la teneur en phosphore, elle, reste quasiment inchangée. Ainsi, nous pouvons remarquer que la corrélation positive entre dureté et phosphore est vérifiée tant que la teneur en carbone est faible. Dans ce cas, on peut conclure que pour une même teneur en phosphore (ici environ 0,2 % _{massique}), l'apparition d'une phase carburée à 0,8 % de carbone, double la valeur de dureté.



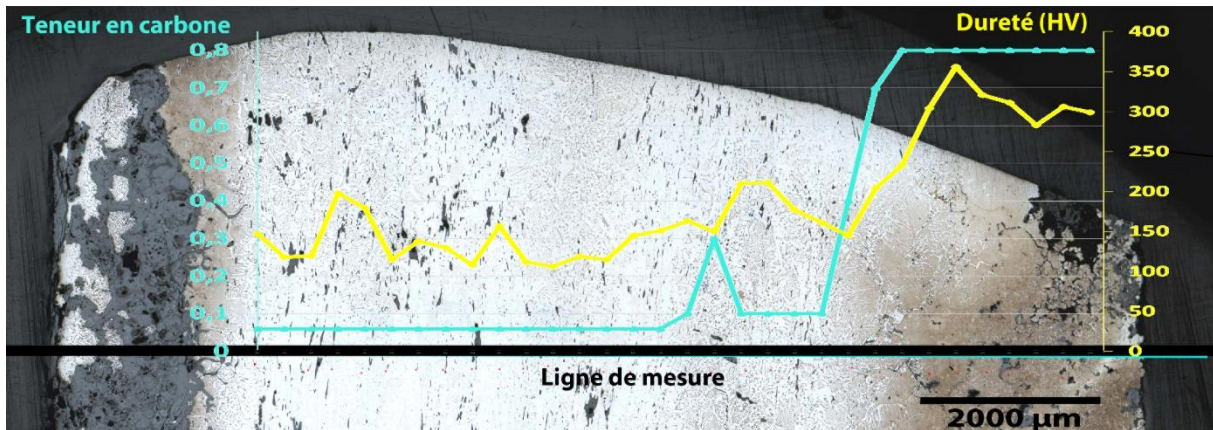


Figure 229 : Relation entre teneur en phosphore et microdureté replacée sur l'image métallographique après attaque Oberhoffer (en haut) et teneur en carbone et microdureté (en bas) replacée sur l'image métallographique après attaque Nital pour l'échantillon GL00-39.

Notre étude n'a pas permis d'établir de loi générale permettant ainsi de prédire la teneur en phosphore dans un échantillon par simple mesure de dureté, contrairement aux études de *Ádám Thiele et Jiří Hošek* (A. Thiele et J. Hosek, 2015). Les auteurs précisent que la relation établie¹⁵⁵ n'est valable que pour des échantillons exempts de perlite et d'arsenic et ne comportant pas de structures fantômes. Les échantillons de Glinet étudiés laissant tous apparaître des structures fantômes en leur sein, la méthode de *Hosek et al.* n'est pas applicable sur les échantillons de Glinet.

L'ensemble des caractéristiques métallographiques des demi-produits étudiés à Glinet est résumé dans le Tableau 69 et dans le diagramme étoile en Figure 230 : des fers peu carburés, homogènes, phosphoreux, aux pourcentages inclusionnaires variables.

¹⁵⁵ Une relation a pu être établie entre les pourcentages massiques en phosphore (P) mesurés par MEB-EDS et les valeurs de dureté (HV), charge 0.2kgf pendant 10s, dans des zones exemptes de carbone ou d'arsenic et dont la teneur en phosphore est supérieure à 0,3% mass : $HV = (110 + (119.8P)) \pm 15.7$.

Tableau 69 : Tableau récapitulatif des caractéristiques métallographiques et de dureté des demi-produits étudiés à Glinet, SF indique la présence ou l'absence de structures fantômes.

Demi-produit	%Inc	%C > 0,3	%C*	σ C	Forme perlite	SF	Martensite Bainite	HV*
GL00-03-2	5	0,8	0,08	0,05	Lamellaire	Oui	Non	159 ($\sigma=36$)
GL00-39	4,9	21,5	0,22	0,24	Lamellaire	Oui	Non	170 ($\sigma=46$)
GL00-50	3,9	0	0,06	0	Absente	Oui	Non	110 ($\sigma=15$)
GL04-42	4,4	1,83	0,07	0,06	Lamellaire	Oui	Non	181 ($\sigma=39$)
GL04-93	3,5	6,11	0,09	0,11	Lamellaire	Oui	Non	165 ($\sigma=31$)
GL05-32	2,2	38,4	0,26	0,26	Lamellaire	Oui	Non	185 ($\sigma=40$)
GL05-37	4,5	5,6	0,11	0,09	Lamellaire	Oui	Non	131 ($\sigma=66$)
GL05-38	7,3	0,48	0,07	0,03	Lamellaire	Oui	Non	218 ($\sigma=30$)
GL05-40	7,3	0	0,06	0	Absente	Oui	Non	167 ($\sigma=29$)
GL06-13	3,0	0	0,07	0,03	Lamellaire	Oui	Non	184 ($\sigma=18$)
GL06-15	3,9	9,9	0,11	0,12	Globulaire	Oui	Non	145 ($\sigma=31$)
GL06-135	4,5	0	0,06	0	Lamellaire	Oui	Non	204 ($\sigma=35$)
GL07-89	8,7	0	0,06	0,01	Lamellaire	Oui	Non	167 ($\sigma=51$)
GL07-132-1	3,8	10,2	0,13	0,17	Lamellaire	Oui	Non	156 ($\sigma=38$)
GL08-30	5,1	6,95	0,12	0,1	Lamellaire	Oui	Non	/
GL08-112	5,3	5,55	0,10	0,11	Lamellaire	Oui	Non	160 ($\sigma=39$)
GL08-133-1	4,8	0	0,06	0	Lamellaire	Oui	Non	148 ($\sigma=29$)
GL10-74	3,3	2,7	0,11	0,1	Lamellaire	Oui	Non	146 ($\sigma=24$)

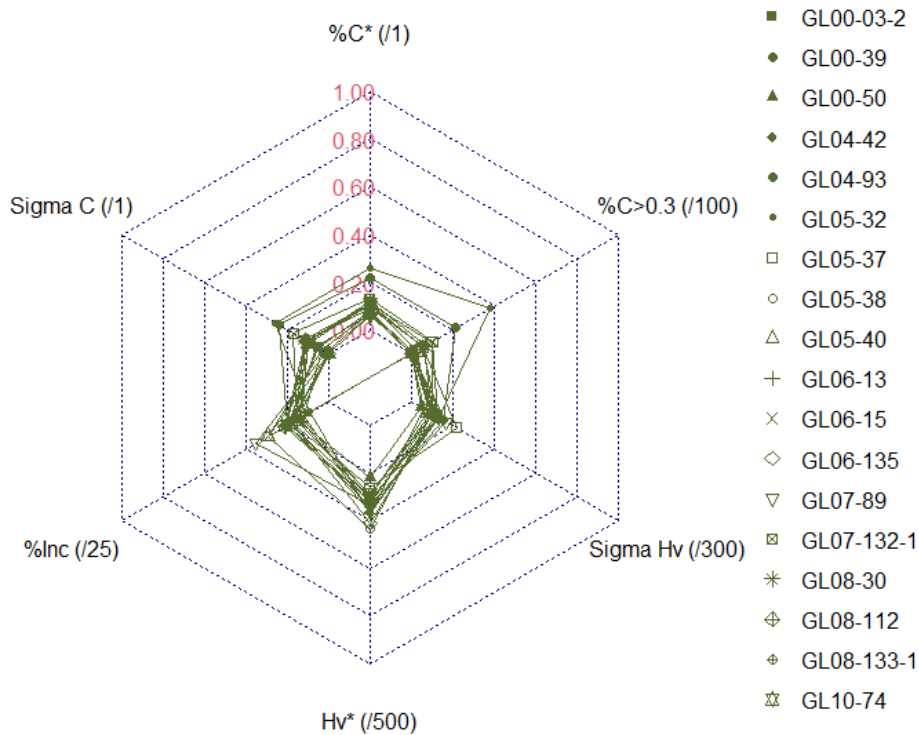


Figure 230 : Diagramme étoile regroupant les caractéristiques générales de la production de demi-produits de Glinet.

B. Les objets finis

Les cinq objets finis étudiés sont des fiches, c'est-à-dire de longues tiges de métal, s'appointant dans la longueur. Les caractéristiques structurales et chimiques, que nous allons détailler par la suite, sont présentées en Figure 231 pour chacun de ces objets.



Figure 231 : Caractéristiques métallographiques des fiches de Glinet.

1. Propreté inclusionnaire

Les cinq fiches étudiées présentent un pourcentage inclusionnaire variable compris entre 4 et 6 % (Figure 232). La moyenne se situe à 4,8 % et l'écart type est de 1,07.

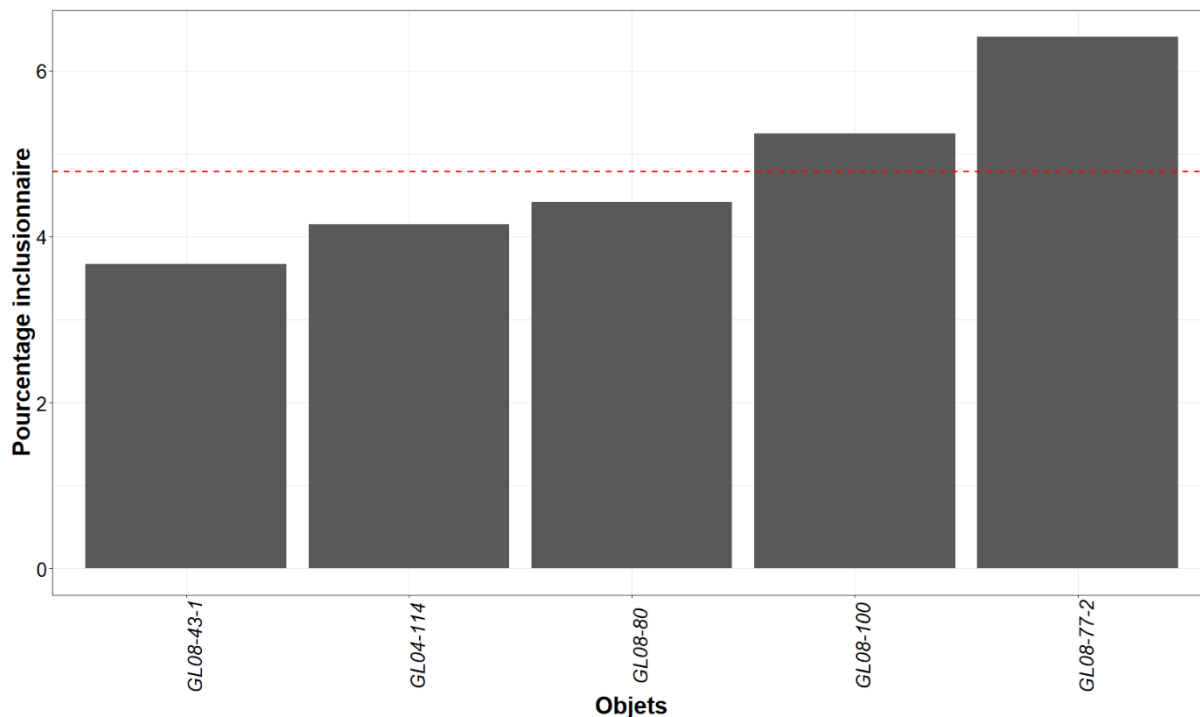


Figure 232 : Distribution des pourcentages inclusionnaires pour les objets de Glinet, la ligne rouge indique la moyenne des pourcentages inclusionnaires pour le corpus des objets.

Les inclusions sont réparties de façon homogène sur l'ensemble des surfaces étudiées. Elles se présentent sous forme fines et allongées dans le sens du martelage. Pour l'objet GL04-114, en plus des inclusions, des fissures intergranulaires ont été observées sur la partie basse de la section prélevée (Figure 233a). D'autre part, les objets GL08-77-2 et GL08-100 présentent dans toute leur longueur une grande ligne de soudure mal refermée dans laquelle la corrosion s'est insérée, comblant les porosités. La soudure est ainsi rendue très visible (Figure 233b).

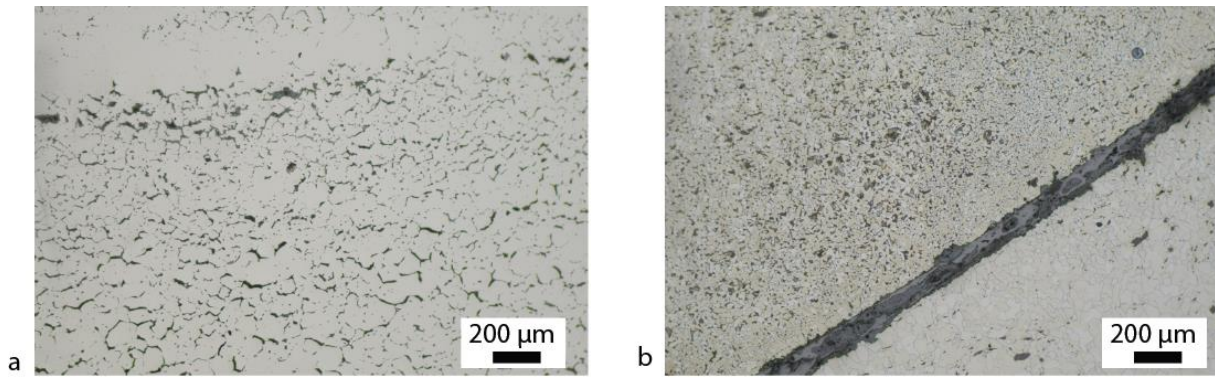


Figure 233 : a) Microfissures observées dans l'objet GL04-114 b) Ligne de soudure mal refermée corrodée pour la fiche GL08-100.

2. Microstructures et composition

Comme illustré par la Figure 234, le pourcentage surfacique carburé pour chacun des objets finis ne dépasse jamais 10 %, à l'exception d'un seul artefact. La ferrite est la composante majoritaire de chacun des objets. Deux objets sur cinq sont entièrement ferritiques.

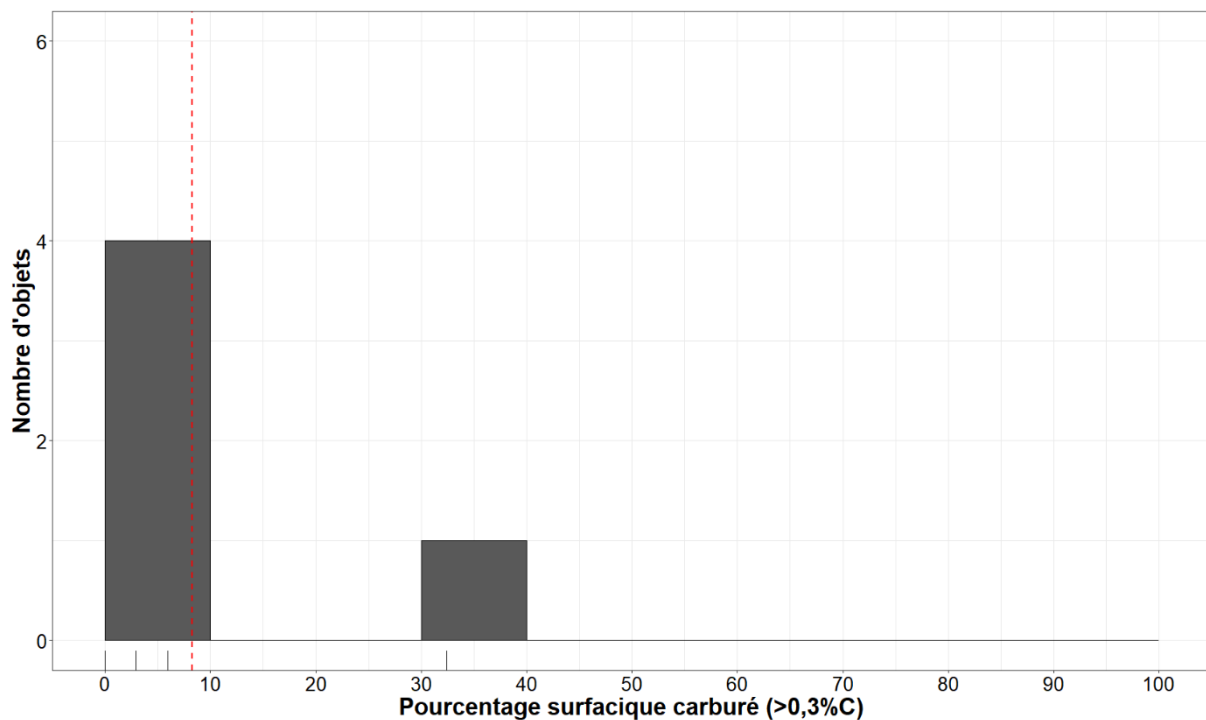


Figure 234 : Distribution des pourcentages surfaciques carburés pour chacun des objets finis de Glinet, la ligne rouge indique la moyenne de ces pourcentages.

La ferrite se présente sous la forme de grains équiaxes de taille très variable. Elle est parfois écrouie en tête des fiches (GL08-43-1, GL08-77-2, GL08-80), là où la matière a été martelée. Pour un échantillon, le GL08-43-1a, des macles ont été observées.

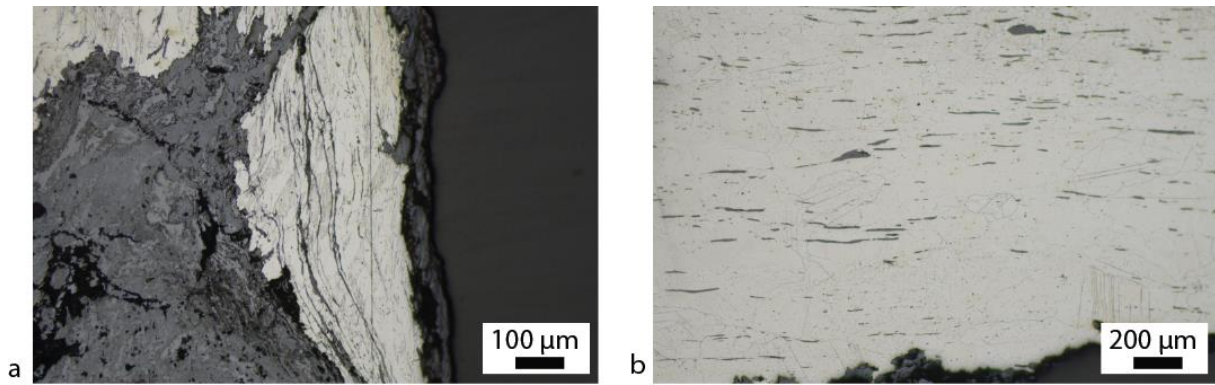


Figure 235 : a) Ecroûissage des grains ferritiques au niveau de la tête de la fiche GL08-77-2 et b) ferrite avec macles pour la fiche GL08-43-1.

Toutefois, quelques zones carburées ont pu être observées sur trois objets. Pour l'objet GL08-100, la perlite est présente sous forme lamellaire. Pour les deux autres fiches, GL08-77-2 et GL04-114, la perlite lamellaire est absente mais des structures de martensite, bainite et perlite nodulaire ont été observées. Pour la fiche GL08-77-2, ce dernier type de structure a été observé très localement en périphérie de l'objet. En revanche, pour l'objet GL04-114, ces structures ont été retrouvées au cœur de l'objet et occupent 20 % de la surface totale étudiée.

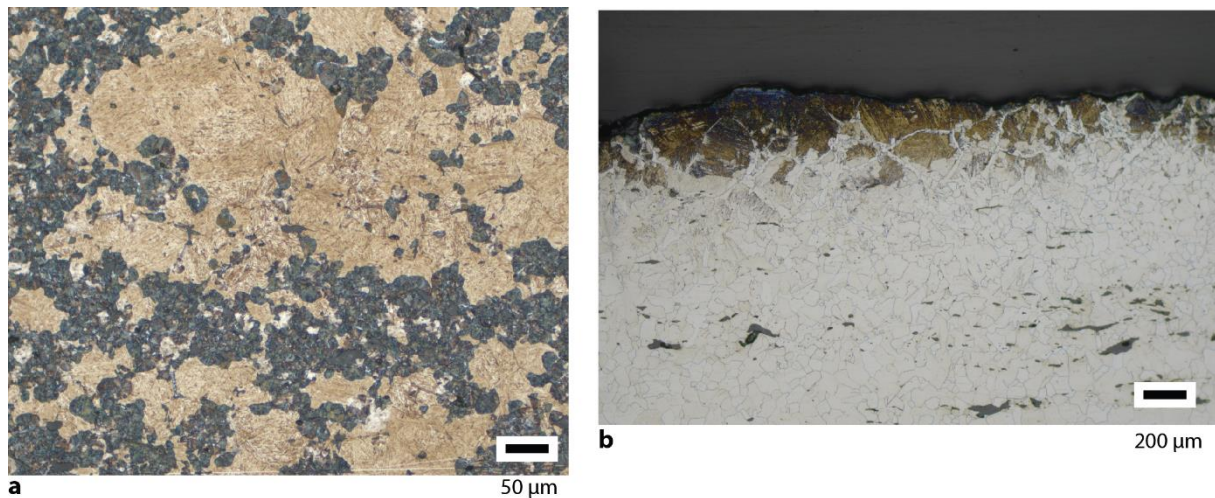


Figure 236 : a) Structure hors-équilibre de type martensite et perlite nodulaire observée sur l'échantillon GL04-114a b) Structure hors-équilibre de type martensite ou bainite en bordure de l'objet GL08-77-2 et ferrite.

Par ces observations, nous avons pu estimer les teneurs moyennes en carbone de ces objets finis¹⁵⁶. Du fait de la présence majoritaire de ferrite, elles sont très similaires et n'excèdent

¹⁵⁶ Les surfaces martensitiques et bainitiques ont été minorées à 0,3 % de carbone, teneur à partir de laquelle les aciers prennent la trempe et majorées à 0,8 % de carbone (*cf supra* et chapitre IV).

pas 0,2 % de carbone. Les écarts types sont aussi relativement bas et ne dépassent pas 0,2 (Figure 237).

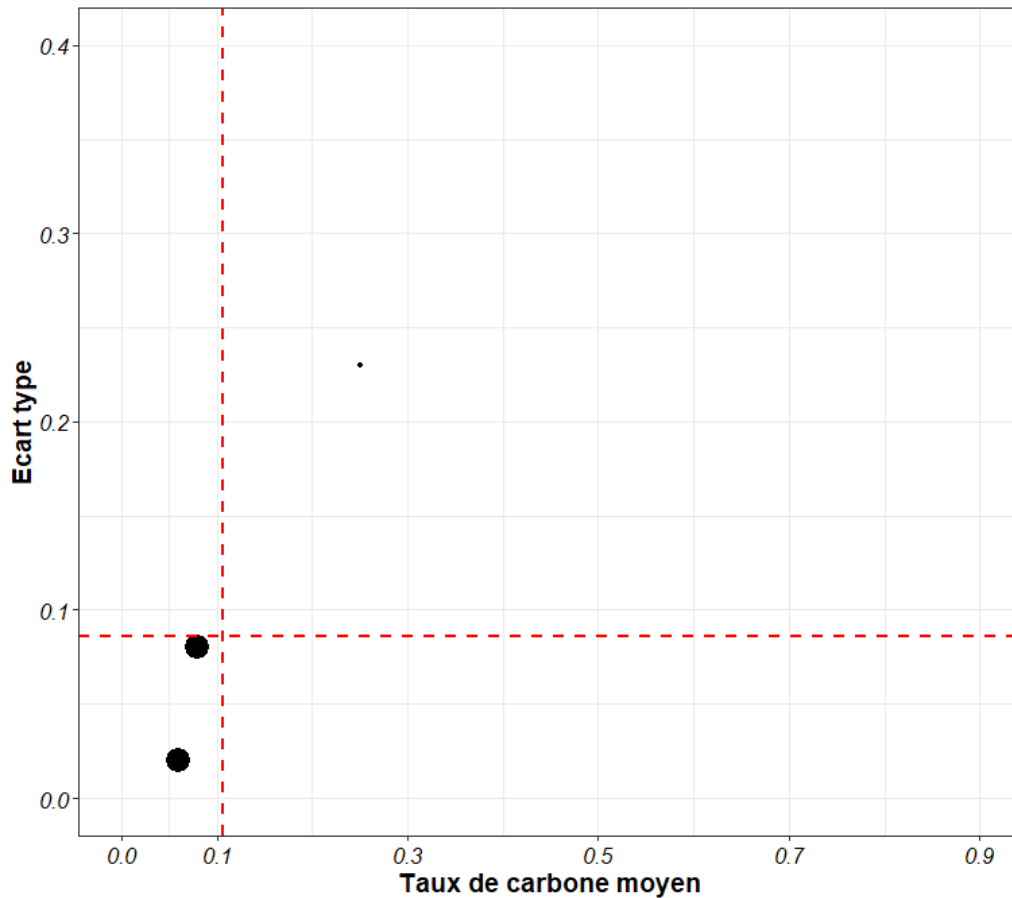


Figure 237 : Relation entre taux de carbone moyen et écart type pour les objets finis, les lignes rouges indiquent les valeurs moyennes du taux de carbone moyen ou de l'écart type pour l'ensemble des fiches. Les points de plus grande taille comptent pour 2 objets.

Enfin, grâce à une attaque au réactif Oberhoffer, des structures fantômes témoignant de la présence de phosphore ont pu être observées pour tous les objets, sauf pour le GL08-100 (Tableau 70). Toutefois, pour ce dernier cas, des variations mésoscopiques alternant bandes claires et bandes sombres ont été remarquées. Visiblement, le phosphore y est donc également présent.

3. Dureté

Les duretés moyennes des fiches ferritiques sont comprises entre 152 et 219 HV. Tout comme pour les demi-produits, la présence de phosphore explique les valeurs hautes. Sur les objets présentant des structures de trempe martensitiques et bainitiques (GL04-114), les valeurs locales de dureté peuvent dépasser 700 HV (Figure 239).

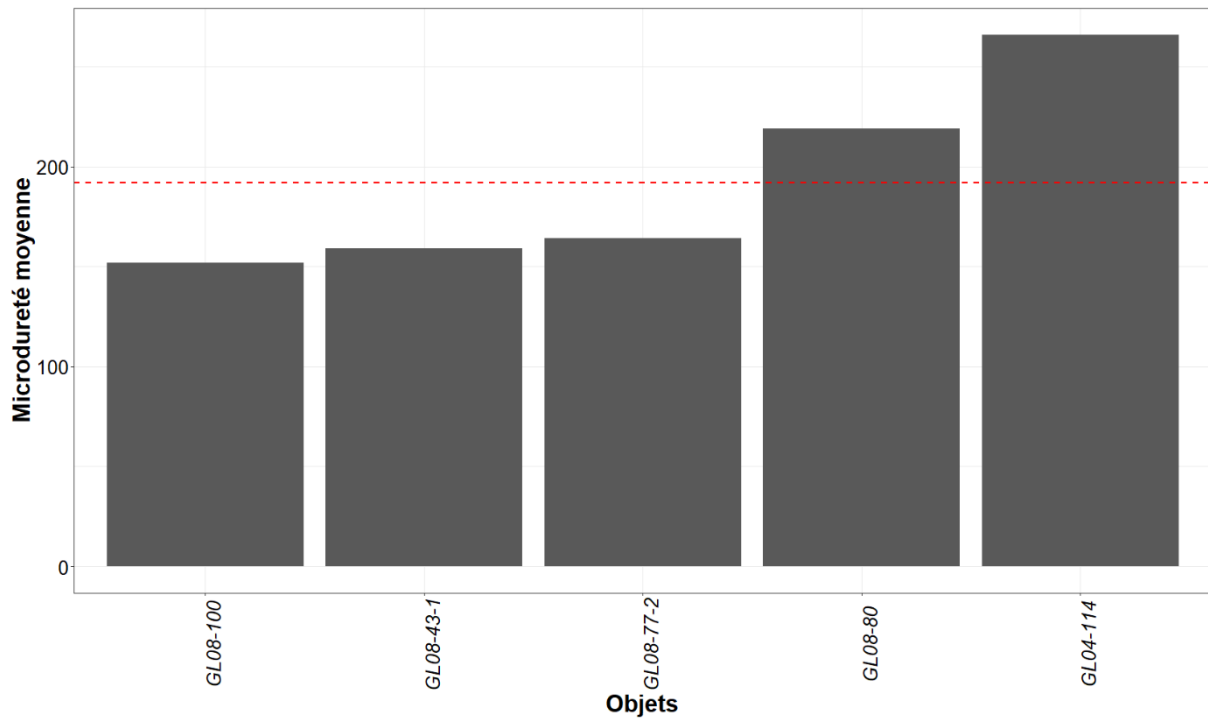


Figure 238 : Distribution des duretés moyennes pour les objets de Glinet, la ligne rouge indique la position de la moyenne.

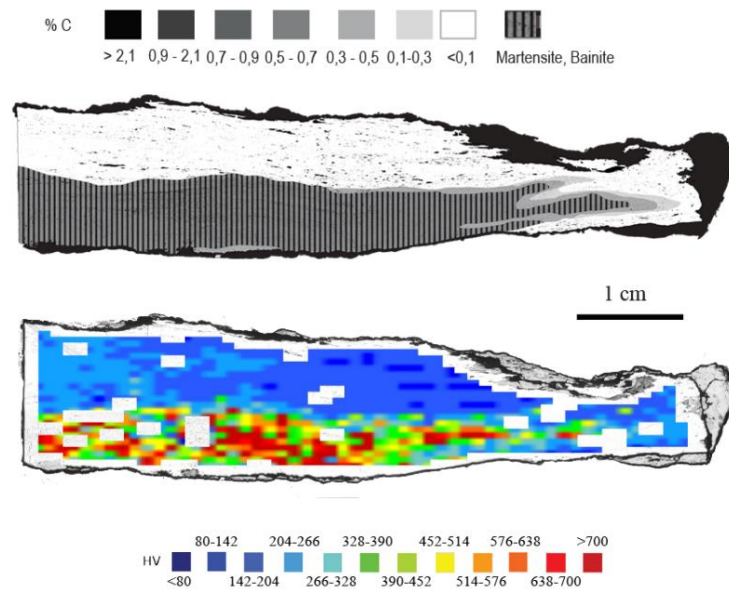


Figure 239 : Cartographie des valeurs de dureté mesurées pour la section de la fiche GL04-114 en relation avec la nature du métal.

L'ensemble des caractéristiques métallographiques des objets étudiés à Glinet est résumé dans le Tableau 70 et dans la Figure 240.

Tableau 70 : Tableau récapitulatif des caractéristiques métallographiques et de dureté des objets finis étudiés à Glinet.

Objet	%Inc	%C > 0,3	%C*	σC	Forme perlite	SF	Martensite-Bainite	HV*
GL04-114	4	32,4	0,2-0,3	0,17-0,29	Absente	Oui	Oui	266 ($\sigma=153$)
GL08-43-1	4	0	0,06	0,02	Absente	Oui	Non	159 ($\sigma=23$)
GL08-77-2	6	5,9	0,08	0,08	Absente	Oui	Oui	164 ($\sigma=40$)
GL08-80	4	0	0,06	0,02	Absente	Oui	Non	219 ($\sigma=47$)
GL08-100	5	2,9	0,08	0,08	Lamellaire	Non mais structures en bandes	Non	152 ($\sigma=40$)

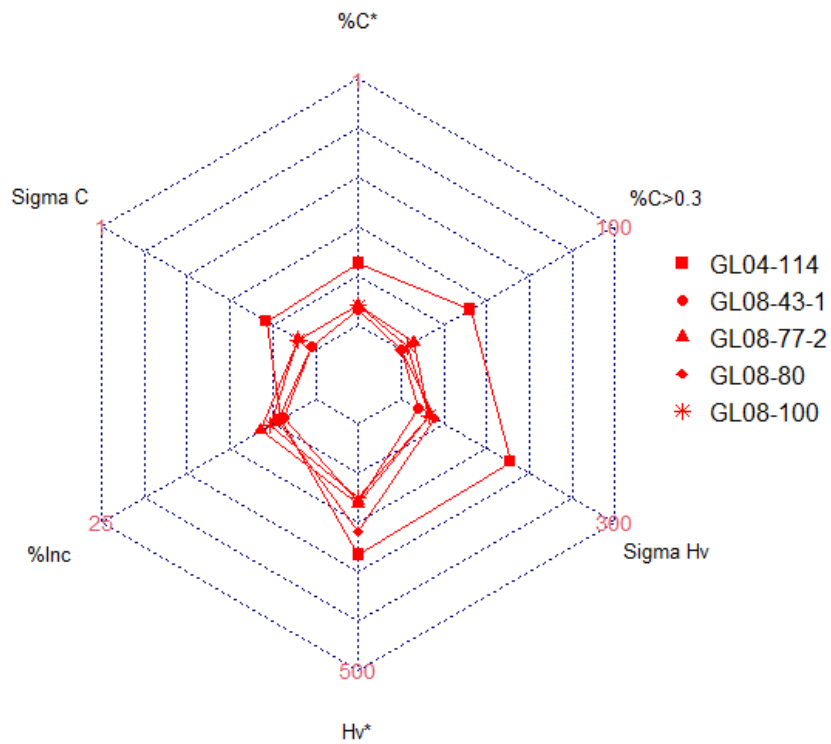


Figure 240 : Diagramme étoile regroupant les caractéristiques générales de la production d'objets de Glinet.

C. Synthèse :

1. Une production de fer phosphoreux

a) Une production ferritique et homogène

En se référant au système de classification mis en place dans les parties précédentes (cf. I.F.1 et II.E.1) également applicable aux objets de Glinet, la production de Glinet est une production uniforme¹⁵⁷ dans le sens où tous les demi-produits sont de même nature. En effet, ils sont ferritiques (moins de 20 % de la surface est carburée - %C > 0,3) ou mixtes à dominance ferritique (moins de 50 % de la surface est carburée) et faiblement carburés (Figure 241).

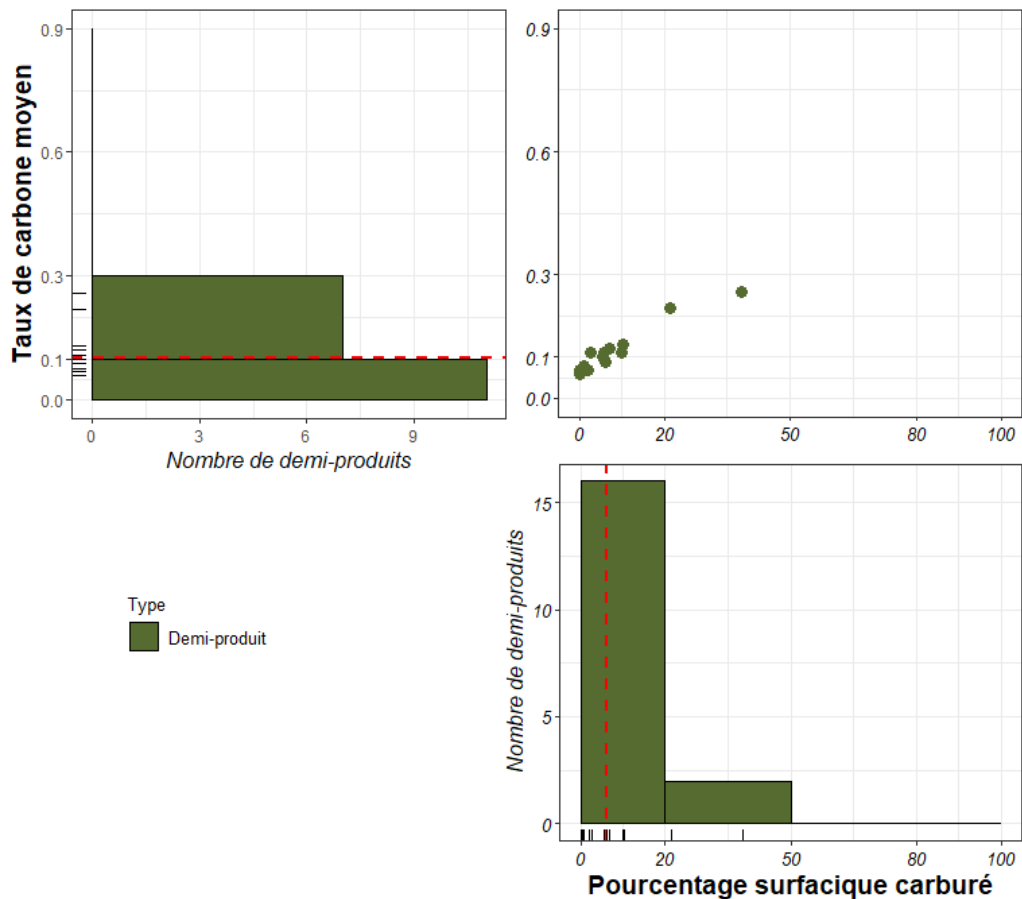


Figure 241 : Représentation du taux de carbone moyen en fonction de la surface carburée.

¹⁵⁷ Terme préféré à homogène, car ce terme est employé pour caractériser les demi-produits en tenant compte de l'écart type.

En représentant l'écart type associé à la moyenne en fonction de la teneur moyenne en carbone, les valeurs se concentrent principalement dans la partie inférieure gauche du graphique (Figure 242). Cette position retranscrit la nature de la production à Glinet : des fers faiblement ou très faiblement carburés, et homogènes ou moyennement homogènes. Trois demi-produits sont hétérogènes. Ils correspondent aux demi-produits les plus aciérés.

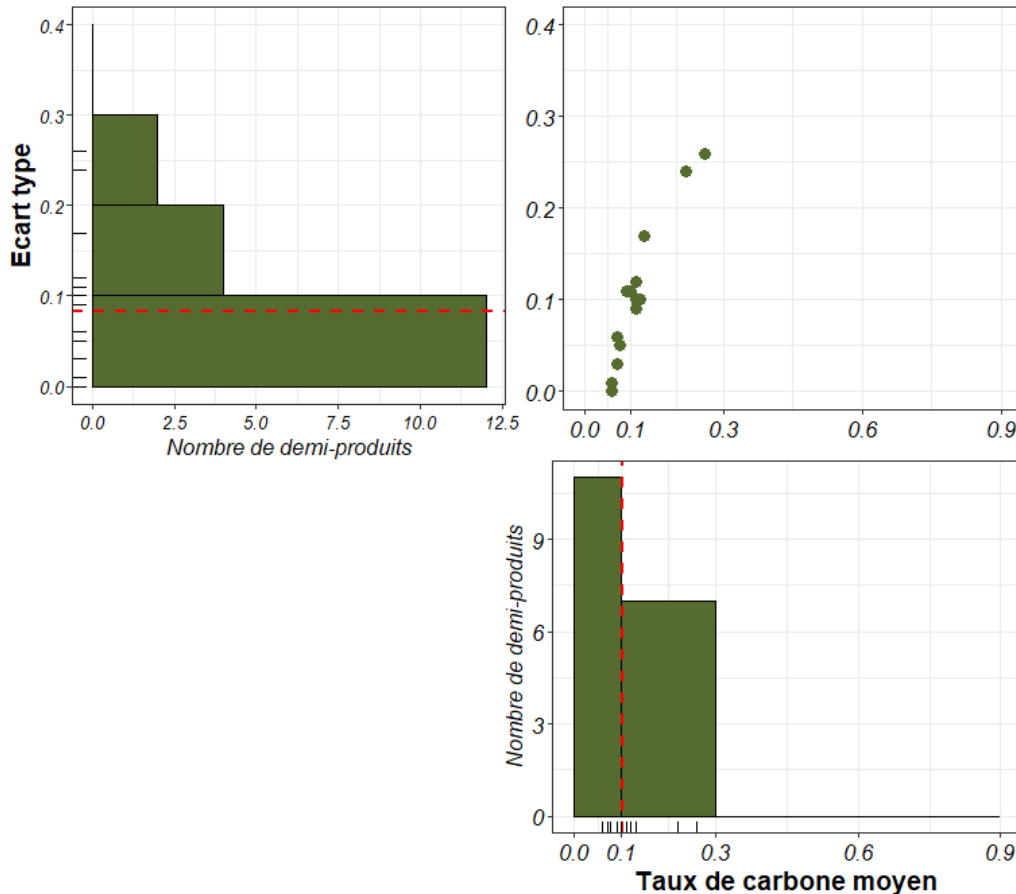


Figure 242 : Représentation du taux de carbone moyen en fonction de l'écart type.

Nous rappelons que le procédé de réduction employé à Glinet est celui de l'indirect. Cela signifie que la production passe systématiquement par une étape de formation de fonte qu'il convient d'affiner pour obtenir du fer ou de l'acier. Au vu de la nature des demi-produits étudiés, il semblerait donc que l'affinage soit mené de façon à décarburer totalement la fonte ou *a minima* de manière très poussée.

De plus, au cours de l'étape de la réduction, dans le haut fourneau, le phosphore présent dans le minerai est entièrement réduit et se retrouve dans la fonte sous forme d'eutectiques phosphoreux. La teneur en phosphore dans les fontes de Glinet a été estimée à 1,5 % massique

en moyenne (D. Arribet-Deroin, 2010). Puis, au cours de l'étape d'affinage, une partie du phosphore contenue dans la fonte passe également dans le métal. A Glinet, les valeurs maximales atteintes dans le métal étaient en moyenne de 0,5 % et localement de 0,8 % (*cf. supra* Tableau 68). On constate ainsi une diminution des teneurs en phosphore entre la fonte et le fer, indiquant un processus de déphosphoration au moment de l'affinage.

Cette décarburation quasi totale, engendrant une production uniforme, et cette diminution des teneurs en phosphore sont-elles volontaire ? Les ouvriers affineurs peuvent-ils modifier les conditions techniques et thermiques de l'affinage et contrôler la nature du métal qu'ils produisent ? Si les réponses à ces questions ne sont pas évidentes, les expérimentations visant à reconstituer l'affinage wallon (employé à Glinet, *cf.* chapitres II et III) permettent de préciser les gestes techniques et les paramètres en jeu au cours de l'affinage (G. Lechevallier *et al.*, 2000; A. Perez *et al.*, 2013). Différents paramètres peuvent modifier la conduite de l'affinage. La composition initiale de la fonte est le premier paramètre à considérer. Les analyses métallographiques ont montré que la fonte obtenue à Glinet est principalement une fonte grise phosphoreuse à graphite lamellaire (D. Arribet-Deroin, 2010). Si la nature du métal, sa microstructure, est donc presque toujours identique au sortir du haut fourneau, sa composition, elle, peut être variable. En effet, les teneurs en phosphore ou en silicium contenues dans la fonte diffèrent d'une réduction à l'autre (autour de 2% pour le phosphore et 1% pour la fonte). Pour certaines plaques de fonte, la composition a pu être déterminée précisément et le point de fusion a pu être estimé (S. Many, 2017). Pour que l'affinage ait lieu, il faut atteindre des températures proches de 1150-1250°C, températures facilement atteignables dans le foyer d'affinage. Les expérimentations montrent ensuite que les températures atteintes dans le foyer d'affinage et la durée du processus influent grandement sur la nature du métal affiné (A. Perez *et al.*, 2013). En effet, au cours de la reconstitution de l'affinage wallon, mené par Perez *et al.*, différents échantillons ont été prélevés pour analyse métallographique à différentes étapes du processus d'affinage (Figure 243). Le produit de départ (échantillon 8 - Figure 243) est une fonte grise à graphite lamellaire et à matrice perlitique contenant des eutectiques phosphoreux, semblable aux gueuses produites à Glinet. La teneur en phosphore est de l'ordre de 2 %_{mass} (± 0.5) et celle en carbone de 5%_{mass} (± 1). Le premier prélèvement est réalisé après fusion complète de la gueuse de fonte, quatre heures après le début de l'opération (échantillon 9 - Figure 243). Les analyses métallographiques révèlent un produit encore très carburé, composé de fonte grise et de quelques zones de fonte blanche, attestant d'un début de décarburation. A ce stade, la teneur en phosphore est plus faible (1,5 %_{mass} $\pm 0,2$) et celle en carbone également (3,5 %_{mass}

$\pm 0,5$). La suite des opérations consiste à brasser la matière fondue et à la faire passer plusieurs fois devant la tuyère. Un échantillon a été prélevé lors du second passage (échantillon 10 - Figure 243). Cet échantillon présente une teneur en carbone plus faible que le précédent ($1,8 \text{ \%}_{\text{mass}} \pm 0,2$). En revanche, la teneur en phosphore est identique. L'opération de brassage s'est poursuivie pendant deux heures durant et un dernier échantillon a été prélevé (échantillon 13 - Figure 243). Ce dernier est hétérogène et se compose de deux parties distinctes. Pour celles-ci, la teneur en phosphore est identique et plus faible que pour l'échantillon précédent ($0,8 \text{ \%}_{\text{mass}} \pm 0,1$). Chacune des deux parties présentent des teneurs en carbone plus faibles que l'échantillon précédemment prélevé, mais la partie supérieure se compose d'un acier hypereutectoïde et de fonte ($1,2 \text{ \%}_{\text{mass}} \pm 0,1$) tandis que la partie inférieure se compose d'un acier hypoeutectoïde ($0,2 \text{ \%}_{\text{mass}} \pm 0,1$) et est riche en scorie. Cette étude montre donc que plus la durée de l'affinage est importante plus la décarburation et la déphosphoration sont importantes. Elle montre aussi que la déphosphoration est plus lente que la décarburation puisque pour le dernier échantillon prélevé, les teneurs en carbone sont plus faibles que les teneurs en phosphore qui restent élevées (Figure 243). Il est à préciser que les teneurs en phosphore étaient au départ plus faibles que les teneurs en carbone.

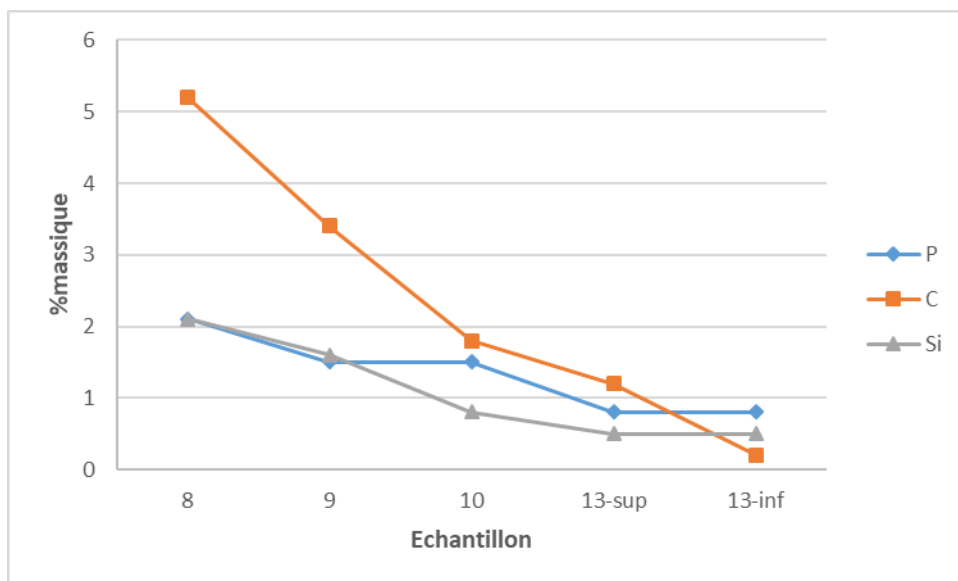


Figure 243 : Evolution massique des éléments au cours de l'affinage d'après Perez et al. 2013.

Ainsi, la constance de la production du point de vue de la teneur en carbone pourrait donc résulter de la volonté de la part de l'affineur de faire durer l'opération suffisamment longtemps pour déphosphorer, ce qui engendrerait une disparition complète du carbone. Les savoir-faire techniques ainsi que la composition du minerai (présence de phosphore) pourraient donc être en partie responsables de la nature du métal produit, presque totalement ferritique.

Si la décroissance des teneurs en carbone se fait de façon régulière tout au long de l'affinage, cette reconstitution a aussi montré que la teneur en phosphore diminue dans un premier temps puis stagne et enfin décroît à nouveau. Entre l'étape 2 et 3 où la teneur en phosphore stagne et l'étape 3 et 4 où la teneur en phosphore diminue à nouveau, les expérimentateurs rapportent l'observation d'un « bouillonnement caractéristique de la réaction, probablement exothermique avec la scorie dans le fond du foyer » (A. Perez *et al.*, 2013). Ainsi la seconde étape de déphosphoration semble résulter de l'action des scories. Ce phénomène est connu de la littérature (D. Neff et P. Dillmann, 2001; E. Vega *et al.*, 2003) Il a lieu grâce à l'action déphosphorante des scories d'affinage. Des études ont permis de montrer, à partir de lignes de profil établies sur section polie, une diminution des teneurs en phosphore aux abords de l'inclusion par rapport au reste de la partie métallique (D. Neff et P. Dillmann, 2001; E. Vega *et al.*, 2002). La composition des scories d'affinage joue un rôle important dans ce processus, car leur pouvoir déphosphorant¹⁵⁸ augmente avec leur basicité pour le procédé indirect. A Glinet, le phénomène d'appauvrissement en phosphore au niveau des inclusions a également été observé, suite à une attaque au réactif cuivrique d'Oberhoffer (*cf. supra*). De plus, les études menées par Enrique Vega ont permis de calculer l'indice de basicité¹⁵⁹ et le pouvoir déphosphorant des inclusions (E. Vega *et al.*, 2002). Même si ces valeurs sont relativement faibles comparées à celles d'autres fers phosphoreux issus du procédé indirect, elles ne sont pas négligeables. Les lignes de profil montrent que la teneur en phosphore diminue effectivement aux abords des inclusions. De plus, les études menées sur les culots d'affinage à Glinet ont montré qu'ils comportaient du calcium. Or, les fontes ne contiennent pas cet élément. Il faut donc en conclure que le calcium provient d'un ajout réalisé par les ouvriers affineurs. Cet ajout correspond à la castine, une pierre calcaire, retrouvée sur le site (D. Arribet-Deroin *et al.*, à paraître.). Elle permet de diminuer les teneurs en phosphore dans le métal, car le calcium augmente fortement la basicité des scories, et par conséquent leur pouvoir déphosphorant (J. Im, K. Morita, et N. Sano, 1996). Ces savoir-faire spécifiques permettent aux maîtres affineurs d'obtenir un matériau plus facilement travaillable.

¹⁵⁸ Le taux de déphosphoration est calculé en divisant la valeur minimale des teneurs en phosphore aux abords de l'inclusion par une moyenne des valeurs maximales au cœur du métal lorsque la ligne de profil atteint une valeur de saturation. Ainsi, plus ce rapport D est faible, plus la déphosphoration est importante.

¹⁵⁹ Indice de basicité : $\%_{\text{mass}}\text{CaO} + \%_{\text{mass}}\text{K}_2\text{O} / \%_{\text{mass}}\text{SiO}_2$

b) Des fers phosphoreux

En adéquation avec la nature du minerai employé, le phosphore est présent dans tous les demi-produits et objets finis de Glinet. Nous avons vu que, bien qu'une déphosphoration ait lieu au cours de l'affinage, elle ne mène pas à une élimination complète du phosphore dans la matrice métallique. Des structures fantômes ont été observées de façon systématique après attaque au réactif Oberhoffer et les dosages à la microsonde montrent que les teneurs massiques en phosphore peuvent varier au sein d'un même échantillon de <0,01 à 0,8 %.

Le phosphore, présent en quantité non négligeable, incite à s'interroger sur les savoir-faire des artisans de Glinet pour forger des fers phosphoreux et ce dès leur mise en forme sous le marteau hydraulique. En effet, le phosphore, considéré comme néfaste en métallurgie moderne, est réputé pour fragiliser le métal au moment de la forge. Sa présence pourrait donc générer des difficultés puisque pour des teneurs en phosphore supérieures à 0,38 %_{mass}, la forge est rendue difficile et les fers deviennent cassants (J.-W. Stewart, J. A. Charles, et E.-R. Wallach, 2000 a). Pour cinq demi-produits de Glinet sur les vingt analysés, même si elles sont peu nombreuses et très localisées, des fissures intergranulaires ont pu être repérées, qui témoigneraient de cette difficulté. Toutefois, pour certains échantillons dont la teneur en phosphore a été dosée et dépasse localement ou en moyenne ce seuil limite, les fissures étaient absentes. Les études menées par Vega *et al.* permettent de comprendre davantage les pratiques de forge pour cette nature de métal particulière (E. Vega *et al.*, 2003). En effet, pour d'autres objets archéologiques, et pour des artefacts issus de reconstitutions expérimentales de forge de fers phosphoreux, il a été observé la présence de fissures pour des matériaux dont la teneur était inférieure au seuil critique, tandis que d'autres en étaient exempts, alors que leur teneur dépassait ce seuil. De ce constat, il a été déduit que seule la teneur en phosphore ne pouvait expliquer la conduite du matériau lors de la forge. Les conditions thermiques sont des facteurs non négligeables. En effet, pour des teneurs en phosphore comprises entre 0,1 et 0,6 %, et pour des températures comprises entre 950°C et 1300°C, températures habituelles de forge, le diagramme Fe-P montre un domaine de coexistence des phases austénitiques et ferritiques (Figure 244). Or, le comportement mécanique de ces deux phases est différent et peut donc engendrer, lors de la forge, des fissures au cœur de la matière. Pour pallier ce problème, et éviter la coexistence des deux phases, il faut se placer dans le domaine ferritique en diminuant la température. Il aurait donc pu être envisagé qu'à Glinet, les températures de forge aient été inférieures à 900°C, facilitant ainsi la mise en forme du métal. Une hypothèse inverse de celle

de Vega *et al.* pourrait être proposée : la montée en température lors de la mise en forme au-dessous de la boucle ferrito-austénitique pour se retrouver dans un domaine ferritique. A partir de 0,5 % de phosphore, cette température est d'environ 1300°C et pourrait être atteignable dans un foyer de chaufferie (Figure 244). Or, la présence systématique de structures fantômes sur les échantillons de Glinet suppose la coexistence des deux phases lors de la forge¹⁶⁰, suivie d'un refroidissement rapide. Il en résulte que si les risques de rupture sont augmentés par la coexistence de phases austénitiques et ferritiques, ils ne sont pas limitants pour les forgerons de Glinet qui semblent posséder un savoir-faire particulier pour mettre en forme sans inconvénient majeur le fer phosphoreux.

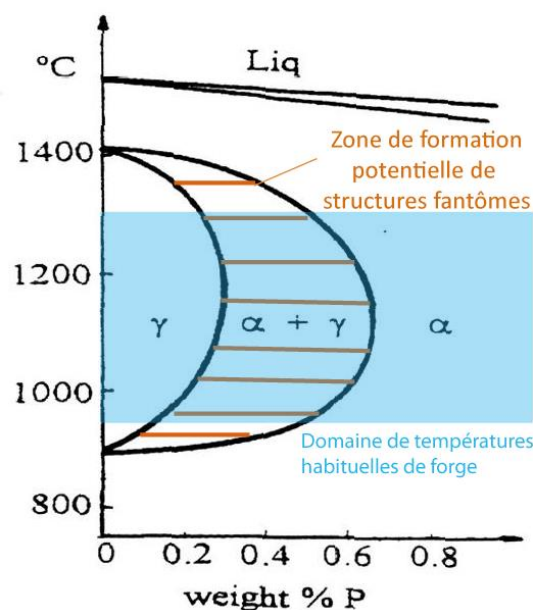


Figure 244 : Portion du diagramme d'équilibre Fe-P d'après Buchwald et Wivel, 1998, la zone hachurée orange correspond à la zone de formation potentielle des structures fantômes, là où coexistent ferrite (α) et austénite (γ).

2. Du demi-produit à l'objet fini

a) Les objets du site

Même si le site de Glinet semble être majoritairement un site de production de demi-produits, quelques objets finis¹⁶¹ ont été retrouvés sur place. Ils étaient probablement utilisés

¹⁶⁰ Le demi-produit GL00-50 est un cas particulier. Pour cette chute de barre, des fissures ont été observées mais aucune structure fantôme n'est visible, bien que localement les teneurs en phosphore soient suffisantes pour permettre leur apparition aux températures communes de forge (1000°C). Le métal a donc dû être forgé à des températures pour lesquelles les deux phases coexistent, puis refroidi lentement, ce qui a conduit à effacer ces structures fantômes.

¹⁶¹ Les fiches peuvent avoir été élaborées sur place ou venir d'ailleurs (*cf.* chapitre III). Si elles sont exogènes au site, elles proviennent très probablement d'une autre usine à fer de la région, employant les mêmes procédés de

pour les besoins du site. Les objets finis étudiés - les fiches - ne présentent pas de différence significative avec les demi-produits en termes de nature de métal. On observe les mêmes tendances (Figure 245 et Figure 246), c'est-à-dire des objets à dominance ferritique, faiblement carburés, homogènes, et phosphoreux.

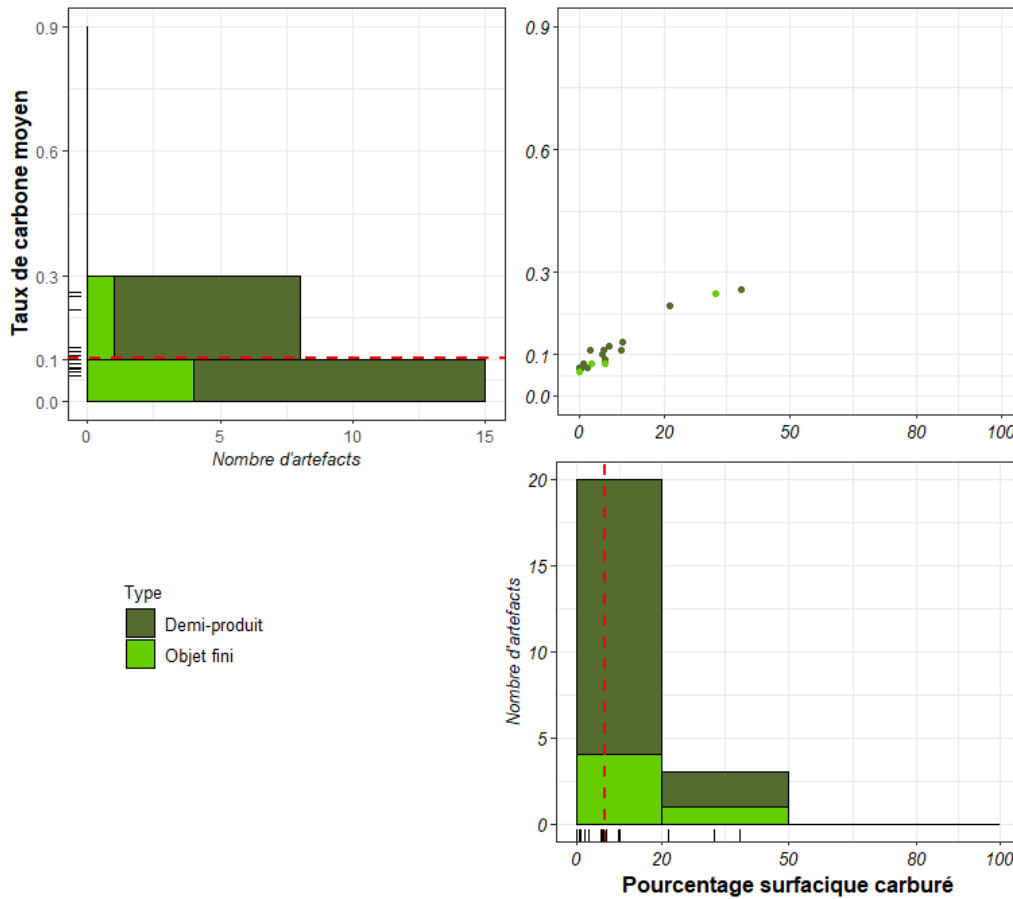


Figure 245 : Représentation du taux de carbone moyen en fonction de la surface carburée.

réduction et les mêmes minerais. Par leur forme relativement simple, étant peu complexe à élaborer, il y a davantage de chance que ces objets aient été produits directement à Glinet.

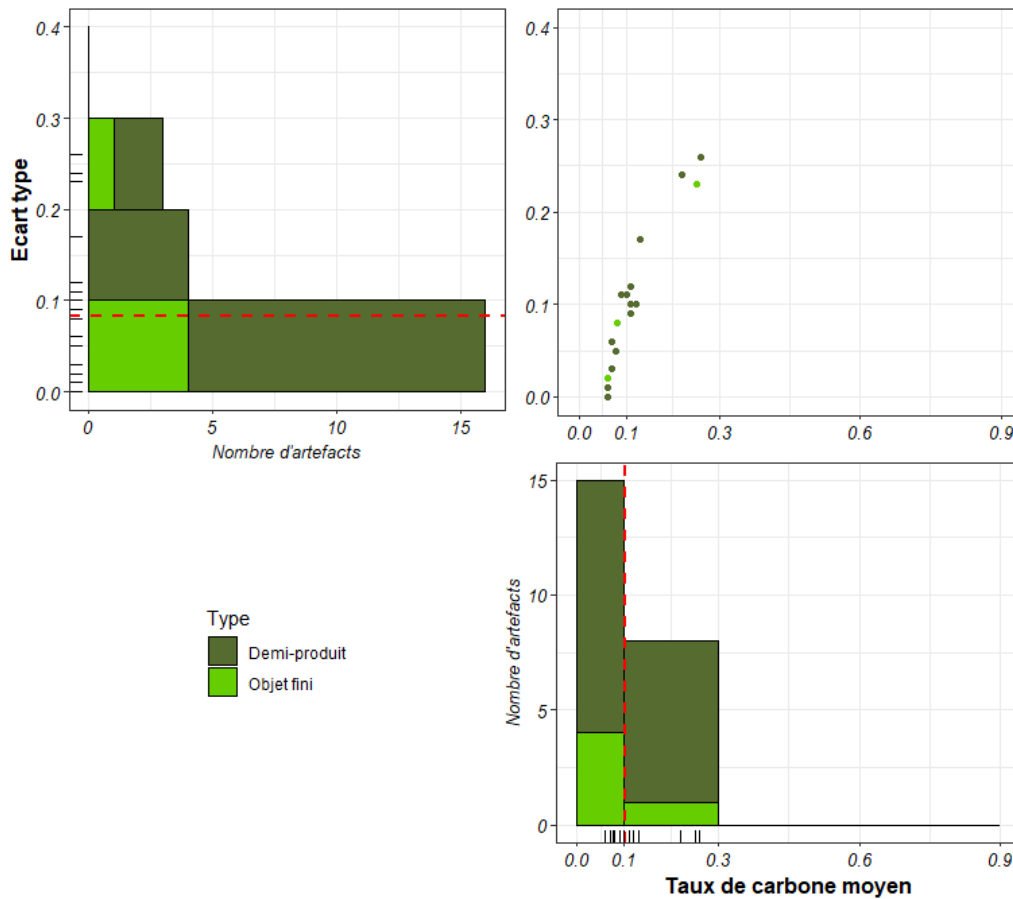


Figure 246 : Représentation du taux de carbone moyen en fonction de l'écart type.

La différence observée réside principalement dans le fait que certaines fiches présentent des structures de martensite ou de bainite. Pour la fiche GL08-77-2, on remarque que ces structures sont localisées uniquement au bord de l'objet. Cela pourrait correspondre à un refroidissement rapide de la matière sans volonté de trempe. En revanche, pour GL04-114, les structures de martensite sont situées au cœur de l'objet et sont systématiquement présentes pour les zones aciérées. Dans ce cas, il pourrait s'agir d'une trempe volontaire réalisée sur l'ensemble de l'objet destinée à renforcer les propriétés du matériau. En effet, les duretés obtenues dans ces zones sont très supérieures (>500 HV) à celles obtenues pour les parties non trempées (Figure 247). En revanche, un dernier cas de figure parmi ces fiches montre des zones carburées dont la teneur en carbone est supérieure à 0,3 %, mais pour lesquelles la martensite et la bainite n'ont pas été observées. Cela signifie donc que la trempe n'est pas systématique à toutes les fiches. D'ailleurs, son utilité pour ce type d'objet semble très peu justifiée. Leur fonction ne nécessite pas de propriétés mécaniques particulières. La trempe semble même parfois néfaste car, si la dureté s'en trouve sensiblement augmentée, des fissures intergranulaires ont été

observées au niveau de la zone trempée. Elles résultent de la combinaison de trois facteurs : le carbone, le phosphore et le refroidissement très rapide du métal dans cette zone.

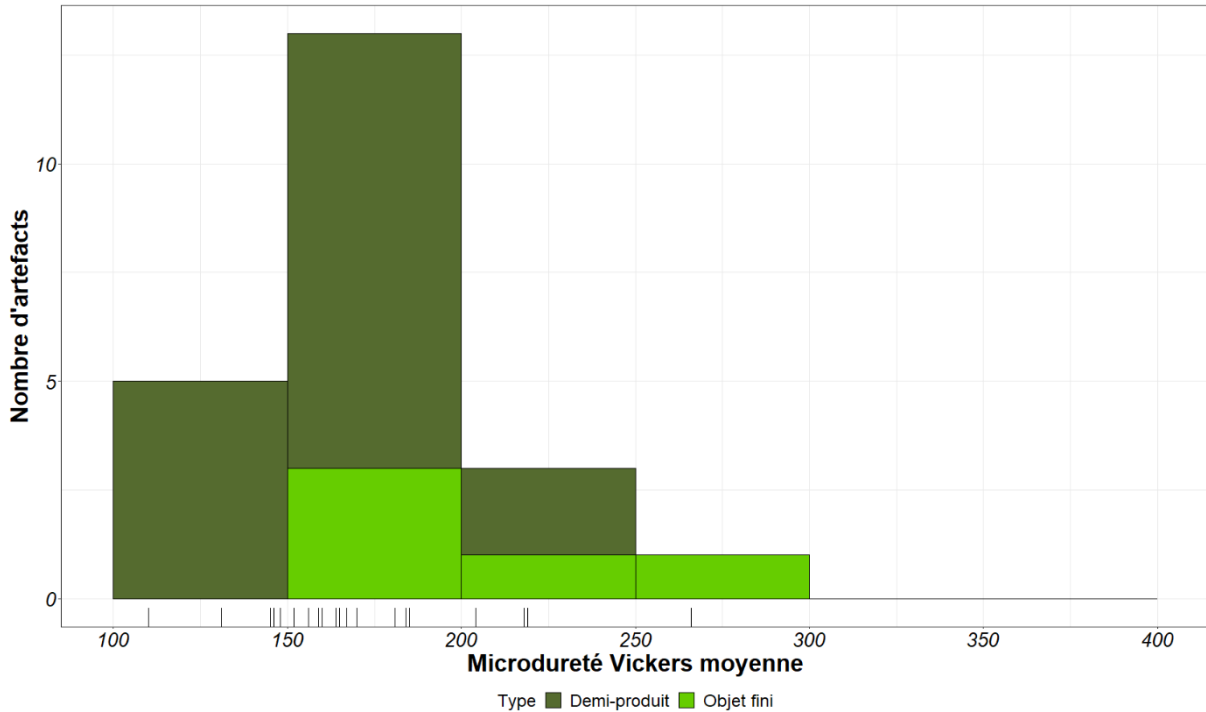


Figure 247 : Histogramme de distribution des duretés.

Enfin, les objets finis présentent des qualités inclusionnaire du même ordre de grandeur que celles des demi-produits (Figure 248). Ainsi, la qualité inclusionnaire atteinte par les demi-produits semble suffisante à celle requise pour la fabrication de ce type d'objets relativement peu élaborés que sont les fiches. Nous remarquons toutefois que les fiches ne possèdent pas un pourcentage inclusionnaire supérieure à 7 %. Ceci pourrait signifier que les demi-produits les moins épurés ne sont pas employés à l'élaboration de fiches ou subissent une phase d'épuration supplémentaire.

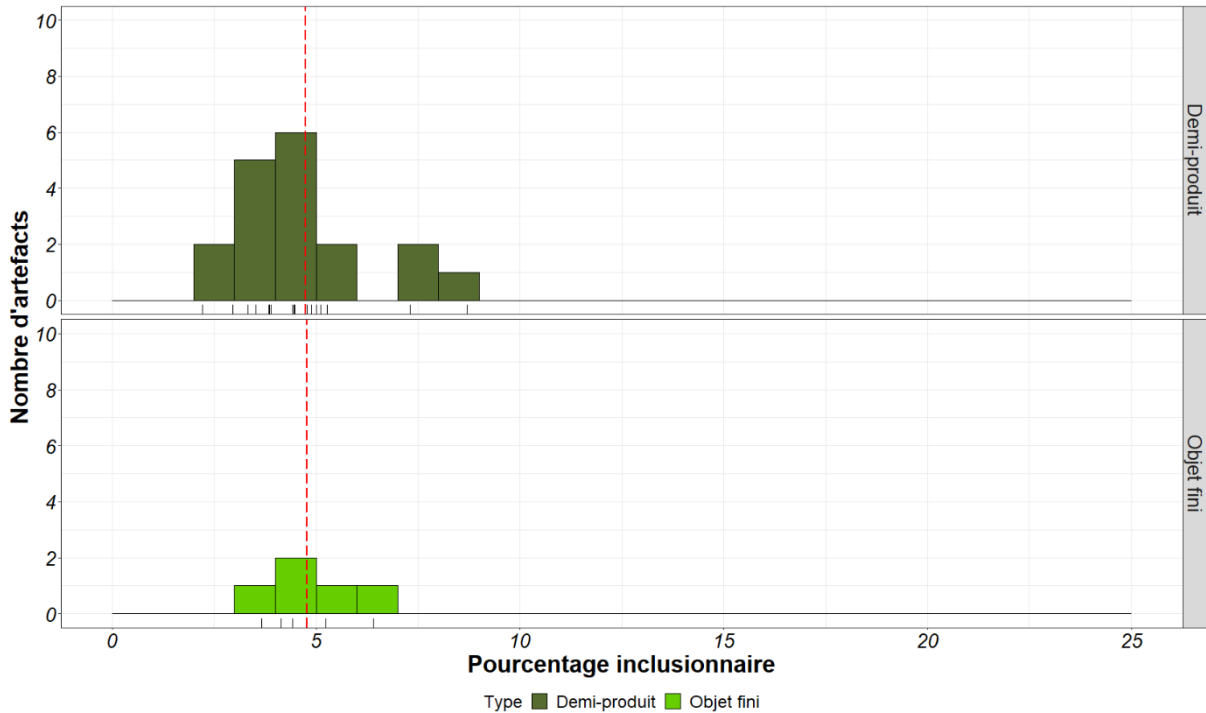


Figure 248 : Histogramme de distribution des pourcentages inclusionnaires au sein du corpus des demi-produits et des objets finis de Glinet.

Ainsi, nous avons observé une cohérence dans la nature du métal entre objets finis et demi-produits (Figure 249). Si les fiches sont produites sur le site à partir des demi-produits, il semblerait donc que les forgerons ne cherchent pas spécifiquement à améliorer la qualité du métal. Quelques objets sont trempés mais il est difficile de savoir si cela résulte d'une action volontaire. Le travail réside principalement en une mise en forme sommaire. Des soudures ont pu être observées visant à forger deux parties métalliques distinctes, ou à effectuer un repli d'une barre unique. Ces soudures sont souvent mal réalisées et la corrosion s'y est infiltrée.

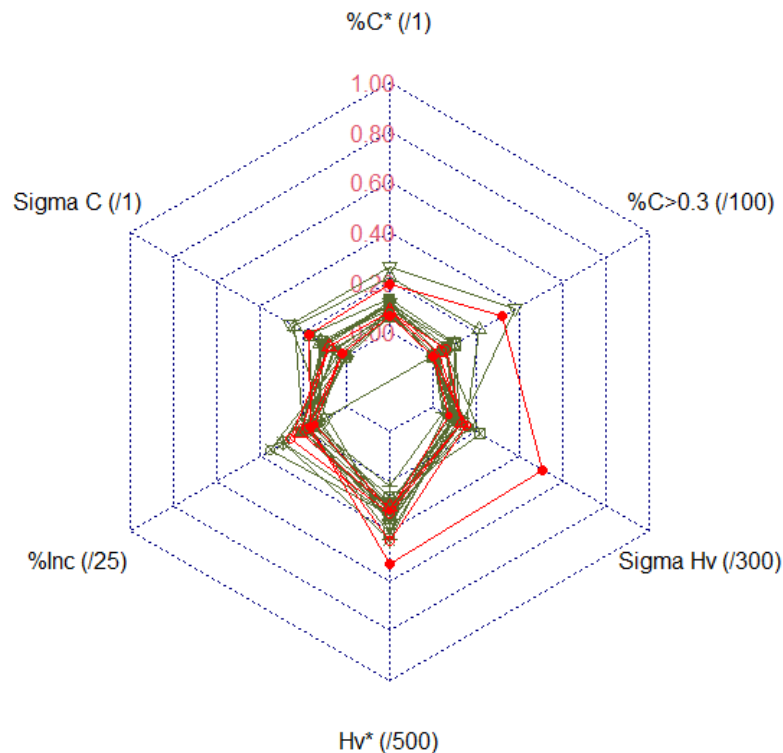


Figure 249 : Diagramme étoile regroupant les caractéristiques générales de la production de demi-produits (vert foncé) et objets finis (rouge) de Glinet.

b) Usages potentiels des demi-produits de Glinet en relation avec la nature du métal

Au vu de ces caractéristiques métallographiques, le fer de Glinet possède des caractéristiques mécaniques propres. La ferrite, majoritairement présente dans le demi-produit, va lui conférer une grande ductilité mais le matériau est relativement mou. Cependant, couplée au phosphore comme c'est ici le cas, le matériau est rendu plus fragile, plus cassant mais aussi plus dur. Ainsi, comme l'indiquent certaines études, le phosphore peut donc s'avérer bénéfique, car pour de faibles teneurs en carbone, il améliorerait la dureté et même la ductilité du matériau (M. Goodway et R. M. Fisher, 1988).

Considérant la nature du métal de Glinet, il est possible de réfléchir à des domaines d'emploi potentiel de ces fers, sans pour autant restreindre le fer de Glinet à ces applications.

Dans les textes, très peu d'indices renseignent sur les débouchés du fer brayon. Il est indiqué comme vendu sous forme de barres, de tôles, de verges ou de tiges, formes qui ont été reconnues parmi les demi-produits de Glinet. Les verges seraient des produits dédiés aux cloutiers ou aux serruriers (D. Arribet-Deroin, 2010, p.158). Les objets finis, les fiches, produites et employées sur le site, montrent que le fer de Glinet peut être destiné à ce type

d'usage. Sa nature laisse à penser que les fers pourraient avoir été employés dans des éléments métalliques de gros œuvre, nécessitant une mise en œuvre grossière sans que des traitements mécaniques ne soient nécessaires. Ainsi, les fers utilisés dans les édifices gothiques issus du procédé indirect, présentent des caractéristiques identiques à la production issue de Glinet (M. L'Héritier, P. Dillmann, et P. Benoit, 2005; S. Aumard, P. Dillmann, et M. L'Héritier, 2011; M. L'Héritier *et al.*, 2013). Il s'agit de fers, peu carburés et aux pourcentages inclusionnaires parfois élevés (Figure 250). On remarque le plus souvent que la mise en œuvre n'est pas complexe, la barre en utilisation dans le monument est très proche de la barre (demi-produit) dans son état originel. Les fers de Glinet auraient donc pu être destinés à ce type d'emploi même s'il semble que, pour les édifices de Beauvais et de Rouen, les analyses de provenance ne permettent pas de rattacher l'origine des fers au Pays de Bray (A.-M. Desaulty *et al.*, 2009).

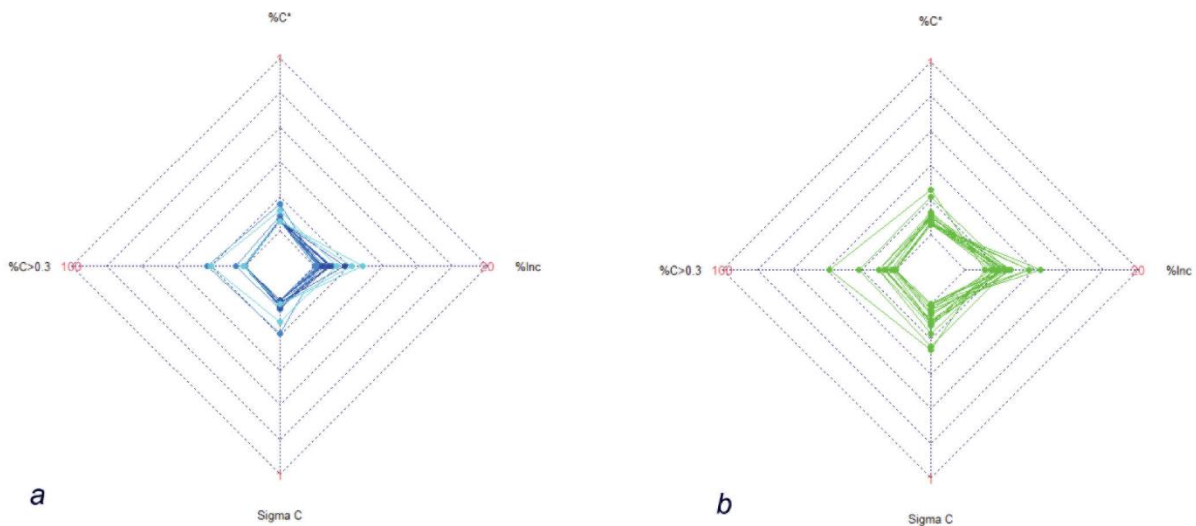


Figure 250 : Comparaison des caractéristiques structurales entre les fers de l'église Saint-Ouen de Rouen, de la cathédrale de Rouen, de la cathédrale de Troyes et de l'église Saint-Etienne d'Auxerre, issus du procédé indirect (a) et les demi-produits de Glinet (b).

Chapitre VI :

Synthèse générale et discussion

Dans cette partie, les résultats obtenus par ce présent travail, confrontés à ceux de la bibliographie, vont être discutés. En premier lieu, la nature des demi-produits sera approchée du point de vue du matériau, considéré de manière neutre, afin de mettre en parallèle l'ensemble des données, sans considération chronologique ou historique. Cette approche permet de considérer l'étendue des valeurs possiblement atteintes pour différents critères permettant de définir la nature du métal, et d'établir des groupes de matériaux. Dans un second temps, à la lumière des corpus de ce présent travail et de la littérature, les considérations abordées du point de vue du matériau sont reliées aux considérations historiques. Ceci permet de commenter quelques points cruciaux de l'historiographie de l'archéométrie du fer en lien avec les demi-produits, à savoir la question du type d'alliage disponible (hétérogénéité fer/acier), la présence de phosphore, l'influence éventuelle des évolutions techniques de la chaîne opératoire et enfin les possibles domaines de destinations fonctionnelles de ces demi-produits.

I. Approche globale du matériau

Afin d'avoir une vision plus globale sur la nature des demi-produits à différentes périodes et pour différents contextes, les données issues de l'analyse du corpus considéré par cette étude (*cf.* chapitres III et V) ont été enrichies par l'apport de données bibliographiques¹⁶².

La période chronologique considérée a été étendue pour prendre en compte les demi-produits forgés et en circulation entre le premier Âge du Fer et le début de l'époque moderne. Pour chacune de ces périodes, la richesse des données n'est pas la même (*cf.* chapitre I). Elle dépend principalement du nombre et de l'avancée des découvertes et du volume d'analyses qui y ont été dédiées. Pour les deux Âges du Fer, les données bibliographiques considérées, qui représentent 124 objets¹⁶³ répartis sur plus de vingt-cinq sites, proviennent majoritairement des analyses menées par Marion Berranger, Sylvain Bauvais et leurs collègues, nous offrant un large corpus de demi-produits représentatifs des différentes formes en circulation pour la période et issus de différents contextes (production, circulation et stockage) en France (S. Bauvais et P. Fluzin, 2006, 2009; M. Berranger, S. Bauvais, et P. Fluzin, 2007; S. Bauvais, 2007; M. Berranger, 2009; M. Berranger et P. Fluzin, 2011, 2012; M. Berranger *et al.*, 2017; S. Bauvais *et al.*, 2017). Pour la période antique, les données comptent 104 objets répartis sur plus de vingt-cinq sites. Aux données issues de notre corpus, ont été ajoutées principalement celles issues de l'analyse des demi-produits menée par Gaspard Pagès depuis ses travaux de thèse jusqu'à aujourd'hui (G. Pagès, L. Schneider, et P. Fluzin, 2005; G. Pagès, 2008, 2010 b; 2010 a, 2014, G. Pagès *et al.*, 2008, 2011; G. Pagès, P. Fluzin, et L. Long, 2011). Ses données permettent de dresser un large panorama des différentes formes et natures des demi-produits en contexte d'utilisation ou de circulation, pour un cadre spatio-temporel similaire à celui de notre étude, c'est-à-dire le bassin Méditerranéen du II^{ème} siècle avant notre ère au VI^{ème} siècle de notre ère (*cf.* chapitre I). Cependant ses études concernent aussi des demi-produits provenant de contextes plus lointains, comme par exemple celui de Vichy (G. Pagès, 2010 a) ou ceux des camps romains de Strebersdorf, en Autriche (G. Pagès *et al.*, 2020). A ceci s'ajoutent également les informations issues de l'analyse de plusieurs sites du Haut-Auxois et notamment du célèbre

¹⁶² L'étude proposée ne peut être exhaustive. Nous avons ici sélectionné uniquement les sites dont le contexte était clairement défini et sur lesquels la présence de demi-produit était avérée. Lorsqu'il s'agissait de chutes de métal potentiellement issues de phases de travail qui n'étaient pas clairement identifiées et qui pouvaient se rapporter au travail d'objets finis, ou à des déchets éloignés de la phase du demi-produit travaillé, les sites n'ont pas été considérés.

¹⁶³ Lorsque nous faisons références aux objets, nous incluons uniquement l'ensemble des demi-produits de la chaîne opératoire de la masse brute à peine compactée aux demi-produits mis en forme, entiers ou sous forme de chutes. Les objets finis ne sont pas considérés car ils dépendent d'autres logiques liés à leur usage.

site d'Alésia, ayant livré quelques demi-produits (M. Mangin, 1981; M. Mangin *et al.*, 2000; R. Pleiner *et al.*, 2003; P. Merluzzo, M. Leroy, et C. Grapin, 2014). Pour la période médiévale et pour la période moderne, la représentativité numérique du corpus est plus faible. Les données relatives à la période médiévale concernent 58 objets mais ne sont issues principalement que du site de Castel-Minier. Celles concernant la période moderne sont encore plus faibles avec 43 objets exclusivement issus du site de Glinet et de Castel-Minier. Aux demi-produits de ces deux sites, ont alors été ajoutées les données acquises sur les fers architecturaux - monuments et cathédrales en France, et édifices religieux mosans - respectivement obtenues principalement par Maxime L'Héritier, Philippe Dillmann et leurs équipes (Disser *et al.*, 2014; L'Héritier, 2007; L'Héritier *et al.*, 2019, 2013, 2007, 2005), mais aussi par Christophe Maggi et Gaspard Pagès (C. Maggi *et al.*, 2012). Ces fers, sous forme de barres ou d'agrafes peu travaillées, en contexte d'utilisation, ne sont pas très élaborés (mécaniquement et thermo-chimiquement), et peuvent donc être considérés comme relativement proches du demi-produit à partir duquel ils sont issus (*cf.* chapitre I). Ainsi, plus de 200 objets répartis sur une quinzaine de monuments architecturaux et couvrant une période s'étendant du XIII^{ème} siècle au XVI^{ème} siècle¹⁶⁴, ont complété cette étude.

La chronologie considérée pour l'ensemble du corpus étant large, les demi-produits sont liés à des périodes qui ont vu les évolutions techniques dans la manière de réduire le fer et de le forger (*cf.* chapitres I et II). Le procédé direct est représenté à hauteur de 77% et le procédé indirect à hauteur de 17%¹⁶⁵. Notons que ce dernier est moins représenté car, d'une part, il couvre une période chronologique plus restreinte (au maximum quatre siècles) que le procédé direct pour notre période d'étude, et d'autre part, rares sont les haut-fourneaux à avoir été fouillés et rare aussi est le matériel qui en est issu à avoir été analysé (Figure 251).

¹⁶⁴ Leurs études s'étendent jusqu'au XIX^{ème} siècle, mais nous avons considéré uniquement les données antérieures au XVI^{ème} siècle afin de correspondre au cadre chronologique de notre étude.

¹⁶⁵ Les 6% restants concernent des renforts de cathédrales pour lesquels le procédé n'a pu être déterminé.

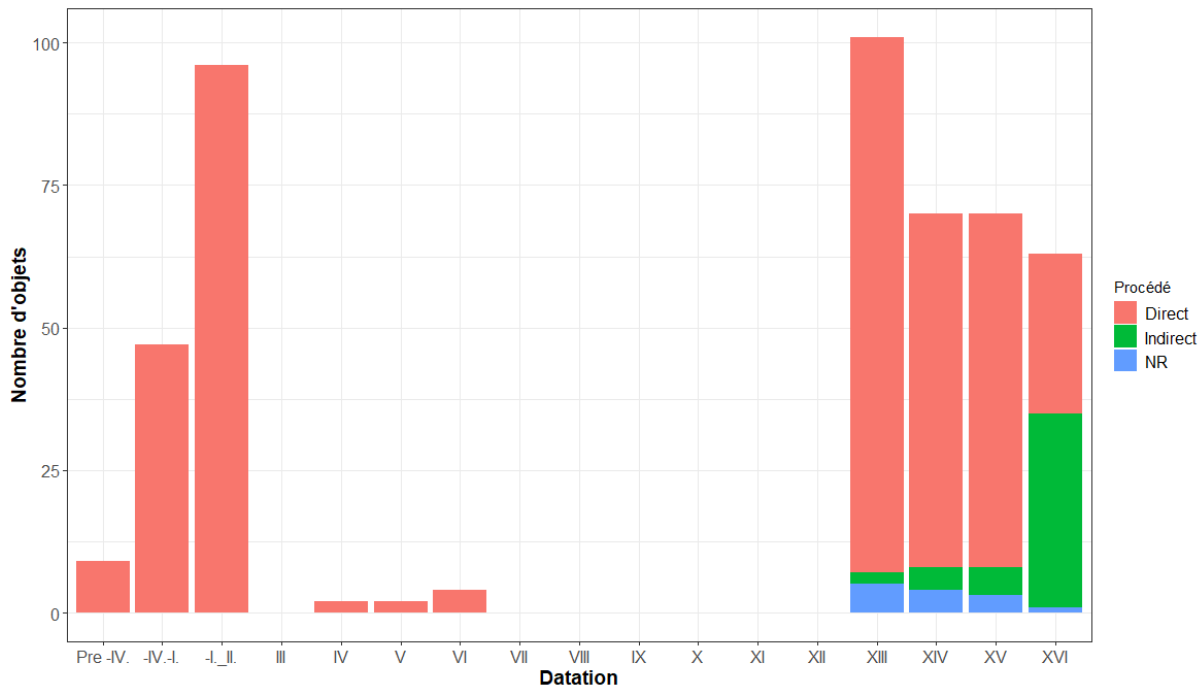


Figure 251 : Distribution des effectifs d'objets analysés métallographiquement (corpus et bibliographie), par période, considérant le procédé de réduction

Les limites géographiques considérées sont principalement celles de la France actuelle mais s'étendent à d'autres aires en Europe comme l'Italie (P. Fluzin, 2006) et peuvent aller jusqu'à l'Estonie¹⁶⁶ (R. Saage et P. Peetsalu, 2018) et l'Autriche¹⁶⁷ (B. Cech, 2014; T. Birch, 2017; G. Pagès *et al.*, 2020). Certaines régions sont mieux représentées car elles sont plus actives d'un point de vue sidérurgique ou parce que le nombre d'études qui y ont été consacrées est plus important. Elles concernent principalement le Bassin Parisien (M. Berranger, S. Bauvais, et P. Fluzin, 2007; S. Bauvais, 2007) mais aussi la Bourgogne, l'Est de la France¹⁶⁸ (M. Leroy et P. Merluzzo, 1998; M. Leroy *et al.*, 2019), le bassin Méditerranéen (G. Pagès, L. Schneider, et P. Fluzin, 2005; G. Pagès, 2008, 2010 b; 2010 a, 2014, G. Pagès *et al.*, 2008, 2011; G. Pagès, P. Fluzin, et L. Long, 2011) ou encore les Alpes du Sud.

De façon générale, comme pour le corpus considéré, les demi-produits proviennent de contextes divers. Il peut s'agir de sites de réduction - aboutissant à une masse brute -, de sites de transformations intermédiaires (relativement rares) -permettant d'aboutir à un demi-produit plus ou moins mis en forme suite à l'épuration de la masse brute – ou encore de forges d'élaboration où les demi-produits sont transformés en objets finis. Selon la période et l'espace géographique considéré, ces activités de réduction et de post-réduction peuvent avoir lieu sur

¹⁶⁶ Pour un site de production entre le XIV^{ème} siècle et le XVII^{ème} siècle.

¹⁶⁷ Ancienne région du Norique.

¹⁶⁸ Etudes menées à Nancy-Jarville et à Belfort-Sévenans

des sites distincts ou au sein d'un même site. Les activités de post-réduction peuvent également être séparées dans l'espace et dans le temps (*cf.* chapitre I). Lorsque la chaîne opératoire est fragmentée dans l'espace, ceci implique la circulation des demi-produits d'un atelier à un autre. C'est pourquoi certains demi-produits sont issus de contexte de circulation. Enfin, surtout pour les deux Âges du Fer, certains demi-produits sont issus de contexte de dépôts ou de sanctuaires. Dans certains cas, les contextes ne sont pas toujours clairement identifiés et il est complexe de savoir si les demi-produits ont été formés sur place ou importés.

Cette fragmentation des activités implique également l'existence de différentes formes de produits, relatives à différents stades de la chaîne opératoire. Sont donc considérés ici les masses brutes de réduction, ou les demi-produits mis en forme, et plus ou moins aboutis. Des matériaux intermédiaires entre la masse brute de réduction et le demi-produit mis en forme ont également été considérés, étant eux aussi amenés à circuler et intégrés au réseau d'échange. Les demi-produits peuvent refléter différentes formes « standardisées » qui peuvent être propres à un site ou à une période (*cf.* chapitre I), comme les bipyramidés pour la Protohistoire (M. Berranger, 2009; M. Berranger *et al.*, 2017; S. Bauvais *et al.*, 2017) ou les barres antiques des Saintes-Maries-de-la-Mer (L. Long, D. Djaoui, et C. Rico, 2005; G. Pagès, 2008). Comme pour notre propre corpus, les données bibliographiques font souvent référence à des chutes¹⁶⁹ de demi-produits, et non systématiquement à des demi-produits entiers.

Enfin, en fonction des études considérées, la nature et la précision des données issues de l'analyse des demi-produits peut varier. Les méthodes et moyens analytiques ayant évolué avec le temps, les paramètres considérés, leur précision et les données accessibles peuvent différer (*cf.* chapitre I). Pour les études les plus anciennes (e.g. Pleiner, 2000; Pleiner *et al.*, 2003), la nature du métal est définie de façon qualitative et descriptive. Pour les études les plus récentes, des données quantitatives sont mesurées mais toutes ne donnent pas le même niveau de précision. Ainsi, lorsque la donnée était présente, nous avons principalement restreint la définition de la nature du métal à deux paramètres principaux, les plus fréquemment mesurés, qui sont le pourcentage surfacique carburé¹⁷⁰ et le pourcentage inclusionnaire (*cf.* chapitre IV). Nous allons donc commencer ce bilan en évaluant, de façon globale et du point de vue du matériau, l'amplitude des valeurs prises par ces deux paramètres pour l'ensemble des demi-produits considérés par l'étude, sans distinction spatio-temporelle, morphologique ou technique. Les résultats obtenus seront ensuite discutés selon différents points, en tenant compte

¹⁶⁹ Nous reviendrons sur la représentativité de ces éléments au cas par cas (*cf. infra*)

¹⁷⁰ Le pourcentage surfacique carburé (%C>0,3) correspond à la surface de l'objet dont la teneur en carbone est supérieure à 0,3%.

de certains paramètres externes pouvant éventuellement avoir une influence sur la nature du métal.

Pour chacun des sites dont il sera question par la suite, une brève présentation sous forme de tableau comportant uniquement les données nécessaires à la compréhension de ce texte peut être trouvée en annexe. Pour plus d'informations, le lecteur pourra se référer aux références citées tout au long du texte.

A. Le pourcentage surfacique carburé

Nos études et celles menées par nos prédécesseurs ont montré la grande variabilité de la nature des alliages produits et en circulation du premier Âge du Fer au début de l'époque moderne (*cf.* chapitres I et V). Afin de traiter la question de la nature des alliages dans les demi-produits, nous considérons le pourcentage surfacique carburé (*cf.* chapitre IV), c'est-à-dire le pourcentage de la surface de l'objet présentant une teneur en carbone supérieure à 0,3% (G. Pagès, 2008, p.201). La représentation de la valeur prise par chacun des échantillons, classée par ordre croissant, montre une distribution uniforme des valeurs (Figure 252). L'ensemble de la gamme des valeurs pouvant être atteintes (0-100%) est représenté, aucun palier ne semble réellement mis en évidence. Ainsi nous avons choisi de conserver les différentes classes¹⁷¹ considérées au chapitre V pour établir des classes d'alliages en fonction de ce paramètre.

¹⁷¹ Considérant le pourcentage surfacique carburé, c'est-à-dire le pourcentage surfacique de l'objet occupé par un acier à plus de 0,3% de carbone, nous considérons comme ferritiques ceux dont ce paramètre est compris entre 0 et 20 %, mixte à dominance ferritique quand il est compris entre 20 et 50%, mixte à dominance aciéré quand il est compris entre 50 et 80% et aciéré quand il excède 80% de la surface (*cf.* chapitre V)

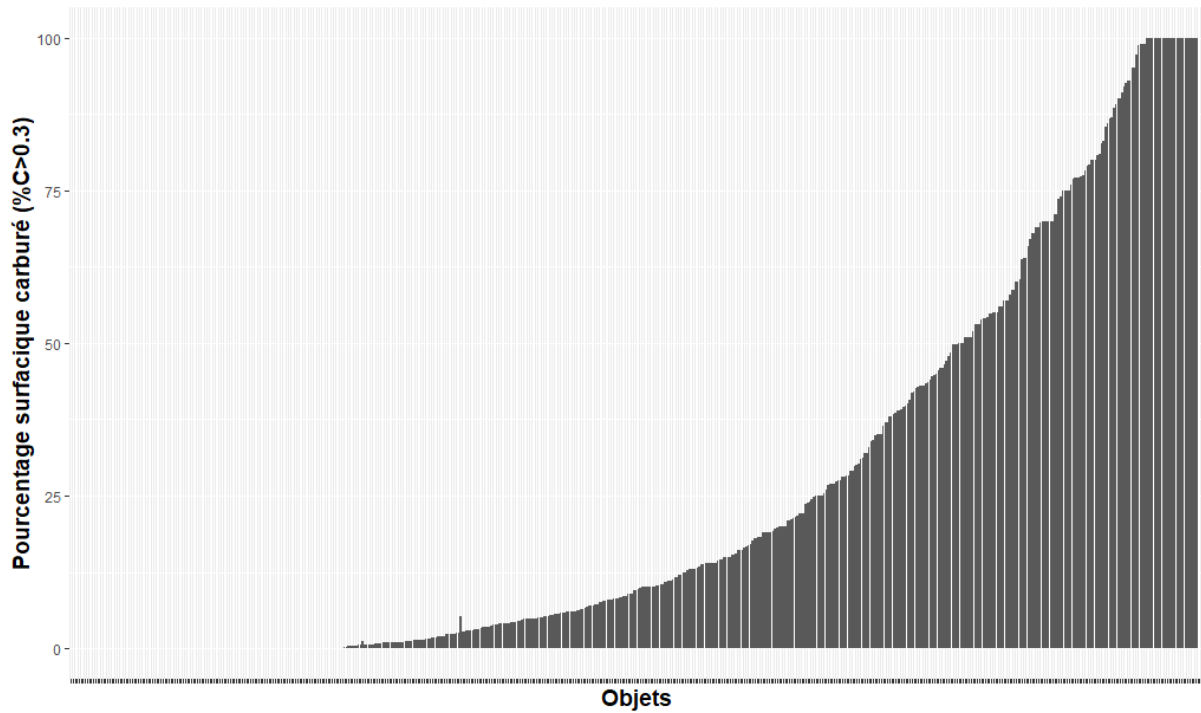


Figure 252 : Distribution des pourcentages surfaciques carburés classés par ordre croissant pour chacun des demi-produits considérés par l'étude, une barre représente un demi-produit.

Partant de ce critère, si l'acier est souvent présent dans les demi-produits, il est généralement accompagné de zone uniquement ferritique pour former un demi-produit hétérogène. Les demi-produits entièrement aciérés ($\%C > 0,3$) sont rares. Ils représentent moins de 10% du corpus total (Figure 253). Une prédominance des échantillons ferritiques ou faiblement carburés est observée. En effet, plus de 60% des demi-produits se composent à plus de 80% de ferrite ou d'acier dont la teneur est inférieure à 0,3% de carbone.

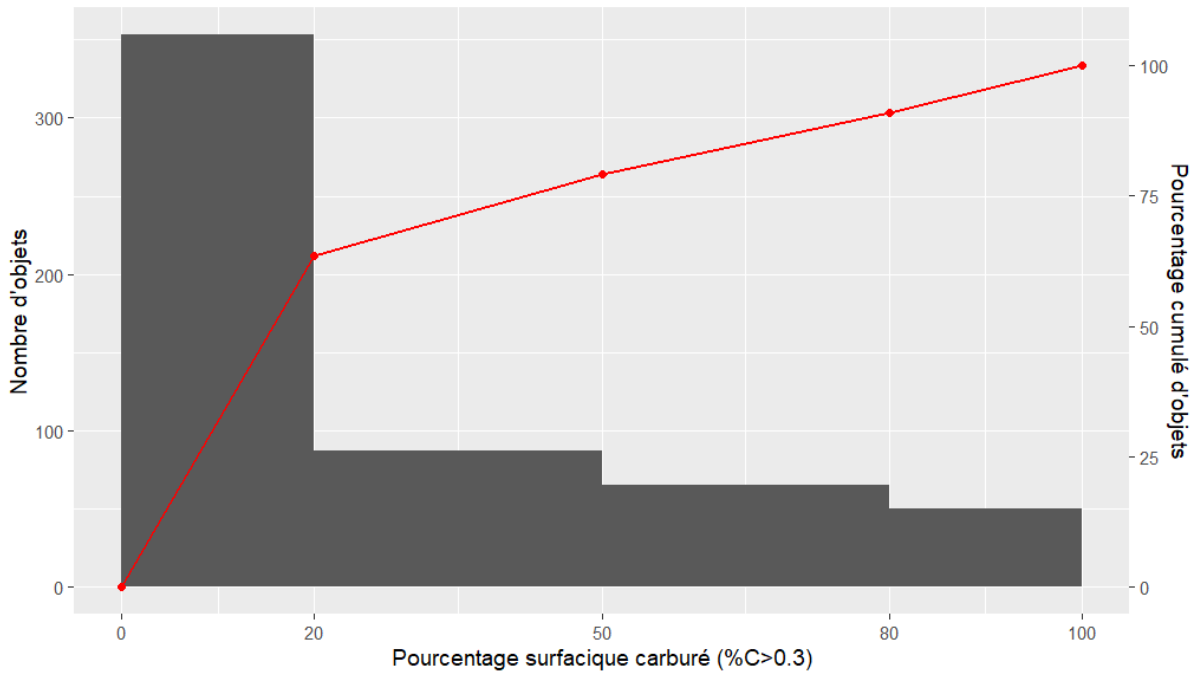


Figure 253 : Distribution du pourcentage surfacique carburé par catégories pour l'ensemble des demi-produits considérés

B. Le pourcentage inclusionnaire

De manière globale, les demi-produits présentent une large amplitude de pourcentage inclusionnaire, des produits les plus épurés pour lesquels celui-ci est inférieur au pourcent, aux produits les moins épurés pour lesquels il peut atteindre 40% (Figure 254). Les demi-produits dont le pourcentage inclusionnaire est inférieur à 5% sont les plus représentés. Environ 75% du corpus entrent dans cette catégorie. Les demi-produits dont le pourcentage inclusionnaire est supérieur à 20% sont plus rares. Les différences observées s'expliquent par le fait que les demi-produits peuvent être issus de différents stades de la chaîne opératoire (*cf. supra*).

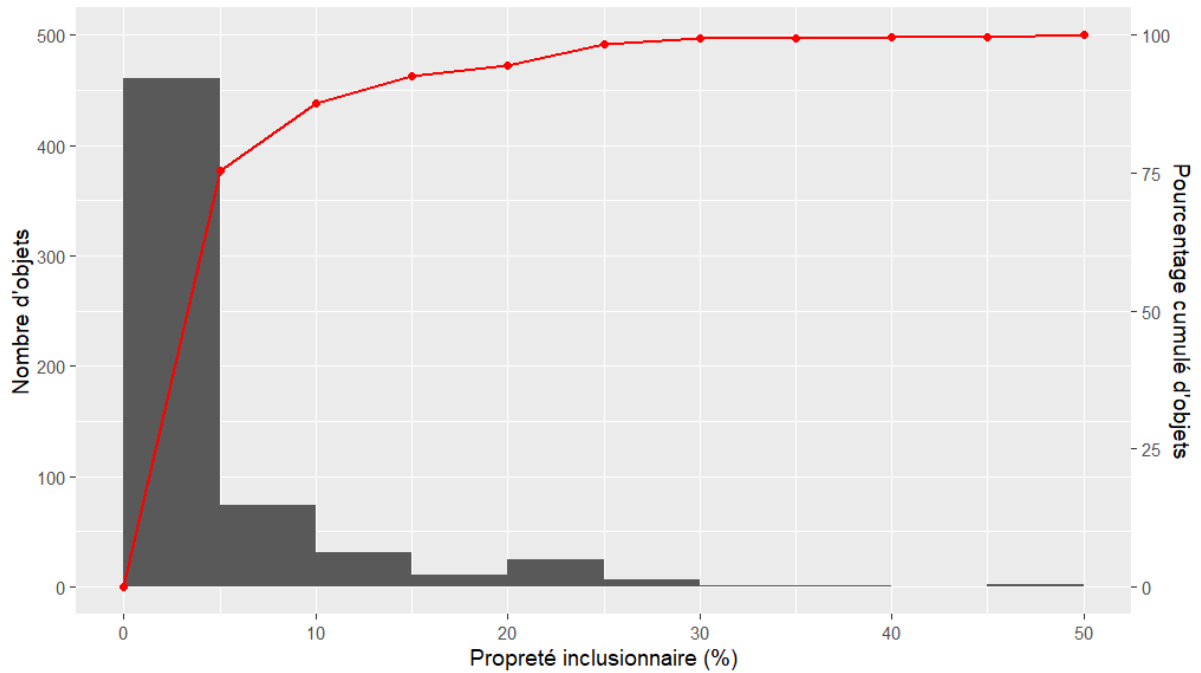


Figure 254 : Distribution des valeurs de propreté inclusionnaire pour l'ensemble des demi-produits considérés.

C. Comportement mécanique

La multiplicité en termes de natures de métal – type d’alliage et propreté inclusionnaire - observées (Figure 255) impliquent des différences en termes de comportement mécanique, qui vont potentiellement orienter la sélection d’un certain type de demi-produits vers un domaine de destination fonctionnelle particulier (*cf. infra* §V).

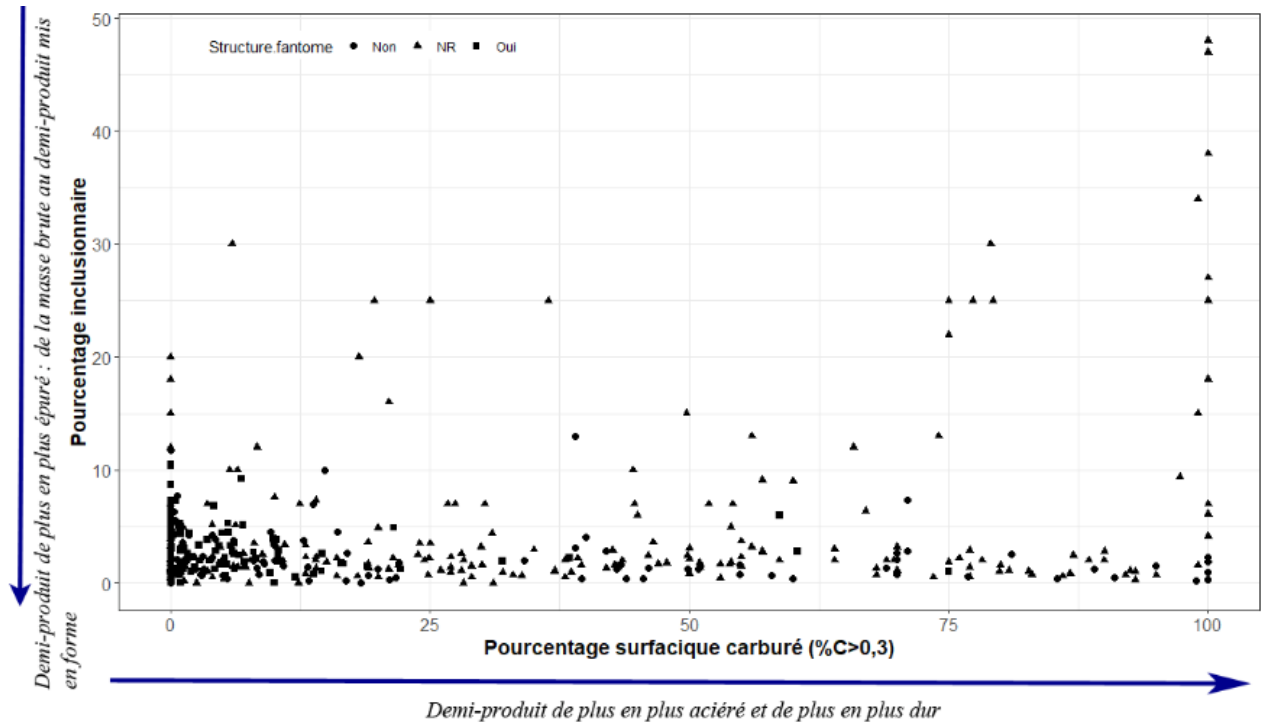


Figure 255 : Eventail des natures de métal des demi-produits considérant le pourcentage surfacique carburé, le pourcentage inclusionnaire et la présence ou l'absence de phosphore.

Si l'on considère les duretés moyennes des matériaux, on remarque que 90% des demi-produits se situent dans la gamme comprise entre 100 et 250 HV, valeurs classiques attendues pour les fers et aciers jusqu'à l'eutectoïde (Figure 256 et Figure 257). Cependant, bien que certains objets soient entièrement ferritiques, aucune dureté moyenne ne se place autour du 80 HV, valeur attendue pour ce type d'alliage. Ces valeurs plus élevées peuvent naturellement s'expliquer pour les objets phosphoreux : le phosphore conférant une dureté supérieure au métal. Toutefois, certains objets non phosphoreux présentent aussi cette particularité (Figure 257). On note, comme attendu, une augmentation des valeurs de dureté corrélée à une augmentation du pourcentage surfacique carburée (Figure 257). Certains demi-produits présentent des valeurs très élevées, pouvant atteindre 500 HV, pouvant s'expliquer par la présence de structures de trempe (Figure 257).

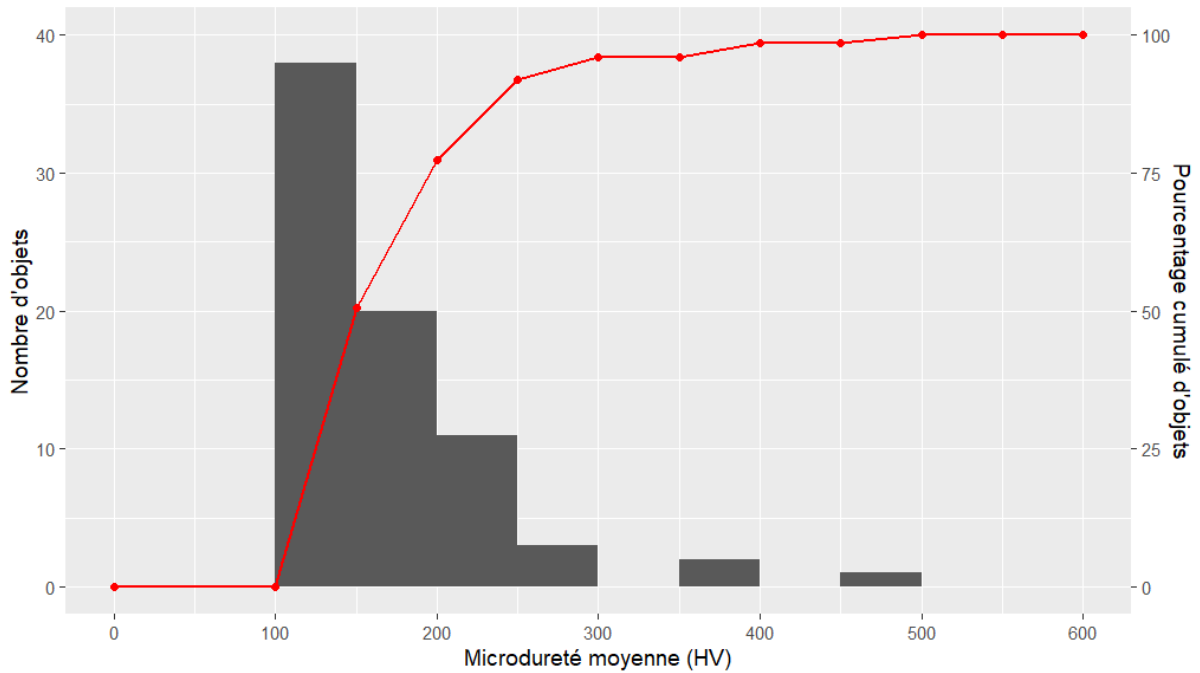


Figure 256 : Distribution des valeurs de microdureté moyenne pour les artefacts de Glinet, Castel-Minier et les artefacts antiques analysés.

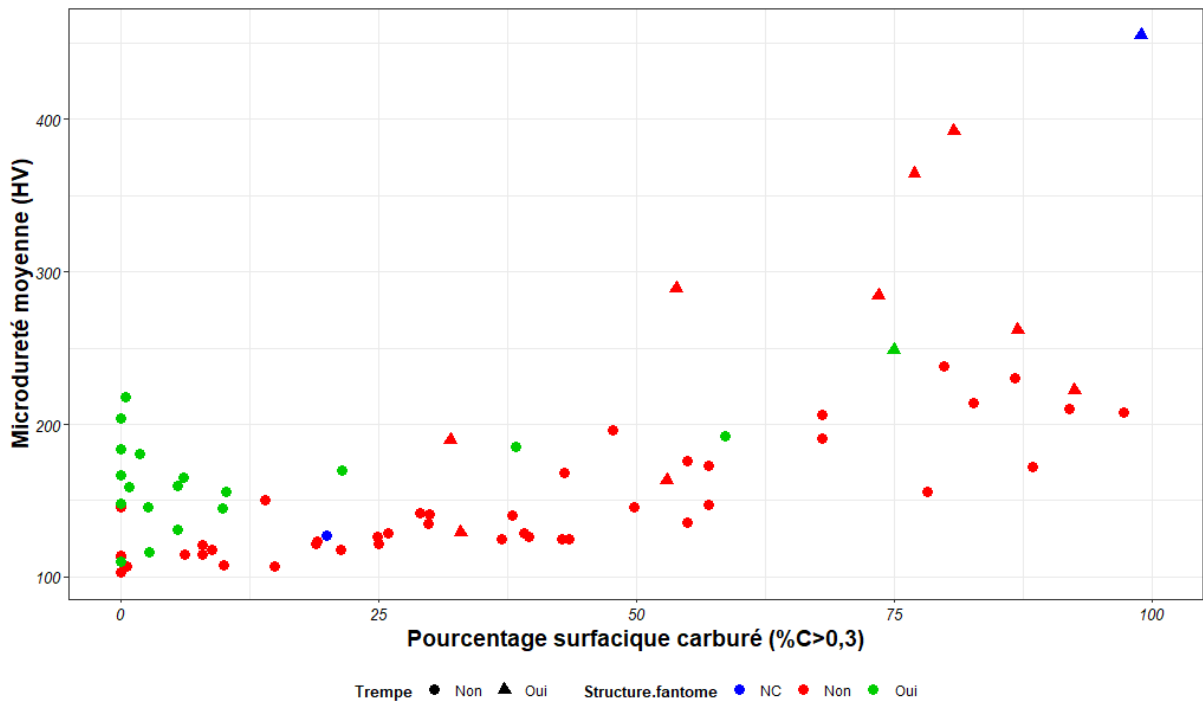


Figure 257 : Relation entre le pourcentage surfacique carburé (%C>0,3) et la microdureté moyenne des demi-produits de ce présent travail considérant la présence de phosphore et de structure de trempé

Si l'on s'intéresse désormais aux résultats obtenus lors d'essais de traction, ceux-ci sont encore jusqu'alors peu fréquemment réalisés sur les demi-produits. Les seuls, mis à part ceux menés sur les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer et exposés dans le présent travail (cf.

chapitre V), sont ceux effectués sur des renforts en fer de monuments architecturaux¹⁷² (C. Calderini, P. Piccardo, et R. Vecchiattini, 2019; M. L’Héritier, I. Guillot, et P. Dillmann, 2019). La première étude (C. Calderini, P. Piccardo, et R. Vecchiattini, 2019) traite du comportement mécanique, en lien avec leur microstructure, de quatorze éprouvettes, issus des tirants d’anciens monuments historiques en Italie du Nord pour les régions de Vénétie, de Ligurie et du Piedmont, et datés du XVI^{ème} au XIX^{ème} siècle¹⁷³. Les objectifs de la seconde étude (L’Héritier *et al.*, 2019) sont similaires mais s’appuient sur l’analyse de quarante-six échantillons, datés du XIII^{ème} au XVIII^{ème} siècle et issus de quatre monuments architecturaux en France, le donjon du château de Vincennes, le Palais des Papes d’Avignon et les églises Saint-Sulpice et Saint-Gervais à Paris. Pour ces deux études, les essais sont réalisés à température ambiante et la vitesse de déformation est de $1,3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, tandis qu’elle est deux fois plus importante pour notre étude concernant les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer. Cependant, bien que ce paramètre ait une influence sur les courbes de traction, ces vitesses sont du même ordre de grandeur pour les trois études et les résultats peuvent donc être comparés.

On remarque que pour les trois études, les résultats diffèrent. En fonction des sites, ou pour un même site, les comportements mécaniques sont très différents (Figure 258 et Figure 259). De plus, certaines éprouvettes ont pu être extraites d’un même renfort, ou d’une même barre et montrent un comportement distinct, pointant l’hétérogénéité intrinsèque du matériau pour une même section.

¹⁷² Une autre étude s’est intéressé au comportement mécanique de ces produits, mais à partir de reconstitutions expérimentales de barres de fer (Á. Thiele et J. Hošek, 2015).

¹⁷³ Notons que la chronologie de ces éléments dépasse le cadre de notre étude, mais considérant le peu de données disponibles sur le comportement mécanique des fers anciens via les essais de traction uniaxiale, nous avons choisi de les intégrer à notre étude.

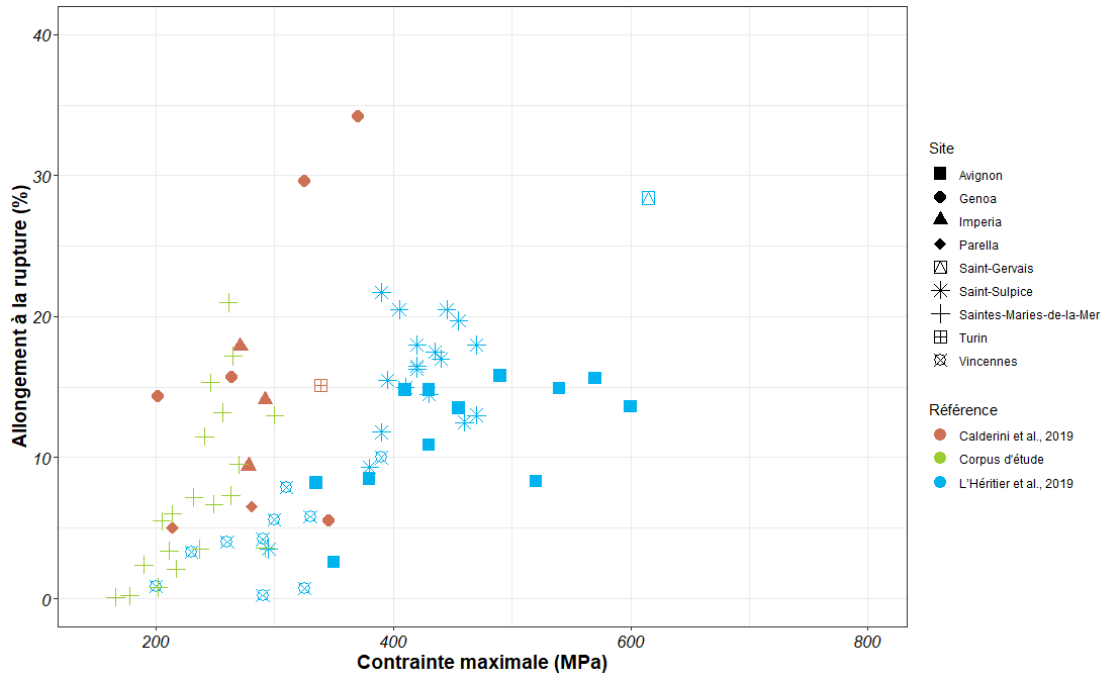


Figure 258 : Comparaison des différents résultats obtenus pour les essais de traction uniaxiale concernant la contrainte maximale et l'allongement à la rupture.

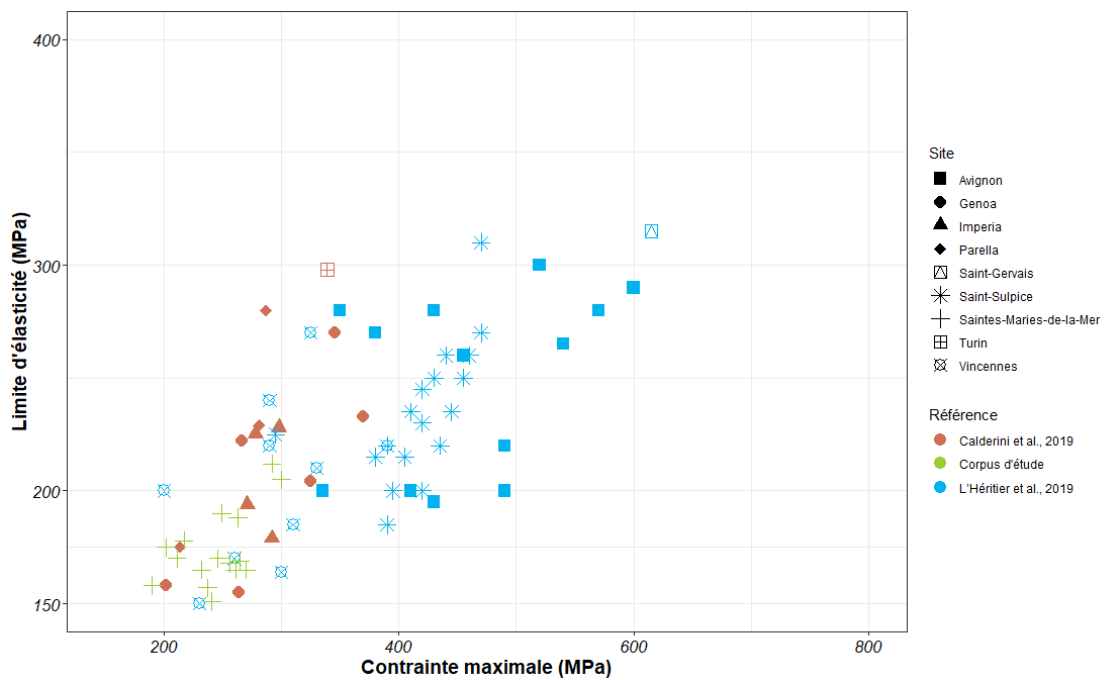


Figure 259 : Comparaison des différents résultats obtenus pour les essais de traction uniaxiale concernant la contrainte maximale et la limite conventionnelle d'élasticité.

Les modules d'Young¹⁷⁴ obtenus sont, en moyenne, tous situés autour de 200 GPa, à l'exception des fers du donjon de Vincennes qui présentent une valeur moyenne plus élevée de 247 GPa et ceux de Parella qui présentent une valeur moyenne plus faible de 147 GPa (Tableau

¹⁷⁴ L'ensemble des paramètres sont décrits au Chapitre IV.

71). Les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer présentent des valeurs d'allongement à la rupture comparables à celles observées pour les fers des monuments architecturaux en France mais des contraintes maximales à la rupture en moyenne plus faibles. Ces dernières restent cependant comparables aux valeurs des fers architecturaux italiens ou à celles du donjon de Vincennes.

Tableau 71 : Tableau récapitulatif des valeurs moyennes obtenues pour le module d'Young (E), la limite élastique ($Re_{0,2\%}$), la contrainte maximale (R_m) et l'allongement à la rupture ($A\%$) pour chacun des sites considérés.

	E (GPa)	Re 0,2% (MPa)	Rm (MPa)	A%	Référence
<i>Imperia - Liguria</i>	190 ($\sigma = 39$)	199 ($\sigma = 23$)	280 ($\sigma = 10$)	13,8 ($\sigma = 4,2$)	Calderini <i>et al.</i> , 2019
<i>Genoa- Liguria</i>	193 ($\sigma = 64$)	198 ($\sigma = 38$)	299 ($\sigma = 87$)	26 ($\sigma = 10$)	
<i>Parella-Piedmont</i>	147 ($\sigma = 25$)	202 ($\sigma = 38$)	248 ($\sigma = 47$)	6 ($\sigma = 1,1$)	
<i>Turin-Piedmont</i>	191	298	339	15	
<i>Palais des Papes</i>	207 ($\sigma = 14$)	250 ($\sigma = 40$)	460 ($\sigma = 80$)	12 ($\sigma = 4$)	L'Héritier <i>et al.</i> , 2019
<i>Eglise Saint-Sulpice</i>	205 ($\sigma = 15$)	235 ($\sigma = 30$)	420 ($\sigma = 40$)	16 ($\sigma = 5$)	
<i>Eglise Saint-Gervais</i>	213 ($\sigma = 13$)	250 ($\sigma = 37$)	615	28	
<i>Donjon du château de Vincennes</i>	247 ($\sigma = 27$)	200 ($\sigma = 40$)	300 ($\sigma = 50$)		
<i>Saintes-Maries-de-la-Mer</i>	208 ($\sigma = 34$)	169 ($\sigma = 22$)	230 ($\sigma = 41$)	7,1 ($\sigma = 6$)	Corpus d'étude (cf. chapitre V)

Les faciès de rupture des éprouvettes *post-mortem* ont été étudiées. Leur nature est hétérogène, reflétant la diversité des comportements mécaniques précédemment mis en évidence. S'ils traduisent le plus souvent un comportement ductile, caractérisés par la présence de cupules au fond desquelles se trouvent des inclusions, certains faciès retranscrivent une rupture de type fragile, caractérisés par des ruptures de type transgranulaire par clivage. Ceci a pu être observé pour des matériaux phosphoreux comme pour le palais des Papes d'Avignon. Pour ces matériaux, lorsque le phosphore n'était pas uniformément réparti dans la matrice, des ruptures mixtes de type fragile et ductile ont aussi été observées. La rupture fragile peut aussi être intergranulaire (M. L'Héritier, I. Guillot, et P. Dillmann, 2019, p.9).

Les trois études concluent sur une diversité des propriétés mécaniques pouvant s'expliquer par le caractère hétérogène, en termes de nature, des matériaux. La combinaison de multiples paramètres (type d'alliage, taille et distribution des inclusions) détermine le comportement mécanique général du matériau, ce dernier étant dicté par le paramètre le plus

faible de l'éprouvette. Dans certains cas, les inclusions pourraient jouer le rôle d'amorceur de rupture. Dans le cadre de l'étude de Calderini *et al* (C. Calderini, P. Piccardo, et R. Vecchiattini, 2019, p.425), les auteurs proposent de considérer le matériau de ces renforts comme un matériau composite constitué d'une matrice métallique, organisée sous forme de bandes de différentes natures aux propriétés mécaniques différentes connectées entre elles par des fibres d'inclusions fragiles. Chacune des bandes se définit par la taille de ces grains, la distribution et la teneur en carbone et phosphore. Les inclusions sont présentes au bord de ces bandes et non en leur sein. Le comportement mécanique de la barre sera donc dicté majoritairement par le comportement mécanique de chacune des bandes de métal et par la proportion d'inclusions les reliant.

Cependant, toutes les études concluent sur la difficulté à lier le comportement mécanique du métal à sa microstructure considérant le nombre important de paramètres en jeu.

Pour tous les fers anciens analysés, les valeurs des modules d'Young sont comparables à ceux obtenus pour les fers contemporains (autour de 200 GPa). En revanche, en remplaçant les résultats obtenus pour les fers et aciers archéologiques sur la courbe d'Ashby, représentant l'allongement à la traction en fonction de la contrainte maximale à la rupture, les valeurs mesurées pour les fers anciens sont toutes inférieures à celles obtenues pour les fers ou aciers contemporains (Figure 260). Pour les aciers anciens, la contrainte maximale est généralement inférieure à 600 MPa et l'allongement à la rupture inférieur à 20%. Ces fers sont globalement aussi durs que les acier duals mais aussi fragiles que les aciers trempés. Ces fers devaient donc être employés, dans le domaine élastique, à des contraintes inférieures à 150 MPa pour ne pas se briser, soit des contraintes bien inférieures à celles potentiellement employées pour les fers contemporains.

Dans certains cas, le comportement des fers anciens peut se rapprocher de certains matériaux contemporains. C'est le cas par exemple d'une des éprouvettes issues d'un tirant de l'église Saint-Gervais à Paris. Elle possède les propriétés mécaniques les plus élevées de l'ensemble des fers considérés avec un allongement à la rupture de 28% et une contrainte maximale de 615 MPa (Figure 260). Son comportement est proche de celui des aciers duals ou des aciers TRIP, composés de ferrite et de martensite, pour un taux de carbone moyen généralement inférieur à 0,4%_{mass}. Certaines éprouvettes issues d'un bâtiment de Gênes présentent également un allongement à la rupture supérieur à celui observé pour les autres fers anciens. Elles présentent un comportement similaire à celui des aciers durcis par recuit.

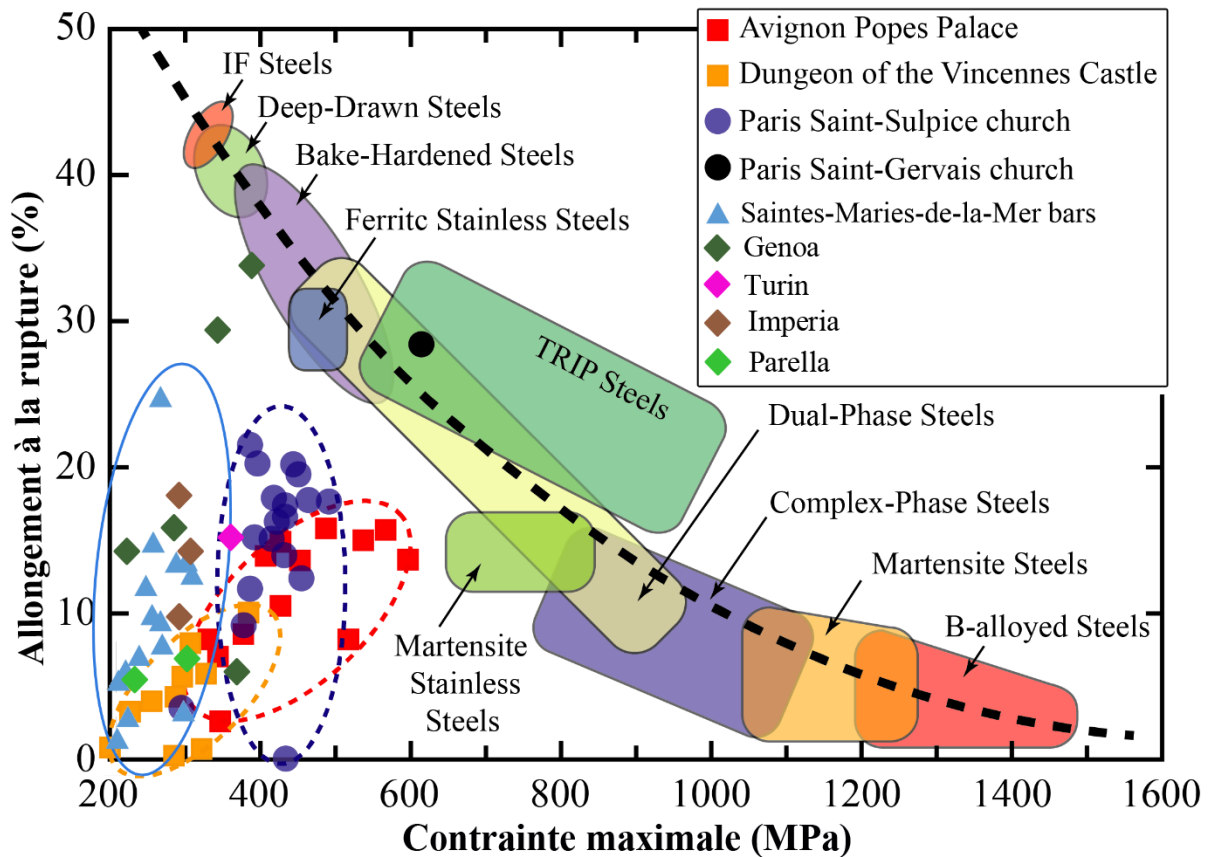


Figure 260 : Positionnement des valeurs de contrainte maximale à la rupture et d'allongement à la traction pour les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer et des renforts en fer de monuments remplacés sur la courbe d'Ashby, d'après (M. L'Héritier, I. Guillot, et P. Dillmann, 2019) ;

M.L'Héritier *et al.*, (M. L'Héritier, I. Guillot, et P. Dillmann, 2019, p.11) ont souhaité comparer les propriétés mécaniques des renforts de cathédrales, à d'autres matériaux, comme le bois, ayant pu concurrencer le fer pour ces applications. Le bois présente une contrainte maximale à la rupture plus faible (100 MPa pour le chêne) que celle du fer ou des aciers. Des essais réalisés sur des éprouvettes en eucalyptus extraites de la charpente du toit d'un bâtiment daté du XIX^{ème} siècle, à Felgueiras au Portugal montrent une contrainte maximale à la rupture de 65 MPa en moyenne (P. Raposo C *et al.*, 2017, p.1100). Toutefois, les auteurs précisent que malgré cette différence de contrainte maximale, l'emploi de piliers en bois de sections plus importantes que celles couramment employées pour le fer, leur confère une résistance supérieure (M. L'Héritier, I. Guillot, et P. Dillmann, 2019, p.11). A titre de comparaison, des essais de traction réalisés sur des éprouvettes en bronze contemporain montre en moyenne, une contrainte maximale à la rupture de 224 MPa, ainsi similaire aux fers et aciers anciens (S. Kattel *et al.*, 2020, p.7)

L'approche menée du point de vue du matériau, sur les demi-produits, toutes périodes confondues, montre la grande diversité de leur nature. Considérant le pourcentage surfacique carburé, tout le spectre des fers et des aciers est représenté mais les demi-produits faiblement carburés restent très majoritaires. L'acier semble donc être un matériau relativement rare et spécifique, qui sera discuté dans le paragraphe suivant. Des demi-produits plus ou moins épurés étaient produits et en circulation : des masses brutes les moins épurées à des demi-produits mis en forme et très bien épurés, quasiment exempts d'inclusions. Ces différents matériaux possèdent des propriétés mécaniques spécifiques, difficilement prévisibles en raison de la multiplicité des facteurs à considérer, mais dont le comportement mécanique est toujours inférieur à celui des aciers contemporains.

II. La question de l'acier

Cette première partie sera consacrée à l'acier. Son étude est pertinente puisqu'il s'agit d'un produit que l'on retrouve à toutes les périodes, mais toujours de façon minoritaire par rapport à l'ensemble du corpus considéré (Figure 261). Il est donc un produit spécifique et rare bien que fortement valorisé dans les textes depuis la plus haute Antiquité.

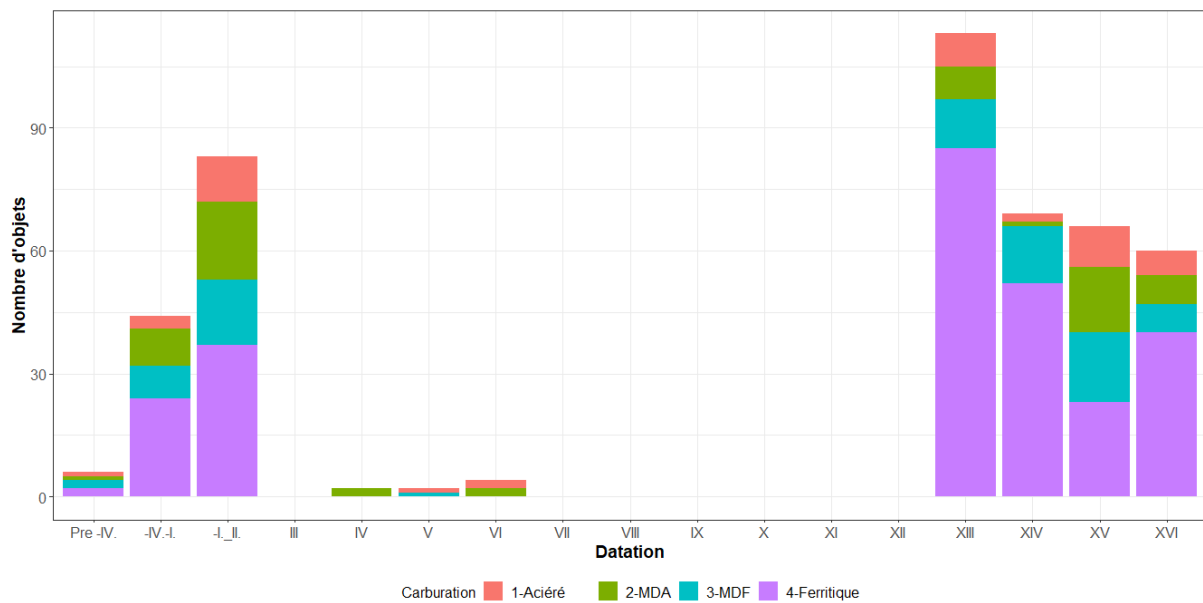


Figure 261 : Distribution des effectifs d'objets analysés métallographiquement (corpus et bibliographie), par période, considérant le pourcentage surfacique carburé (%C>0,3). Aciéré >80%, Mixte à dominance aciéré (MDA) >50%, Mixte à dominance ferritique (MDF) >20% et Ferritique <20%.

A. Origine de l'acier dans les demi-produits

La présence d'acier dans les demi-produits peut s'expliquer par deux raisons principales. D'une part, elle peut être inhérente à la présence initiale bien qu'hétérogène – ou pas - de carbone dans la masse brute à partir de laquelle le demi-produit a été formé¹⁷⁵. On sait, en effet, qu'en fonction des conditions dans le bas fourneau, une partie du carbone du charbon de bois peut diffuser au sein du métal pendant l'opération de réduction (*cf.* chapitre I). D'autre part, l'origine du carbone dans le métal peut être due à une opération de cémentation qui consiste à diffuser le carbone d'un ciment (corne par exemple) placé au contact du métal à haute température pendant plusieurs heures (*cf.* chapitre I). Si on conçoit davantage que cette opération soit menée sur des objets finis (comme pour les pointerolles par exemple, *cf.* chapitre V), certains demi-produits pourraient porter la trace d'une diffusion du carbone au sein du métal à partir des surfaces externes, ce qui pourrait révéler une cémentation.

Sur l'ensemble des demi-produits inventoriés, toutes périodes confondues, cette trace a cependant rarement été détectée. Sa présence a été suspectée dès lors qu'un gradient de carbone croissant courait de la surface externe au cœur de l'objet. Si ce gradient est détecté, on peut s'interroger sur le caractère volontaire de cette cémentation¹⁷⁶. En effet, ce travail est long et fastidieux (*cf.* chapitre I) et les demi-produits sont amenés à être mis en forme plus en avant et donc à subir de nouveaux cycles de chauffe et de martelage qui peuvent annuler cette carburation de surface. Le caractère volontaire de ce processus a été démontré sur un seul type de demi-produit, les barres à douilles BAD1, issues de la fin du second Âge du Fer (*cf.* chapitre I). Vingt-huit barres provenant de neuf sites de forge ou sanctuaires du bassin parisien ont été étudiées métallographiquement (M. Berranger, S. Bauvais, et P. Fluzin, 2007). Lorsque l'acier n'était pas déjà présent du fait de l'hétérogénéité de la masse brute, les barres ont été systématiquement cémentées. Ce systématisme retranscrit donc une action délibérée de la part du forgeron, et fait de la présence d'acier en périphérie de la barre un critère requis pour ce type de demi-produit. Ce processus de cémentation se justifie, selon Berranger *et al.* (M. Berranger, S. Bauvais, et P. Fluzin, 2007, p.10), par le fait que la localisation périphérique de l'acier permet de souder plus aisément entre elles plusieurs barres. En effet, les soudures acier-acier sont plus

¹⁷⁵ Nous considérons ici les demi-produits obtenus par déformation d'une unique masse brute sur elle-même. Dans certains cas, les demi-produits sont obtenus par soudure de plusieurs morceaux métalliques et dans ce cas, la nature de chacun de ces fragments doit être considérée individuellement. Chacun pouvant refléter l'hétérogénéité de la masse brute dont il est issu ou avoir été cémenté. Nous reviendrons sur la question des soudures au moment d'aborder les domaines de destination fonctionnelle des demi-produits (*cf. infra §V.*).

¹⁷⁶ Pour rappel, on ne considère ici que les demi-produits, les objets finis ne sont pas inclus dans cette réflexion.

simples à réaliser que les soudures ferrite- acier ou ferrite-ferrite, car le palier de soudabilité est atteint plus rapidement. Pour certains demi-produits médiévaux, comme le site de Castel-Minier par exemple, des structures plus carburées ont parfois été observées en périphérie (*cf.* chapitre V). Cette spécificité n'est ni systématique ni caractéristique d'une période d'occupation du site ou d'un type de demi-produit. De plus, ces structures peuvent également être présentes au cœur de l'objet. Enfin, dans certains cas, le processus inverse semble opérer et le matériau est décarburé en périphérie. Si la cémentation volontaire n'est pas à exclure (l'utilité sur ce type de demi-produit reste à expliquer), cette carburation périphérique semble plutôt résulter de l'hétérogénéité de la masse brute et dans une moindre mesure d'une cémentation accidentelle due aux conditions dans le foyer de forge (*cf.* chapitre V).

Si la présence d'acier dans le demi-produit est donc, dans la majorité des cas, un héritage direct de la masse brute de réduction qui en est à l'origine, il convient alors de s'interroger sur la nature des produits de la réduction pour connaître le type d'alliages dont disposaient les forgerons pour l'élaboration des demi-produits. Quelques masses brutes ont été découvertes et analysées, provenant de sites de réduction, de sites de transformations intermédiaires ou de forge d'élaboration, ou de contexte de circulation mais elles sont rares et le plus souvent fragmentaires. Elles concernent principalement les deux Âges du Fer et l'Antiquité. La majorité des masses brutes observées sont hétérogènes en composition. Mais, en se basant sur le pourcentage surfacique carburé, trois groupes principaux peuvent être distingués. Ces masses peuvent être entièrement ou majoritairement aciérées. Il est alors fréquent que de l'acier eutectoïde, hypereutectoïde et parfois même de la fonte soient rencontrées. Les aciers sont parfois trempés. Les masses brutes ou fragments de masses brutes, sommairement compactées, étudiées pour les Saintes-Maries-de-la-Mer pour le I^{er} siècle avant notre ère (*cf.* chapitre V), ou les *gromps* des camps romains de Strebersdorf en Autriche au I^{er} siècle avant notre ère (G. Pagès *et al.*, 2020 et *cf. infra*), les fragments de masses brutes de la forge de la Madeleine II (Hérault) pour le IV^{ème} – V^{ème} siècle, de l'établissement perché tardo-antique du Roc de Pampelune (Hérault) pour le VI^{ème} siècle (G. Pagès, 2008, p.244) ou ceux de Castel-Minier au XV^{ème} siècle et au XVI^{ème} siècle (*cf.* chapitre V), en sont des exemples. Ce type de masses brutes a également été observé sur *l'oppidum* d'Entremont (Bouches-du-Rhône) au I^{er} siècle avant notre ère (M. Berranger et P. Fluzin, 2007) ou en Hongrie (*split bloom*¹⁷⁷), pour le V^{ème} siècle de notre ère (J. Gömöri, 1981; H. Zoltan, 1961). Pour ces derniers cas, la masse est plus hétérogène, alliant ferrite et acier mais l'acier prédomine. Au contraire, certaines masses sont

¹⁷⁷ Les *split bloom* sont des masses brutes fendues (*cf. infra* §II.E)

majoritairement ferritiques. Pour ces cas, des structures plus aciérées peuvent être observées mais elles occupent une partie minoritaire de la surface, et se situent principalement, près des porosités ou des inclusions de charbon de bois ou en périphérie de la masse. C'est le cas par exemple à Piani d'Erna, en Italie, où, pour les deux masses brutes analysées (210 avant notre ère et 60 de notre ère), la ferrite occupe plus de 90% de la surface (P. Fluzin, 2006), sur l'*oppidum* d'Entremont (M. Berranger et P. Fluzin, 2007), où une des deux masses découverte est ferritique à plus de 70%, ou encore sur le camp gallo-romain de la Bure (Saint-Dié, Vosges), en activité de 70/60 avant notre ère à 352 de notre ère où une masse entièrement ferritique a été découverte (G. Tronquart, 1986). Il en est de même pour le bloc ovale de 2 kg, encore proche du stade primaire de réduction et peu travaillé, découvert sur les ateliers sidérurgiques médiévaux de Saint-Dizier (Haute-Marne) (M. Leroy et P. Merluzzo, 1998). Enfin, dans d'autres cas, on note la présence de masses hétérogènes, composées à la fois de ferrite et d'acier en proportion presque équivalente. C'est le cas par exemple sur l'*oppidum* de Mimet (Bouches-du-Rhône), la tête d'Ost, contemporain de l'*oppidum* d'Entremont (M. Berranger et P. Fluzin, 2007).

Ainsi, la présence d'acier dans un demi-produit peut s'expliquer par la présence d'acier dans les masses brutes. Ces masses comportent de l'acier de façon exclusive ou mêlé à la ferrite. Un demi-produit entièrement aciéré peut être issu de la mise en forme d'une masse entièrement aciérée ou encore de la fragmentation d'une masse hétérogène, visant à isoler chaque nature de métal pour fournir un produit homogène. L'existence de petits fragments de masses brutes homogènes sur certains sites pourrait illustrer cette pratique.

B. L'acier sur les sites de production

La diversité des masses brutes observées incite à se demander si certains sites (ou certaines régions), où des activités de réduction sont attestées, sont davantage enclins à produire une nature de métal spécifique et notamment de l'acier ou si la nature de la production est variable sur chacun des sites. Claude Forrières dans l'introduction du livre « La sidérurgie ancienne dans l'Est de la France dans son contexte européen », écrit que « l'observation structurale de divers produits intermédiaires entre le métal brut de réduction et l'objet suggère l'idée d'une filière acier et d'une filière fer relativement indépendantes » (C. Forrières, 1994). Ceci supposerait l'existence d'un lien entre nature de la production et lieu de la réduction. Afin de traiter cette problématique, nous nous sommes intéressés ici uniquement aux masses brutes

retrouvées sur les sites de réduction et à celles pour lesquelles l'origine du métal a pu être rattachée à une région spécifique ou à l'emploi d'un minerai spécifique.

Sur certains des sites de réduction, la présence de masses brutes ou de fragments de masses brutes tous entièrement aciérés ($\%C > 0,3$) et de teneur en carbone très importante pouvant parfois atteindre celle des aciers hypereutectoïdes et de la fonte, suggère l'existence d'une production tournée vers l'acier. C'est le cas, par exemple, sur le site de Castel-Minier, où le fragment de masse brute daté du XV^{ème} siècle et les *gromps* du XVI^{ème} siècle analysés par Ivan Stepanov, sont tous très aciérés. Les taux de carbone moyen dépassent 0,7 %, à l'exception d'un seul *gromps* qui est ferritique (*cf.* chapitre V), et peuvent atteindre 2 %. De plus, sur ce site où l'ensemble de la chaîne opératoire est représenté, la moitié des demi-produits analysés sont majoritairement aciérés (*cf.* chapitre V et *infra*). Ainsi, par l'observation de la nature des masses brutes résiduelles sur le site et de celle des demi-produits, nous pouvons conclure que Castel-Minier est un site producteur d'acier bien que l'acier ne soit pas exclusivement produit. Ces masses très carburées ont également été observées en Autriche, dans un espace correspondant à l'ancien Norique, ancienne province de l'Empire romain. Sur le site de Semlach/Eisner en Autriche, où les activités de réduction du minerai de fer et de forge sont attestées dès le I^{er} siècle avant notre ère et perdurent jusqu'au début de la seconde moitié du IV^{ème} de notre ère, des fragments de masses brutes ou des *gromps* ont été découverts et analysés (T. Birch, 2017). Tous correspondent à des aciers très fortement carburés. A partir des quinze fragments analysés, trois groupes principaux ont été identifiés : ceux formés d'aciers hypereutectoïdes (6/15) et dont la teneur en carbone est située autour de 1,5%, ceux en fonte blanche (4/15) composés principalement de lédéburite et de quelques zones perlitiques, et ceux en fonte grise (2/15) dont la teneur en carbone est comprise entre 2,5 et 3,5%. Sur le site de Magdalensberg (Autriche), les *gromps* et les fragments de masses brutes sont des aciers très carburés (H. Straube, 1996, p.97-110). Avant de poursuivre notre discussion, il faut toutefois questionner ici la représentativité des éléments retrouvés sur ces sites puisqu'il s'agit de fragments et qu'aucun demi-produit n'a été découvert pour renseigner davantage sur la nature de la production. Dans quelle mesure sont-ils représentatifs de la nature du métal produite sur le site ? Etant des fragments très carburés et donc très fragiles, ils pourraient correspondre à une part d'une masse plus hétérogène, s'étant brisée au moment de l'épuration. En ce sens, ils ne peuvent renseigner sur la nature de la masse brute dans son ensemble, ni sur le caractère prédominant de la production mais leur présence indique tout de même que sur le site, de l'acier très fortement carburé a été produit. De plus, étant restés sur place en tant que déchets, et n'ayant

pas été transformés, sont-ils représentatifs de la production qui était employée sur les sites de transformations ou sont-ils des déchets rejetés suite à une fragmentation et un tri de la matière ? Généralement, les fragments d'acier très carburés ou de fonte sont considérés comme des déchets. On remarque souvent que le martelage a débuté puis s'est interrompu, les zones les plus aciérées étant les moins martelées. La nature du métal peut donc être la cause de son abandon. A Semlach, d'après Birch *et al.*, l'hétérogénéité des teneurs en carbone dans les masses montre une production non régulière et une mauvaise maîtrise de la conduite de la réduction. Pour les auteurs, les fragments retrouvés pourraient donc être des rejets de production (T. Birch, 2017). Toutefois, d'autres arguments tendent à prouver le contraire. Certains fragments de même type, découverts sur les sites de transformation, montrent au contraire une compaction poussée qui prouve que ces éléments ne sont pas systématiquement abandonnés à cause de leur teneur élevée en carbone, auquel cas leur rejet se serait effectué plus en amont et non pas après un travail avancé de densification. Une autre raison qui incite à penser que ces fragments ne sont pas forcément des rejets et qu'ils peuvent être représentatifs de la production est qu'ils ont été trouvés en contexte de circulation. Sur les camps romains de Strebersdorf, en activité entre 10 et 50 avant notre ère, des *gromps* d'acier très carburés et de fonte, d'origine extra-locale, ont été découverts avec des demi-produits mis en forme, eux aussi très carburés (G. Pagès *et al.*, 2020). Même si une activité de réduction ponctuelle est attestée sur le site, l'analyse inclusionnaire de ces artefacts montre qu'ils n'ont pas été produits sur place, et proviennent tous d'origines différentes. Ils ne sont pas non plus issus d'une activité d'épuration menée sur le site, car les indices de ce type d'activité sont inexistantes. D'après les auteurs, ces fragments seraient donc en circulation, les camps romains de Strebersdorf seraient des relais dans le commerce du fer. Cette hypothèse est d'autant plus recevable que le site est stratégiquement situé à proximité de la route de l'ambre, voie de communication majeure entre les camps romains et barbares. Ces fragments pratiquement bruts pourraient donc être commercés puis décarburés pour être une source d'acier (G. Pagès *et al.*, 2020, p.113). Il n'est donc pas incohérent de penser que le Norique puisse être une région productrice d'aciers fortement carburés, qui allaient être ensuite employés sur les sites de forge. Cependant les aciers pourraient aussi provenir d'une origine plus lointaine, et l'on peut dans ce cas envisager que le Norique recevait des productions d'aciers diverses pour en centraliser la commercialisation.

Par ailleurs, d'après les sources historiographiques, les sites que nous venons de présenter sont réputés pour être des régions productrices d'acier au même titre que les Alpes lombardes, l'Italie du Nord et la Montagne Noire (*cf.* chapitre I). Le Norique serait producteur de *ferrum noricum*, un acier de haute qualité mentionné par les sources écrites grecques et latines dès la

fin du I^{er} siècle de notre ère. Pline¹⁷⁸, dans ces écrits, se veut plus nuancé. Il précise que le fer Sérique et le fer Parthique sont les « deux seules espèces de fer dans la composition desquelles n'entre que de l'acier pur » Il ajoute que « Dans le monde romain, çà et là, un filon fournit du fer de cette qualité, dans le Norique par exemple » (Pline, Histoire Naturelle, livre XXXIV, §XLI, ed. H. Le Bonniec, Paris, 1953). Ainsi, le Norique produirait de l'acier mais pas de façon systématique.

Le point commun à ces espaces réputés pour produire de l'acier est qu'ils emploient un minerai fortement chargé en manganèse (et non phosphoreux). En effet, à Castel-Minier, l'emploi d'un tel minerai est garanti par l'échange inter-vallée (*cf.* chapitre II), et pour la région du Norique, il a été longtemps suspecté que Hüttenberg, comportant des minerais manganésifères (sidérite et limonite) soit le centre de production de ce *ferrum noricum* (B. Cech, 2014). L'analyse inclusionnaire des produits de Semlach, du moins de ceux qui sont fortement carburés, montrent que le minerai employé est également manganésifère (T. Birch, 2017). Pour le site de Strebersdorf, sur les camps romains, une des barres et un des *gromps* analysés comportent des inclusions dont les teneurs indiquent également l'usage d'un minerai au manganèse peu chargé en phosphore pour chacun des objets (G. Pagès *et al.*, 2020, p.111).

La nature du métal produit pourrait donc dépendre de la composition du minerai employé, enclin à fournir de l'acier (*cf.* chapitre I). Nous avons déjà discuté du cas de Castel-Minier (*cf.* chapitre V, §I.), et nous n'avons pu directement relier la présence de manganèse dans le minerai à la production d'acier. Cependant, ce constat repose sur l'analyse d'un site pyrénéen. Il faudrait donc poursuivre ces études, d'autant plus que les exemples semblent montrer ici une corrélation entre ce type de minerai et la nature du métal produite.

Pour d'autres sites de réduction se sont uniquement des produits peu carburés qui ont été découverts. Sur le site de Piani d'Erna en Italie (*cf. supra*), les grandes masses brutes découvertes et morphologiquement identiques (33 et 38 kg), ont été produites sur place à partir d'un minerai phosphoreux sans manganèse (P. Fluzin, 2006). Ces masses, pour lesquelles le travail d'épuration a débuté, sont toutes deux majoritairement ferritiques à 98%, donc très homogènes. La présence de seulement deux masses brutes ne permet pas de conclure sur l'existence d'une production tournée majoritairement vers le fer peu carburé. Toutefois, d'après

¹⁷⁸ Dès l'Antiquité, Pline l'Ancien, naturaliste romain du premier siècle, a constaté différentes variétés de fer, qu'il nomme *stricturae*, auxquelles il a tenté de trouver une explication. D'après lui, avec les facteurs dépendant des conditions opératoires (procédé de fusion, technique, nature du fourneau ou climat), certaines terres employées et en ce sens il faut comprendre le minerai vont fournir un fer mou s'approchant du plomb tandis que d'autres vont fournir un fer cassant et cuivreux.

Philippe Fluzin qui a mené les analyses métallographiques, l'homogénéité métrologique, morphologique et microstructurale de ces deux masses pourrait traduire une similarité dans la conduite de la réduction et une bonne maîtrise de cette dernière. En effet, la nature des masses obtenues dépend également du savoir-faire des forgerons et de la manière dont est menée la conduite de la réduction. Les données issues de reconstitutions expérimentales de réduction (directe) montrent en effet que différents facteurs vont influencer sur la qualité du métal obtenu (P. Merluzzo et C. Forrières, 1990; M. Leroy *et al.*, 1999; M. Leroy et P. Merluzzo, 2001). L'enrichissement en carbone va dépendre des conditions régnant dans le fourneau (pression partielle de CO, température), de la ventilation (position, inclinaison et orientation des tuyères, quantités d'air introduit), de la composition de la charge et de sa vitesse de descente, de l'état physique du métal (taille des particules, porosité) et surtout du temps de résidence. En revanche, il semble que la morphologie du fourneau n'induisse pas la nature du métal obtenu ou du moins dans une moindre mesure (P. Merluzzo et C. Forrières, 1990; V. Serneels, 2011). A titre d'exemple, une opération menée dans des conditions peu réductrices et de courte durée aura tendance à donner un produit métallique pauvre en carbone, en revanche lorsque la durée de l'opération de réduction est très longue et les conditions de réduction fortes, le produit sera davantage carburé.

Dans le cadre du procédé indirect, sur le site de Glinet, au XVI^{ème} siècle, comme sur le site de la forge de Montagney¹⁷⁹, où un haut fourneau est en activité entre la fin du XVII^{ème} siècle et le XIX^{ème} siècle, le produit de la réduction¹⁸⁰ (après affinage) semble, ici aussi, être majoritairement voire entièrement ferritique (P. Fluzin, 2000 b). En effet, si sur ces sites, peu de fragments de masse brute ont été découverts, les demi-produits reflétant l'hétérogénéité de la masse brute montrent une production très peu carburée. Sur le site de Glinet pour le début de la période moderne, la production de demi-produit est majoritairement ferritique et phosphoreuse. Si l'acier est parfois présent, il représente le plus souvent moins de 20% de la surface de l'objet (*cf.* chapitre V). A partir d'un matériau intermédiaire pourtant très carburé, la fonte, l'affinage permet de fournir un matériau très peu carburé, la ferrite. Ce même phénomène a été observé sur le site de Montagney. Une barre de métal sous forme de tige présentant une excroissance à ses extrémités a été analysée (P. Fluzin, 2000). Entièrement ferritique, elle traduit donc une activité d'épuration et de mise en forme de demi-produit consécutive à

¹⁷⁹ Nous sortons ici de notre période chronologique mais les hauts fourneaux fouillés étant très rare, nous utilisons cette donnée précieuse.

¹⁸⁰ Lorsque nous parlons de la réduction pour l'indirect, nous faisons référence aux deux étapes du procédé aboutissant à la masse brute de réduction soit réduction à proprement parler et affinage.

l'affinage avec décarburation totale de la fonte. Aucun indice de fonte ni d'acier même faiblement carburé n'est encore présent dans cette barre. Il semblerait donc ici que l'affinage soit encore plus poussé qu'à Glinet mais nous ne disposons que d'un exemple pour appuyer ces dires. Toutefois, les scories de forge d'épuration contiennent elles aussi toujours du métal entièrement ferritique. Le processus d'affinage est suffisamment bien maîtrisé pour assurer la décarburation complète. Ici encore l'action des forgerons est en partie responsable de l'obtention d'une nature de métal particulière.

En gardant donc à l'esprit les considérations relatives à la représentativité des masses brutes et des fragments sur les sites (*cf. supra*) et au vu des résultats, il y aurait donc certaines filières susceptibles de produire de l'acier, d'autres du fer, d'autres des masses hétérogènes. Ceci pourrait dépendre de la nature du minerai employé mais aussi des conditions opératoires et des savoir-faire des forgerons à maîtriser la conduite de l'opération¹⁸¹.

C. Travailler l'acier et le fer : les demi-produits sur les sites de transformations intermédiaires, de circulation et d'élaboration d'objets

De la même manière que nous avons souhaité étudier la diversité des masses brutes issues des tous premiers stades de la chaîne opératoire et la disposition de certains sites à fournir de l'acier ou du fer, nous souhaitons désormais mesurer la diversité des natures de métal pour les demi-produits, et la propension de certains sites liés aux activités de post-réduction à travailler de façon préférentielle l'acier (ou la ferrite). Lorsqu'un demi-produit est présent sur un site impliquant des activités de post-réduction, il n'est pas toujours évident de savoir si celui-ci a été produit sur place – auquel cas le site serait un site de transformation intermédiaire – ou s'il a été importé. De plus, il est parfois complexe de savoir s'il va être employé sur place pour la confection d'objets finis, ou exporté. De ce fait, nous avons choisi ici de traiter la question de la nature des demi-produits et du travail de l'acier sur l'ensemble des sites liés aux activités de post-réduction comportant des demi-produits, et indifféremment du fait qu'il s'agisse d'un site de transformations intermédiaires ou d'élaboration d'objet. Ont ici également été considérés, les demi-produits en contexte de circulation.

Sur la majorité des sites, les exemples mentionnés par la littérature présentent des demi-produits hétérogènes du point de vue de la teneur en carbone. Ce type de produits est, par

¹⁸¹ A noter que la nature du métal produite, ne serait pas à lier à une demande en fer doux ou en acier. S'il est difficile de conclure pour d'autres cadres spatio-temporels, Catherine Verna précise qu'au Moyen Âge, dans les Pyrénées centrales, pour le procédé direct, l'acier n'a jamais été produit à la demande.

exemple, bien illustré par les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer en contexte de circulation (cf. chapitre V et Pagès, 2014, 2008; Pagès *et al.*, 2011a).

Certains sites liés aux activités de post-réduction, produisent ce type de demi-produit. Un exemple de ce type de site est celui de Les Ferriers (Grospièrres, Ardèche), pour le II^{ème} siècle avant notre ère, pratiquant des activités d'épuration et de compactage de masses brutes. La qualité du métal travaillé semble assez hétérogène d'après l'analyse des *gromps* découverts sur le site. Le métal est autant aciéré que ferritique. Les masses de fer brut compactées et épurées sur ce site étaient exportées sous une forme de demi-produits standardisés ou non, probablement eux-aussi hétérogènes au vu de la nature des *gromps* (E. Durand et G. Pagès, 2015). Sur le site d'Entremont, il semble que certaines masses très carburées aient été travaillées sans pour autant que les demi-produits ne soient majoritairement carburés. Deux masses brutes ont été découvertes, pour le I^{er} siècle avant notre ère. Si aucune activité de réduction du minerai de fer n'est attribuée au site, impliquant le fait que ces masses aient été importées, la présence de *gromps*, plus ou moins aciérés, suppose qu'elles allaient y être épurées et compactées. Ces masses, qui ont déjà subi un travail de compactage primaire, sont de nature différente : l'une est majoritairement ferritique, l'autre très aciérée (cf. *supra* §II.A). La production de demi-produits obtenus est quant à elle hétérogène, mais à dominance ferritique (M. Berranger et P. Fluzin, 2007). Ils se présentent sous formes de barres qui étaient directement réemployées sur le site pour la production d'objets ou de fragments de loupes, grossièrement épurés, qui étaient quant à eux, d'après Berranger *et al.*, destinés à être exportés. Ainsi, si des produits relativement aciérés ont pu être travaillés à Entremont, le site a produit des demi-produits majoritairement hétérogènes, peu carburés. Pour d'autres sites, ce sont des demi-produits hétérogènes qui ont été importés pour la confection d'objets. C'est le cas par exemple à Alésia, au I^{er} siècle avant notre ère, où deux blocs de fer partiellement compactés mais encore bruts, ont été découverts conjointement à d'autres artefacts dans le sous-sol 22 (P. Merluzzo, M. Leroy, et C. Grapin, 2014). Le contexte ne permet pas de savoir s'il s'agit d'une remise d'un artisan forgeron ou d'un stock marchand. Ces masses hétérogènes se composent de ferrite et de zones plus ou moins aciérées dont la teneur est comprise entre 0,1 et 0,4% de carbone. Localement, des zones plus aciérées à l'eutectoïde sont présentes. Sur le même site, pour la même période, mais pour un autre atelier, ce sont dix longues barres plates et effilées qui ont été découvertes (R. Pleiner *et al.*, 2003). Les deux barres étudiées métallographiquement se composent uniquement de ferrite. Elles peuvent avoir été importées déjà mises en forme ou avoir été forgées sur place à partir de blocs de fer brut similaires à ceux décrits ci-avant. Ainsi à Alésia, la nature des demi-produits travaillés est hétérogène puisque certains demi-produits sont eux-mêmes hétérogènes, tandis

que d'autres sont entièrement ferritiques. Enfin, le site de Kakü en Estonie, constitue un exemple plus tardif, entre le XIV^{ème} et le XVII^{ème} siècle, de ce type de site dont la production de demi-produits est hétérogène (R. Saage et P. Peetsalu, 2018). Les résidus métallurgiques montrent que les activités du site étaient tournées vers l'épuration de masses brutes, très probablement importées depuis le site de réduction de Tõrise (procédé direct), et la fabrication de demi-produits sous forme de barres. Ce site produisait également des objets finis (couteaux). En effet, quarante-cinq fragments de barres et masses brutes grossièrement compactées ainsi que des objets ont été découverts. Neuf barres et fragments de masses en cours de compactage ont été retenus pour analyse métallographique. Les quatre fragments de masses brutes, dont la propreté inclusionnaire traduit des niveaux de compactage différents, reflètent la diversité des natures de métal travaillé. Deux sont hétérogènes, une est majoritairement ferritique, une autre est en revanche majoritairement aciérée. La production de demi-produits qui en résulte est quant à elle, majoritairement hétérogène.

D'autres sites présentent des tendances dans la nature de leur production et produisent ou emploient de façon majoritaire des demi-produits aciérés ou au contraire, ferritiques.

Si l'on considère tout d'abord les demi-produits entièrement ou majoritairement aciérés, ils sont faiblement représentés. Si l'on s'intéresse à la façon dont ces demi-produits sont distribués au sein des sites, ils sont présents en quantité majoritaire sur un nombre restreint de sites. Ce type de demi-produit a été identifié en contexte de circulation, sur le site des Saintes-Maries-de-la-Mer pour la période antique, entre la fin du II^{ème} siècle avant notre ère et le II^{ème} siècle de notre ère (*cf.* chapitre V et Pagès, 2008). Si certaines barres présentent une forte dominance aciérée, aucune ne l'est entièrement. Seul un lopin de forme 8 issu de l'épave SM41, pourrait correspondre à la circulation de ce type de demi-produits (*cf.* chapitre V). En revanche, sur les camps romains de Strebersdorf, en Autriche (Burgenland), pour le I^{er} siècle de notre ère, la circulation de barres entièrement aciérées est attestée (G. Pagès *et al.*, 2020). Ces barres sont en transit par les camps avant d'être redistribuées (*cf. supra*). Trois d'entre elles ont été analysées. L'une (8374) est composée de façon uniforme d'un acier hypereutectoïde dont la teneur est comprise entre 1,2 et 1,5% de carbone, légèrement décarburé en périphérie sur une face jusqu'à 0,4% de carbone. Une autre (11505) est composée d'un assemblage de trois feuilles entièrement trempées. Enfin la dernière barre (M122) est entièrement composée d'un acier trempé.

Ce même type de demi-produit a été identifié, pour le VI^{ème} siècle de notre ère, sur l'établissement perché tardo-antique du Roc de Pampelune (Hérault). Il livre six demi-produits,

de morphologie plus ou moins standardisée, sous forme de barre de section rectangulaire ou de blocs parallélépipédiques. L'analyse métallographique de trois d'entre eux montrent qu'ils se composent principalement d'acier dont la teneur est comprise entre 0,4 et 0,8% de carbone (G. Pagès, L. Schneider, et P. Fluzin, 2005). L'un (2505.1) se compose de 70% d'acier dont 90% est un acier eutectoïde, un autre (2535.1) est composé à 90% d'acier eutectoïde trempé, enfin le dernier (2194.1) est plus hétérogène avec 50% de sa surface aciérée. Ces demi-produits peuvent avoir été importés déjà mis en forme, pour être employés dans la confection d'objets finis sur le site. Mais, l'existence sur le site, à proximité de l'atelier de forge, d'un demi-produit (1176.1), sous la forme d'un fragment de masse brute en cours de compactage, entièrement aciéré (80% à l'eutectoïde), pourrait laisser entendre que les demi-produits sont mis en forme sur place, à partir de fragments de masse brute importés, à épurer et compacter. Cet approvisionnement dès le stade de la masse brute peut aussi supposer qu'une partie des demi-produits puisse être destinée à être exportée. Ainsi, qu'ils soient exportés ou employés directement sur place, l'établissement perché du Roc de Pampelune semble tourné, en partie, vers un travail de demi-produits aciérés. Notons que chaque atelier du Roc de Pampelune semble spécialisé dans le travail d'un type d'alliage spécifique. En effet, le quartier sommital serait consacré à la fabrication d'objets en fer doux. Au contraire, dans l'angle nord-oriental, il s'agirait de l'élaboration d'outils aciérés, potentiellement à partir de demi-produits hétérogènes comme tend à le montrer la présence du demi-produit, débité 2194.1 (G. Pagès, 2008, p.137). Ces demi-produits seraient mis en forme dans l'atelier d'épuration du bâtiment 1L. A La Madeleine II (Clermont-L'Hérault, Hérault), entre le IV^{ème} siècle et le V^{ème} siècle, une forge aurait également pu pratiquer l'épuration de fragments de masses brutes très carburées (G. Pagès, 2008, p.179).

Ce type de production aciérée a également été mise en évidence sur le site de Castel-Minier, pour la période médiévale, entre le XIII^{ème} siècle et le XVI^{ème} siècle. Nous avons vu que si la production de demi-produits est hétérogène, le site produit aussi des demi-produits à dominance aciérée. Certaines chutes de demi-produits le sont par ailleurs entièrement (*cf.* chapitre V).

Enfin, sur d'autres sites, ce sont majoritairement des demi-produits ferritiques ou très faiblement carburés qui ont été retrouvés.

Ils peuvent être issus de contexte de circulation, comme les barres ferritiques de type 2M, des Saintes-Maries-de-la-Mer, pour la période antique (*cf.* chapitre II, et Pagès, 2008), ou les demi-produits datés du XII^{ème} siècle et issus de l'épave « a », au large de la côte du Carmel

en Israël (E. Galili *et al.*, 2015). Pour ce dernier exemple, 166 demi-produits ont été découverts. Au même titre que les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer, ces derniers montrent des récurrences morphologiques. Ils se présentent sous trois formes principales : des masses brutes partiellement compactées, des barres longues et appointées ou des barres courtes et appointées. L'étude métallographique d'un exemplaire de chaque type a été réalisée. Chaque type est composée de ferrite à plus de 97%. Quelques zones légèrement plus carburées, autour de 0,5%, sont observées mais elles restent anecdotiques.

Certains sites ont pu être identifiés comme des sites produisant ou employant des demi-produits ferritiques pour l'élaboration d'objets finis. Sur la villa de Touffréville (Calvados), pendant la première moitié du I^{er} siècle de notre ère, les activités sont majoritairement tournées vers la forge d'élaboration (M. Berranger *et al.*, 2014). Les chutes majoritairement ferritiques attestent de la production d'objets peu durs et ductiles. Ces objets pourraient être issus de la mise en forme de demi-produits comme celui découvert sur le site. Entier, ce demi-produit quadrangulaire (TF4), de 2,5 kg, se compose majoritairement de ferrite et d'acier dont la teneur en carbone est inférieure à 0,3%. Quelques rares zones d'acier à 0,6% sont observées. Il n'a pas été possible de savoir si le demi-produit a été mis en forme sur place, comme pourrait le laisser entendre les déchets issus de l'épuration de masses brutes découverts sur place, ou s'il a été importé. Sur les ateliers du hameau des Noires Terres à Messein (Meurthe-et-Moselle), une chaîne opératoire complète de production et de travail du fer, de la réduction à l'élaboration d'objet, en activité entre le VI^{ème} et le VIII^{ème} siècle de notre ère, a été identifiée (M. Leroy *et al.*, 2019). Sur ce site, des chutes façonnées, sous forme de « chute-barre » de section rectangulaire, ont été comptées parmi les déchets métalliques et représentent, d'après les auteurs un des types de demi-produits finaux employés pour le façonnage des objets finis. Elles sont composées d'un acier peu carburé, de teneur en carbone inférieure à 0,1%. Ce site produit donc et emploie des demi-produits ferritiques pour la production d'objets finis. Rien n'exclut qu'une partie de ces demi-produits n'ait été exportée ou que des demi-produits, sous une autre forme, moins aboutie, n'aient été commercialisés. En effet, les chutes facettées retrouvées sur le site et correspondant à l'épuration des blocs de métal brut sont soit entièrement ferritiques, soit entièrement carburées jusqu'à l'eutectoïde. Ceci pourrait refléter une production hétérogène et une fragmentation de la masse brute et un tri des différentes natures de métal et éventuellement signifier que des produits plus aciérés étaient produits sur place. Enfin, pour la période moderne, nous avons déjà évoqué le cas de Glinet et de la forge de Montagney, en tant que sites de réduction sur lesquels étaient présentes des activités de post-réduction, tournées vers la

production de demi-produits entièrement ferritiques (*cf.* chapitre V et *supra*) ensuite commercialisés ou employés pour les besoins du site.

D. Identification de l'acier

1. Par le praticien :

Afin de comprendre davantage quels pouvaient être les indicateurs renseignant les forgerons sur la nature et la qualité du métal, nous avons repris certaines études ethnographiques tirées de la bibliographie et mené une brève enquête auprès de forgerons¹⁸². Tous ont été confrontés à la même question : « Comment jugez-vous la qualité du fer que vous forgez, sur quels critères vous basez-vous ? » Plusieurs tests de reconnaissance des natures de métal ont été évoqués. Le premier est le test étincelle. Il consiste à évaluer la couleur, la nature et forme des étincelles obtenues lorsque l'on ponce un matériau ferreux avec une meule abrasive tournant à grande vitesse. Chaque type d'acier va produire un certain type d'étincelles qui permet de façon empirique de déterminer sa nature et de reconnaître ainsi un acier doux d'un acier extra dur. Lors des expériences menées à Nancy-Jarville en 1989 par des maîtres forgerons japonais dans le cadre de forge de lame selon les procédés traditionnels, ce type de test a été réalisé. Des étincelles longues et jaunes sont obtenues pour le fer, elles sont très abondantes et blanches pour l'acier et au contraire peu abondantes et courtes pour la fonte (P. Merluzzo et C. Forrières, 1990). Certains forgerons se basent sur le bruit du métal à froid lorsqu'il est frappé. Plus le métal est dur et donc aciéré, plus le son obtenu est aigu et plus la rémanence de la vibration est importante. La dureté est également un indicateur. Elle peut être mesurée à froid à l'aide d'un poinçon afin d'évaluer la résistance du métal. Plus celui-ci s'enfonce, plus le métal est mou. Cette opération peut également être couplée à un test de trempe¹⁸³. Une trempe à l'eau est réalisée sur le métal et est suivi du test du poinçon afin de comparer l'effet de la trempe sur le métal. Un travail d'observation mené au Burkina Faso par Elysée Coulibaly, indique que des tests de trempe y sont réalisés pour définir la nature du métal (E. Coulibaly, 2006). Il indique

¹⁸² Ces forgerons tentent de reproduire les gestes et les conditions de travail propres aux périodes anciennes mais travaillent avec des aciers modernes de récupération. Il faut donc être conscient que le travail du métal peut être différent modifiant ainsi les ressentis et perceptions techniques. En effet, l'un des forgerons précise que « les anciens auraient adoré nos aciers pour leur simplicité ». Cependant, ces témoignages permettent tout de même d'éclairer la question de la qualité d'un point de vue pratique.

¹⁸³ Notons que pour distinguer le fer fort du fer cédat, cette technique était aussi employée. Après avoir étiré le fer pendant ou après la trempe, il est possible de remarquer dans la cassure des ellipses blanches en leur centre et bleues sur le côté, appelées cèdes, identifiant le fer cédat.

que « lorsque le traitement d'homogénéisation et de purification est jugé satisfaisant, le lingot subit une trempe à l'eau simple. Cette dernière opération permet de distinguer le fer de bonne qualité du mauvais métal. Une fois trempé disent les anciens, le fer de bonne qualité devient plus dur, tandis que le fer dit de qualité médiocre demeure relativement mou ». Le faciès du métal lorsqu'il est rompu est également un indicateur. Les maîtres forgerons japonais utilisent cette technique pour distinguer le fer présentant un faciès déchiqueté, de l'acier présentant un faciès arrondi (P. Merluzzo et C. Forrières, 1990). La cassure sera d'autant plus nette que le métal est carburé¹⁸⁴. Enfin, d'autres tests ont été évoqués tel que la reconnaissance de la nature du métal à sa couleur quand il est chauffé, ou encore le comportement du métal au travail. Sa malléabilité, sa capacité à se déformer, le temps nécessaire à sa bonne mise en forme et sa résistance au martelage sont des indices permettant de distinguer le fer de l'acier.

A la lumière de ces informations, il semblerait que le test de la trempe suivi de l'évaluation de la dureté, ait pu être identifié suite à l'analyse métallographique des demi-produits. En effet, pour les demi-produits, des structures de trempe ont été fréquemment observées. Si les structures classiques de trempe, martensite et bainite, ne sont pas toujours observées, de la perlite nodulaire est fréquemment rencontrée. L'utilité de la trempe à ce stade de la chaîne opératoire interroge, car les demi-produits vont être transformés en objets finis et vont donc être amenés à subir de nombreux autres cycles de chauffe et de recuit qui vont annuler les effets générés par la trempe. Ce processus pourrait alors refléter une action délibérée du forgeron souhaitant tester la réaction du matériau. La barre de Gruissan pourrait refléter ce type de test. En effet, cette barre majoritairement aciérée est trempée dans son intégralité (*cf.* chapitre V). Etant donné qu'elle a été découverte en contexte portuaire dans l'un des avant-ports de Narbonne, il est envisageable qu'elle ait pu être trempée volontairement en vue de contrôler sa qualité avant sa distribution (*cf.* chapitres III et V). Les demi-produits mis en forme ne sont pas les seuls à présenter ce type de structure. Les masses brutes ou fragments de masses présentent, dans la majorité des cas et quelle que soit la période considérée, des structures de perlite nodulaire, et parfois de martensite ou de bainite. Elles pourraient également refléter une volonté particulière du forgeron de reconnaître la nature du métal dès les premiers stades de la chaîne opératoire en trempant la matière. Ceci pourrait avoir été appliqué pour les masses brutes en circulation des Saintes-Maries-de-la-Mer (*cf.* chapitre V) ou sur celles d'Entremont (M.

¹⁸⁴ A noter que cette identification est en vigueur pour distinguer le fer fort du fer cédat obtenus par la forge à la catalane pour des contextes un peu plus tardifs à notre sujet d'étude. L'identification se base sur le brillant, le grain et le profil de la cassure. La masse brute était fragmentée à la sortie du fourneau est un tri à l'œil était effectué en fonction des différentes natures de fer. Le fer fort casse à blanc et possède un tissu serré et granulé, le fer cédat casse à noir ou violet et possède un grain encore plus serré (J. Cantelaube et O. Codina, 2011).

Berranger et P. Fluzin, 2007) ou sur les masses brutes compactées et épurées sur le site de Les Ferriers (Grospierres, Ardèche), pour le II^{ème} siècle avant notre ère (E. Durand et G. Pagès, 2015). En effet, pour le dernier exemple cité, certains *gromps* sont trempés. Toutefois, à partir de cet exemple, une autre explication peut être apportée. Il semblerait qu'une phase du travail d'épuration et de compactage se déroulerait en refroidissant rapidement les masses de fer brutes chaudes dans des vases d'eau froide. Ceci engendrerait un choc thermique permettant de faire éclater les scories amalgamées à la masse de fer brut. De plus, d'après les expériences menées dans le cadre de la forge de lame par les procédés traditionnels japonais, la trempe faciliterait la fragmentation ultérieure des loupes (P. Merluzzo et C. Forrières, 1990). Ainsi, pour les masses brutes, il est difficile de conclure sur l'emploi de la trempe pour des raisons pratiques ou de reconnaissance de nature de métal. Les deux hypothèses ne sont toutefois pas incompatibles.

Des tests de dureté pourraient également avoir été réalisés sans que la trempe ne soit menée au préalable. Sur certaines masses brutes, la présence d'entailles plus ou moins profondes pourrait retranscrire un test qualitatif, du même type que nos essais de dureté actuels, visant à définir la nature du métal, en évaluant la profondeur de l'entaille et la résistance du matériau. Un tel essai pourrait être illustré par exemple par l'une des deux masses brutes du site de Piani d'Erna (P. Fluzin, 2006). Cette dernière présente six traces d'outils matérialisées par des entailles dont la longueur est comprise entre 20 et 40 mm et possèdent une profondeur maximale de 15 mm. Il pourrait aussi s'agir d'une simple tentative de débitage raté, car la faible profondeur de l'entaille au vu de la nature du métal entièrement ferritique peut amener à penser que cette tentative a été réalisée à froid, et que le matériau n'était pas assez ductile pour être tranché. Dans le même ordre d'idée, une catégorie de masses brutes, désignées comme des *split bloom* (Figure 262), et découverte principalement en Europe de l'est (Hongrie, Roumanie, Bulgarie ...) et en Scandinavie, présente des entailles qui peuvent être multiples (H. Zoltan, 1961; J. Gömöri, 1981). Ces entailles pourraient être, d'après Radomir Pleiner, des « pré-encoches » qui permettraient de faciliter la séparation de la loupe lors de sa fragmentation future¹⁸⁵. Leur présence pourrait également être justifiée par la volonté de montrer à l'acquéreur la qualité de la loupe et notamment son degré d'épuration (Pleiner, 2000, p. 238). Toutefois, ces entailles pourraient également être perçues comme des tests du comportement mécanique, montrant par la même occasion également à l'acquéreur que la masse peut être sécable aisément.

¹⁸⁵ Les masses brutes étaient dans la majorité des cas fragmentées afin de faciliter le travail d'épuration (*cf. infra*).



Figure 262 : Exemple de "split bloom", découverte à Sopron (Hongrie) et attribuée au V^{ème} siècle de notre ère (d'après Gömöri, J)

2. Reconnaissance de la nature du métal par la forme donnée au demi-produit

Au cours des deux Âges du Fer et pour la période antique, les demi-produits présentent des morphologies standardisées (cf. chapitre I). Il semble que ces formes ne soient pas anodines et témoignent d'une volonté d'informer sur la qualité¹⁸⁶ du métal. Pour les bipyramidés possédant des extrémités fortement travaillées, le but est d'une part de tester pour le praticien la ductilité du métal. Ceci correspondrait donc à un test de reconnaissance comme évoqué dans la partie précédente. Toutefois, ceci permet, d'autre part, de montrer à l'acquéreur la nature et la ductilité du matériau, prouvant que, bien qu'encore brut, il est facile à travailler et à compacter (Berranger, 2009). Peter Crew insiste sur le fait que cette démonstration de qualité n'a lieu d'être que parce que les demi-produits sont parfois échangés à longue distance et qu'elle garantit donc un langage tacite entre acquéreurs et producteurs (P. Crew, 1994). Marion Berranger précise également qu'il semble plus cohérent d'avoir voulu donner des formes complexes à des matériaux relativement peu carburés et donc plus simples à travailler (M. Berranger, 2009). Pour ces périodes, si la nature du métal n'a pu être reliée directement à la

¹⁸⁶ A noter que ceci ne concerne pas uniquement la nature de l'alliage mais aussi sa composition inclusionnaire. En effet, pour les *currency bars* par exemple, le repli de leur extrémité sur elle-même est volontaire. Si le métal avait présenté des défauts en son sein, tel un excès d'inclusions, des craquelures auraient été observées à la surface du métal lors de l'opération d'allongement et de repli. L'absence de telles défauts pourrait donc signifier que le métal était correctement épuré (P. Crew, 1994). Des observations similaires ont été faites sur les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer pour lesquelles à chaque type est associée une qualité inclusionnaire propre (G. Pagès, 2008).

forme du demi-produit, du point de vue de la teneur en carbone, un type de barre présente toutefois une récurrence structurale. Il s'agit des barres BAD1, systématiquement cémentées en périphérie (*cf. supra*). Ainsi, la forme renseigne ici sur la nature du produit.

Pour la période antique et les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer, il existe une corrélation entre la forme et la nature du produit. L'acier est présent en quantité majoritaire au sein des types 1M, 1L et 4C, bien que de grandes variations de composition aient été démontrées (*cf. Pagès, 2008 et chapitre V*). Les teneurs en carbone y sont toujours supérieures à 0,3% de carbone et majoritairement comprises entre 0,6 et 0,8 % de carbone. Un seul type, le lopin de forme 8 semble être entièrement aciéré, mais d'autres études doivent venir confirmer cette hypothèse. En revanche, les types 2M et 6C sont ferritiques.

Précisons que les demi-produits, du XII^{ème} siècle, de la côte du Carmel en Israël, présentent des formes standardisées (masses brutes partiellement compactées, barres longues et appointées ou barres courtes et appointées), mais que ces formes ne semblent pas retranscrire une nature de métal spécifique du point de vue de la teneur en carbone. Quelle que soit la forme, les masses sont ferritiques (E. Galili *et al.*, 2015).

III. Les fers phosphoreux

A. Occurrences des fers phosphoreux

Dans la littérature, les fers phosphoreux sont définis comme des fers, généralement peu carburés, et dont la teneur en phosphore est supérieure à 0,1% massique¹⁸⁷ (E. Vega *et al.*, 2003).

Au sein du corpus étudié par ce présent travail, parmi les 118 demi-produits étudiés, 23 sont phosphoreux. Par ailleurs, un site, celui de Glinet, fournit exclusivement ce type d'alliage (*cf. chapitre V*).

Le phosphore, tout comme le carbone, confère au métal des propriétés mécaniques particulières, qui font des fers phosphoreux, une catégorie de métal à part. En métallurgie moderne, les alliages ferreux phosphoreux ont mauvaise réputation. Ces derniers, considérés comme « traîtres » par Stead, sont connus pour posséder des propriétés mécaniques faibles et

¹⁸⁷ La limite basse considérée pour la définition des fers phosphoreux peut varier en fonction des auteurs et des techniques d'analyses.

être fragiles. Malgré tous les défauts qui lui sont attribués et contrairement à ce qui était anciennement pensé, ce type de matériau a couramment été produit, forgé et employé et ce, dès le premier Âge du Fer, comme l'attestent les analyses métallographiques menées sur des demi-produits (*cf. infra*).

Pour les demi-produits issus de la littérature, comme pour ceux issus du corpus de ce présent travail, les analyses métallographiques se basent sur une attaque au réactif Oberhoffer pour détecter la présence de phosphore dans la matrice métallique. Pour rappel, ce réactif met en évidence la répartition de cet élément dans la matrice, en rendant plus sombres, par dépôt cuivrique, les zones pauvres en phosphore, en contraste des zones plus riches, apparaissant plus claires (J.-W. Stewart, J. A. Charles, et E.-R. Wallach, 2000 a). Apparaissent alors des variations mésoscopiques et dans certains cas des structures dites fantômes, caractéristiques de la présence de phosphore. Toutefois, ce type de structures n'apparaît que pour des teneurs en phosphore comprises entre 0,1 et 0,6%_{massique} (J.-W. Stewart, J. A. Charles, et E.-R. Wallach, 2000 a) et pour des conditions de refroidissement spécifiques (*cf. chapitre IV*). Ainsi, si leur présence implique la présence de phosphore, leur absence ne signifie pas forcément celle de l'élément. A cette première limite du réactif Oberhoffer, s'ajoute le fait qu'il est inopérant sur les aciers et qu'il ne permet qu'une analyse qualitative (*cf. chapitre IV*). C'est pourquoi, certains auteurs préconisent l'emploi d'autres réactifs, comme celui de Klemm (P. Piccardo *et al.*, 2004, 2008), tandis que d'autres considèrent que les méthodes d'analyses élémentaires sont les seules méthodes fiables pour détecter le phosphore dans la matrice métallique (S. R. Rubinson, 2010). Ainsi, pour de plus rares exemples et le plus souvent pour des objets finis et non des demi-produits, la présence de phosphore dans le métal a été recherchée par analyse à la microsonde de Castaing, permettant de donner une valeur quantifiée (par exemple E. Bérard, 2019; M. L'Héritier, 2007; D.Neff et P.Dillmann, 2001; S.Rubinson, 2010; E. Vega *et al.*, 2002). Du fait du caractère chronophage de cette méthode et de l'hétérogénéité de distribution du phosphore dans la matrice, il est souvent difficile d'exprimer une teneur moyenne. Les valeurs fournies par la littérature sont donc, dans la plupart des cas, les valeurs maximales et minimales mesurées par pointés locaux dans des zones représentatives de l'objet analysé. Une moyenne arithmétique de l'ensemble des pointés est parfois réalisée pour donner une valeur moyenne de la teneur en phosphore de l'artefact analysé.

Ainsi, en considérant les limites imposées par ces méthodes d'analyses, et le fait que de nombreuses études métallographiques, relatives à l'étude de demi-produits ne prennent pas en considération l'étude du phosphore dans la matrice métallique, il est raisonnable de penser que

les demi-produits composés de fer phosphoreux sont probablement bien plus fréquents que les occurrences référencées dans la littérature (Figure 263).

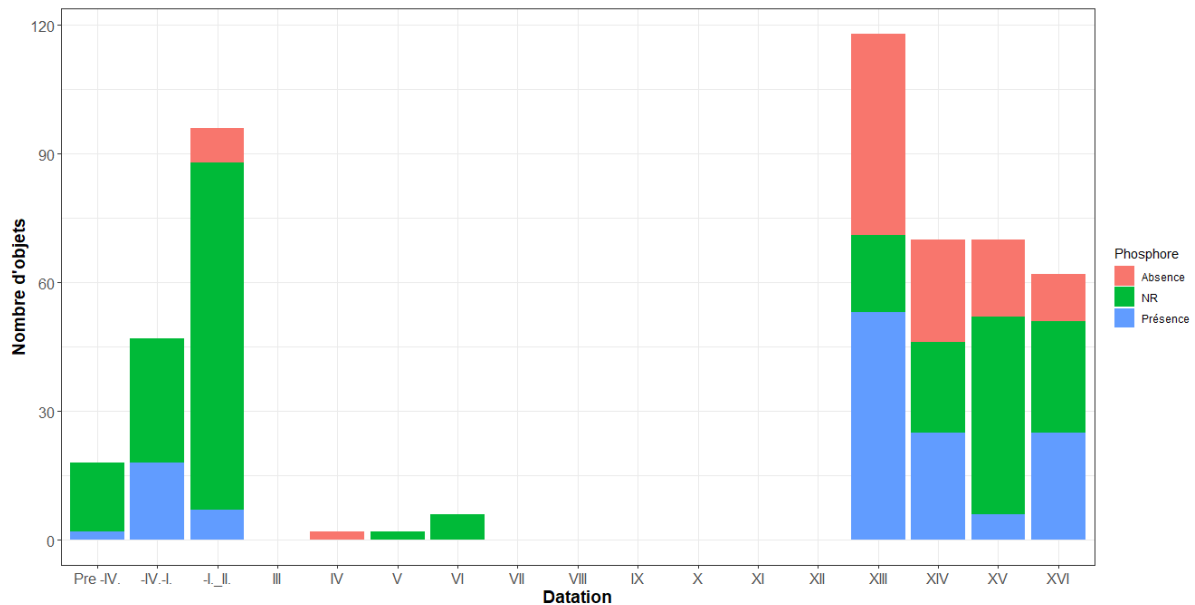


Figure 263 : Distribution de la présence de phosphore dans la matrice métallique parmi les objets¹⁸⁸

La production et la mise en circulation de demi-produits phosphoreux, dès la Protohistoire, ont été mises en évidence par l'analyse des barres à douilles, réparties sur dix-huit sites autour du bassin parisien et étudiées par Marion Berranger et Sylvain Bauvais. Dix barres sur dix-huit, comportent du phosphore dans les inclusions à des teneurs supposant l'emploi d'un minerai phosphoreux (M. Berranger, 2009). Cependant, aucune indication sur la teneur en phosphore dans le métal n'est fournie. A Krakow, en Pologne, 4000 *currency bars*, datées du IX^{ème} siècle avant notre ère, ont été découvertes. L'analyse de quatre d'entre elles montre qu'elles comportent du phosphore en leur sein à des teneurs comprises entre 0,10 et 0,99%_{massique} (E. Nosek et A. Mazur, 1995). Egalement, certains bipyramidés se composent de fer phosphoreux, comme par exemple à Witow en Pologne (J. Piaskowski, 1962), ou à Renningen en Allemagne (U. Zwicker, 1967), ou encore au dépôt du Durrenentzen dans le Haut-Rhin (S. Bauvais *et al.*, 2017). Pour ce dernier cas, quatre bipyramidés sur les cinquante-et-un découverts, ont été analysés. Tous présentent des structures fantômes. Si pour deux d'entre eux, la présence de ces structures est ponctuelle et localisée, les deux autres en comportent sur toute la section analysée. Enfin, à Marsal en Lorraine (Moselle), deux dépôts de 8 et 19 bipyramidés ont été découverts (L. Olivier, 2000; M. Berranger, 2009; P. Dillmann

¹⁸⁸ NR = Non renseigné, la donnée concernant la présence de phosphore n'est pas renseignée

et al., 2017). Un bipyramidé (Marsal 5) a été étudié métallographiquement et sa teneur en phosphore a pu être quantifiée par analyse à la microsonde¹⁸⁹ (E. Vega *et al.*, 2003). Elle est comprise entre 0,03 et 0,14% massique. Ces teneurs relativement basses pourraient expliquer pourquoi aucune structure fantôme n'a été observée après attaque au réactif Oberhoffer.

Pour la période Antique, un type spécifique de barre des Saintes-Maries-de-la-Mer est constitué de fer phosphoreux, le type 4L (G. Pagès, 2008). Il est composé de plusieurs loupes phosphoreuses (généralement quatre) soudées bout à bout. Seule une loupe, sur les deux barres analysées par réactif Oberhoffer était dépourvue de phosphore (G. Pagès, 2008, p.221). L'analyse des éprouvettes de traction de type 4L a également montré qu'elles étaient composées de fer phosphoreux. Les autres barres des Saintes-Maries-de-la-Mer, à quelques rares exceptions près, ne présentent pas de phosphore. Deux barres du type 2M sur les douze étudiées à l'échelle microscopique et une barre du type 1M sur les six étudiées ont présentées des structures fantômes (*cf.* chapitre V et G.Pagès, 2008). Cette particularité ne semble pas être un systématisme propre au type considéré. De même, pour cette même période, la barre de Gruissan (Aude), découverte dans l'un des avant-ports de Narbonne, et celle de la villa du Grésil à Orival (Seine-Maritime), en contexte d'utilisation probable, présentent des structures fantômes (*cf.* chapitre V). Ces barres n'avaient été rapprochées d'aucun type référencé par la typologie des Saintes-Maries-de-la-Mer. Également, à Alésia (Côte d'Or), sur les dix lingots découverts, deux d'entre eux ont été considérés pour étude. L'attaque au réactif Oberhoffer a révélé la présence de phosphore dans la matrice, sous forme de bandes allongées dans le sens des inclusions. Pour les zones les plus riches en phosphore, par quantification à la microsonde de Castaing l'élément est présent à hauteur de 700 ppm pour l'un des lingots et 1600 ppm pour l'autre (R. Pleiner *et al.*, 2003).

Pour le Haut Moyen Âge, sur le site de Develier-Courtételle (Suisse, canton du Jura), entre le VI^{ème} et le VII^{ème} siècle de notre ère, les chutes de métal travaillées présentent des structures fantômes, témoignant du travail de ce type de métal. Les mesures réalisées à la microsonde attestent de la présence de phosphore à des teneurs comprises entre 0,3 et 0,5% massique (L. Eschenlohr *et al.*, 2007).

Enfin, pour la période moderne, le site de Glinet produit des fers phosphoreux. Des structures fantômes ont systématiquement été observées et les mesures réalisées à la microsonde sur cinq demi-produits montrent que les teneurs moyennes sont comprises entre 0,2 et 0,5%

¹⁸⁹ La tension d'accélération est de 15 kV, le courant de sonde est de 40 nA. Pour ces conditions, la limite de détection du phosphore est de 170 ppm et l'erreur absolue est de 40 ppm.

massique de phosphore. En tenant compte des variations locales, les teneurs en phosphore peuvent être plus élevées et atteindre 0,8% massique (*cf.* chapitre V).

Si finalement assez peu d'études rapportent la présence de phosphore au sein de demi-produits¹⁹⁰, celles indiquant la présence de phosphore dans les objets finis sont plus nombreuses. Nous pouvons à ce stade nous intéresser aux renforts architecturaux, comme ceux des cathédrales, produits peu élaborés, en contexte d'utilisation (*cf. supra*) et pour lesquels le phosphore est fréquemment rencontré. L'Héritier *et al.* rapporte, par exemple, pour les renforts des cathédrales de Troyes et de Rouen, que le phosphore est « présent dans les zones ferritiques d'environ un *specimen* analysé sur deux » (M. L'Héritier et P. Dillmann, 2011). Pour cinq artefacts de la cathédrale de Rouen, les moyennes des teneurs en phosphore, réalisées sur 60 dosages à la microsonde de Castaing, sont comprises entre 400 et 1300 ppm. Cependant, ces moyennes dissimulent des variations locales et des teneurs bien plus élevées peuvent être mesurées, pouvant atteindre 4000 ppm. Ces fers phosphoreux ont aussi été observés dans certaines barres du Palais des Papes à Avignon (P. Dillmann, P. Fluzin, et P. Bernardi, 2003) ou encore pour 6 goujons sur les 21 analysés pour la cathédrale Saint-Etienne d'Auxerre (S. Aumard, P. Dillmann, et M. L'Héritier, 2011), pour le XIV^{ème} siècle, mais aussi pour l'église de Saint-Gervais à Paris au XVII^{ème} siècle et l'église Sainte-Geneviève au XVIII^{ème} siècle.

Ces observations montrent donc que les fers phosphoreux ont été produits et ont circulé à toutes les périodes considérées par cette étude, indépendamment du procédé de réduction employé. Les teneurs en phosphore mesurées sont variables parmi les échantillons mais, dans la majorité des cas, on note que ces valeurs sont bien supérieures à celles mesurées pour des fers et des aciers contemporains généralement inférieures à 0,02% massique (E. Vega *et al.*, 2003). Elles dépassent également fréquemment la valeur de 0,38% massique indiquée par Stewart à partir de laquelle le fer devient cassant et est difficile à travailler à froid (J.-W. Stewart, J. A. Charles, et E.-R. Wallach, 2000 a). Cette quantité non négligeable de phosphore dans la matrice métallique pose donc la question de la capacité des forgerons à travailler ce type de matériau, et de manière plus générale de son comportement mécanique à l'usage.

¹⁹⁰ Une des raisons peut être que les analyses destinées à détecter sa présence n'ont pas été menées.

B. Production et travail du fer phosphoreux

La présence de phosphore dans les métaux ferreux, et plus particulièrement dans les demi-produits est conséquent à l'emploi d'un minerai phosphoreux¹⁹¹. Ces minerais sont par exemple, les minerais sédimentaires marins oolithiques (de type « minette de Lorraine », les minerais magmatiques ou encore les minerais des marais et des tourbières (« bog ore ») (V. Serneels, 2011). Leur emploi, sur les sites de réduction, est souvent imposé par les ressources minières environnantes. Ces minerais ont longtemps été considérés comme inexploitable par les sociétés anciennes, avant l'apparition du procédé Thomas, permettant l'affinage des fontes phosphoreuses. Il était, en effet, pensé que le phosphore ne pouvait pas être éliminé de la fonte lors de l'affinage, et serait donc présent à des teneurs élevées dans le métal, le rendant difficilement forgeable et cassant à froid. Il était alors inconcevable que des minerais phosphoreux aient pu être exploités dans le cadre du procédé direct, et encore moins pour le procédé indirect. Pourtant, en Lorraine, les travaux de Marc Leroy ont apporté un nouvel éclairage sur la question (M. Leroy, 1993). Dans cette région, le minerai du Lias supérieur, aussi appelée minette de Lorraine est un calcaire ferrugineux à structure oolithique qui a longtemps été perçu comme inadapté à la production du fer par les méthodes anciennes car, il contient d'une part une teneur en fer très moyenne (inférieure à 35%) et d'autre part il comporte du phosphore (entre 1 et 2 % d'acide phosphorique). Dans la même région, les minerais d'altération continentale, de type fer-fort (plus de 50% de fer et pratiquement pas de phosphore), présents en surface des plateaux étaient considérés comme plus appropriés et donc plus préférentiellement employés. Ce n'est qu'avec la découverte en 1984 du site de Ludres (Meurthe-et-Moselle) que cette opinion a été revue. Sur ce site, se trouvent les premiers bas fourneaux identifiés en Lorraine et un ferrier daté du haut Moyen Âge (début du VIII^{ème} siècle-fin du IX^{ème} siècle). Les déchets identifiés ont montré qu'ils ne pouvaient provenir que de la réduction de la minette de Lorraine. Les études ont ensuite exposé qu'en dépit de la teneur en phosphore, ce minerai a été favorisé pour son indice de basicité très favorable à la fluidification de la gangue du minerai. De plus, à partir des déchets du site médiéval de Maron, employant le même type de minerai, les études menées portant sur la répartition du phosphore entre le minerai et la scorie, montrent que 75% du phosphore¹⁹² contenu dans le minerai passe dans la scorie. Ceci suppose que la proportion de phosphore qui passe dans le métal est relativement réduite,

¹⁹¹ Les cendres de charbon de bois peuvent être susceptibles d'être à l'origine d'un apport de phosphore, mais dans une moindre mesure (E. Vega *et al.*, 2002).

¹⁹² En fonction du type de minerai et de la conduite de la réduction, cette proportion peut être amenée à varier pour d'autres sites.

et d'après Marc Leroy génère donc des problèmes mineurs vis-à-vis du travail du métal obtenu (M. Leroy, P. Merluzzo, et C. Le Carlier, 2015). Ces propos doivent toutefois être nuancés car l'étude métallographique s'est portée avant tout sur les scories, et non sur le métal en lui-même. De plus, de faibles quantités de cet élément (de l'ordre de quelques ppm) suffisent pour modifier le comportement mécanique du métal (J.-W. Stewart, J. A. Charles, et E.-R. Wallach, 2000 a). L'hétérogénéité de distribution du phosphore dans la masse brute est due aux conditions de températures et de pression à l'intérieur du fourneau, mais aussi dépendante des conditions de refroidissement. A haute température, ferrite et austénite vont coexister. La limite de solubilité du phosphore est plus forte dans la ferrite que dans l'austénite, générant une ségrégation du phosphore entre les deux phases. Si le refroidissement est relativement lent, alors l'ensemble du phosphore peut s'homogénéiser dans la matrice. Dans le cas contraire, le phosphore sera inégalement réparti (J.-W. Stewart, J. A. Charles, et E.-R. Wallach, 2000 a; E. Vega *et al.*, 2002).

Pour ce qui concerne le procédé indirect, l'étude du site de Glinet (XVI^{ème} siècle) et les reconstitutions expérimentales de la phase d'affinage ont permis de comprendre comment le minerai phosphoreux a pu être exploité (D. Arribet-Deroin *et al.*, à paraître, A.Perez *et al.*, 2013). Lors de la réduction du minerai dans un haut-fourneau, la totalité du phosphore présent dans le minerai passe à l'état liquide dans la fonte. La présence de phosphore dans le métal, va ensuite dépendre de l'efficacité de la déphosphoration au moment de l'affinage. Les études menées ont permis de montrer qu'une baisse significative de la teneur en phosphore dans le métal était possible grâce à l'ajout de scories calciques dans le foyer d'affinage (*cf.* chapitre V). Si cette méthode ne permet pas d'éliminer totalement le phosphore de la matrice, elle en diminue la teneur. Ainsi, indépendamment du procédé de réduction employé, ce type de minerai a pu être exploité bien avant l'apparition du procédé Thomas.

De plus, il semble que les artisans du fer aient été en mesure de forger convenablement le métal obtenu. En effet, ce matériau présente le désavantage d'être cassant à froid et cette caractéristique est exacerbée dès lors que le carbone et le phosphore sont simultanément présents dans la matrice (J.-W. Stewart, J. A. Charles, et E.-R. Wallach, 2000 a). Pourtant, rares sont les demi-produits mentionnés dans la littérature à présenter des craquelures ou des fissures générées lors de la forge. Quelques fissures intergranulaires ont pu être observées sur cinq des vingt fers analysés à Glinet (*cf.* chapitre V), ou encore sur certains fers de cathédrales. Toutefois, Maxime L'Héritier fait remarquer à juste titre, à propos de ces derniers, qu'il est complexe de savoir le nombre de fers phosphoreux qui se sont fissurés et qui ont dû être réparés et remplacés

(M. L'Héritier, 2007). Une des hypothèses proposées par Vega *et al.* pour expliquer l'absence de ces fissures et le bon comportement du métal à la forge, est que ces fers ont été forgés à une température inférieure à celles de l'apparition de la coexistence des phases ferritiques et austénitiques, présentant toutes deux un comportement mécanique différent (E. Vega *et al.*, 2002). Or, sur de nombreux demi-produits des structures fantômes ont été observées, traduisant la présence simultanée de la phase austénitique et ferritique lors du travail du métal. Leur présence va donc à l'encontre de cette hypothèse. Cependant, ces structures pourraient être d'anciennes structures fantômes apparues au moment de la réduction du métal, et qui ne se seraient pas complètement effacées pendant la forge. Elles montrent toutefois que dans certains cas, malgré la coexistence de ces deux phases, le métal a pu être travaillé sans difficulté par les forgerons.

C. Comportement mécanique

La capacité des forgerons à travailler convenablement, sans difficulté majeure apparente, les fers phosphoreux, leur permet de disposer d'un matériau aux propriétés mécaniques spécifiques. En effet, si le phosphore confère au matériau une plus grande fragilité et une diminution de sa ductilité, il lui apporte en contrepartie, une plus grande dureté et une meilleure résistance mécanique (J.-W. Stewart, J. A. Charles, et E.-R. Wallach, 2000 a).

Les analyses de microdureté Vickers menées sur les alliages ferreux phosphoreux anciens ont permis de mettre en évidence l'augmentation de dureté générée par la présence de phosphore pour des matériaux ferritiques. A Develier-Courtételle, par exemple, les duretés¹⁹³ des objets phosphoreux sont comprises entre 200 et 270 HV pour des teneurs en phosphore comprises entre 0,3 et 0,5% massique (L. Eschenlohr *et al.*, 2007). Pour les demi-produits de Glinet, majoritairement ferritiques et phosphoreux, les duretés moyennes sont comprises entre 110 et 204 HV pour des teneurs moyennes en phosphore comprises entre 0,2 et 0,5% massique. Ces duretés sont donc significativement supérieures à celles attendues pour des fers non phosphoreux, autour de 80-110 HV. Elles sont par ailleurs à rapprocher de celles des aciers. Par comparaison aux fers de Castel-Minier, plus carburés et non phosphoreux, on note que les fers phosphoreux de Glinet peuvent présenter des duretés équivalentes à celles des aciers non trempés et dont la teneur moyenne en carbone est comprise entre 0,3% et 0,5% (Figure 264).

¹⁹³ La charge employée pour la mesure de dureté pour les artefacts de Develier-Courtételle est de 100g, et pour ceux de Glinet, de 200g. Les résultats pour les deux sites peuvent être comparés car la faible différence entre les charges employées n'entraîne pas des écarts de mesures importants.

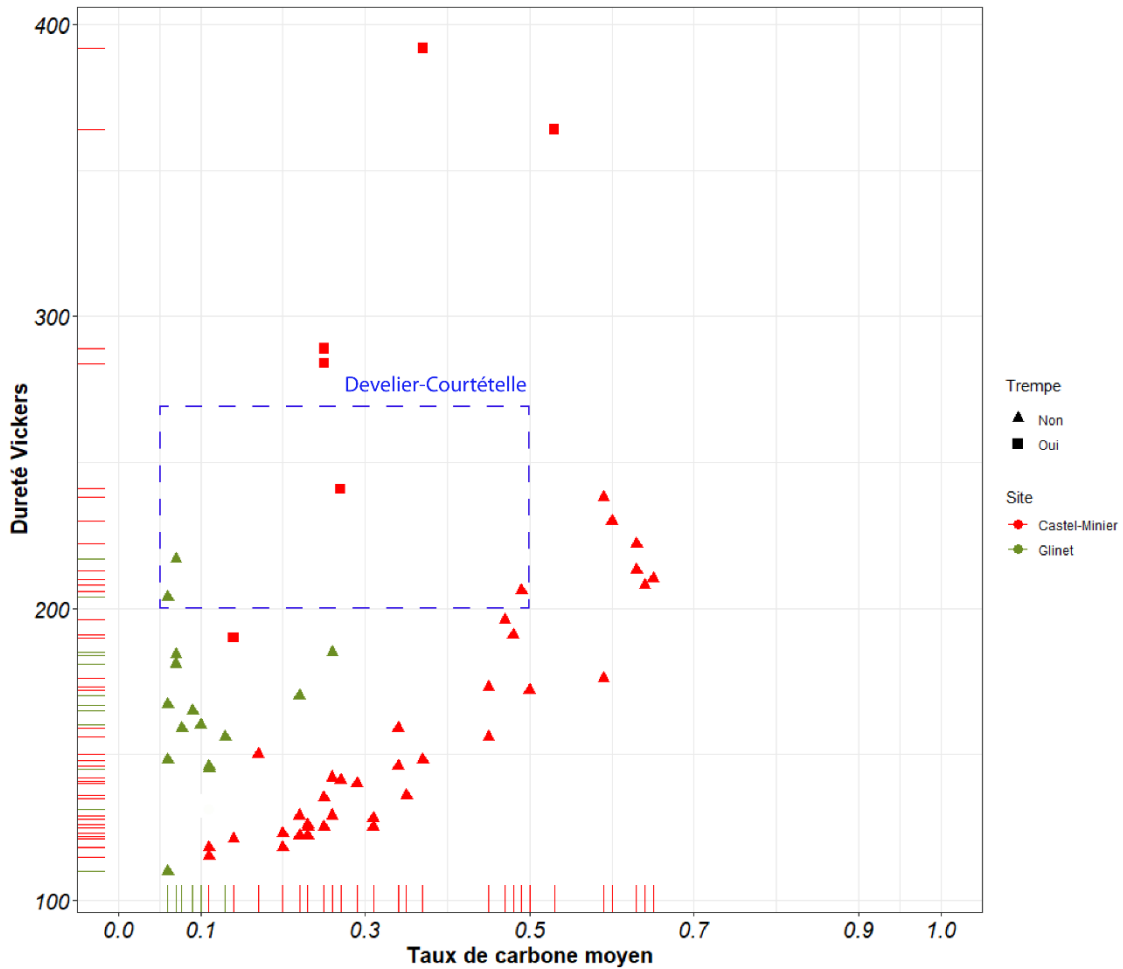


Figure 264 : Comparaison des duretés moyennes mesurées pour les demi-produits de Glinet, de Castel-Minier et de Develier-Courtételle en fonction du taux de carbone moyen.

Ainsi, on peut penser qu'un test de la dureté couplé à un test de trempe, identiques à ceux décrits en section II.D.1, pouvait être un moyen pour les praticiens de distinguer cette nature de métal particulière, plus dur qu'un fer non phosphoreux, parfois proche d'un acier, mais ne prenant pas la trempe. Dans certains contextes, la forme donnée aux demi-produits pourrait être associée à la présence de phosphore. Par exemple, le type 4L des barres antiques des Saintes-Maries-de-la-Mer, est dans la majorité des cas phosphoreux (G. Pagès, 2008). De même, une première tentative de classification des *currency bars* a été réalisée par Peter Crew et semblait établir une corrélation entre la forme et la proportion de zones phosphoreuses (P. Crew, 1994). Les barres ont alors été classées selon trois catégories définies comme fortement phosphoreuses, moyennement phosphoreuses et faiblement phosphoreuses. Toutefois, ces analyses ont été menées sur des petites portions de barres qui peuvent parfois être non significatives considérant l'hétérogénéité des barres.

Si l'on s'intéresse désormais au comportement de ces fers phosphoreux en traction, plusieurs études montrent que le phosphore diminue le caractère ductile du métal mais augmente sa résistance mécanique (J.-W. Stewart, J. A. Charles, et E.-R. Wallach, 2000 a; A. Juhin, 2005; M. L'Héritier *et al.*, 2005; A. Thiele et J. Hosek, 2015; Á. Thiele et J. Hošek, 2015).

J. Stewart s'est particulièrement intéressé au comportement mécanique des fers phosphoreux (J.-W. Stewart, J. A. Charles, et E.-R. Wallach, 2000 a). Les alliages ferreux, conçus spécialement pour son étude basée sur des essais de traction, comportent des teneurs en phosphore de 0,10 – 0,20 – 0,37 et 0,38 % massique et ont été refroidis dans des conditions proches de l'équilibre thermodynamique. Les teneurs en carbone de ces alliages sont inférieures à 0,01 % massique. A titre de comparaison, une éprouvette de ferrite non phosphoreuse a été testée. Les deux éprouvettes comportant les teneurs en phosphore les plus élevées présentent une distribution inhomogène du phosphore dans la matrice tandis que celles comportant les teneurs les plus faibles ont une distribution homogène. Les résultats issus des essais de traction¹⁹⁴ montrent une augmentation de la contrainte maximale et de la limite d'élasticité, mais une diminution de l'allongement à la rupture, corrélée à l'augmentation de la teneur en phosphore. Cette diminution de l'allongement traduit une diminution de la ductilité du métal tandis que l'augmentation de la contrainte maximale retranscrit une augmentation de la résistance mécanique pour des teneurs en phosphore croissante. A titre d'exemple, entre l'éprouvette dont la teneur en phosphore est de 0,1 % et celle dont la teneur est de 0,38 %, la contrainte maximale varie de 300 MPa à 380 MPa respectivement et la limite d'élasticité de 140 MPa à 220 MPa. L'éprouvette composée de ferrite non phosphoreuse présente une contrainte maximale et une limite d'élasticité plus faibles, respectivement de 240 MPa et 120 MPa. L'allongement à la rupture varie, quant à lui, de 55% à 45% dès lors que la teneur en phosphore passe de 0,1 à 0,38 %. Il est, en revanche, plus important pour la ferrite non phosphoreuse, autour de 60 % (Figure 265 et Figure 266). Les faciès de rupture montrent également une diminution de la ductilité. Pour des teneurs en phosphore inférieures à 0,2 % massique, la rupture est entièrement ductile et le faciès se compose de cupules. En revanche, les alliages riches en phosphore à hauteur de 0,37 et 0,38 % présentent un comportement mixte, fragile et ductile, retranscrit par la coexistence de cupules et de ruptures transgranulaires par clivages au sein du faciès. Ceci peut s'expliquer par l'inhomogénéité de la distribution des

¹⁹⁴ Les essais sont menés à température ambiante, sur des bancs d'essai hydraulique (Schenk, 50 kN). Les éprouvettes testées sont cylindriques et de longueur utile 25.3 mm. La vitesse de déformation considérée est de 1 mm.min⁻¹.

teneurs en phosphore, pour ces éprouvettes en particulier. Ces expériences montrent également qu'un refroidissement lent, permet de réduire la diminution de ductilité observées pour les fers phosphoreux.

Les résultats obtenus par Stewart diffèrent de ceux obtenus par la présente étude, pour les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer qui contiennent du phosphore (*cf.* chapitre V). En effet, si les limites d'élasticité pour les éprouvettes phosphoreuses des Saintes-Maries-de-la-Mer sont similaires à celles mesurées par Stewart, puisqu'elles sont comprises entre 151 et 205 MPa, les contraintes à la rupture sont plus faibles, comprises entre 217 et 300 MPa (Figure 265 et Figure 266). Les différences sont encore plus significatives si l'on considère les allongements à la rupture, compris entre 2 et 21%, soit entre 2 à 20 fois plus faibles que ceux mesurés par Stewart. De plus, si nous avons pu mettre en évidence une augmentation de la valeur de la contrainte maximale en comparaison aux fers non phosphoreux, nous n'avons pas remarqué une diminution de l'allongement à la rupture induite par la présence de phosphore comme c'est le cas pour les fers de Stewart (J.-W. Stewart, J. A. Charles, et E.-R. Wallach, 2000 a). Au contraire, les valeurs d'allongement à la rupture semblaient meilleures, dans certains cas, pour les fers phosphoreux. Les différences observées peuvent s'expliquer par la présence d'autres facteurs inhérents aux fers anciens, qui n'ont pas été considérés dans l'étude de Stewart. En effet, ses éprouvettes ne permettent pas de rendre compte de la complexité des fers anciens puisqu'elles ne comportent pas d'inclusions. A ce titre, les essais de traction¹⁹⁵ réalisés par A.Thiele et J.Hosek sont plus appropriés (Á. Thiele et J. Hošek, 2015). Quatre des cinq éprouvettes testées sont usinées à partir d'une masse brute issue de la reconstitution expérimentale d'un bas fourneau du X^{ème} siècle. Parmi celles-ci, l'une d'elle est composée d'un acier à 0,21% de carbone et est phosphoreuse à hauteur de 1,05%. Deux autres éprouvettes, comportant du carbone à hauteur de 0,64%_{massique}, sont ferrito-perlitiques pour l'une et martensitique pour l'autre. Une autre éprouvette est majoritairement ferritique (0,05%_{massique} de carbone). A titre de comparaison, une éprouvette a été usinée dans un matériau contemporain (S235JRG2), ferrito-perlitique (0,17% de carbone). A l'exception de la première éprouvette citée, aucune autre ne contient du phosphore. L'éprouvette phosphoreuse est la seule à présenter un comportement fragile. De plus, elle est celle qui présente l'allongement à la rupture le plus faible, du même ordre de grandeur que les valeurs les plus faibles obtenues pour les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer, c'est-à-dire autour de 5% (Figure 265 et Figure 266). Il semble que cette faible valeur soit due à la présence de phosphore, car l'éprouvette entièrement ferritique

¹⁹⁵ La vitesse d'élongation est de 20 mm.min⁻¹.

et non phosphoreuse, possède un pourcentage inclusionnaire similaire, mais un allongement à la rupture cinq fois plus important. En revanche, la valeur de la contrainte maximale pour ce fer phosphoreux, est supérieure à celle observée par Stewart, et supérieure à celle que nous avons mesurée pour les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer (Figure 265 et Figure 266). Elle est de 500 MPa. La différence observée peut s'expliquer par le fait que la teneur en phosphore soit très élevée dans cette éprouvette (1,05%P), mais aussi par le fait que les essais de traction aient été réalisés à une vitesse de déformation plus importante, ce qui peut entraîner une différence de mesure. Cette valeur est meilleure que celle obtenue pour un acier moderne (S235JRG2) dont la teneur en carbone est quasiment similaire (0.17%) mais dépourvu de phosphore et d'inclusions (Á. Thiele et J. Hošek, 2015). Elle est du même ordre de grandeur que celle mesurée pour un acier à 0,64% de carbone. La présence de phosphore a donc un effet significatif sur les propriétés mécaniques du métal permettant d'augmenter la résistance mais de diminuer la ductilité du métal.

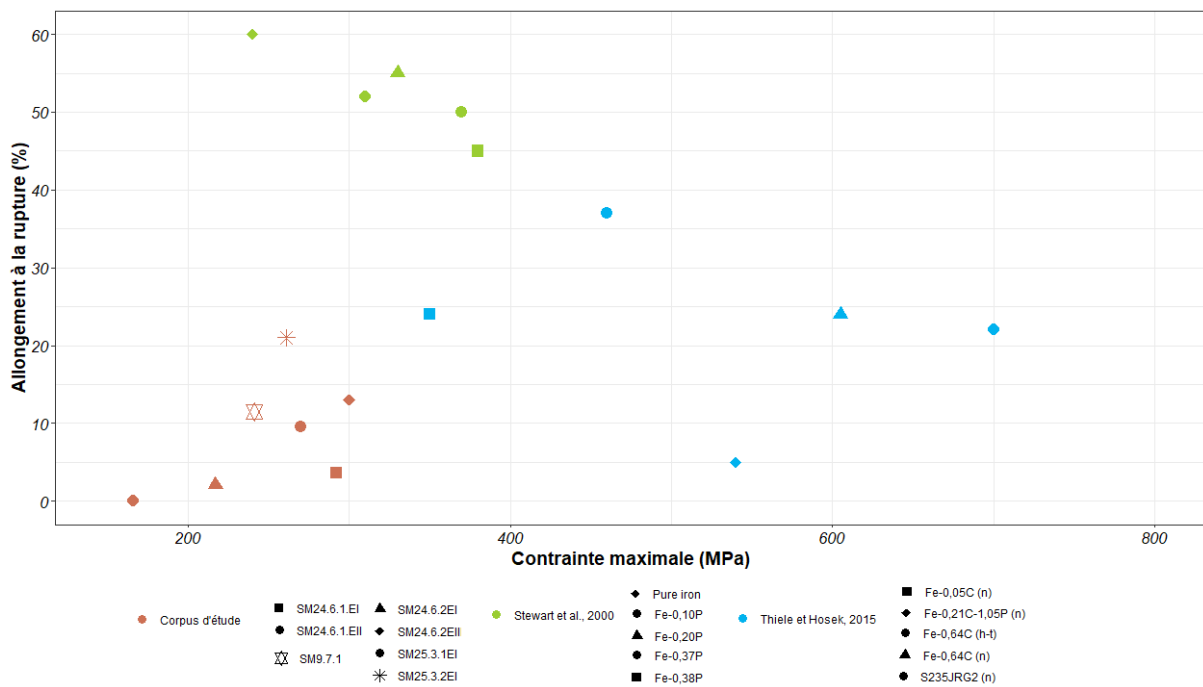


Figure 265 : Comparaison des différents résultats obtenus pour des éprouvettes phosphoreuses (bibliographie et corpus d'étude) concernant la contrainte maximale et l'allongement à la rupture

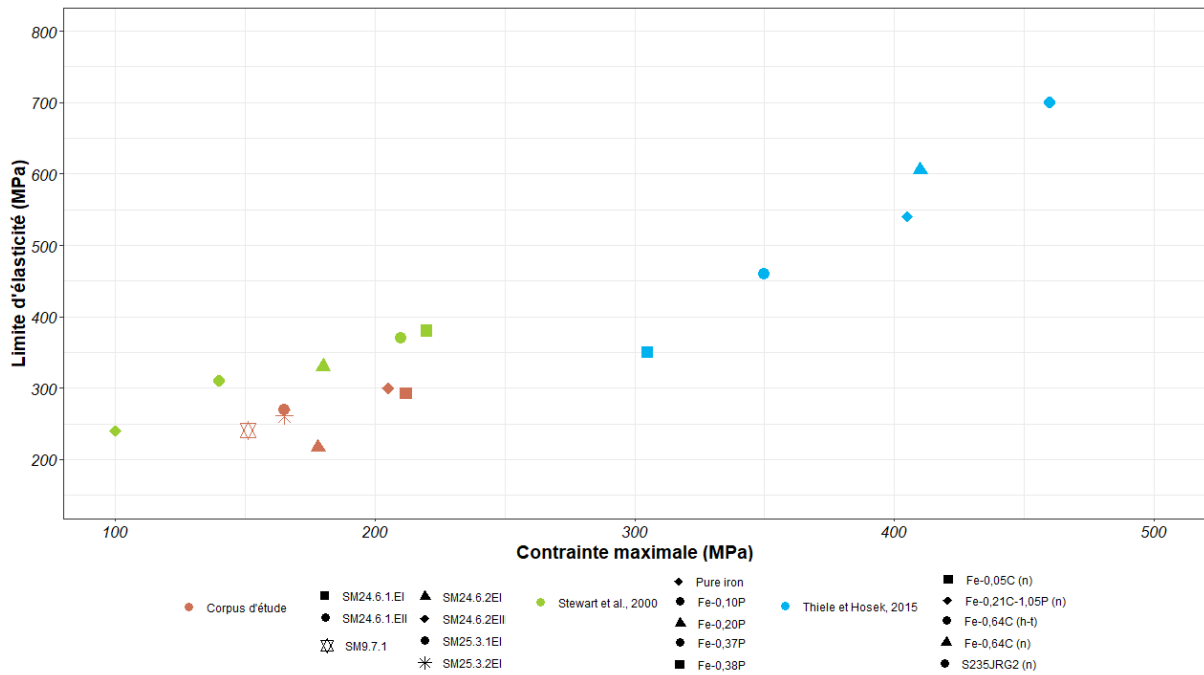


Figure 266 : Comparaison des différents résultats obtenus pour des éprouvettes phosphoreuses (bibliographie et corpus d'étude) concernant la contrainte maximale et la limite conventionnelle d'élasticité.

IV. Influence de l'évolution technique de la chaîne opératoire sur la nature des demi-produits

L'ensemble du corpus considéré, issu de ce présent travail et de la bibliographie, permet de couvrir une période chronologique relativement longue qui a vu de nombreuses évolutions techniques dans la façon de réduire le minerai et de forger le fer (*cf.* chapitres I et II). On peut alors s'interroger sur l'existence et le type d'influence de ces évolutions techniques sur la nature de la production.

Nous nous intéressons ici aux deux évolutions principales liées à l'introduction de l'énergie hydraulique pour actionner, d'une part, le marteau de la forge, et d'autre part, les soufflets lors de la réduction (*cf.* chapitres I et II). En effet, ces deux modifications majeures sont peut-être le plus susceptibles de modifier la nature du matériau produite, notamment la propreté inclusionnaire pour le marteau hydraulique ou la nature des éléments réduits dans le métal. Nous choisissons ici de respecter l'ordre d'apparition des différentes évolutions techniques, soit de traiter en premier lieu la question du marteau hydraulique, puis celle des soufflets. Nous ne respectons donc pas l'ordre de la chaîne opératoire.

A. Martelage mécanique

La première évolution technique majeure réside dans l'introduction de l'énergie hydraulique appliquée au martelage, pour l'épuration du fer et sa mise en forme, dès le XII^{ème} siècle dans certaines régions d'Europe (*cf.* chapitre I). La nature du métal peut être conditionnée par la conduite de la réduction pouvant, selon les conditions thermodynamiques du fourneau, générer un métal plus ou moins carburé et plus ou moins propre. Cependant, c'est lors de la seconde étape, celle de la post-réduction, que le rôle du forgeron via la phase d'épuration-compactage s'exprime le plus et conditionne la fabrication des demi-produits, leur qualité et leur forme (G. Pagès et M. L'Héritier, 2020). Un compactage plus ou moins poussé, un martelage plus ou moins vigoureux, donnera un matériau plus épuré. C'est pourquoi, il semble pertinent de relier l'apparition du marteau hydraulique à la propreté inclusionnaire des fers produits. En effet, cet appareil se substituant à la force manuelle, il semble indéniable qu'il ait facilité le travail de forge et ait permis de mettre en forme à moindre effort, des demi-produits de plus grandes dimensions, en soulevant des masses plus lourdes garantissant une plus grande puissance de frappe. Le fer est produit en plus grande quantité et à moindre coût (P. Benoit, 1998, p.300). La question qui se pose est alors de savoir quelles ont été les répercussions du marteau hydraulique sur la qualité/nature des fers produits. Permet-il de fournir un matériau systématiquement plus propre et mieux épuré que l'épuration manuelle ?

Pour traiter cette question, nous comparerons des demi-produits à un stade quasiment équivalent dans la chaîne opératoire, déjà mis en forme et présentant des traces de travail. Dans un premier temps nous comparerons l'ensemble des données disponibles, puis, nous mettrons en relation les résultats obtenus sur la propreté inclusionnaire et les dimensions des demi-produits, plus particulièrement leur épaisseur. Si pour certaines périodes, antérieures au X^{ème} siècle, il est certain que le marteau hydraulique n'a pas été employé, pour d'autres périodes la question se pose. Nous considérons donc uniquement les demi-produits pour lesquels l'emploi ou non du marteau hydraulique est clairement défini. Ainsi, pour les matériaux mis en forme manuellement, nous considérons les barres de la fin du second Âge du Fer, les barres antiques et les demi-produits de Castel-Minier produits avant le XV^{ème} siècle, période correspondant à l'introduction du marteau hydraulique sur le site (*cf.* chapitre II et F. Téreygeol, 2017). Pour les demi-produits mis en forme par martelage hydraulique, nous considérons les demi-produits de Castel-Minier produits à partir du XV^{ème} siècle, retrouvés dans le canal du marteau hydraulique, et ceux produits à Glinet, site pour lequel les fouilles ont mis à jour ce type d'infrastructure (*cf.*

chapitre II et D.Arribet-Deroin *et al.*, à paraître.). Pour les fers de renfort de cathédrales, la question est plus épineuse. En effet, leur datation les place souvent à cheval sur les périodes d'apparition du marteau hydraulique dans certaines régions, et les sources écrites ne rendent pas explicitement compte de la période d'apparition précise de ce marteau. Maxime L'Héritier montre par ailleurs, par l'étude des renforts en fer des cathédrales de Rouen et de Troyes, que le martelage hydraulique serait apparu bien avant la date supposée par ces dernières (M. L'Héritier, 2007) . Selon certaines sources, attendu la taille de ces renforts de cathédrales et le tonnage du fer employé, il est quasiment certain qu'ils ont été forgés à l'aide d'un marteau hydraulique notamment pour les barres formant les tirants ou les armatures des vitraux (Benoit, 1998, p. 295). Ces affirmations s'appuient sur des constatations apportées par l'archéologie expérimentale, pointant la difficulté à produire, à la force manuelle, des pièces métalliques de grandes dimensions et en grand nombre (M. Leroy *et al.*, 1999; M. L'Héritier, P. Dillmann, et P. Benoit, 2007). Dans certains cas, les observations macroscopiques à la surface des barres permettent de confirmer l'emploi du marteau. Des successions de creux et de bosses ont été mises en évidence sur des tirants de la galerie du Conclave du Palais des Papes d'Avignon. Sur chacune des barres, la distance crête à crête a été mesurée. Elle varie de 2 à 8 cm, la moyenne étant de 4,5 cm (P. Dillmann et P. Bernardi, 2003, p.260-262). Ce pas correspond à la taille d'une tête de marteau, trop importante pour être maniée à la main. Ce constat a aussi été fait à partir d'anciennes photographies de tirants reliant les arcs boutant de la cathédrale de Beauvais (M. L'Héritier, 2007, p.790). Dans certains cas, ces vaguelettes n'ont pas été mises en évidence. Cependant, Maxime L'Héritier précise que les objets sont retravaillés¹⁹⁶ après avoir été mis sous la forme de barres, ce qui peut effacer les traces du martelage induites par le marteau hydraulique (M. L'Héritier, 2007, p.790). Ces dépressions ont par ailleurs aussi été observées sur les demi-produits de Castel-Minier du XV^{ème} siècle et du XVI^{ème} siècle. Comme les demi-produits étudiés sont de courtes chutes de barres, il est parfois difficile de voir une répétition de motifs, mais l'on note la présence de creux et de bosses (*cf.* chapitres III et V). Sur les chutes les plus longues, la longueur du motif a pu être mesurée et donne une indication de la taille du marteau. Le pas est de l'ordre de 3,5 cm environ, légèrement plus faible donc que celui mesuré pour les tirants du Palais des Papes d'Avignon.

Si l'on considère le site de Castel-Minier, l'étude concernant l'influence du marteau hydraulique n'avait pu mettre en évidence une amélioration de la qualité inclusionnaire induite

¹⁹⁶ Le serrurier/forgeron reçoit le métal sous forme de bandes et de barres, et le travaille ensuite avant qu'il ne soit intégré à la structure. Ce travail est souvent minime, il peut s'agir de repli en bout ou de soudures.

par l'introduction du marteau hydraulique sur le site¹⁹⁷ à partir du XV^{ème} siècle (*cf.* chapitre V). Les demi-produits forgés manuellement avant le XV^{ème} siècle ne présentent pas de différence significative en termes de propreté inclusionnaire avec les demi-produits *post-XV^{ème}*, mis en forme par marteau hydraulique (Figure 267). On trouve, avant et après l'introduction du marteau, une majorité de demi-produits dont la teneur en inclusions est inférieure à 3%.

On note également qu'en fonction des sites, l'emploi du marteau hydraulique ne fournit pas des matériaux de qualité similaire (Figure 267). Si l'on compare les deux sites de production étudiés dans ce présent travail, Castel-Minier et Glinet, on remarque que les fers produits à Castel-Minier possèdent une meilleure propreté inclusionnaire que ceux de Glinet. De plus, pour un même site, la qualité inclusionnaire peut être inégale. Le marteau hydraulique ne permet donc pas forcément une harmonisation¹⁹⁸ de la production.

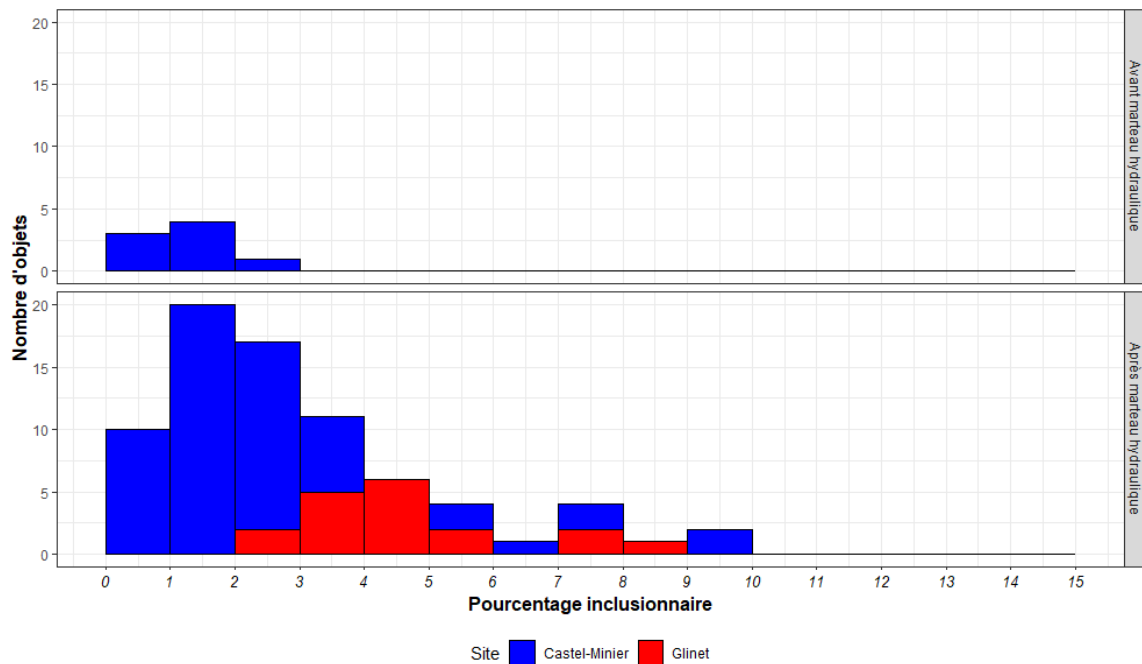


Figure 267 : Distribution des pourcentages inclusionnaires pour les demi-produits mis en forme manuellement (en haut) et par martelage hydraulique (en bas), pour Castel-Minier (bleu) et Glinet (rouge).

Si l'on compare désormais l'ensemble des données, on note pour les deux cas de figure (martelage manuel et martelage hydraulique) une dispersion des pourcentages inclusionnaires. Dans les deux cas, plus de 50% des demi-produits présentent un pourcentage inclusionnaire inférieur à 2%. En revanche, plus de 90% des demi-produits mis en forme par martelage

¹⁹⁷ Rappelons que la comparaison pour ce site est complexe considérant le nombre de données restreinte pour la période antérieure au XV^{ème} siècle et le fait que les productions ne sont pas tout à fait du même type. Certains demi-produits forgés manuellement sont plus proches des demi-produits (*cf.* chapitre V).

¹⁹⁸ Il faut nuancer ces propos en tenant compte du fait que selon l'usage qui sera fait du demi-produit, le niveau de propreté inclusionnaire atteint peut être suffisant. Nous y reviendrons.

hydraulique ont un pourcentage inclusionnaire inférieur à 5% contre seulement 75% pour le martelage manuel. De plus, contrairement au martelage manuel, aucun demi-produit mis en forme par martelage hydraulique ne présente un pourcentage inclusionnaire supérieur à 10% (Figure 268). Au vu de ces résultats, il semble que le marteau hydraulique fournisse des matériaux de propreté inclusionnaire similaires à ceux obtenus par martelage manuel du point de vue de la gamme des propretés inclusionnaires. Cependant, une légère tendance à l'homogénéisation et une proportion plus importante de matériaux mieux épurés est observée lorsque le martelage est hydraulique. Ces résultats doivent toutefois être nuancés car d'une part, le degré d'épuration dépend de l'épaisseur du demi-produit souhaité, de sa forme mais aussi de l'usage qui en sera fait, d'autre part, il pourrait s'agir d'un effet de source. En effet, les pourcentages inclusionnaires élevés, obtenus par martelage manuel, sont principalement issus des deux Âges du Fer (S. Bauvais, 2007; M. Berranger, 2009) et pour ces données, les pourcentages inclusionnaires ont été déduits manuellement de l'observation à l'échelle microscopique de quelques zones de l'échantillon sans logiciel de traitement d'image¹⁹⁹, ce qui peut entraîner des biais de mesure. En revanche, on note que certains demi-produits forgés par martelage hydraulique possèdent des pourcentages inclusionnaires plus élevés que ceux forgés par martelage manuel. Il s'agit de quelques produits moins bien épurés pour le site de Castel-Minier et de Glinet, et de quelques renforts de la cathédrale de Metz et de celle de Chartres.

¹⁹⁹ De type Photoshop

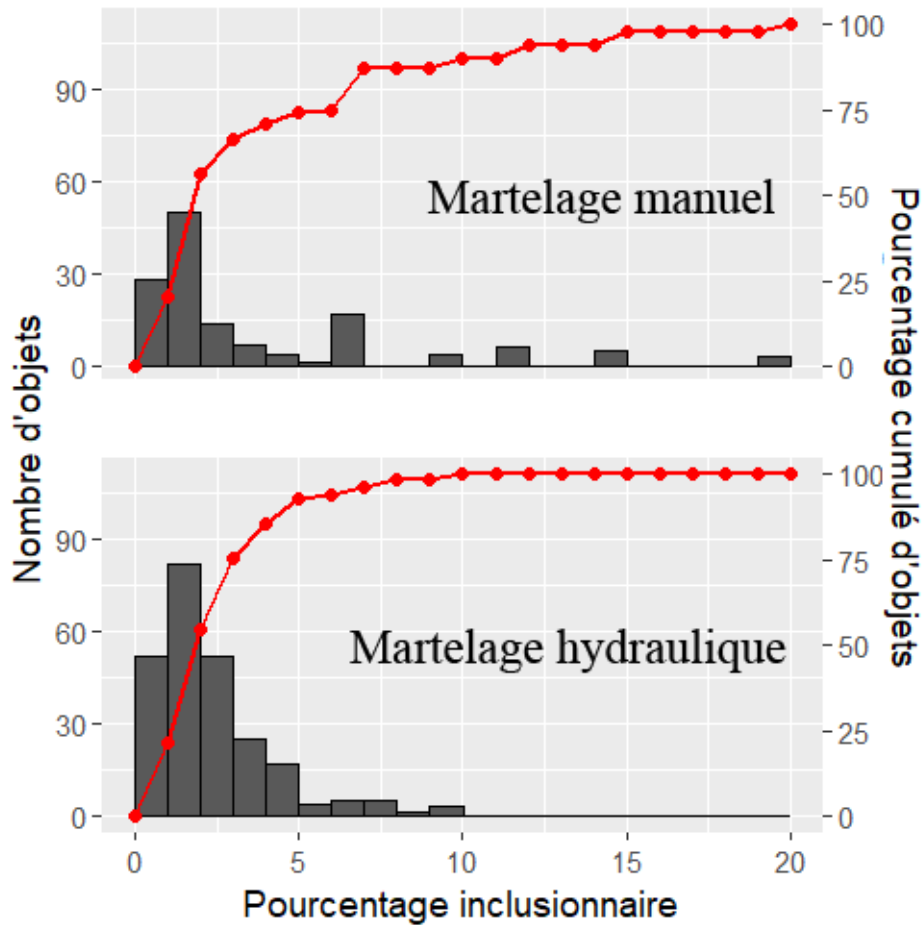


Figure 268 : Distribution des pourcentages inclusionnaires pour les demi-produits mis en forme manuellement (en haut) et par martelage hydraulique (en bas). La courbe rouge indique le pourcentage cumulé d'échantillons.

Ces observations doivent également tenir compte du type de demi-produits forgés sur chacun des sites et de leurs dimensions puisque, ces dernières semblent être un facteur conditionnant la propreté inclusionnaire du métal et sa facilité à l'épurer aisément. Gaspard Pagès montre, par exemple, pour les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer, que la section de la barre, et principalement son épaisseur, conditionne la propreté des fers obtenus (G. Pagès, 2008).

Afin de pouvoir comparer l'influence du marteau, il faut donc comparer des produits similaires, de sections ou d'épaisseurs relativement proches. En tenant compte de ce paramètre, deux demi-produits, de même section, l'un martelé manuellement, l'autre soumis au marteau hydraulique, peuvent présenter des pourcentages inclusionnaires similaires (Figure 269). Lorsque ces pourcentages sont différents, le demi-produit ayant été soumis au martelage hydraulique peut être celui qui est le mieux épuré, mais la situation inverse est également possible. Nous pouvons toutefois noter que les demi-produits dont l'épaisseur est inférieure à

10 mm présentent dans la majorité des cas une propreté inclusionnaire meilleure (<10%) lorsqu'ils ont été forgés par martelage hydraulique. Pour ceux forgés par martelage manuel, les données sont plus dispersées. Il semble donc y avoir une homogénéisation du marteau hydraulique pour les demi-produits très fins. En revanche, pour les plus fortes épaisseurs, la tendance est moins marquée et semble même s'inverser. Les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer, présentent des propretés inclusionnaires équivalentes, voire meilleures, aux renforts de cathédrales de même épaisseur et produit par martelage hydraulique. Encore une fois, il convient de rester vigilant car il pourrait s'agir d'un effet de source.

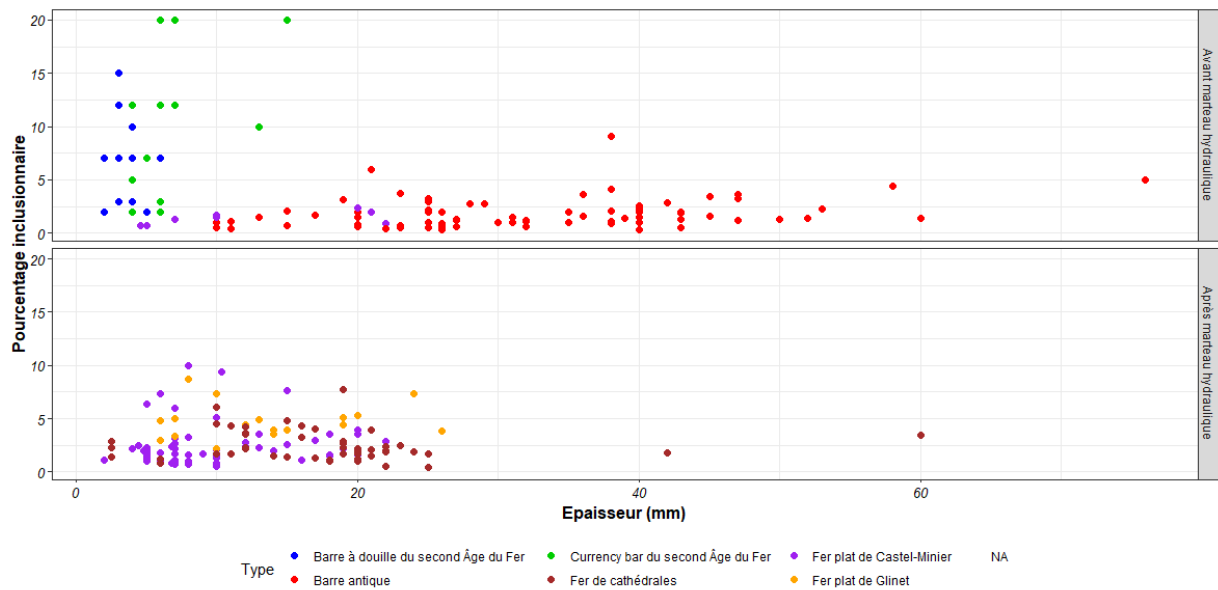


Figure 269 : Variation du pourcentage inclusionnaire en fonction de l'épaisseur du demi-produits sans (graphique du haut) ou avec emploi du marteau hydraulique (graphique du bas)

Ainsi, l'introduction du marteau hydraulique ne semble pas directement corrélée à une qualité inclusionnaire supérieure pour les demi-produits. Les propretés inclusionnaires très élevées ont pu être obtenues sans martelage hydraulique. C'est le cas pour les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer par exemple. De plus, pour certains demi-produits de même section, les pourcentages inclusionnaires les plus élevés (>10%) se comptent parfois parmi les demi-produits ayant subi un martelage hydraulique. Quelques tendances ont cependant pu être dégagées. Il a pu être remarqué que le marteau hydraulique semblait induire une homogénéisation de la production en termes de propreté inclusionnaires pour les demi-produits dont l'épaisseur est inférieure à 10 mm. De plus, il semble que son utilisation limite la production de demi-produits mal épurés (%Inc >10%). Cependant, il faut nuancer ces conclusions car la qualité inclusionnaire atteinte peut être suffisante à l'usage auquel le demi-

produit était destiné. Ainsi, pour certains demi-produits, la qualité inclusionnaire élevée n'était pas systématiquement recherchée. C'est pourquoi, Maxime L'Héritier suppose que pour certains renforts de cathédrales, la quantité a pu primer sur la qualité. La phase d'épuration a pu être menée dans l'optique d'une production de masse et non dans la recherche d'une qualité spécifique, mais suffisante pour l'usage qui doit en être fait (M. L'Héritier, 2007, p.782). Derrière cette idée de quantité, il faut considérer le temps de travail lié à l'épuration. En effet, la phase d'épuration, longue et coûteuse en énergie est considérée comme le facteur limitant du procédé. Le marteau hydraulique a pu contribuer à diminuer le temps d'épuration.

Les études métallographiques ne permettent cependant pas directement de mettre en lumière le temps de travail nécessaire en phase d'épuration pour aboutir au demi-produit commercialisé. Celui-ci va bien sûr dépendre de la nature de la masse brute initiale. Partant d'une même masse brute, il serait intéressant de comparer le gain de temps apporté par le travail au marteau hydraulique pour obtenir un produit de même qualité inclusionnaire. Les reconstitutions expérimentales permettent d'apporter des éléments de réponse. Celles menées par Peter et Susan Crew montrent l'importance non négligeable du marteau hydraulique dans le travail de post-réduction (P. Crew et S. Crew, 1994). En effet, la comparaison de deux masses brutes, l'une entièrement travaillée de façon hydraulique, et l'autre uniquement pour les étapes finales, montre un rendement en termes de pertes identiques. Ainsi, le marteau hydraulique ne permet pas de réduire le rendement en termes de pertes pour les premières phases de travail mais de réduire le temps de travail et la dépense en énergie humaine. Mais, les auteurs précisent que si le travail avait été réalisé de façon entièrement manuelle, il aurait fallu trois à quatre fois plus de chauffes pour obtenir le même résultat, ce qui aurait engendré plus de pertes et le travail aurait été plus chronophage.

Enfin, on peut se demander, si le marteau hydraulique a permis de travailler plus facilement de plus grand volume de matière. Les expérimentations montrent qu'il est complexe d'épurer manuellement des masses brutes de plus de 7 kg ou 900 cm³, et de mettre en forme des barres longues et de grandes sections (P. Dillmann *et al.*, 2005; M. Leroy *et al.*, 1999; G. Pagès et M. L'héritier, 2020). C'est également ce qui a été déduit de l'observation des barres de fer des Saintes-Maries-de-la-Mer, qui se composent, dans certains cas, de loupes soudées bout à bout, toutes inférieures à 9 kg (G. Pagès, 2008). Il semblerait qu'après l'apparition du marteau hydraulique, les volumes des loupes travaillées ne soient pas supérieurs à ceux qu'il était possible d'épurer manuellement. En considérant les renforts des cathédrales présentant des soudures, les volumes des loupes restent du même ordre de grandeur que celles assemblées pour

les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer (G. Pagès et M. L'Héritier, 2020). Ceci s'explique par le fait que, pour les premiers stades d'épuration, la matière encore trop fragile et poreuse se fragmenterait sous les coups du marteau. La première étape de compactage de la masse brute est donc manuelle, souvent à l'aide d'un maillet en bois, et limite de ce fait le volume de fer qui peut être travaillé. L'impact du marteau hydraulique est donc limité pour le compactage des grandes loupes qui doivent dans tous les cas être fragmentées, mais il se révèle déterminant pour des stades d'épuration et de mise en forme plus avancés pour forger de plus grandes pièces par soudure (G. Pagès et M. L'Héritier, 2020).

B. Soufflerie hydraulique et procédé de réduction

La seconde évolution technique liée à l'énergie hydraulique se rapporte à son application pour activer les soufflets de la réduction. L'emploi de cette énergie pour la ventilation permet un apport d'air plus conséquent et d'augmenter ainsi les températures au cœur du fourneau (*cf.* chapitre I). Il est donc cohérent de penser que ce système permettrait une meilleure diffusion du carbone dans le métal et donc de produire un métal plus carburé. Ceci est effectivement le cas, si la température obtenue permet d'atteindre le point de fusion du métal, la réduction a lieu à l'état liquide et la fonte est produite. Il s'agit ici du procédé indirect. Précisons toutefois que l'application de l'énergie hydraulique aux soufflets n'implique pas systématiquement le passage à l'indirect (*cf.* chapitre I). Nous allons donc discuter de l'influence de la soufflerie hydraulique sur les natures du métal dans le cadre du procédé direct, puis du procédé indirect.

Pour traiter la question de l'influence de la soufflerie hydraulique dans le cadre du procédé direct, le site de Castel-Minier est un cas d'étude approprié. En effet, au début du XVI^{ème} siècle, ce dernier se dote de ces installations hydrauliques (*cf.* chapitre II et Téreygeol, 2017). Nous ne rappelons ici que brièvement les résultats obtenus puisque ces derniers ont déjà été détaillés dans le chapitre précédent (*cf.* chapitre V). Les analyses menées sur les chutes de demi-produits n'ont pas permis de mettre en évidence une variation de la nature du métal produit avant et après le XVI^{ème} siècle. Si des *gromps* plus carburés, parfois composés de fonte ont été mis en évidence par Ivan Stepanov pour le XVI^{ème} siècle, certains demi-produits du XV^{ème} siècle étaient déjà composés d'aciers très fortement carburés et parfois même localement de fonte. Pour ce site, l'application de l'énergie hydraulique aux soufflets n'a pas entraîné une modification de la nature de la production.

Si l'on s'intéresse désormais à l'influence du procédé de réduction et que l'on considère l'ensemble des demi-produits²⁰⁰ pour lesquels le procédé de réduction employé est identifié, ceux issus du procédé indirect possèdent toujours un pourcentage surfacique carburé inférieur à 50% et majoritairement inférieur à 20%, tandis que pour ceux issus du procédé direct, l'ensemble des gammes de pourcentage surfacique est représenté (Figure 270).

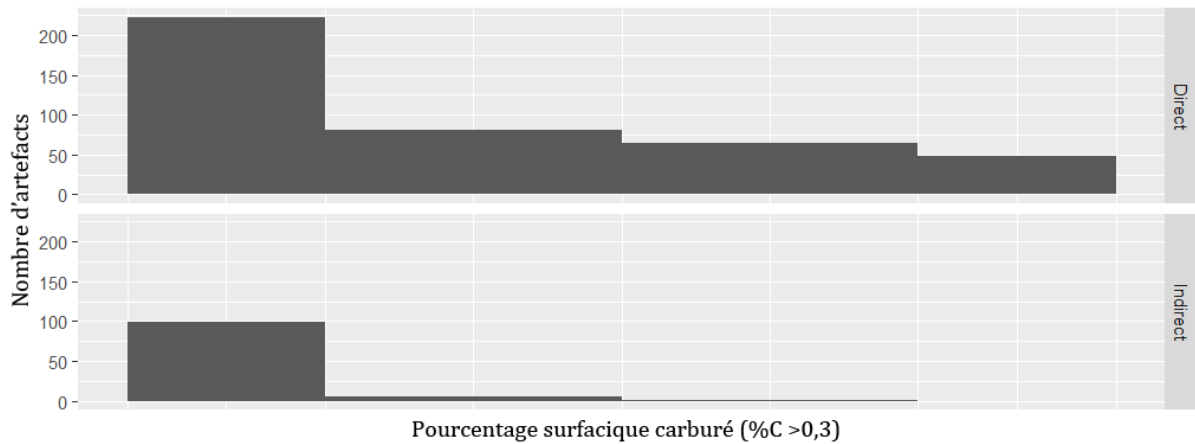


Figure 270 : Effectifs des demi-produits par gamme de pourcentage surfacique carburé en fonction du procédé employé

Si l'on considère désormais le taux de carbone moyen²⁰¹, on note que les demi-produits issus du procédé indirect possèdent des teneurs en carbone inférieures à 0,3%, en revanche ceux issus du procédé direct possèdent des teneurs en carbone pouvant être supérieures (Figure 271). En considérant l'écart type à la moyenne au taux de carbone (cf. chapitre IV), les artefacts issus du procédé direct peuvent être bien plus hétérogènes que ceux issus du procédé indirect.

²⁰⁰ A l'exception de ceux dont la nature du métal a pu être modifiée par des traitements volontaires, de type cémentation, appliqués par le forgeron.

²⁰¹ Quand la donnée existe

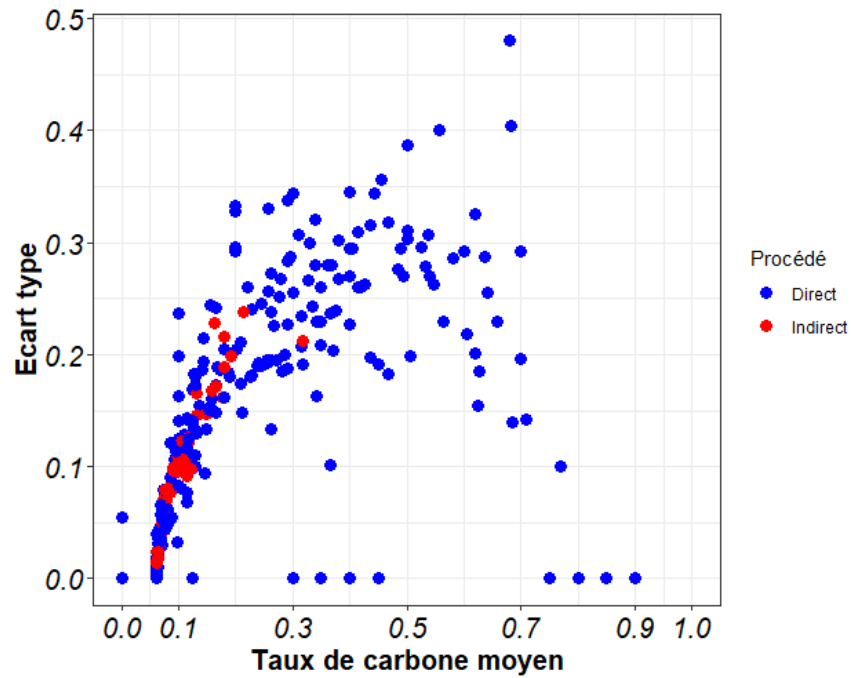


Figure 271 : Taux de carbone moyen et écart type à la moyenne pour chacun des objets en fonction du procédé employé.

Pour illustrer ce point, les deux sites de la période médiévale et moderne de notre corpus Castel-Minier et Glinet, sont appropriés. En effet, en limitant l'étude à ces deux sites au XVI^{ème} siècle uniquement, pour considérer dans les deux cas une soufflerie hydraulique et afin de s'affranchir de l'influence d'autres facteurs, la production est majoritairement ferritique à Glinet (indirect), tandis qu'elle est hétérogène à Castel-Minier (direct). Les taux de carbone moyen sont variables à Castel-Minier compris entre 0,1 à 0,8 % tandis qu'ils sont tous inférieurs à 0,25% à Glinet. De plus, les écarts types (σ) au taux de carbone moyen sont plus importants à Castel-Minier, jusqu'à 0,3%, alors qu'ils sont majoritairement inférieurs à 0,2% à Glinet (Figure 272). Ainsi, pour le XVI^{ème} siècle, la production du site de Glinet est donc une production uniforme de fers peu carburés homogènes, tandis que la production du site de Castel-Minier est une production hétérogène de fers et d'aciers, eux-mêmes hétérogènes en leur sein.

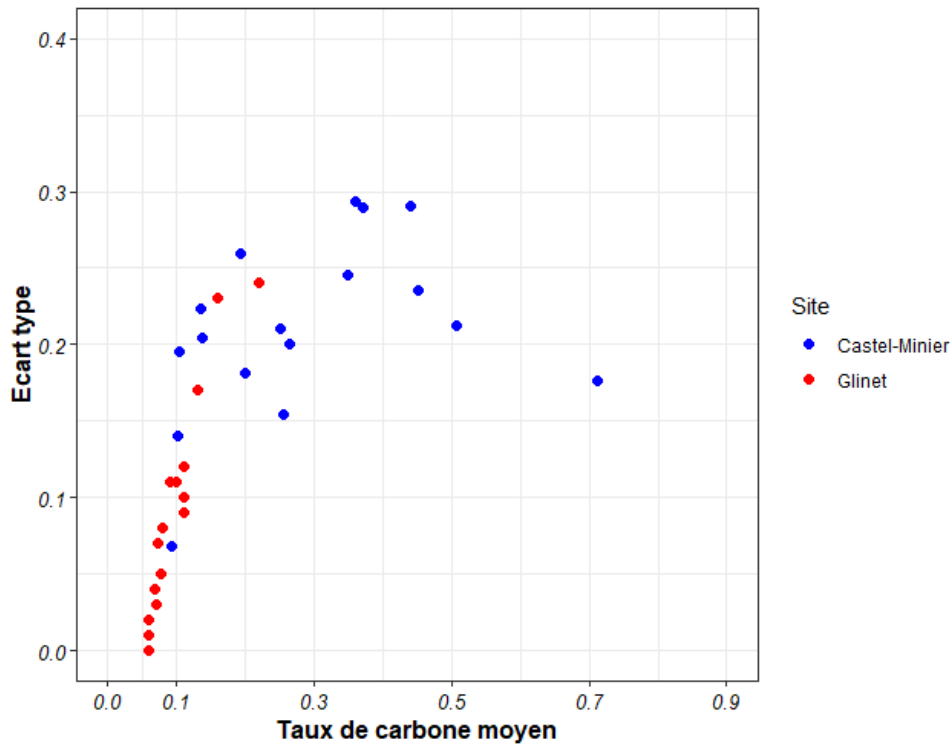


Figure 272 : Comparaison des taux de carbone moyen et écart type pour les demi-produits du XVI^{ème} siècle issus du procédé indirect pour Glinet et du procédé direct pour Castel-Minier

Cela signifie-t-il pour autant que l'indirect fournit toujours du fer et non de l'acier ? Il semblerait qu'il faille tenir compte d'un autre paramètre : la nature du minerai. En effet, nous avons vu à Glinet (indirect) que les demi-produits étaient très peu carburés et que ceci pouvait s'expliquer par une décarburation poussée au moment de l'affinage, inhérente à un temps d'affinage long visant à déphosphorer le matériau. En effet, le carbone s'oxyde avant le phosphore au cours de l'affinage (*cf.* chapitre V, §III). La question est donc de savoir si l'obtention d'un métal peu carburé, ici observé pour le procédé indirect est dû à la présence de phosphore dans le minerai employé, ou si ce constat est entièrement inhérent au procédé. Pour aborder cette question, nous nous intéressons aux fers architecturaux. Les fers issus du procédé direct comme ceux issus de l'indirect sont majoritairement ferritiques mais d'autres peuvent être plus aciérés. Leur teneur en carbone peut atteindre 0,4% (Figure 273). Dans la plupart des cas, les fers issus de l'indirect sont toujours moins carburés que ceux issus du procédé direct. Ce constat ne semble pas être lié ici à la présence de phosphore, puisque les fers architecturaux, issus de l'indirect et ferritiques, peuvent contenir ou non du phosphore en leur sein. On remarque cependant que dès que ces fers comportent du phosphore, ils sont exclusivement ferritiques pour l'indirect (Figure 273). Ainsi, dans tous les cas, il semble que la décarburation

soit toujours poussée au cours de l'affinage, et qu'elle le soit encore plus en présence de phosphore dans le minerai pour les raisons évoquées précédemment.

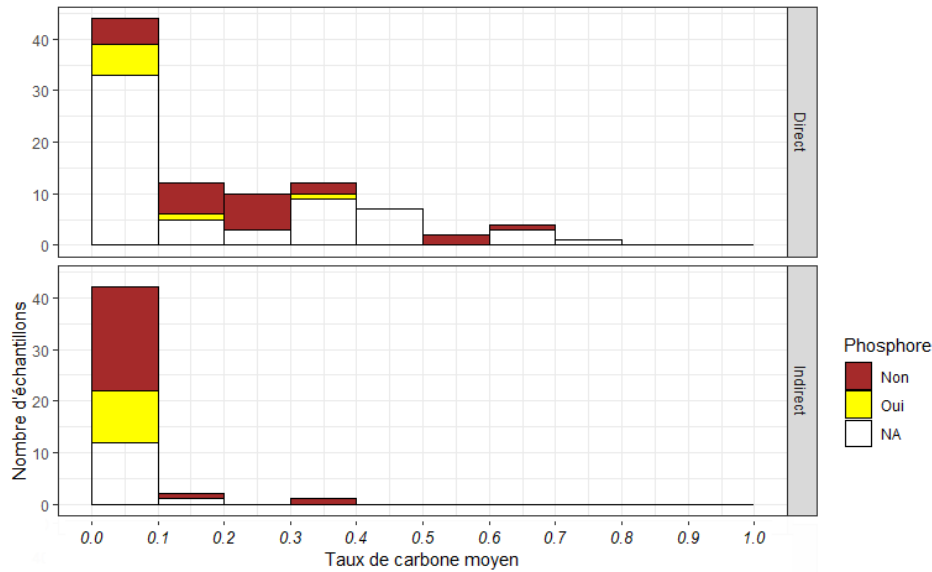


Figure 273 : Distribution des teneurs en carbone pour les fers architecturaux considérant le procédé de réduction et la présence de phosphore dans le métal.

V. Potentiels domaines de destination fonctionnelle

La finalité des demi-produits est d'être échangés, commercialisés et transformés (*cf.* chapitre I). La multiplicité des natures de métal qui les composent et de leurs formes amène à s'interroger sur la variété des utilisations qui pouvaient en être faites. En effet, c'est en questionnant l'usage que la notion de qualité et la définition des natures de métal prennent leur sens. Même un matériau sans spécificité particulière, aux propriétés mécaniques plutôt faibles comparées à d'autres, ou à fort pourcentage inclusionnaire sera peut-être suffisamment adapté à certains usages et non à d'autres. C'est dans cette optique que M. L'Héritier explique, concernant les fers de renforts de cathédrales médiévales et modernes, « qu'un matériau aux caractéristiques microstructurales hétérogènes peut en effet être amplement suffisant mécaniquement s'il est correctement dimensionné par rapport à l'usage auquel il est destiné » (M. L'Héritier, P. Dillmann, et P. Benoit, 2007). Les forgerons interrogés dans le cadre de la présente étude (*cf. supra*) précisent par ailleurs « qu'il n'y a pas de mauvais aciers, il y a surtout de mauvais forgerons. En cela il faut comprendre que chaque acier correspond à un usage particulier. Prendre un acier mou pour fabriquer une lime très dure n'aurait aucun sens ». Ce constat pourrait même être porté plus loin, et comprendre qu'un « bon forgeron », armé de

compétences techniques et de savoir-faire particuliers, sera en mesure de forger, pratiquement, n'importe quel type de métal et sera capable de le rendre apte à un certain usage. Pour reprendre l'exemple de la lime, un forgeron pourrait prendre un acier mou et le cémenter pour le durcir²⁰². En ce sens, un « mauvais acier » pourrait être un matériau difficile à forger pour le forgeron, tandis que pour l'utilisateur final, il serait un matériau qui ne remplit pas ses fonctions.

Les études menées sur les demi-produits et sur les objets finis montrent la capacité des forgerons à reconnaître les différentes natures de métal et à les employer à bon escient, en adéquation à un usage, ou bien à les modifier à l'aide de traitements thermiques ou thermochimiques, pour les rendre aptes à leur fonction (*cf. supra* et Berranger, 2009; Debord et Dieudonné-glad, 1993; Guillot *et al.*, 1995; Guillot et Fluzin, 1987; Pagès, 2008; Pleiner *et al.*, 2003). Les sources anciennes exprimaient déjà l'idée d'associer à un matériau particulier, un usage spécifique (*cf.* Introduction). Par exemple, au III^{ème} siècle avant notre ère, le poliorcéticien Daimachos²⁰³ distingue quatre types d'aciers, correspondant à quatre provenances aptes à des usages spécifiques : l'acier de Sinope, le Chalybe, le Lydien et le Lacédémonien. Les deux premiers peuvent être employés pour produire des outils de charpentier, le lacédémonien pour produire des limes, des forets à fer, des ciseaux à graver et des outils pour travailler la pierre tandis que l'acier lydien, est utile pour confectionner les limes, les coutelas, les rasoirs et les raclours²⁰⁴ (M. R. Halleux, 2007). Pline l'ancien, écrivain et naturaliste romain du I^{er} siècle de notre ère, distingue, quant à lui, le fer mou s'approchant du plomb, d'un autre fer plus cassant et cuivreux. Le fer mou est adapté à la production de roues et de clous, contrairement au fer cassant. Il mentionne également une troisième variété destinée à produire de menus objets tels des clous de chaussures militaires, et une quatrième plus sujette à la rouille (Pline, Histoire Naturelle, livre XXXIV, §XLI ed.H.Le Bonniec, Paris, 1953). (Pline L'Ancien, 1953)(Pline L'Ancien, 1953)(Pline L'Ancien, 1953)(Pline L'Ancien, 1953)(Pline L'Ancien, 1953)(Pline L'Ancien, 1953)(Pline L'Ancien, 1953)(Pline L'Ancien, 1953)(Pline L'Ancien, 1953)(Pline L'Ancien, 1953).

Certaines études ont tenté d'attribuer à un demi-produit une fonction spécifique. C'est le cas notamment des *currency bars*, aux Âges du Fer, qui ont été longtemps considérées comme des ébauches d'épées (C. Doswald, 1994; P. Crew, 1994). Cependant, il semble plus

²⁰² C'est par ailleurs ce dont il est fait mention dans les sources écrites, pour les petites limes, par le supposé moine-orfèvre Théophile, dans son ouvrage *Schedula* rédigé entre 1120 et 1125 (N. Dieudonné-Glad, 2011).

²⁰³ Daimachos (III^e s. av. J.-C.), fragment 4 Müller (cité par Étienne de Byzance, s.v. *Dakedaivmwn* et par Eustathe, Commentaire à l'Iliade, II, 581, p. 294, 3).

²⁰⁴ Il semble toutefois difficile, à la lumière des connaissances actuelles sur la nature des métaux ferreux, de différencier une nature de métal plus propice à produire des ciseaux à graver que des limes. Halleux précise par ailleurs qu'il faut y voir ici des aciers à plus de 0,8% de carbone, d'après les outils trouvés en Norique.

raisonnable de considérer que le demi-produit puisse être destiné à plusieurs fonctions. C'est pourquoi, Gaspard Pagès, pour son étude sur les demi-produits antiques, privilégie l'emploi du terme « domaine de destination fonctionnelle », terme que nous avons choisi de réemployer ici (G. Pagès, 2008, p.205). A titre d'exemple, il précise que les demi-produits de type 4L, particulièrement longs, en fer phosphoreux, pourraient être employés pour l'élaboration « d'éléments particulièrement longs et soumis à de fortes contraintes mécaniques, comme les essieux de charrettes » (G. Pagès, 2008, p.228). Cette expression est, par ailleurs, également utilisée par Marion Berranger dans le cadre de son étude sur les demi-produits aux Âges du Fer.

Se posent alors de nombreuses questions : vers quels domaines de destinations fonctionnelles étaient orientés les demi-produits. Entrent-ils dans la composition d'un nombre restreint de catégories d'objets ou sont-ils des tout-venants sans grande spécificité ? Quelle quantité de travail doit fournir le forgeron pour élaborer un objet fini à partir d'un demi-produit ? Et enfin, sur quels critères se basent les forgerons pour sélectionner un demi-produit destiné à un usage spécifique. Est-ce que cela varie en fonction des époques ?

A. Critères de sélection et usages spécifiques

1. Nature du métal et valeur ajoutée

Dès lors que l'on considère l'emploi d'une catégorie de demi-produits vers un domaine de destination fonctionnelle potentiel, le premier critère à considérer est la nature du métal et le type d'alliage, d'où découlent ses propriétés mécaniques. En effet, les forgerons cherchaient à identifier et à distinguer les différentes natures de métal se basant sur une perception technique et mécanique de la matière (*cf.* Introduction et *supra* II.D, III.C).

La ferrite est réputée conférer au demi-produit une grande ductilité, mais au contraire une mauvaise résistance mécanique. L'acier est un matériau dur et plus résistant. Cette propriété est exacerbée avec l'augmentation de la teneur en carbone, ou par application d'un traitement de trempe dès lors que la teneur en carbone est supérieure à 0,3%_{massique}. Cependant, il est cassant. Enfin, le fer phosphoreux est considéré comme un matériau peu ductile, cassant et fragile mais conférant au métal une plus grande dureté (*cf.* chapitre I).

Les analyses de dureté Vickers ont permis de mettre en valeur la différence entre ces différents types de matériau (*cf.* chapitre V et *supra* §I.C). En revanche, si l'on considère les résultats issus des essais de traction, les propriétés mécaniques du métal semblent difficilement prévisibles en se basant uniquement sur sa microstructure et sur le type d'alliage (*cf.* chapitre

V et *supra* §I.C). Ceci est dû à l'hétérogénéité des matériaux et à la présence de facteurs supplémentaires, tels que les inclusions, fortement impliquées dans la rupture du matériau.

Ainsi, si la nature du métal peut orienter vers un domaine de destination fonctionnelle, elle n'est pas le seul paramètre devant être considéré : la propreté inclusionnaire doit également être prise en compte. Les inclusions étant des points de fragilité dans le métal, ils jouent un rôle primordial sur le comportement mécanique, réduisant l'allongement à la rupture du métal et sa ductilité (*cf.* chapitre V et *supra* §I.C). Dans la majorité des cas, lors des différents essais de traction réalisés à partir de matériaux anciens, c'est la présence d'inclusions de grande taille qui a engendré une rupture précoce du matériau (*cf. supra* et M. L'Héritier *et al.*, 2019; A. Thiele et J. Hošek, 2015).

Ceci étant dit, tous les objets ne nécessitent pas le même niveau d'épuration. Ce critère peut donc être un paramètre à considérer dans le choix du matériau pour un type d'usage. On peut penser que les demi-produits les mieux épurés et compactés pourront être destinés à de variétés d'emploi plus diversifiées et particulièrement privilégiés pour des objets complexes ou fins. A titre d'exemple, on peut citer les tôles, qui nécessitent l'emploi de demi-produits très bien épurés, car la présence d'inclusions ou de porosités entraînerait rapidement un déchirement de la matière.

Peu d'indices de l'identification des qualités inclusionnaires par les forgerons ont été mises en évidence. On peut toutefois considérer pour certains demi-produits de l'Âge du Fer que l'allongement des extrémités des bipyramidés ou l'enroulement terminal des barres à douilles permet d'indiquer une faible proportion d'inclusions, ne générant pas, de fait, des fissures dans le métal (P. Crew, 1994). De plus, le comportement du métal à la forge devait être différent et permettre aux forgerons d'identifier ces différences de qualité notamment par la propension à se fissurer sous le marteau. Ce critère doit donc primer. Toutefois, ce paramètre peut être modifié par l'action du forgeron. Sa modification est même inhérente à la phase de forge du demi-produit lors de sa mise en forme vers un objet fini. C'est pourquoi, le degré d'épuration du demi-produit ne semble pas le restreindre à un domaine spécifique et ne permet donc pas directement de déduire vers quel domaine de destination fonctionnelle il se destine.

Par contre, Gaspard Pagès considère que ce paramètre est en réalité un critère de valeur ajoutée²⁰⁵ pour les demi-produits antiques, un « critère subsidiaire au type d'alliages ferreux » (G. Pagès, 2008, p.209). La phase d'épuration étant chronophage et coûteuse en efforts, plus le

²⁰⁵ Elle est définie comme la différence entre la valeur finale du produit au prix du marché et la valeur initiale des matériaux et des services utilisés pour sa production (G. Pagès, 2008, p.209).

matériau est épuré, plus il possède une valeur ajoutée importante puisqu'il aura nécessité un investissement important de la part du forgeron²⁰⁶. Dans ce même ordre d'idée, Marion Berranger rattache également ce paramètre à un investissement en temps et une complexité technique de fabrication différente en fonction des demi-produits, pour les deux Âges du Fer (M. Berranger, 2009). De fait, la qualité inclusionnaire peut être indirectement un critère de choix, dans le sens où, plus le matériau est épuré, plus la valeur ajoutée est importante, et plus il est « prêt à l'emploi » pour des usages bien spécifiques comme les tôles ou les outils résistants. Il peut, en ce sens, indiquer si les demi-produits sont proches en termes de qualité inclusionnaire d'un domaine fonctionnel particulier, ou s'ils nécessitent une phase de compactage et d'épuration plus poussée. Il peut ainsi être une mesure du nombre d'étapes et du temps de travail à mener pour certains usages au comportement mécanique exigeant (G. Pagès, 2008, p.207). Ainsi, le degré d'épuration (d'élimination des inclusions) va conférer une réelle valeur ajoutée à certains demi-produits, ces étapes de forge n'étant plus nécessaires (ou dans une moindre mesure), dans les stades suivants de la chaîne opératoire. Il faut également considérer qu'un matériau mieux épuré est sûrement plus cher. En revanche, à l'opposé, il peut arriver que ce paramètre ne soit pas important pour l'artisan. Par exemple, nous avons vu que sur certains sites, comme à Entremont par exemple, la matière était apportée sous forme de masse brute non épurée et était directement transformée en objets finis (M. Berranger et P. Fluzin, 2007). Il peut y avoir ici une volonté, de la part des forgerons, de contrôler, la nature du métal qu'ils travaillent pour l'amener à un degré d'épuration voulue.

Sur ce principe, d'autres critères peuvent également conférer au matériau une valeur ajoutée plus importante, liée à un investissement technique et un temps de travail plus important (*cf.* chapitre I). Il s'agit par exemple des soudures, qui permettent de conférer une plus grande longueur (*cf. infra*) ou de modifier la nature générale du demi-produit en ajoutant par exemple un volume aciéré. Dans le même ordre d'idée, la cémentation ou la trempe permet de modifier la nature et les propriétés mécaniques du demi-produit (*cf.* chapitre I).

De ce fait, si l'on considère l'ensemble des critères que nous venons d'évoquer (nature du métal en lui-même, propreté inclusionnaire et traitements thermochimiques et mécaniques), pour chacune des étapes de la chaîne opératoire et pour chacune des périodes considérées, on peut distinguer alors différentes familles d'alliages, avec des valeurs ajoutées plus ou moins

²⁰⁶ Cette réflexion est valable pour les demi-produits considérés par Gaspard Pagès et pour ceux pour lesquels le marteau hydraulique n'a pas été employé pour leur mise en forme. Elle est à nuancer dès lors qu'intervient le marteau hydraulique, facilitant le travail du forgeron (*cf. supra*).

importantes qui pourraient potentiellement orienter vers des domaines de destinations fonctionnelles. L'offre est donc diversifiée : des demi-produits épurés et constitués d'un certain type d'alliage « prêts à l'emploi » et d'autres plus bruts nécessitant une épuration plus poussée ou pouvant être employés pour des usages moins exigeants (Figure 274). En effet, des produits encore très bruts, très sommairement compactés, et au pourcentage inclusionnaire supérieur à 25% sont les premiers produits de la chaîne opératoire, amenés à circuler. Ils peuvent être majoritairement ferritiques comme par exemple la masse découverte sur l'*oppidum* d'Entremont (M. Berranger et P. Fluzin, 2007) ou au contraire très aciérés comme les masses brutes des Saintes-Maries-de-la-Mer (*cf. supra* et chapitre V). Un travail d'épuration compactage plus avancé conduit à des demi-produits qui sont encore mal épurés (%Inc >10%) mais présentant des traces de mise en forme plus poussées. Il peut s'agir de demi-produits encore relativement informes, comme par exemple la barre en cours de compactage découverte à la Palme et datée du Haut-Empire, ou de demi-produits pour lesquels une forme spécifique a été recherchée. Ceci est illustré par exemple par les bipyramidés des deux Âges du Fer (M. Berranger, 2009). Les demi-produits de ce type peuvent aussi présenter toutes leurs faces martelées comme les *Hooked Billet*, les lopins de type 8 des Saintes-Maries-de-la-Mer ou encore les courtes barres de Thuir datées du IV^{ème} siècle. Pour ce type de produit, le forgeron a avant tout souhaité mettre en forme le produit sans pour autant l'épurer de façon complète. Enfin, lorsque les étapes de corroyage et de mise en forme se poursuivent, d'autres demi-produits bien épurés (%Inc < 5%), à plus haute valeur ajoutée peuvent être rencontrés. Ils peuvent être issus de la déformation et de la mise en forme d'une unique masse de métal comme c'est le cas par exemple pour les barres de type 2M des Saintes-Maries-de-la-Mer ou encore des fers plats de Glinet pour le XVI^{ème} siècle (Figure 274). Ils peuvent également provenir d'un corroyage successif d'une masse de métal comme les barres à soie du second Âge du Fer ou les fers de Castel-Minier au XV^{ème} siècle. Enfin, ils peuvent être issus de la soudure de plusieurs lopins, qui leur confère une plus grande longueur et une plus grande valeur ajoutée. C'est le cas, par exemple, des barres de type 4L des Saintes-Maries-de-la-Mer (G. Pagès, 2008). Dans d'autres cas, plus rares, une valeur ajoutée plus forte peut être conférée au demi-produit, en pratiquant des opérations thermo-chimiques sur le métal. Un exemple peut être les barres à douille (de type BAD1) du second Âge du Fer (M. Berranger, S. Bauvais, et P. Fluzin, 2007).

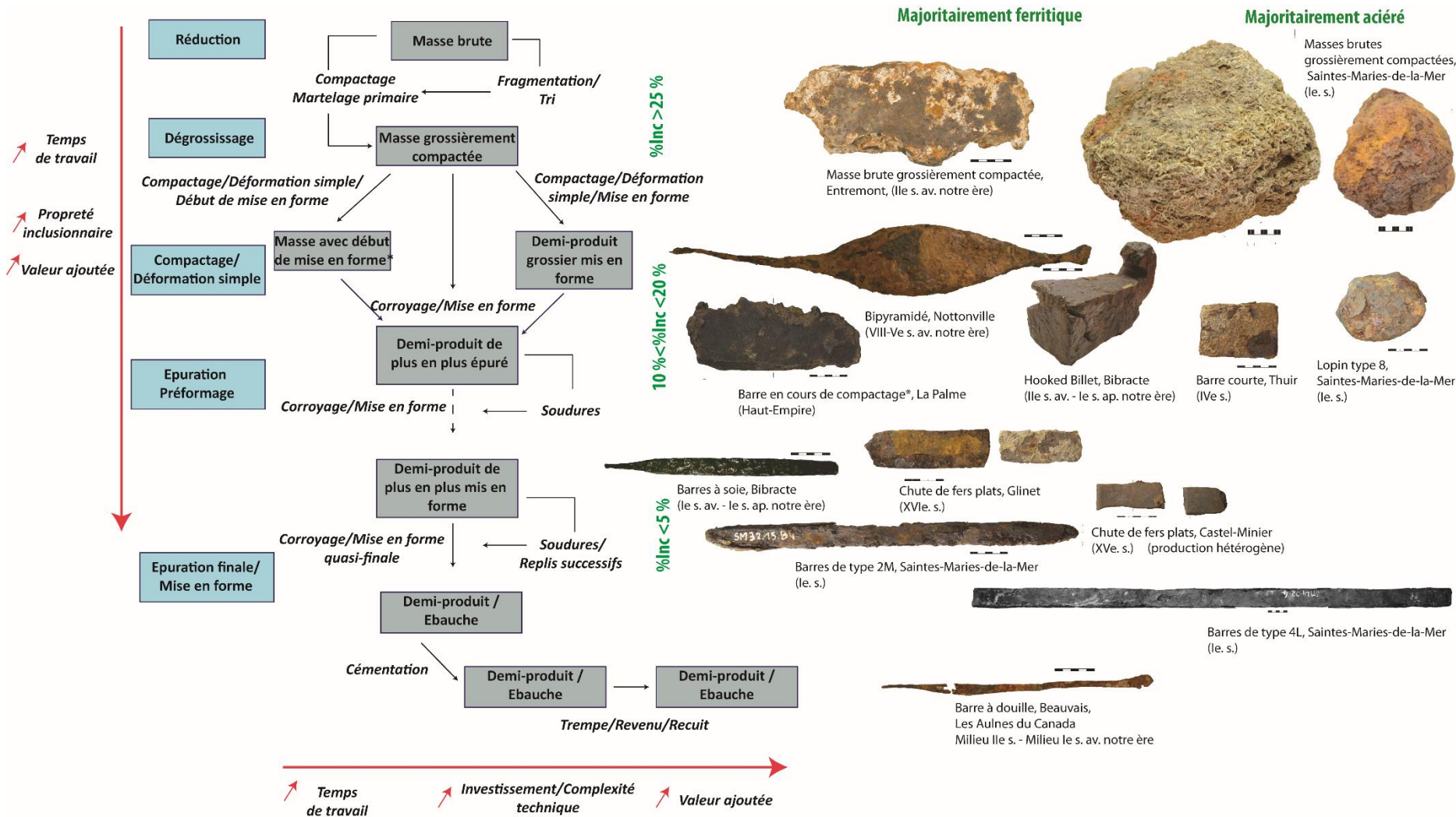


Figure 274 : Diversité théorique des demi-produits obtenus à chaque étape de la chaîne opératoire considérant la valeur ajoutée (d'après Pagès, 2008 et Berranger 2009) et exemple d'artefacts archéologiques.

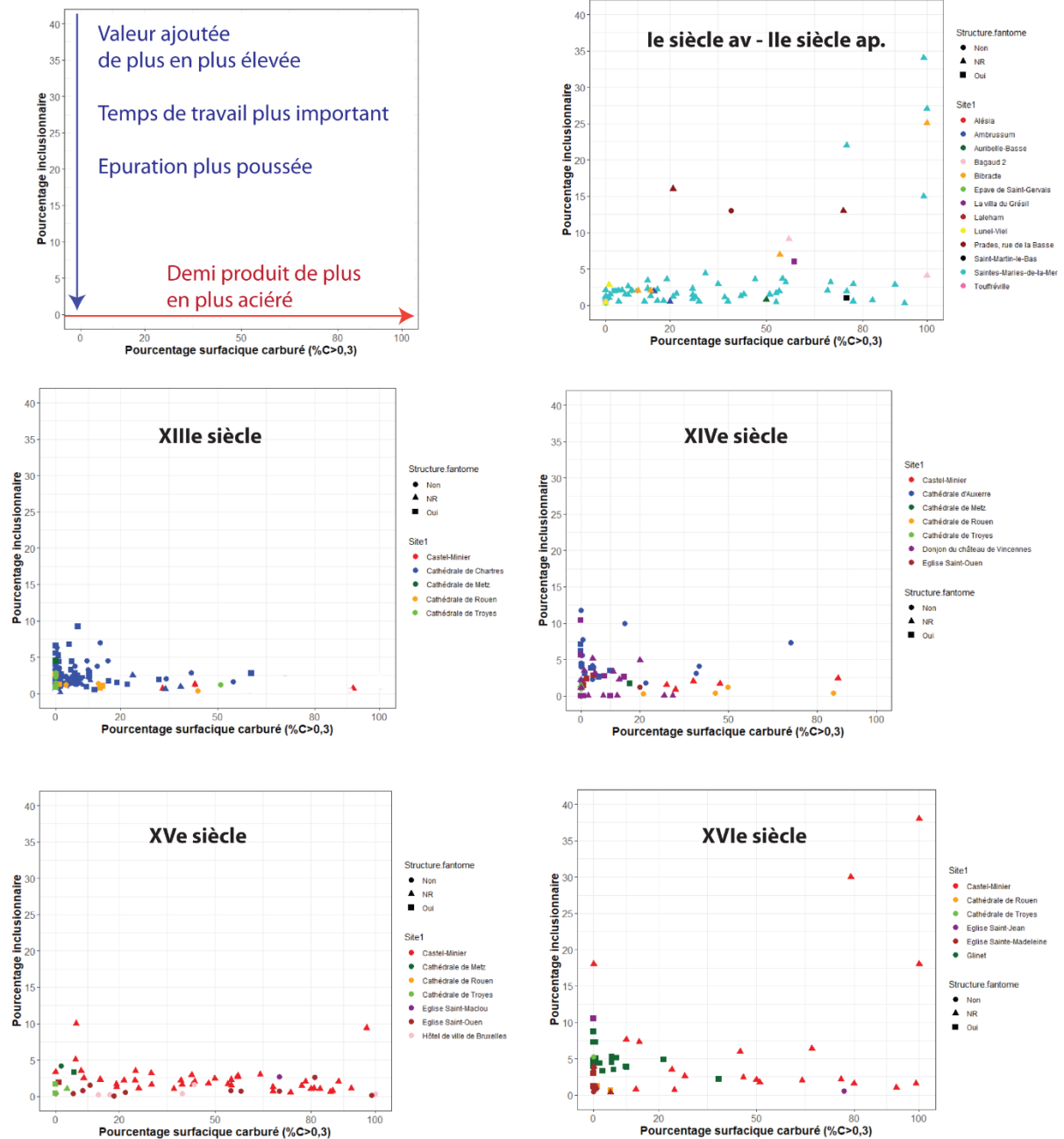


Figure 275 : Panorama de la nature des demi-produits pour différentes périodes

Si l'on considère les deux sites de production étudiés dans le présent travail, on note que pour un même site, la production peut être très hétérogène comme à Castel-Minier ou au contraire très homogène comme à Glinet (Figure 276). Si l'on s'intéresse à la nature des matériaux produits par ces deux sites, tous deux en activité au XVI^{ème} siècle, on note donc deux natures de production différentes. Le site de Castel-Minier fournit des demi-produits très bien épurés, à dominance ferritique tandis que celui de Glinet fournit des matériaux ferritiques phosphoreux, au degré d'épuration légèrement inférieur à celui de Castel-Minier. On note

toutefois qu'en termes de dureté, les matériaux de Glinet sont presque aussi durs que ceux de Castel-Minier étant donné la présence de phosphore. Ces deux productions pourraient être destinés à des usages distincts.

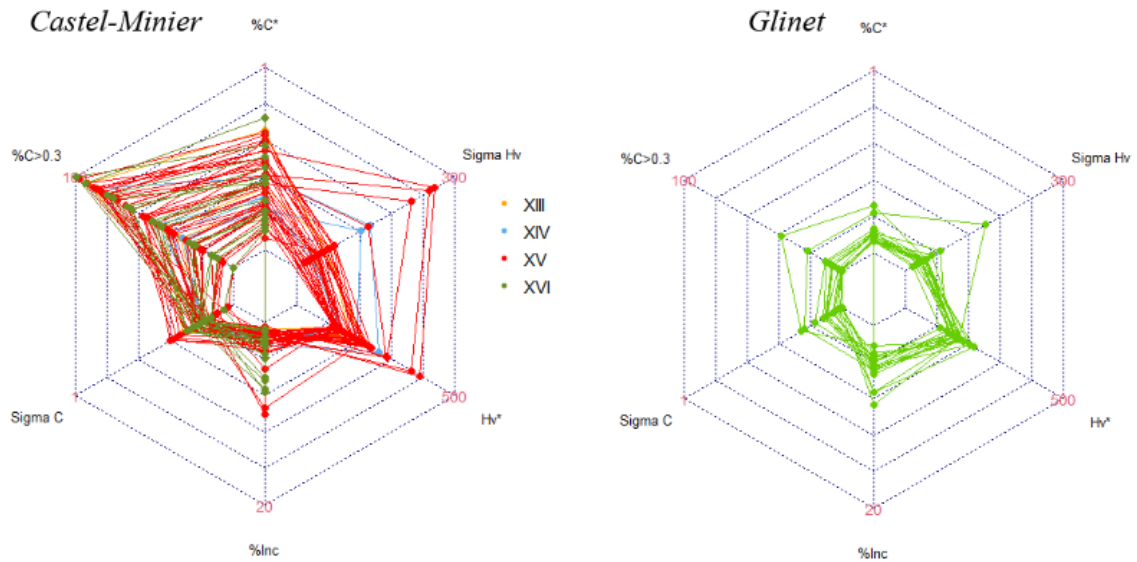


Figure 276 : Comparaison des profils de nature de métal pour Castel-Minier et Glinet

2. La forme

Le comportement mécanique du matériau, inhérent à sa nature, n'est pas le seul critère à considérer dans le choix d'un demi-produit destiné à un certain type d'usage : la forme est également à prendre en compte. En effet, comme le précise Catherine Verna, pour le XV^{ème} siècle : « préciser la forme du fer c'est en prévoir l'usage car selon l'usage qu'il en fera le forgeron achètera son produit selon tel ou tel conditionnement » (C. Verna, 2001). La forme du demi-produit peut donc être adaptée à son usage futur. Le demi-produit peut d'ores et déjà être une préforme de l'objet fini et potentiellement prête à être employée.

Dans certains cas, la forme du matériau est inhérente à son degré d'avancement dans la chaîne opératoire. Dans d'autres situations, on trouve pour un même site et/ou pour une même période, des demi-produits à un stade quasiment équivalent de la chaîne opératoire, non différenciables par la nature de leur matériau mais de formes différentes. Ces différences ne sont pas le reflet d'une spécificité d'un atelier. Elles semblent donc plutôt permettre d'assurer la mise en circulation de matériaux complémentaires, et de garantir une offre diversifiée sous différentes formes visant à répondre à des besoins et des usages différents.

Si la morphologie du demi-produit va, bien sûr, être amenée à changer lors du forgeage de l'objet fini, les différentes formes mises en circulation reflètent avant tout différents volumes de métal potentiellement utilisables. Lorsqu'il est composé d'une unique masse de métal, le volume du métal disponible est d'abord dépendant du volume de masse brute à partir duquel il est produit. De fait, ce volume est limité, par la phase d'épuration, à une masse d'environ 9 kg (*cf. supra*). Cependant, des demi-produits plus volumineux ont pu être observés, issus de la soudure de plusieurs loupes. Cette étape étant complexe et nécessitant des savoir-faire spécifiques, elle ne peut être considérée comme fortuite. Elles résultent de la volonté du forgeron d'obtenir une forme spécifique (produit long ...) ou un volume plus conséquent de métal. Les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer pour la période antique illustrent, de façon pertinente, l'importance accordée à la forme et au volume de métal en circulation. Certaines barres présentent des natures de métal semblables mais des formes différentes (*cf. chapitre V*). Les types 2M, 6C et 7L sont, par exemple, essentiellement ferritiques. Cependant, le volume d'un demi-produit de type 6C est compris entre 1200 et 2500 cm³ tandis que le type 2M est constitué d'un volume de matière de l'ordre de 470 cm³ (G. Pagès, 2008). De plus, les demi-produit de type 6C sont massifs et courts tandis que ceux de type 2M sont longs et de plus petites sections. Enfin, le type 7L se caractérise par des barres de très grandes longueurs. On note donc ici une volonté de décliner la forme donnée au métal, pour répondre à différents usages. De plus, on remarque pour certaines barres, une réelle volonté d'obtenir une forme particulièrement longue. En effet, l'étude de Gaspard Pagès montre que certains types – le type 1L et le type 4L- sont composés de plusieurs loupes soudées entre elles bout à bout, pour atteindre, respectivement une longueur de 1,40 m et 1,90 m. Quatre des neuf barres du type 1L sont composées de loupes de natures distinctes soudées entre elles. Les autres sont composées de loupe d'une même nature de métal (G. Pagès, 2008, p.221). Etant donné la complexité de l'opération, l'objectif est ici de produire une barre relativement longue quelle que soit la nature des loupes associées. Cette opération confère également au métal une plus grande valeur ajoutée (*cf. supra*) car l'assemblage de loupes par soudures requiert un réel savoir-faire et un temps de travail important. Dans le même ordre d'idée, les demi-produits de type 7L, analysés par la présente étude, n'ont pas montré de soudures évidentes, mais leur très grande longueur (1,50 m), leur confère également une valeur ajoutée plus importante que les demi-produits de même volume mais plus courts et plus massifs. Le pré-allongement de ces matériaux requiert en effet des opérations de martelage successives plus laborieuses.

De même, les demi-produits retrouvés en circulation au large des côtes israéliennes (Carmel Coast) dans l'épave « a », pour le XII^{ème} siècle, se présentent sous trois formes différentes (masses brutes partiellement compactées, barres longues et appointées ou barres courtes et appointées²⁰⁷) mais sont tous les trois composés de ferrite (E. Galili *et al.*, 2015). Si la forme encore proche de la masse brute diffère des autres demi-produits par un pourcentage inclusionnaire plus élevé, les deux types de barres appointées, courtes ou longues, possèdent une nature très similaire. Mais, les barres de type « appointées et longues » sont massives et contiennent donc un volume de matière plus important que celles du type « appointées et courtes ». De plus, ces trois formes semblent bien distinctes l'une de l'autre. Elles ne correspondent pas à une succession de différents stades de la chaîne opératoire, visant à partir du demi-produit le plus brut à fournir une barre appointée et courte. Chacune des formes relève d'une chaîne opératoire propre. Il y a donc ici une réelle volonté de faire circuler des produits de différentes formes.

Enfin, pour le XV^{ème} et le XVI^{ème} siècles, par le biais de l'étude des demi-produits de Castel-Minier et de Glinet, nous avons vu que différentes formes de demi-produits étaient forgées au sein des sites. Pour aucun des deux sites, nous n'avons pu rattacher une nature de métal spécifique à une forme spécifique de demi-produits. A Castel-Minier, pour tous les types, la nature du métal est hétérogène. Une exception peut être faite considérant les fers ronds qui tendent à être légèrement moins carburés que les fers plats. A Glinet, en revanche, quelle que soit la forme du demi-produit, il s'agit de fers phosphoreux (*cf.* chapitre V). La volonté est donc ici encore de décliner différentes formes, pour différents usages.

B. Des domaines de destination fonctionnelle privilégiés

Considérant la nature du métal et la forme des demi-produits, à quels usages se destinent-ils ? La nature du métal peut apporter quelques informations sur les domaines de destinations fonctionnelles mais il reste difficile de prévoir le comportement mécanique du métal, du moins en traction, et donc ses domaines d'usages potentiels (*cf. supra*). Ainsi, l'étude d'objets finis et particulièrement ceux retrouvés sur les sites, de façon conjointe aux demi-produits, peut permettre d'éclairer davantage cette question.

²⁰⁷Les masses brutes partiellement compactées pèsent en moyenne 10,2 kg pour une longueur de 30 cm, les barres longues et appointées 1,9 kg pour une longueur de 47,3 cm et les barres courtes et appointées ont une masse de 2,23 kg et une longueur de 32,5 cm.

Si l'on considère les demi-produits de nature ferritique ou hétérogène mais à dominance ferritique²⁰⁸, ceux-ci semblent principalement se destiner à des objets qui requièrent malléabilité et ductilité.

Ceux présentant un pourcentage inclusionnaire élevé présentent une valeur ajoutée faible. Si l'on considère, par exemple, les masses brutes hétérogènes, ou les demi-produits de type bipyramidés, ou *Hooked billet* des deux Âges du Fer, ou encore les masses grossièrement mises en forme comme à La Palme pour la période antique (*cf. supra*), encore bruts et peu épurés, ceux-ci semblent *a priori* pouvoir se destiner à des usages très diversifiés, étant donné leur volume important de métal. Toutefois, en l'état, ils ne peuvent être employés et doivent encore subir des phases d'épuration-compactage plus poussées.

Les demi-produits les plus volumineux, et les plus grossiers mais davantage mis en forme et mieux épurés, telles les barres de types 3C ou 2M des Saintes-Maries-de-la-Mer pour la période antique, ou les barres quadrangulaires du second Âge du Fer, pourraient être employés comme des matériaux tout-venants ferritiques et entrer dans la composition de plusieurs objets relatifs à différents domaines de destination fonctionnelle. Ils peuvent aussi par exemple être employés dans des domaines plus spécifiques, comme celui de l'armement, pour constituer le cœur des objets, leur garantissant un caractère malléable. C'est le cas par exemple, des pointes de flèches découvertes à Uxellodunum (Puy d'Issolud, Lot), et datées du I^{er} siècle avant notre ère. Le cœur de ces dernières est entièrement ferritique, ce qui leur confère une grande malléabilité mais le pourtour est, en revanche, plus carburé, suite à une cémentation visant à durcir le métal pour favoriser la pénétration de la pointe de la flèche dans sa cible (G. Renoux *et al.*, 2004). Le pourcentage inclusionnaire n'est pas indiqué mais il est fait mention de nombreuses inclusions au cœur du métal. Cette nature de métal a par exemple, été mise en évidence, pour des périodes plus tardives, pour l'élaboration d'outils. Elle est la composante principale du corps des pointerolles du XV^{ème} siècle à Pampailly (I. Guillot et P. Fluzin, 1987). De même, on la retrouve employée pour les fers de construction monumentales médiévaux et modernes (A. Juhin, 2005; M. L'Héritier *et al.*, 2005; M. L'Héritier, 2007; M. L'Héritier et P. Dillmann, 2011). En effet, ces renforts ne possèdent pas de qualités spécifiques particulières. Ils sont majoritairement hétérogènes, peu carburés, avec une répartition fer/acier aléatoire et un pourcentage inclusionnaire moyen. Aucun traitement spécifique n'a été mené visant à modifier les propriétés du métal. Il n'a pas non plus été noté de spécificité de la nature de l'alliage, en

²⁰⁸ Pour rappel, nous avons considéré les demi-produits de nature ferritique comme ceux dont le pourcentage surfacique carburé est inférieur à 20% et ceux mixtes à dominance ferritique comme ceux dont ce pourcentage est inférieur à 50%.

fonction du rôle du métal dans la structure de l'édifice. Ce type de matériau pourtant ordinaire, semble toutefois en adéquation avec son usage et le plus répandu.

Si l'on considère enfin ceux à très faible pourcentage inclusionnaire, et qui présentent, de fait, une valeur ajoutée plus élevée, ces derniers peuvent se destiner vers des objets fins, comme des tôles. Toujours dans cette dernière catégorie, ceux étant très longs et très fins, comme par exemple, ceux du type 7L pour les Saintes-Maries-de-la-Mer, pourraient être employés pour fabriquer, des objets particulièrement longs, sans qu'une qualité spécifique ne soit attendue. On peut aussi penser que des clous ont pu être fabriqués par débitage successifs de ces barres. Cependant, la réalisation de produits longs requiert un travail plus fastidieux que la réalisation de produits courts. On comprend donc mal l'intérêt de produire des produits aussi longs si c'est pour les débiter ensuite. La cémentation de ces fines barres pourrait les destiner à de plus large domaine de destination fonctionnelle.

Si l'on considère les matériaux aciérés ou mixtes à dominance aciérée²⁰⁹, ces matériaux peuvent entrer dans la composition d'objets nécessitant rigidité, résistance et dureté.

Les masses brutes ou les demi-produits peu épurés, en l'état, ne peuvent entrer dans la composition d'aucun type d'objets, ils doivent encore être retravaillés. Une fois épurés, ils peuvent être employés pour forger des demi-produits aciérés à un stade de la chaîne opératoire plus avancé. Si l'on considère par exemple les masses brutes des Saintes-Maries-de-la-Mer, en contexte de circulation, étudiées dans la présente étude, leur masse est comprise entre 11 et 54 kg. En considérant d'après les expérimentations que 50 % de perte de matière sont réalisées durant la phase l'épuration (P. Fluzin, 2002), les masses les moins volumineuses, après épuration, pourraient servir à réaliser des barres hétérogènes obtenues par soudure de loupe bout à bout. En raison de la difficulté à les épurer, les masses les plus volumineuses doivent être fragmentées pour être traitées (G. Pagès et M. L'Héritier, 2020). En revanche, si l'on considère les masses brutes du second Âge du Fer, pour certaines également très carburées, étant donné la quasi absence de demi-produits entièrement aciérés pour cette période (Berranger, 2009), celles-ci ont pu être fragmentées pour être épurées et entrer directement dans la composition d'objets plus spécifiques sans passage par le stade du demi-produit destiné à circuler.

²⁰⁹ Pour rappel, nous avons considéré les demi-produits de nature aciérée comme ceux dont le pourcentage surfacique carburé est supérieur à 80% et ceux mixtes à dominance aciérée comme ceux dont ce pourcentage est supérieur à 50% et inférieur à 80%.

Pour les demi-produits mixtes à dominante aciérée, on peut penser qu'ils ont pu être employés dans des pièces qui nécessitent une certaine rigidité et résistance. On peut citer par exemple les barres à douilles du second Âge du Fer. Ces demi-produits, bien épurés (%Inc <5%), se composent d'une structure laminée alternant des zones ferritiques et des zones à plus fort taux de carbone (M. Berranger, S. Bauvais, et P. Fluzin, 2007). Ce feuilletage leur confère de bonnes qualités mécaniques dues à une homogénéisation du métal induite par replis successifs. Il garantit résistance et ductilité. Grâce à ces propriétés, et leur faible épaisseur (< 3 mm), elles peuvent être employées pour réaliser de fines feuilles de métal. Elles peuvent également entrer dans la composition d'objets plus volumineux, obtenus par soudure de la barre sur elle-même. Cette opération est facilitée par la cémentation menée de façon systématique sur ce type de barre (*cf. supra*). Un exemple de barre pliée trois fois sur elle-même a été mis en évidence sur l'*oppidum* de Villeuve-Saint-Germain. Enfin, des chutes de ce type de barre ont été découvertes conjointement à des ébauches de boucles de ceinture, sur le site de Bobigny « Le stade de la Motte », qui pourrait donc être un exemple de leur utilisation (M. Berranger, S. Bauvais, et P. Fluzin, 2007). Pour la période antique, les barres hétérogènes, de bonne propreté inclusionnaire sont représentées par des produits très longs de type 1L. Leur grande longueur et leur propriétés mécaniques pourraient les destiner à des objets soumis à de fortes contraintes mécaniques, comme les bandages de roues par exemple (G. Pagès, 2008).

Les demi-produits les mieux épurés et entièrement aciérés, ont pu entrer pour partie, dans la composition de pointe d'outils ou de tranchants, rapportés par soudure sur un matériau plus hétérogène. C'est ce qui a pu être observé par exemple, pour réaliser les tranchants de fer de hache (*cf. chapitre V*) sur la nécropole tardo-antique de Saint-Michel à Montpellier (J. Hernandez, 2010), ou sur certaines limes au IV^{ème} siècle, issues de Rauranum (Rom, Deux-Sèvres) et Argentomagus (Saint-Marcel, Indre) deux agglomérations secondaires antiques (N. Dieudonné-Glad, 2011). Plus tardivement, au XV^{ème} siècle, pour les pointerolles de Pampailly, l'acier est systématiquement rapporté par soudure en gueule de loup sur un corps ferritique (I. Guillot et P. Fluzin, 1987). Ceci a aussi été observé à Castel-Minier, sur certaines pointerolles, où l'acier peut être rapporté par soudure en bout ou par soudure en gueule de loup (*cf. chapitre V*). Dans certains cas, les objets pouvaient être réalisés entièrement en acier. C'est le cas par exemple de certaines limes issues des agglomérations antiques précédemment citées, composées d'un acier très bien épuré, entièrement trempé et dont la teneur est supérieure à 0,6% de carbone (N. Dieudonné-Glad, 2011). Ceci a pu aussi être observé sur certaines pointerolles à Castel-Minier. Les objets finis retrouvés sur le site Castel-Minier permettent donc d'illustrer ici, un emploi potentiel de ce type de matériau très carburé, pour des besoins locaux. Il est à

noter que les objets entièrement aciérés et très volumineux sont rares. Les seuls cas connus sont les tirants de la galerie du grand promenoir au palais des papes d'Avignon (P. Dillmann, P. Fluzin, et P. Bernardi, 2003). Ces derniers sont entièrement carburés et parfaitement épurés, ce qui leur confère une forte valeur ajoutée. Ils retranscrivent un travail d'élaboration plus poussé que les autres renforts de cathédrales connus jusqu'alors. C'est ce qui justifierait par ailleurs leur prix plus important, quarante fois plus élevé que les autres renforts (P. Bernardi et P. Dillmann, 2002). De plus, ces tirants spécifiques sont employés là où les contraintes mécaniques sont les plus importantes, il y a donc ici un choix réfléchi de l'emploi de ce type de matériau pour répondre à une fonction particulière. Certains goujons du pinacle de la collégiale Saint-Etienne de Capestang, datés du XV^{ème} siècle, sont eux-aussi majoritairement aciérés²¹⁰ (S. Leroy, 2010, p.289). Les analyses menées par Stéphanie Leroy montrent que pour ce dernier cas, le fer pourrait avoir été produit en Ariège (S. Leroy, 2010, p.291). On peut alors penser que les barres produites à Castel-Minier puissent être exportées à l'échelle régionale et employées pour ce type d'usage.

Enfin, si l'on considère les fers phosphoreux, ces derniers peuvent entrer dans la composition d'un grand nombre d'objets, plus importants que ce que laissait entendre à première vue, la mauvaise réputation de ce type de matériau. Ils sont, par exemple, fréquemment employés en tant que matériaux de gros œuvre, dans les constructions monumentales. Pour la période antique, l'usage de fer phosphoreux a pu être attesté dans le cadre de l'édification de ponts, en tant que sabots de pieu en bois. Une étude a été menée sur un sabot de pieu issu du pont, retrouvé démolé dans lit de la rivière Maas, aux Pays-Bas, près de la ville de Cuijk (R. J. . Wanhill *et al.*, 2007). Ce pont construit au IV^{ème} siècle avant notre ère est composé de pieux en bois de chêne de 2-3 m de long et de sabots de pieu, composés d'un assemblage de quatre barres de section rectangulaire (13 *40 mm) et de 500 mm de long, soudées entre elles. L'analyse a montré que ces barres comportent du phosphore à hauteur de 0,52% massique et sont exemptes de carbone. Lors de l'effondrement du pont, le matériau s'est rompu de façon fragile. La rupture est de type intergranulaire. Cependant, l'effondrement du pont n'a pas été causé par la fragilité des barres de fers. Ces dernières semblent adaptées à leur usage. Les barres de type 4L des Saintes-Maries-de-la-Mer, phosphoreuses et massives pourraient donc, par exemple, pour un contexte plus tardif, être destinées à ce type d'emploi. Pour la période médiévale et la période moderne, le fer phosphoreux a également été utilisé

²¹⁰ Ils sont hétérogènes, de teneur en carbone comprise entre 0,1 et 0,8%.

dans de nombreux renforts en fer des cathédrales. Il compose un *specimen* sur deux parmi ceux étudiés à Troyes et à Rouen (M. L'Héritier, 2007). Les demi-produits de Glinet aurait donc pu être employés en partie pour ce type d'usage, leur nature étant identique (*cf.* chapitre V) mais, les analyses de provenance n'ont pas permis d'établir de lien entre les fers du pays de Bray, et les fers de renforts des églises normandes (A.-M. Desaulty *et al.*, 2009). Les objets découverts sur le site de Glinet montrent que ce type de fers a pu être utilisé pour les besoins du site, employant le matériau à disposition, pour produire des objets comme les fiches, objets relativement peu complexes, ne nécessitant pas de propriétés particulières (*cf.* chapitre V). Dans certains cas, cependant, l'emploi du fer phosphoreux semble avoir été particulièrement recherché pour ses propriétés mécaniques particulières. Les cordes métalliques des instruments de musique du XVIII^{ème} siècle illustrent le choix volontaire des artisans de mettre en œuvre cette matière spécifique. Sur les clavecins issus de la collection du Smithsonian Museum, les cordes majoritairement ferritiques contiennent du phosphore à hauteur de 0,1-0,2%_{massique}. Les documents renseignant de la fabrication de ce type de cordes indiquent le choix délibéré et privilégié du fer phosphoreux (M. Goodway et R. M. Fisher, 1988). Dans ce contexte, la présence de phosphore améliore l'étiement du métal en fil et augmente sa dureté. Il semble que dès lors que le carbone est absent de la matrice, le phosphore ne rend pas le métal cassant à froid (M. Goodway, 1992). Ceci implique que dans certains cas, l'emploi de fers phosphoreux ne soit pas uniquement lié à la disponibilité du matériau mais aussi à un choix spécifique, fait en connaissance de cause, considérant ses propriétés.

On note donc ici qu'en fonction de leur nature (pourcentage inclusionnaire et type d'alliage), et de leur forme, les demi-produits peuvent être prédestinés à des usages spécifiques. Cependant, certaines natures d'alliages, et donc certains demi-produits, peuvent rentrer indifféremment dans la composition de bon nombre d'objets finis. Si l'on prend l'exemple du fer à cheval, objet de la vie quotidienne, on note différentes natures de métal. Les analyses de F. Bertin, montrent pour les fers de Rougemont du XIII^{ème} siècle, qu'ils sont hétérogènes, et composés de déchets de récupération corroyés, tandis que ceux issus du XIV^{ème} siècle, sont tous ferritiques (F. Bertin *et al.*, 1987). J. Piaskowski montre que pour le site de Dracy, quatre fers sont composés uniquement de ferrite, et trois sont plus carburés, avec une cémentation volontaire. Le fer phosphoreux est couramment utilisé (J. Piaskowsky, 1995). M. L'Héritier quant à lui montre que les fers à cheval du Clos Pouilly, entre le XII^{ème} et le XV^{ème} siècle sont majoritairement ferritique avec quelques zones plus aciérée tandis que ceux de Montbaron sont

relativement carburés, avec des teneurs autour de 0,5 – 0.6% en carbone. Il semblerait donc que le fer à cheval ne requiert pas forcément l'emploi d'un matériau spécifique. Ceci peut s'expliquer par le fait, que comme l'explique M. L'Héritier, les chevaux sont régulièrement referrés, la quantité prime donc sur la qualité. Elle est seulement un aspect secondaire (L'héritier *et al.*, 2003).

Ce type de constat a souvent été réalisé sur des objets ne nécessitant pas de propriétés mécaniques particulières pour être aptes à leur fonction. Un autre exemple peut, par exemple, être celui des matériaux de quincaillerie, de type clous ou fiches. Ces matériaux, objets du quotidien, généralement peu carburés, ne nécessitent pas une nature de métal spécifique pour leur fonction. Nous avons vu qu'à Glinet, ceux-ci se composent de fers phosphoreux. A Castel-Minier, en revanche, ils sont davantage carburés, parfois même entièrement. Ceci s'explique par le fait que les forgerons ont employé le matériau dont ils disposent sans se soucier spécifiquement d'atteindre des propriétés mécaniques particulières. Cette nature de métal est suffisante pour son usage.

Conclusion et perspectives

Notre travail de doctorat avait pour but de mieux cerner la diversité des alliages ferreux entre l'Antiquité et le début de l'époque moderne pour différents espaces en Europe Occidentale et pour différents contextes historico-techniques. La démarche employée visait à étudier, dans un premier temps, ces alliages du point de vue de la matière uniquement, afin de mesurer leur variabilité, en évaluant les paramètres caractéristiques définissant la nature du métal. Dans un second temps, elle s'attachait à tenter d'évaluer la manière dont le contexte spatio-temporel et historico-technique pouvait avoir une influence sur la nature du métal. Le dernier axe visait à relier ces propriétés à l'appréhension du matériau par les hommes afin de le destiner à des usages spécifiques.

Pour ce faire, nous nous sommes centrés sur un objet d'étude spécifique : le demi-produit, matériau intermédiaire entre la masse brute et l'objet fini. Ce dernier se prête particulièrement bien à ce type de problématique puisqu'il est un objet d'échange qui, au cours des siècles, a circulé sous différentes formes, qui présente une grande variabilité de composition, et dont on peut penser que des caractéristiques mécaniques et structurales spécifiques étaient requises par l'acquéreur. Le corpus a été complété par l'étude de fragments de masses brutes et d'objets finis afin d'avoir une vision plus complète de la diversité des matériaux au sein de la chaîne opératoire. Au total, 150 artefacts ont été étudiés, soit plus de 220 échantillons (pour une soixantaine d'objets, plusieurs prélèvements ont été réalisés). Les surfaces prélevées sont parfois importantes et atteignent pour les échantillons les plus volumineux, telles les masses brutes, 100 cm². Ce corpus peut être divisé en trois groupes correspondant à trois grandes fenêtres d'étude, réparties entre la fin du II^{ème} siècle avant notre ère et le milieu du XVI^{ème} siècle, considérant différents espaces géographiques en Méditerranée Nord-Occidentale et en Haute-Normandie, et représentant différentes façons de réduire le minerai et de forger le fer. Le premier sous-corpus comprend 40 artefacts, issus du procédé de réduction direct, attribués à la période antique, du Haut-Empire à l'Antiquité Tardive, entre la fin du II^{ème} siècle avant notre

ère et le V^{ème} siècle de notre ère et provenant de dix sites localisés sur le pourtour du bassin nord méditerranéen. Il regroupe des produits aux formes très diversifiées, issus majoritairement en contexte de circulation, et correspondant à différents stades de la chaîne opératoire, de la masse brute peu compactée (étude inédite) à la barre aux six faces martelées. Un tel corpus est exceptionnel considérant la rareté des découvertes de demi-produits antiques. Le second sous-corpus d'étude concerne 85 artefacts issus du site de Castel-Minier (Pyrénées Centrales), entre la fin du Moyen Âge et le début de l'époque moderne, entre la fin du XIII^{ème} siècle et le XVI^{ème} siècle. Ce site de production présentant l'ensemble des étapes de la chaîne opératoire, de la réduction d'un minerai manganésifère par procédé de réduction direct à la mise en forme d'objets finis, a connu une évolution dans ces systèmes de production. L'énergie hydraulique remplace la force manuelle, d'abord pour activer le marteau dès le XV^{ème} siècle, puis les soufflets de la structure de réduction à compter du XVI^{ème} siècle. La sélection comporte donc différents artefacts (demi-produits, fragments de masses brutes et objets finis) issus de ces différentes périodes. 8 sont attribués à la fin du XIII^{ème} siècle, 5 au XIV^{ème} siècle, 50 au XV^{ème} siècle, et 22 au XVI^{ème} siècle. Enfin, le dernier corpus considéré concerne 25 artefacts (20 demi-produits et 5 objets finis) issus du site de Glinet, en Pays de Bray, en Haute-Normandie, entre la fin du XV^{ème} siècle et le milieu du XVI^{ème} siècle. Ce site de production présente également une chaîne opératoire complète, de la réduction d'un minerai phosphoreux par le procédé indirect à la mise en forme de demi-produits et d'objets finis. Une approche comparative avec le site de Castel-Minier a pu être menée, car ces deux sites sont synchrones mais emploient deux procédés de réduction différents.

Les études menées par nos prédécesseurs avaient posé les bases et développé une recherche, basée sur des critères spécifiques, pour la caractérisation des demi-produits à l'échelle d'un site, d'un espace géographique délimité ou d'une période temporelle circonscrite (Bauvais, 2007; Berranger, 2009; L'Héritier, 2007; Leroy, 2017; Pagès, 2008). Nous nous sommes inscrits dans la prolongation de ces recherches en abordant ces questionnements par une approche statistique et diachronique, couvrant un large arc temporel, géographique et contextuel. Ainsi, enrichi par l'étude des sources bibliographiques, il s'agit du premier corpus permettant l'inter-comparaison avec les mêmes critères entre demi-produits en termes de nature de métal, par une vision statistique et diachronique, entre l'Antiquité et la période moderne en Méditerranée Nord-Occidentale avec un contrepoint en Haute-Normandie.

La caractérisation de la nature du métal de ces artefacts repose sur une méthodologie analytique multi-technique, multi-échelle, reproductible et répétable, appliquée à tous les demi-

produits. Elle s'appuie sur la méthodologie développée par nos prédécesseurs (P. Fluzin, 2002; P. Fluzin, A. Ploquin, et F. Dabosi, 2004; M. L'Héritier, 2007; S. Bauvais, 2007; A.-M. Desaulty, 2008; G. Pagès, 2008; M. Berranger, 2009; S. Leroy, 2010; S. Leroy et al., 2017). Elle consiste en l'étude métallographique de prélèvements de plusieurs sections (longitudinale et transversale) au sein des artefacts visant à garantir la représentativité de l'étude. Pour ces sections polies, l'étude systématique par microscopie optique de la présence, de la répartition, et du taux d'inclusions (pourcentage inclusionnaire), de carbone (pourcentage surfacique carburé et taux de carbone moyen) et de phosphore (attaque au réactif Oberhoffer et dosage à la microsonde pour certains échantillons) a été menée. La microstructure du métal (en fonction des traitements thermiques, mécaniques ou thermochimiques) a été caractérisée. Le caractère novateur de notre méthodologie réside dans la création d'un nouvel outil. Il s'agit d'un algorithme semi-automatique implémenté en Matlab basé sur le traitement d'analyse d'image métallographique. Inspiré de la méthode manuelle, il permet d'établir des cartes de distribution des teneurs en carbone au sein des sections polies et de calculer le taux de carbone moyen et le pourcentage inclusionnaire. L'algorithme est fonctionnel, reproductible et répétable. Il assure un gain de temps conséquent pour l'opérateur, étant environ trois à quatre fois plus rapide que la méthode manuelle. De façon complémentaire à l'étude de la microstructure, le comportement mécanique du métal a été étudié. Une vingtaine d'essais de traction sur neuf barres des Saintes-Maries-de-la-Mer ont été réalisés. Ce type d'essai était jusqu'alors encore peu réalisé sur les matériaux anciens. Plusieurs éprouvettes ont été prélevées au sein de ces barres hétérogènes afin de tester le comportement mécanique des différentes natures de métal qui les constituent. De plus, de façon inédite, des analyses métallographiques ont été réalisées sur les éprouvettes *post-mortem* pour tenter de relier le comportement mécanique observé à la microstructure du métal. La dureté du matériau a été évaluée via des mesures cartographiées sur sections polies permettant d'obtenir des cartes de distribution de dureté dont la précision spatiale a permis de les mettre en relation avec les cartographies de la microstructure du métal.

Cette méthodologie, appliquée à l'ensemble des artefacts, a permis de définir la nature du métal pour chacun des trois grands corpus d'études considérés et de pointer des spécificités propres.

Concernant la période antique, pour la première fois, des masses brutes en contexte de circulation, découvertes par Luc Long aux Saintes-Maries-de-la-Mer, ont été étudiées. Cette découverte permet de confirmer que, à cette période, la matière était amenée à circuler dès ce stade de la chaîne opératoire. L'analyse de quatre d'entre elles révèle que leur pourcentage

inclusionnaire est très élevé, pouvant atteindre 40%, et qu'elles sont entièrement aciérées, parfois à des teneurs en carbone dépassant l'eutectoïde. Si l'acier peut être rencontré de façon uniforme dans les masses brutes, il l'est moins souvent dans les demi-produits mis en forme. Certains d'entre eux tels que le lopin de forme 8 des Saintes-Maries-de-la-Mer, les barres de Gruissan ou de Paziols sont également majoritairement carburés. Toutefois, dans la majorité des cas, les barres sont ferritiques ou hétérogènes. Ces observations pourraient signifier que l'acier circule de façon privilégiée sous une forme encore brute. Ce même constat avait été invoqué par Marion Berranger pour les produits des deux Âges du Fer (M. Berranger, 2009) et par Gaspard Pagès dans le cadre de l'étude des camps romains de Strebersdorf où des *gromps* et des demi-produits très aciérés, exogène au site, avaient été découverts (G. Pagès *et al.*, 2020). Ces observations se vérifient ici encore pour la période antique dans le bassin nord méditerranéen par l'observation direct de produits en circulation. Par ailleurs, les barres présentent un pourcentage inclusionnaire faible, souvent inférieur à 1 %, témoignant du soin apporté à l'étape d'épuration. Ainsi, quelle que soit la période considérée, au cours de l'Antiquité, ce corpus confirme la grande diversité des natures de demi-produits échangés concernant le type d'alliage ou la propriété inclusionnaire.

La récurrence de certaines formes a conduit Luc Long à établir une typologie pour les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer pouvant s'étendre à d'autres demi-produits du bassin Méditerranéen (L. Long, D. Djaoui, et C. Rico, 2005). Comme l'avait montré Gaspard Pagès dans ces travaux de doctorat (G. Pagès 2008), les formes données aux demi-produits permettent, dans certains cas, d'identifier leur nature. Pour le Haut-Empire, cette corrélation entre forme et qualité a été confirmée par l'analyse d'autres barres des Saintes-Maries-de-la-Mer dont le type était déjà connu (2M, 4C) ou inédit (7L) et pour d'autres barres du bassin méditerranéen telles que la barre de Saint-Gervais, à Fos-sur-Mer de forme 2M, ou la barre de la Palme de forme 4C, seul exemplaire de ce type découvert en contexte terrestre. Cependant, ce système n'est pas hégémonique dans le bassin méditerranéen puisque d'autres formes et d'autres natures de métal étaient échangées. Cette dépendance entre forme et qualité est moins évidente pour le Bas-Empire et l'Antiquité tardive. Ceci est peut-être dû à un effet de source car le corpus est numériquement moins représenté. Elle pourrait toutefois être soupçonnée pour deux lopins, datés du IV^{ème} siècle, découverts à Thuir, en tout point identique en forme et en nature. Il est possible que d'autres mécanismes, autres qu'une identification visuelle, régissent le commerce et la circulation des demi-produits. Les différentes formes prises par les demi-produits pourraient également permettre de répondre à des usages spécifiques. Ceci est suggéré par le fait que certaines formes bien que très différentes présentent des natures de métal similaires.

C'est le cas par exemple pour les barres 2M (barres de section proche du carré et de longueur médiane) et les barres 7L (barres de section très fine et atteignant 1,8 mètres de long) qui sont toutes deux entièrement ferritiques et bien épurées. La très grande longueur conférée aux barres 7L pourraient les destiner à réaliser des objets longs et ductiles. Néanmoins, les essais de traction menés sur les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer montrent que le lien entre les formes des barres et leur comportement mécanique n'est pas si évident. Ceci peut être en partie lié à l'échantillonnage, qui n'a pas permis de tester tous les types de barres. De plus, au vu de l'hétérogénéité interne à une même barre, deux barres de même type, ou deux sections d'une même barre peuvent présenter des comportements mécaniques différents.

L'étude du mobilier de Castel-Minier permet pour la première fois de préciser la nature et la variété de la production d'une usine sidérurgique sur le temps long (du XIII^{ème} siècle au XVI^{ème} siècle), par une approche représentative large.

Les analyses menées montrent que le site de Castel-Minier pouvait fournir une grande variété de natures de métal : des demi-produits entièrement ferritiques, entièrement aciérés ou bien hétérogènes. Ces produits présentent des pourcentages inclusionnaires faibles, généralement inférieurs à 3% témoignant d'une étape d'épuration avancée. La sélection de demi-produits correspondant à différentes réorganisations de l'atelier en fonction des évolutions techniques permet de voir que la production est hétérogène quel que soit le siècle considéré et que l'évolution des différentes infrastructures techniques n'a eu que peu d'influence sur la nature de la production à Castel-Minier. Contrairement à ce qui aurait pu être pensé, l'application de l'hydraulique au XV^{ème} siècle pour le martelage ne garantit pas la production de demi-produits mieux épurés. Ces derniers possèdent une propreté inclusionnaire équivalente à ceux mis en forme et martelés manuellement. De plus, l'application de l'hydraulique aux soufflets de la réduction au XVI^{ème} siècle n'a pas amené une production plus aciérée. Elle reste au moins aussi hétérogène que la production du XV^{ème} siècle. La détermination de la nature du métal produit à Castel-Minier permet de discuter la notion de « région productrice d'acier » associée aux Pyrénées dans l'historiographie. Les résultats métallographiques montrent que le site produisait de l'acier. Il est présent dans les fragments de masses brutes étudiés et dans les demi-produits, pour lesquels les teneurs en carbone sont parfois très élevées. La fonte et les aciers hypereutectoïdes sont souvent rencontrés. L'acier est présent aussi dans les objets finis et notamment dans les pointerolles, stratégiquement localisé dans la pointe visant à la durcir, montre qu'il était produit, identifié, et utilisé pour des besoins spécifiques. Toutefois, l'acier ne constitue pas l'essentiel de la production de Castel-Minier.

Dans l'historiographie, une corrélation avait été établie entre la propension de certains espaces à fournir de l'acier et la présence d'un minerai fortement chargé en manganèse (P. Dillmann, L. Perez, et C. Verna, 2011). L'étude d'un grand nombre de demi-produits à Castel-Minier suggère, au vu de l'hétérogénéité de la production, que l'emploi d'un minerai manganésifère ne provoque pas la production systématique et homogène d'acier, même si ce dernier est présent dans la variété des alliages ferreux produits. Il est intéressant de noter également que les alliages trop carburés pourraient avoir été rejetés dans certains cas. C'est le cas de la masse brute (CL13625-1) trop dure et trop carburée.

Les résultats obtenus sur ces demi-produits archéologiques ont ensuite été confrontés à l'étude des sources écrites mentionnant différentes formes et qualités pour les demi-produits pyrénéens (Verna, 2001). L'étude des différentes formes données aux demi-produits à Castel-Minier, plus spécifiquement pour le XV^{ème} siècle, permet de dire qu'il n'y a pas de lien entre la typo-morphologie et la nature du métal. Cependant, un certain nombre de liens ont pu être établis entre les dénominations fournies par les textes (Verna, 2001), et la forme des objets archéologiques. A ce titre, les fers ronds, produits à Castel-Minier peuvent être rapprochés des *barra ferri rotonda*, et les fragments de hache découverts dans le canal du XV^{ème} siècle peuvent l'être des *marlanum ferri*. Les barres de fer plates de Castel-Minier, pourraient être associées aux *virgae ferreae* ou *virgae platae*, composées de fer peu carburé ou hétérogène. En revanche, la production de fers plats à Castel-Minier ne correspond pas à la définition des *merlaria* ou merlais donné par C. Verna (C. Verna, 2001). Si ces produits pourraient correspondre en termes de nature de métal (matériaux hétérogènes), ils n'en possèdent ni la forme, ni les dimensions. Enfin, il ne semble pas que les forgerons de Castel-Minier pratiquaient le tri et la fragmentation de la matière afin de fournir une production homogène.

Enfin, différents savoir-faire particuliers pour la mise en forme de certains objets ont été identifiés. Au XV^{ème} siècle, par exemple, les gestes techniques spécifiques pour mettre en forme à partir de fers plats des fers ronds sous marteau hydraulique ont été restitués à partir de l'analyse du métal. Ils consistent à replier la matière sur elle-même sur la plus grande longueur de la barre, deux fois, consécutivement en partant des deux bords opposés. Puis, ils consistent à former une tête et à marteler l'ensemble de la barre pour lui conférer une forme circulaire. De plus, les étapes de formation et de réparation des pointerolles reflètent une bonne maîtrise de la réalisation de soudures en bout et en gueule de loup. La cémentation a également été reconnue sur ces objets finis.

L'étude des demi-produits de Glinet a offert une vision inédite et représentative de la nature de la production d'un site employant le procédé de réduction indirect entre la fin du XV^{ème} et le XVI^{ème} siècle, et réduisant un minerai phosphoreux. Elle a permis de qualifier les demi-produits résultant de l'opération d'affinage de type wallon. Les résultats montrent que le site de Glinet fournissait une production très homogène. Il s'agit uniquement de fers phosphoreux quasiment pas carburés. L'acier à des teneurs supérieures à 0,3% de carbone n'occupe jamais plus de 20% de la surface étudiée pour chacun des demi-produits. L'homogénéité de la production et la faible carburation du métal sont inhérentes aux conditions thermodynamiques de l'affinage wallon qui, réalisé sur un temps long, entraîne la déphosphoration du métal et amène la décarburation quasi-totale de la fonte. En effet, dans ces conditions thermodynamiques, les reconstitutions expérimentales (A. Perez *et al.*, 2011) montrent que le carbone s'oxyde avant le phosphore. Néanmoins, après l'opération d'affinage, le phosphore demeure encore présent dans la matrice métallique comme l'atteste la présence systématique de structures fantômes après attaque au réactif Oberhoffer. La quantification à la microsonde de la teneur en phosphore pour cinq échantillons de Glinet indique que l'élément est présent à des teneurs pouvant atteindre 0,8% localement. Bien qu'en beaucoup plus faible quantité que dans la fonte, ces teneurs sont considérées comme élevées pour un fer ou un acier par les métallurgistes actuels. Le phosphore confère à ces matériaux ferritiques une dureté moyenne comprise entre 150 HV et 200 HV, aussi élevée que celle d'un acier à 0,4% de carbone environ. Même si le phosphore rend le fer plus cassant à froid, les forgerons ne semblent pas avoir rencontré de difficulté à forger ce matériau spécifique, comme le témoigne la quasi-absence de fissures dans les demi-produits. Ceci pourrait témoigner de savoir-faire spécifiques, comme une adaptation des températures de forgeage à des domaines où le matériau ne fissure pas.

L'ensemble de ces résultats, couplés à l'étude de sources bibliographiques, permet de fournir une base de données inédite concernant la nature des alliages ferreux pour les demi-produits entre l'Antiquité et le milieu de l'époque moderne en Europe Occidentale. Elle permet également de disposer de critères qui vont permettre de définir des échelles absolues lors des intercomparaisons. L'analyse menée sur le matériau, toutes périodes confondues, retranscrit une grande diversité des natures de métal. Concernant le pourcentage surfacique carburé, tout le spectre des fers et des aciers est représenté, certains étant entièrement ferritiques, d'autres entièrement aciérés. Les teneurs en carbone sont très variables également, variant de celle de la ferrite pure à l'acier hypereutectoïde à 1,4 % de carbone environ sur l'ensemble de la surface. Si l'acier hypereutectoïde est parfois rencontré, il occupe généralement moins de 3 % de la

surface analysée pour les échantillons, à l'exception d'une des masses brutes étudiées pour les Saintes-Maries-de-la-Mer. Cependant, même si les demi-produits majoritairement ou entièrement aciérés peuvent être trouvés à toutes les périodes étudiées, ils restent relativement peu fréquents en comparaison des demi-produits peu carburés. Les demi-produits sont dans la majorité des cas hétérogènes. Les matériaux aciérés possèdent une grande valeur ajoutée, ce qui peut en partie expliquer leur rareté. L'acier est donc un matériau qui reste spécifique et minoritaire avant la seconde moitié du XIX^{ème} siècle et l'arrivée du procédé Bessemer. Lorsqu'il est rencontré, sa présence est rarement due à un processus de cémentation. Elle s'explique principalement par la présence d'acier dans la masse brute initiale. Cette dernière pouvant elle aussi être entièrement aciérée ou hétérogène. Quelle que soit la période, certains sites sont davantage enclins à fournir de l'acier tandis que d'autres fournissent des matériaux ferritiques de façon privilégiée. L'existence d'une filière acier et d'une filière fer pourrait alors ainsi être mise en évidence, mais dans la majorité des cas, les sites fournissent une production hétérogène. Cette hétérogénéité peut se révéler être un atout, et les forgerons en tiraient parti pour répondre à des besoins diversifiés.

Une autre catégorie de matériaux spécifiques sont les fers phosphoreux. Issus de la réduction d'un minerai phosphoreux, ils sont présents à toutes les périodes, indépendamment du procédé de réduction employé. Le caractère non systématique, dans certaines études qui ont précédé nos travaux, de la recherche du phosphore dans les demi-produits implique très probablement une sous-représentation de ces fers dans la littérature. Les teneurs en phosphore dans la matrice métallique sont toujours supérieures à celles des fers et des aciers contemporains et excèdent souvent 0,38% massique, valeur pour laquelle le fer devient cassant et difficilement travaillable à froid (Stewart *et al*, 2000). Nous avons vu à Glinet pour notre étude, mais également de manière générale que, malgré le caractère cassant conféré par le phosphore au métal, les forgerons savaient travailler et mettre en forme ce matériau spécifique, en diminuant, par exemple, les températures de forge (E.Vega *et al.*, 2000).

Comme nous l'avons vu lors des essais de traction sur les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer, quel que soit le contexte historico-technique, la variabilité des natures de métal observées retranscrit une variabilité des propriétés mécaniques. Cependant, ces dernières sont difficilement prévisibles en raison de la multiplicité des facteurs définissant la nature du métal et guidant le comportement mécanique de l'alliage et de leur hétérogénéité. Les inclusions seront très probablement responsables de la rupture précoce du matériau. En revanche, contrairement à ce qui aurait pu être attendu, la présence de phosphore n'induit pas forcément

une fragilité précoce du matériau mais pourrait augmenter sa ductilité. Pour ces raisons, dans tous les cas, les alliages anciens présentent des propriétés mécaniques inférieures à celles des aciers contemporains.

Les observations menées sur un large corpus regroupant les sites étudiés dans ce travail et les données de la littérature nous ont permis de faire quelques observations de tendances générales sur la nature des fers produits considérant les évolutions relatives à la chaîne opératoire. En considérant les demi-produits non martelés par martelage hydraulique (demi-produits des deux Âges du Fer, demi-produits antiques et demi-produits de Castel-Minier avant le XV^{ème} siècle) et ceux martelés par martelage hydraulique (demi-produits de Castel-Minier à compter du XV^{ème} siècle et certains fers de renforts de grandes cathédrales), quelques tendances se dessinent concernant l'influence de l'introduction de l'énergie hydraulique et son application au marteau. L'emploi du marteau hydraulique semble avoir permis un gain de temps et d'énergie aux artisans, mais ne garantit pas systématiquement un niveau d'épuration plus poussé. Toutefois, le marteau hydraulique semble induire une homogénéisation de la propreté inclusionnaire pour les demi-produits dont l'épaisseur est inférieure à 10 mm contrairement au martelage manuel. De plus, il semble que son utilisation limite la production de demi-produits dont le pourcentage inclusionnaire dépasse 10%.

En considérant un large corpus étudié par ce présent travail et par la bibliographie, on note une différence significative dans la nature des fers produits en fonction du procédé de réduction employé. Pour le procédé indirect, les demi-produits sont majoritairement ferritiques, tandis que le procédé direct, avec ou sans emploi de l'hydraulique, semble fournir, quant à lui, une production hétérogène. Ce constat doit cependant être rapproché du type de minerai employé et il semblerait que la production soit d'autant plus ferritique en réduction indirecte dès lors que le minerai est phosphoreux.

La multiplicité des formes et des natures des demi-produits en circulation nous a enfin amené à nous interroger sur leurs domaines de destination fonctionnelle potentiels. La sélection d'un demi-produit spécifique pour un usage spécifique se base principalement sur deux critères : la forme et la nature du produit.

Le type d'alliage semble être le premier critère à considérer. Nous avons donc cherché, dans un premier temps, à comprendre comment les forgerons identifiaient les différentes natures de métal. Pour la période antique, nous avons vu qu'un code tacite, entre forgerons et acquéreurs, basé sur une correspondance entre forme et nature, permettait une identification visuelle du type d'alliage. Bien que différentes formes aient été identifiées, dont certaines sont

mentionnées dans les textes, il ne semble pas y avoir de lien entre la forme et la nature du métal, pour les périodes médiévale et moderne, ni à Castel-Minier, ni à Glinet. En interrogeant les forgerons contemporains, grâce à certaines sources ethnographiques et par l'étude de notre mobilier, nous avons montré que certains tests pouvaient avoir été pratiqués pour reconnaître la nature du métal. Le forgeron pouvait, par exemple, tester la capacité du matériau à durcir sous l'effet de la trempe.

Les essais de traction ont permis de montrer que d'autres paramètres, tels que le pourcentage inclusionnaire, avaient également une influence primordiale dans le comportement mécanique du métal. Cependant, considérant que ce paramètre peut être modifié par l'action du forgeron, il semble influencer dans une moindre mesure sur le choix du matériau pour un usage spécifique. Néanmoins, ce paramètre conférant une réelle valeur ajoutée au métal dès lors que son taux est faible, permet au forgeron de diminuer le nombre d'étapes supplémentaires de travail qu'il devra fournir pour aboutir à l'objet fini. La forme est également un second paramètre à considérer. En effet, pour une même période et/ou pour un même site, il est possible de trouver des demi-produits, de même nature présentant des formes opposées. Ceci semble permettre la mise en circulation de matériau complémentaire, et garantir une offre diversifiée sous différentes formes visant à répondre à des besoins et des usages différents.

Obtenus par une méthodologie reproductible et répétable appliquée à un corpus statistiquement représentatif, les résultats de ce présent travail couplés à l'étude de sources bibliographiques permettent de fournir une base de données inédite concernant la nature des alliages ferreux pour les demi-produits entre l'Antiquité et le début de la période moderne en Europe Occidentale.

Le développement de cette base de données se doit d'être poursuivie par l'étude de nouveaux produits et de nouveaux sites, dépendante de l'avancée des découvertes. Il serait alors pertinent de s'intéresser davantage aux premiers demi-produits de la chaîne opératoire, les masses brutes, notamment pour la période antique, afin de questionner le systématisme de la circulation de l'acier sous ces formes. Un autre point à développer serait de caractériser plus finement la production des sites employant le procédé indirect, afin d'étudier le caractère systématique de la décarburation lors de l'étape d'affinage et préciser ainsi la différence notable sur la nature du métal en fonction du procédé de réduction employé. Ces différences doivent également tenir compte de la nature du minerai employé. Ainsi, un travail futur serait d'investiguer davantage le lien entre la nature du métal et l'environnement géochimique

spécifique. Pour ce faire, il serait intéressant de réaliser des études de provenance sur les demi-produits afin d'établir des corrélations entre les espaces de production et la nature du métal. Cet axe de la recherche, réalisé dans le cadre d'études antérieures (M.-P. Coustures *et al.*, 2006), est un des enjeux du programme FEDER-FERMAPYR dirigé par Gaspard Pagès et Catherine Verna, pour les Pyrénées, ainsi que la fouille d'une forge à la catalane en Andorre sous la direction d'Olivier Codina et Florian Téreygeol. De plus, l'étude de la corrélation entre la carburation du métal et la présence de manganèse doit être creusée. Enfin, en ce qui concerne l'influence du marteau hydraulique sur la qualité d'épuration des demi-produits, il faudrait pouvoir comparer différents demi-produits de même épaisseur, martelés manuellement pour certains et par martelage hydraulique pour d'autres. Les reconstitutions expérimentales, bien que déjà réalisées à partir de matériaux encore bruts, pourraient permettre de répondre en partie à ces problématiques.

De plus, nous avons vu que la retranscription du ressenti du forgeron vis-à-vis des différentes natures de métal reste complexe à appréhender. L'étude fine de la microstructure du métal a permis de créer des classifications garantissant les intercomparaisons et visant à regrouper des matériaux de même nature et au comportement mécanique proche, permettant par là même d'approcher au mieux la perception technique et mécanique de la matière par le forgeron. Toutefois, les essais de traction montrent qu'au vu de la multiplicité des paramètres en jeu, dictant le comportement mécanique général, que deux matériaux de nature de métal similaire peuvent avoir un comportement mécanique très différent. Nos études montrent que les classifications établies sur des critères métallographiques sont très fines par rapport aux potentielles hétérogénéités des alliages anciens. Il serait alors pertinent de réaliser d'autres essais mettant maintenant en jeu les critères sensitifs humains d'évaluation du comportement du métal. Les approches ethnographiques permettent déjà d'apporter des éléments de réponse sur le ressenti de la matière, de préciser les gestes techniques et les savoir-faire spécifiques (P. Merluzzo et C. Forrières, 1990; E. Coulibaly, 2006; C. Robion-Brunner, 2010) mais une expérimentation pourrait consister à soumettre un large panel de forgerons à différents tests basés sur la forge de différentes natures de métal, pour évaluer leur ressenti à l'aide d'une grille de lecture identique. Ces résultats pourraient ensuite être rapprochés de la microstructure et à la composition du matériau.

Références

- AGRICOLA, G.**, 1556. *De Re Metallica*, traduction française Albert France-Lanord, Knoop, 1987, Knoop, 1987, Nancy.
- ANDERSON, T.-J., AUGUSTONI, C., DUVAUCHELLE, A., SERNEELS, V., CASTELLA, D.**, 2003. *Des artisans à la campagne. Carrière de meules, forge et voie romaine à Châbles (FR)*, Archéologie Fribourgeoise, Academic Press Fribourg, Fribourg.
- ARRIBET-DEROIN, D.**, 1986. *La sidérurgie indirecte dans le pays de Bray normand (vallée de la Béthune) de 1486 à 1563 - Mémoire de maîtrise d'histoire*, Université de Paris I.
- ARRIBET-DEROIN, D.**, 1987. *Les sites de la sidérurgie indirecte du pays de Bray, Mémoire de DEA d'archéologie*, Université de Paris I.
- ARRIBET-DEROIN, D.**, 1998. "Un haut fourneau primitif en pays de Bray : Glinet (Seine-Maritime)", *Actes des congrès de la Société d'archéologie médiévale*, vol. 6.
- ARRIBET-DEROIN, D.**, 2001a. *Fondre le fer en gueuses au XVIe siècle. Le haut fourneau de Glinet en pays de Bray (Normandie). Thèse de doctorat Archéologie*, Paris I Sorbonne, Paris.
- ARRIBET-DEROIN, D.**, 2001b. *Fondre le fer en gueuses au XVIe siècle. Le haut fourneau de Glinet en pays de Bray (Normandie) Archéologie*, Paris I Sorbonne, Paris.
- ARRIBET-DEROIN, D.**, 2010. "Une industrie normande au début du procédé indirect (1450-1600) : la sidérurgie du pays de Bray et l'usine à fer de Glinet" (Arnoux, M. & A.-M. Flambard-Héricher, Éd.) *La Normandie dans l'économie européenne (XIIe-XVIIIe siècle). Actes du colloque de Cerisy-la-Salle (4-8 octobre 2006)*.
- ARRIBET-DEROIN, D.**, 2015. "La transmission des savoir-faire et des pratiques d'une innovation technique : le « modèle » du procédé indirect d'élaboration du fer à la fin du Moyen Âge", dans *Apprendre, produire, se conduire : Le modèle au Moyen Âge : XLVe Congrès de la SHMESP*, Editions d, p. 153-165.
- ARRIBET-DEROIN, D., DILLMANN, P., DEROIN, J.-P., HEBERT, T.-M.**, (s. d.) *L'usine à fer de Glinet (Compainville, Normandie, France) : un témoin du procédé indirect d'élaboration du fer en Pays de Bray (vers 1480 - vers 1580)*,.
- AUMARD, S., DILLMANN, P., L'HERITIER, M.**, 2011. "Le métal selon l'archéologue et l'archéomètre", dans *Saint Etienne d'Auxerre. La seconde vie d'une cathédrale*, Aumard, S. (éd.), CEM - Picard, Auxerre.
- AWTY, B. G.**, 1981. "The continental origins of wealden ironworkers, 1451-1544", *Economic*

Historic Review, p. 524-539.

- AWTY, B. G.**, 2007. "The development and dissemination of the walloon method of ironworking", *Technology and culture*, vol. 48, p. 783-803.
- BAUVAIS, S., FLUZIN, P.**, 2006. "Réflexions sur l'organisation technico-sociale des activités de forge à La Tène finale dans l'Aisne Thoughts on the technico-social organization of the forging activities at the final La Tène period in the Aisne department", *ArcheoSciences Revue d'archéométrie* .
- BAUVAIS, S.**, 2007. *Evolution de l'organisation des activités de post-réduction dans le Nord du Bassin Parisien au second Age du fer : études multidisciplinaires de la chaîne opératoire en métallurgie du fer, Thèse de doctorat Histoire Sociale et Archéologie*, Université de Technologie de Belfort Montbéliard / Université de Besançon, Belfort.
- BAUVAIS, S., FLUZIN, P.**, 2009. "Archaeological and Archaeometrical Approaches of the Chaîne Opératoire in Iron and Steelmaking: Methodology for a Regional Evolution Study", *Techniques and People. Anthropological Perspectives on Technology in the Archaeology of the Proto-Historic and Early Historic Periods in the Southern Levant*, p. 159-178.
- BAUVAIS, S., BERRANGER, M., BOUKEZZOULA, M., LEROY, S., DISSER, A., VEGA, E., AUBERT, M., DILLMANN, P., FLUZIN, P.**, 2017. "'Guard the Good Deposit': Technology, Provenance and Dating of Bipyramidal Iron Semi-Products of the Durrenentzen Deposit (Haut-Rhin, France)", *Archaeometry*, vol. 60, p. 290-307.
- BELHOSTE, J.-F.**, 2006. "Variété et usages des aciers en France dans la première moitié du XIXe siècle", dans *L'acier en France, produits et marchés de la fin du XVIIIe siècle à nos jours*, p. 39-48.
- BENOIT, P., BERTHIER, K.**, 1998. "L'innovation dans l'exploitation de l'énergie hydraulique d'après le cas des monastères cisterciens de Bourgogne, Champagne et Franche-Comté.", dans *L'innovation technique au Moyen Âge. Actes du VIe Congrès international d'Archéologie Médiévale (1-5 Octobre 1996, Dijon - Mont Beuvray - Chenôve - Le Creusot - Montbard)*, Beck, P. (éd.), Errance, Paris, Vol. 6p. 58-66.
- BENOIT, P.**, 1998. "Au four et au moulin: innovation et conjoncture", *Actes des congrès de la Société d'archéologie médiévale*, vol. 6, p. 293-301.
- BENOIT, P.**, 1994. "Les mutations techniques et scientifiques de la fin du Moyen Age et de la Renaissance", universitaires, M.-éditions (éd.), Lille, p. 132-141.
- BERARD, E.**, 2019. *L'armure du XIIIe au XVIIe siècle en Europe : une approche matérielle, thèse de doctorat*, Université de Cergy Pontoise.
- BERNARDI, P., DILLMANN, P.**, 2002. "La place du métal dans la construction", dans *Monument de l'Histoire - Construire, Reconstruire le Palais des Papes, XIVe - XIXe Siècles*, Vingtain, D. (éd.), Editions RMG - Palais des Papes, Avignon, p. 63-67.
- BERRANGER, M.**, 2004. "Les demi-produits de fer au Ier millénaire a.C. en Europe continentale : potentialités d'études", dans *L'économie du fer protohistorique : de la production à la consommation du métal , XXVIIIe colloque e l'AFEAF*, Pierre-Yves Milcent, Toulouse, p. 133-143.
- BERRANGER, M., FLUZIN, P.**, 2007. "Organisation de la chaîne opératoire en métallurgie du

fer aux IIe-IIIe siècle av JC, sur l'oppidum d'Entremont (Aix-en-Provence, Bouches-du-Rhône) : la circulation du métal", *Archeosciences*, vol. 31, p. 7-22.

- BERRANGER, M., BAUVAIS, S., FLUZIN, P.**, 2007. "Socket bars : multidisciplinary results (archaeology and archaeometry) on a specific iron semi-product in north of France", dans *Archaeometallurgy 2007*, Metallurgia, A. I. di (éd.), Aquileia.
- BERRANGER, M.**, 2009. *Le fer, entre matière première et moyen d'échange, en France du VIIe au Ier s. av. J.-C. Approches interdisciplinaires. Thèse de doctorat*, Paris I, Paris.
- BERRANGER, M., FLUZIN, P.**, 2011. "Du métal brut au demi-produit : Propriétés et modes de circulation des matières premières ferreuses", dans *Aspects de la Romanisation dans l'Est de la Gaule*, p. 877-886.
- BERRANGER, M., FLUZIN, P.**, 2012. "From raw iron to semi-product: Quality and circulation of materials during the iron age in France", *Archaeometry*.
- BERRANGER, M., FLUZIN, P.**, 2013. "Structuration et contexte des échanges en métallurgie du fer durant la Protohistoire. Une approche interdisciplinaire à partir des matières premières métalliques", dans *L'âge du Fer en Aquitaine et sur ses marges. Mobilité des hommes, diffusion des idées, circulation des biens dans l'espace européen de l'âge du Fer. Actes du XXXVe colloque de l'AFEAF, Bordeaux, 2-5 juin 2011*, p. 610-629.
- BERRANGER, M.**, 2013. *Etude interdisciplinaire des déchets de travail du fer du site de Chilly-Mazarin « La butte aux bergers IV » (Essonne)*.
- BERRANGER, M.**, 2014. *Le fer, entre matière première et moyen d'échange, en France du VIIe au Ier s. av. J.-C. Approches interdisciplinaires.*, Art, Archéologie et Patrimoine, Editions Universitaires de Dijon, Dijon.
- BERRANGER, M., COULTHARD, N., DEMAREST, M., DIEUDONNE-GLAD, N., FLUZIN, P.**, 2014. "L'artisanat du fer dans la villa de Touffréville (Calvados) à l'époque augusto-claudienne : approches archéométriques et archéométriques. Iron production at the Touffréville villa (Calvados) during the Augusto-claudian period: an archaeometallurgical and archaeometric approach", *ArcheoSciences*, vol. 38, p. 183-203.
- BERRANGER, M., BAUVAIS, S., BOUKEZZOULA, M., LEROY, S., DISSER, A., VEGA, E., AUBERT, M., DILLMANN, P., FLUZIN, P.**, 2017. "Analyse technologique, étude de provenance et datation par le radiocarbone du dépôt de demi-produits ferreux de Durrenentzen (Haut-Rhin, France) : une vision renouvelée de l'économie du fer au premier âge du Fer", vol. 41, p. 45-67.
- BERTIN, F., WALTER, P., GUILLOT, I., BENOIT, P.**, 1987. "Etude métallographique de fers à chevaux médiévaux", dans *Archaeometallurgy of iron. Symposium Liblice 1967-1987*, p. 445-458.
- BIRCH, T.**, 2017. "Abandoned or unused ? Ultra-high carbon steel and cast iron lumps from Semlach/Eisner", *Austria Antica*, vol. 6, p. 131-149.
- BRAUNSTEIN, P.**, 2001. "L'acier de Brescia à la fin du XIVe siècle: l'apport d'une correspondance d'affaires", dans *La sidérurgie alpine en Italie (XIIe-XVIIe siècle)*, Braunstein, P. (éd.), École Française de Rome, Roma, p. 455-479.
- BRITZ, D., WEBEL, J., SCHNEIDER, A. S., MÜCKLICH, F.**, 2017. "Identifying and quantifying

microstructures in low-alloyed steels : a correlative approach", *La metallurgia italiana*, vol. 3, p. 5-10.

- BRITZ, D., WEBEL, J., GOLA, J., STEIMER, Y., MUECKLICH, F.**, 2018. "Practical metallography of low carbon steels - New approaches in Preparation, Imaging and Analysis of Microstructures", *Microscopy and Microanalysis*, vol. 24. Suppl.
- BUCHWALD, V. F., WIVEL, H.**, 1998. "Slag analysis as a method for the characterization and provenancing of ancient iron objects", *Materials Characterization*, vol. 40, p. 73-96.
- BUCHWALD, V. F.**, 2005. *Iron and steel in ancient times, Historisk-filosofiske Skrifter*, The Royal Danish Academy of Science and Letters, Copenhagen, Vol. 29.
- CALDERINI, C., PICCARDO, P., VECCHIATTINI, R.**, 2019. "Experimental characterization of ancient metal tie-rods in historic masonry buildings.", *International Journal of Architectural Heritage*, vol. 13, p. 416-428.
- CANTELAUBE, J., VERNA, C.**, 2004. "Le souffle de la forge. Soufflets et trompes dans les Pyrénées (XIII-XIXe siècle)", dans *Du moulin à l'usine. Implantations industrielles du Xe au XXe siècles*, Caucanas, S. & R. Cazals (éd.), Carcassonne, p. 61-74.
- CANTELAUBE, J.**, 2005. *La forge à la catalane dans les Pyrénées ariégeoises, une industrie à la montagne (XVIIe - XIXe siècle), Histoire et Techniques*, CNRS/Université de Toulouse-Le Mirail, Toulouse.
- CANTELAUBE, J., CODINA, O.**, 2011. "La réduction directe et l'acier : la cas à la catalane (XVIIe-XIXe siècle)", dans *L'acier en Europe avant Bessemer*, p. 361-386.
- CECH, B.**, 2014. "The production of ferrum Noricum at Hüttenberg, Austria – the results of archaeological excavations carried out from 2003 to 2010 at the site Semlach/Eisner", dans *Early Iron in Europe. Instrumentum Monographies 50*, p. 11-20.
- COLLIOU, C.**, 2005. *Rapport de fouille, Le chemin du Flot, parcelle 136, commune de la Ferté Saint-Samson, DFS, SRA Haute-Normandie*, Rouen.
- CONIN, A., GRANDEMANGE, J., BENOIT, P., GUILLOT, I., FLUZIN, P.**, 1990. "La forge minière du Samson (Haut-Rhin)", dans *Paléoméallurgie du fer et cultures. Actes du Symposium international du comité pour la sidérurgie ancienne*, Benoit, P. & P. Fluzin (éd.), Vulcain, Belfort, p. 375-386.
- CORNET, A., HLAWKA, F.**, 2010. *Métallurgie mécanique : du microscopique au macroscopique*, Ellipses.
- COULIBALY, E.**, 2006. *Savoirs et savoir-faire des anciens métallurgistes d'Afrique : Procédés et techniques de la sidérurgie directe dans le Bwamu (Burkina-Faso et Mali), Archéologie Africaine*, Karthala, Paris.
- COUSTURES, M.-P., RICO, C., BEZIAT, D., DJAOU, D., LONG, L., DOMERGUE, C., TOLLON, F.**, 2006. "La provenance des barres de fer romaines des Saintes-Maries-de-la-Mer (Bouches-du-Rhône) : étude archéologique et archéométrique", *Gallia*, vol. 63, p. 243-261.
- CREW, P.**, 1991. "The experimental production of prehistoric bar iron", *Journal of the Historical Metallurgy Society*, vol. 25, p. 21-36.
- CREW, P.**, 1994. "Currency bars in Great Britain typology", dans *La sidérurgie ancienne de*

l'Est de la France dans son contexte européen. Archéologie et archéométrie. Colloque de Besançon, Mangin, M. (éd.), p. 345-350.

- CREW, P., CREW, S.**, 1994. "The experimental production of bar iron", dans *La sidérurgie ancienne de l'Est de la France dans son contexte européen. Archéologie et archéométrie*, Mangin, M. (éd.), Les Belles Lettres, Besançon, p. 175-176.
- DA COSTA, C.**, 2014. *Les vestiges protohistoriques, antiques et médiévaux du site d'Els Vidrers - Rapport final d'opération*.
- DEBORD, A., DIEUDONNE-GLAD, N.**, 1993. "Andone (Charente) : Étude structurale d'outils et d'armes du Xe siècle . Apports à la connaissance de l'artisanat du fer", *Archéologie Médiévale*, vol. 23, p. 107-129.
- DELQUE-KOLI Č, E., LEROY, S., PAGES, G., LEBOYER, J.**, 2017. "Iron bar trade between the mediterranean and gaul in the roman period:14C dating of products from shipwrecks discovered off the coast of Saintes-Maries-de-la-Mer (Bouches-du-Rhône, France)", *Radiocarbon*.
- DESAULTY, A.-M.**, 2008. *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*, Université de Technologie de Belfort Montbéliard.
- DESAULTY, A.-M., DILLMANN, P., L'HERITIER, M., MARIET, C., GRATUZE, B., JORON, J.-L., FLUZIN, P.**, 2009. "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*, vol. 36, p. 2445-2462.
- DIEUDONNE-GLAD, N.**, 2011. "L'acier dans les limes de l'Antiquité au Moyen Âg. Persistance des techniques.", dans *L'acier en Europe avant Bessemer*, Philippe, D., L. Pérez & C. Verna (éd.), CNRS/Université de Toulouse-Le-Mirail, Toulouse, p. 175-194.
- DILLMANN, P.**, 1998. *Diffraction X, Microdiffraction 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 dir. Thèse de doctorat Sciences Mécaniques pour l'ingénieur*, Université de Technologie de Compiègne, Compiègne.
- DILLMANN, P., BERNARDI, P.**, 2003. "Premiers résultats métallographiques sur les tirants de fer du Palais des Papes d'Avignon. Eléments de réflexion sur la qualité et la provenance des matériaux ferreux utilisés dans la construction monumentale au Moyen-Age", dans *Au delà de l'écrit. Les hommes et leurs vécus matériels au Moyen Âge à la lumière des sciences et des techniques. Nouvelles perspectives.*, Sosson, J.-P. & I. Paquay (éd.), BREPOL, Louvain-la Neuve, p. 241-279.
- DILLMANN, P., FLUZIN, P., BERNARDI, P.**, 2003. "Iron in medieval monuments metallographic analysis of irons coming from the Palais des Papes In Avignon", *Revue d'Archéométrie*, vol. 27, p. 183-192.
- DILLMANN, P., ARRIBET-DEROIN, D., VEGA, E., BENOIT, P.**, 2003. "Early modern cast iron and iron at Glinet", dans *Norberg-Nora, 700 years of ironmaking*.

- DILLMANN, P., ARANDA, R., L'HERITIER, M., FLUZIN, P.**, 2005. "Forging of iron-steel artefacts: archaeology, experiments and archaeometry" *Iron, History and Heritage. 1st International Conference of Paleosiderurgy and Industrial Heritage Recovery. San Sebastian (Spain)*.
- DILLMANN, P., TEREYGEOL, F., VERNA, C.**, 2006a. "Premières analyses métallographiques des produits sidérurgiques trouvés sur le site médiéval de Castel-Minier (Aulus-les-Bains, 09)", *Archéosciences*, vol. 30.
- DILLMANN, P., TEREYGEOL, F., VERNA, C.**, 2006b. "Premières analyses métallographiques des produits sidérurgiques trouvés sur le site médiéval de Castel-Minier (Aulus-les-Bains, 09)", *La Revue d'Archéométrie*, vol. 30, p. 7-14.
- DILLMANN, P., PEREZ, L., VERNA, C.**, 2011. "Les aciers avant Bessemer", dans *L'acier en Europe avant Bessemer*, Dillmann, P., L. Perez & C. Verna (éd.), CNRS-Université de Toulouse-Le Mirail, Paris, p. 7-69.
- DILLMANN, P., L'HERITIER, M.**, 2017. "Archéométrie et histoire des techniques : les procédés direct et indirect en sidérurgie (XIVe - XVIIIe siècles)", dans *L'Europe technicienne (XVe-XVIIIe siècle)*, Hilaire-Perez, L. (éd.), Presses Universitaires de Rennes, Rennes, p. 67-88.
- DILLMANN, P., SCHWAB, R., BAUVAIS, S., BRAUNS, M., DISSER, A., LEROY, S., GASSMANN, G., FLUZIN, P.**, 2017. "Circulation of iron products in the North-Alpine area during the end of the first Iron Age (6th-5thc. BC): A combination of chemical and isotopic approaches", *Journal of Archaeological Science*.
- DISSER, A., DILLMANN, P., BOURGAIN, C., L'HERITIER, M., VEGA, E., BAUVAIS, S., LEROY, M.**, 2014. "Iron reinforcements in Beauvais and Metz Cathedrals: From bloomery or finery? The use of logistic regression for differentiating smelting processes", *Journal of Archaeological Science*.
- DISSER, A.**, 2019. *Prospection thématique « Mines et métallurgie du fer en Ariège », rapport campagne 2019*.
- DJAOUI, D.**, 2017a. "Circulation et diffusion des marchandises depuis le delta du Rhône", dans *Potins et pots de vins Echange, commerce et transport vers la Gaule du Nord*, Cattelain, P. & A. Leblon (éd.), Editions d, p. 63-95.
- DJAOUI, D.**, 2017b. "Les différents ports du delta du Rhône au Haut-Empire : modèle économique autour de la circulation et la diffusion des produits", *Archaeonautica*, vol. 19, p. 123-124.
- DOMERGUE, C.**, 1993. *Un centre sidérurgique romain de la Montagne Noire : Le Domaine des Forges (Les Martyrs, Aube)*, *Revue Archéologique de la Narbonnaise, supplément n°27*, CNRS Editions, Paris.
- DOSWALD, C.**, 1994. "Les lingots de fer protohistoriques en Europe occidentale: problématique générale." (Mangin, M., Éd.) *La sidérurgie ancienne de l'Est de la France dans son contexte européen. Archéologie et archéométrie. Colloque de Besançon*.
- DUPERRON, G.**, 2015. *L'établissement antique de Saint-Martin-le-Bas à Gruissan (Aude) Volume 2 du PCR*.
- DUPERRON, G., BIGOT, F.**, 2019. *L'établissement littoral de Saint-Martin-le-Bas à Gruissan*

(Aude), *Rapport annuel d'opération de fouille programmée, volume 2 du PCR « Les ports antiques de Narbonne »*.

- DURAND-CHARRE, M.**, 2003. *La microstructure des aciers et des fontes*, (SIRPE, Éd.), Paris NV - 400.
- DURAND, E., PAGES, G.**, 2015. "Les activités métallurgiques du site Les Ferriers (Grospierres, Ardèche) au II^{ème} siècle a.C", dans *Production et proto-industrialisation aux âges du Fer - Perspectives sociales et environnementales, Actes du 39^e colloque international de l'AFEAF, Nancy, 14-17 mai 2015*, p. 445-458.
- ESCHENLOHR, L., FRIEDLI, V., LINDER, C. R.-C., SENN, M.**, 2007. *Develier courtételle, un habitat rural mérovingien. Métallurgie du fer et mobilier métallique, Cahier d'archéologie jurassienne*, Office de la culture et Société jurassienne d'Emulation, Porrentruy, Vol. 14.
- FEUGERE, M., SERNEELS, V.**, 1998. "Production, commerce et utilisation du fer entre l'Ebre et le Rhône: premiers éléments de réflexion".
- FIORI, P.**, 1973. "Gisement de blocs de fer au Cap Gros à Antibes", *CAS, II*, p. 95-96.
- FLAMENT, J.**, 2017. *Les métallurgies associées de la fin du XIII^e siècle au XV^e siècle L'argent, les cuivres et le plomb à Castel-Minier (Ariège, France)*.
- FLUZIN, P.**, 1983. "Notions élémentaires de sidérurgie", dans *Métallurgies africaines. Nouvelles contributions*, ECHARD, N. (éd.), Musée de l'Homme, Paris, p. 13-44.
- FLUZIN, P.**, 2000a. "Les ateliers métallurgiques : archéométrie. Examens métallographiques des déchets d'ateliers", dans *Forgerons et paysans des campagnes d'Alésia (Haut-Auxois, Côte-d'Or). La terre, le Fer, la Route en pays Mandubien, Haut Auxois (Côte-d'Or), I^{er} siècle avant-VIII^e siècle après J.-C.*, Mangin, M., P. Fluzin, J.-L. Courtadon & M.-J. Fontaine. (éd.), CNRS, Paris, p. 185-265.
- FLUZIN, P.**, 2000b. "Etudes métallographiques préliminaires concernant les vestiges sidérurgiques du site de Montagney", *Minaria Helvetica*, vol. 20b, p. 91-104.
- FLUZIN, P.**, 2002. "La chaîne opératoire en sidérurgie : matériaux archéologiques et procédés. Apport des études métallographiques" (Bocoum, H., Éd.) *Aux origines de la métallurgie du fer en Afrique. Une ancienneté méconnue*.
- FLUZIN, P., PLOQUIN, A., DABOSI, F.**, 2004. "Approches métallurgiques et archéométriques", dans *Le Fer*, Mangin, M. (éd.), ERRANCE, Paris, p. 113-174.
- FLUZIN, P.**, 2006. "Premiers résultats des études métallographiques concernant les masses de métal brutes", dans *Alle origini della siderurgia lecchese. Ricerche archeometallurgiche ai Piani d'Erna*, Tizzoni, M., C. Cuccini & M. Ruffa (éd.), Lecco, p. 129-146.
- FLUZIN, P., BAUVAIS, S., BERRANGER, M., PAGES, G., DILLMANN, P.**, 2011. "The multidisciplinary approach (archaeology and archaeometry) to bloomsmithing activities in France: examples of results from the last twenty years", dans *The archaeometallurgy of Iron – Recent Developments in Archaeological and Scientific Research*, Hosek, J., H. Cleere & L. Mihok (éd.), Institute of Archaeology of the ASCR, Prague, p. 223-236.
- FORRIERES, C.**, 1994. "Du métal à l'objet" (Mangin, M., Éd.) *La sidérurgie ancienne de l'Est*

de la France dans son contexte européen. *Archéologie et archéométrie. Colloque de Besançon.*

- FRANCE-LANORD, A.**, 1963. "Les lingots de fer protohistoriques", *Revue d'histoire de la sidérurgie*, vol. 4, p. 167-178.
- GALILI, E., BAUVAIS, S., ROSEN, B., DILLMANN, P.**, 2015. "Cargoes of iron semi-products recovered from shipwrecks off the Carmel coast, Israël", *Archaeometry*, vol. 57, p. 505-535.
- GINOUVEZ, O., POMAREDES, H., FEUGERE, M.**, 1998. "Le travail du fer sur la villa de la Domergue à Sauvian (Hérault)", dans *Recherche sur l'économie du fer en Méditerranée nord-occidentale*, Feugère, M. & V. Serneels (éd.), Montagnac, Monographies Instrumentum, n°4, p. 181-185.
- GIOLITTI, F.**, 1914. *La cémentation de l'acier*, A. Hermann et Fils, Paris.
- GOBET, N.**, 1779. *Les anciens minéralogistes du royaume de France.*
- GOLA, J., BRITZ, D., STAUDT, T., WINTER, M., SCHNEIDER, A. S., LUDOVICI, M., MÜCKLICH, F.**, 2018. "Advanced microstructure classification by data mining methods", *Computational Materials Science*, vol. 148, p. 324-335.
- GOLA, J., WEBEL, J., BRITZ, D., GUITAR, A., STAUDT, T., WINTER, M., MÜCKLICH, F.**, 2019. "Objective microstructure classification by support vector machine (SVM) using a combination of morphological parameters and textural features for low carbon steels", *Computational Materials Science*, vol. 160, p. 186-196.
- GÖMÖRI, J.**, 1981. "A korai középkori vasolvászto kemencek es az ekelt vasbucak kerdese", dans *Research in Industrial archaeology in Hungary*.
- GOODWAY, M., FISHER, R. M.**, 1988. "Phosphorus in low carbon iron: its beneficial properties", *Historical metallurgy*, vol. 22, p. 21-23.
- GOODWAY, M.**, 1992. "Metals of music", *Materials Characterization*, vol. 29, p. 177-184.
- GORDON, R. B., REYNOLDS, T. S.**, 1986. "Medieval Iron in Society-Norberg, Sweden, May 6-10, 1985", *Technology and Culture*, vol. 27, p. 110-117.
- GUILLOT, I., FLUZIN, P.**, 1987. "Interprétation structurale de l'élaboration et de l'utilisation d'outils miniers", *Bulletin de la Société préhistorique française*, vol. 84, p. 248-256.
- GUILLOT, I., FLUZIN, P., CLAVEL, M., BERANGER, G.**, 1987. "Structure d'outils miniers du XVe et du XVIII siècle : interprétation thermomécanique", *Matériaux et techniques*.
- GUILLOT, I., BERTIN, F., FLUZIN, P., BENOIT, P., BERANGER, G.**, 1995. "La pointerolle, outil des mineurs du XVIe siècle : synthèse des études métallographiques", dans *Paléoméallurgie du fer et cultures. Symposium international du Comité pour la Sidérurgie Ancienne, Belfort – Sévenans*, BENOIT, P. & P. FLUZIN (éd.), Vulcain / A.E.D.E.H., Paris, p. 509-524.
- HALLEUX, M. R.**, 2007. "Sur la fabrication de l'acier dans l'antiquité et au moyen âge", *Comptes Rendus des Seances de la Academie des Inscriptions et Belles Lettres*, p. 1301-1318.

- HERNANDEZ, J.**, 2010. *La nécropole tardo-antique de Saint-Michel à Montpellier, volume 1.*
- IM, J., MORITA, K., SANO, N.**, 1996. "Phosphorus distribution between CaO-SiO₂-FeO slags and carbon-saturated iron at 1573 K", *Iron and Steel Institute of Japan International*, vol. 36, p. 517-521.
- IUNG, T., SCHMITT, J.-H.**, 2017. "Durcissement des aciers Aciers ferritiques, perlitiques, bainitiques et martensitiques", *Techniques de l'ingénieur*, vol. M 4 341.
- JONCHERAY, J.-P.**, 1994. "L'épave Dramont C", *CAS, XII*, p. 5-51.
- JUHIN, A.**, 2005. *Structure métallographique et comportement mécanique des tirants de fer du donjon du château de Vincennes.*
- KATTEL, S., PRAKASH BHATT, J., SUBEDI, R., THAPA, B., SUJAKHU, S., KAFLE, A., SHAKYA MAN, T.**, 2020. "Investigation of mechanical properties of brass francis turbine manufactured by local investment casting technique in Nepal", *Journal of Physics: Conference Series*, vol. 1608.
- KLEEMANN, O.**, 1961. "Stand der archäologischen Forschung über die eisernen Doppelpyramiden-(spitz) barren.", *Archiv für das Eisenhüttenwesen*, vol. 32, p. 581-585.
- KOTARBA, J., CASTELLVI, G., MAZIERE, F.**, 2007. *Carte archéologique de la Gaule : les Pyrénées-Orientales (66)*, Fondation, Paris.
- KOTARBA, J., WIBAUT, T.**, 2014. *Bulletin de l'AAPO, Arceo 66 n°29 - Prades, rue de la Basse, extension EHPAD.*
- KUHN, H., MEDLIN, D.**, 2000. *ASM Metals Handbook Volume 8 : Mechanical testing and evaluation.*
- L'HERITIER, M., DILLMANN, P., BENOIT, P.**, 2005. "Premiers résultats métallographiques sur les fers de construction de la cathédrale Notre-Dame de Rouen", dans *Les arts du feu en Normandie, Actes du 39e congrès organisé par la fédération des sociétés historiques et archéologiques de Normandie*, p. 287-314.
- L'HERITIER, M., JUHIN, A., DILLMANN, P., ARANDA, R., BENOIT, P.**, 2005. "Utilisation des alliages ferreux dans la construction monumentale du Moyen Age. Etat des lieux de l'avancée des études métallographiques et archéométriques", *ArcheoSciences Revue d'archéométrie*, vol. 29.
- L'HERITIER, M.**, 2007. *L'utilisation du fer dans l'architecture gothique. Les cas de Troyes et de Rouen.* Thèse de doctorat *Archéologie*, Université de Paris I Panthéon-Sorbonne, Paris.
- L'HERITIER, M., DILLMANN, P., BENOIT, P.**, 2007. "L'emploi du fer dans la construction monumentale à la fin du Moyen Age : production et utilisation", dans *Medieval Europe Paris 2007.*
- L'HERITIER, M., DILLMANN, P.**, 2011. "Fer ou acier ? Caractérisation des alliages ferreux utilisés dans la construction des églises gothiques au Moyen Âge et à la période moderne L'exemple de Troyes et de Rouen", dans *L'acier en Europe avant Bessemer*, p. 263-284.
- L'HERITIER, M., DILLMANN, P., AUMARD, S., FLUZIN, P.**, 2013. "Iron? Which iron?"

- Methodologies for metallographic and slag inclusion studies applied to ferrous reinforcements from Auxerre Cathedral", dans *World of Iron*, Humphris, J. & T. Rehren (éd.), Archetype Publication, London, p. 409-420.
- L'HERITIER, M., GUILLOT, I., DILLMANN, P.**, 2019. "Microstructural Characterization and Mechanical Properties of Iron Reinforcements in Buildings from the Medieval and Modern Periods in France", *International Journal of Architectural Heritage*, vol. 0, p. 1-13.
- L'HERITIER, M., DILLMANN, P., BENOIT, P.**, 2003. "Analyse métallographique de fers à cheval médiévaux. Mise en forme et origine du métal", *Revue d'archéométrie*, vol. 27, p. 193-206.
- LE COZE, J.**, 2019. "Le phosphore dans les fers et aciers. Points de vue historiques et thermochimiques", *Matériaux & Techniques*, vol. 107, p. 601.
- LE PLAY, F.**, 1854. *Rapport sur la coutellerie et les outils d'acier fait à la Commission française du jury international de l'Exposition universelle de Londres.*
- LECHEVALLIER, G., DILLMANN, P., BENOIT, P., FLUZIN, P.**, 2000. "L'affinage wallon des fontes phosphoreuses, approche expérimentale et historique", dans *Arts du feu et production artisanale-XXe Rencontres d'Archéologie et d'Histoire d'Antibes*, Petrequin, Y., P. Fluzin, J. Thiriot & P. Benoit (éd.), APDCA, Antibes, p. 171-182.
- LEROY, M.**, 1993. *La sidérurgie ancienne en Lorraine avant le Haut Fourneau : étude du développement historique et des conditions techniques de l'utilisation du mineraioolithique lorrain (La Minette) en métallurgie de réduction directe. Thèse de doctorat*, Besançon.
- LEROY, M., MERLUZZO, P.**, 1998. *Les ateliers sidérurgiques médiévaux de Saint-Dizier (Haute-Marne)*, (Champenoise, S. A., Éd.).
- LEROY, M., MERLUZZO, P., FLUZIN, P., LECLERE, D., AUBERT, M., PLOQUIN, A.**, 1999. "La restitution des savoir-faire pour comprendre un procédé technique : l'apport de l'expérimentation en archéologie du fer", dans *Arts du feu et productions artisanales XXe Rencontres Internationales d'Archéologie et d'Histoire d'Antibes*, Pétrequin, P., P. Fluzin, J. Thiriot & P. Benoit (éd.), APDCA, Antibes, p. 37-51.
- LEROY, M., MERLUZZO, P.**, 2001. "L'apport des expérimentations de réduction en bas fourneau pour la compréhension des procédés techniques : l'étude des conditions de réduction d'un minerai calcique (la minette de Lorraine) et d'un minerai siliceux (le fer-fort)", dans *Orfèvres et Forgerons*, Toulouse.
- LEROY, M., MERLUZZO, P.**, 2004. "La réduction : du minerai au métal", dans *Le Fer*, Mangin, M. (éd.), Errance, p. 49-80.
- LEROY, M., MERLUZZO, P., CARLIER, C. LE**, 2015. *Archéologie du fer en Lorraine. Minette et production du fer en bas-fourneaux dans l'antiquité et au Moyen-Age*, Fensch Vallée éditions, Thionville.
- LEROY, M., PREVOT, M., MERLUZZO, P., DISSER, A., DUFRAISSE, A., GEBHARDT-EVEN, A., GUILLAUME, J., JOUANIN, G., CECILE, L. C. DE V., ROMAIN, M., PROUTEAU, R., WIETHOLD, J., YVINEC, J.-H.**, 2019. "Les ateliers du hameau Les Noires Terres à Messein (Meurthe-et-Moselle, Lorraine, France) : une illustration de l'une des formes

d'organisation de la production du fer au cours du premier Moyen Âge ?", *Revue Archéologique de l'Est*, vol. 68, p. 243-283.

- LEROY, S.**, 2010. *Circulation au Moyen Âge 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, Belfort.
- LEROY, S., HENDRICKSON, M., BAUVAIS, S., VEGA, E., BLANCHET, T., DISSER, A., DELQUE-KOLIC, E.**, 2017. "The ties that bind: archaeometallurgical typology of architectural crampons as a method for reconstructing the iron economy of Angkor, Cambodia (tenth to thirteenth c.)", *Archaeological and Anthropological Sciences*.
- LONG, L., DJAOUI, D., RICO, C.**, 2005. *Lingots et barres de fer : vers une typologie plus complète*.
- LONG, L., DUPERRON, G.**, 2014. "Nouvelles données sur le commerce maritime à l'embouchure du Rhône de Saint-Ferréol (Les Saintes-Maries-de-la-Mer, Bouches-du-Rhône), du", dans *Les Gaulois au fil de l'eau : actes du 37e colloque international de l'AFEAF (Montpellier, 8-11 mai 2013)*, Montpellier, Vol. 2p. 905-924.
- LONG, L., DUPERRON, G.**, 2016. "Navigation et commerce dans le delta du Rhône durant l'Antiquité : bilan des recherches sur le port fluvial d'Arles et ses avant-ports maritimes", dans *Les ports dans l'espace méditerranéen antique, Narbonne et les systèmes portuaires fluvio-lagunaires, Actes du colloque, Montpellier 22-23 mai 2014, supplément RAN 44*, Sanchez, C. & M.-P. Jézégou (éd.), Montpellier, p. 199-218.
- MAGGI, C., PAGES, G., MERTENS, A., HOFFSUMMER, P., PAGES, G., MERTENS, A., HOFFSUMMER, P.**, 2012. "Utilisation et technique de production du fer et du bois dans les charpentes de comble mosanes : premiers jalons d'une évolution du XIIe au XVIIIe siècle", *Archéosciences, revue d'archéométrie*, vol. 36, p. 95-115.
- MAGNUSSON, G.**, 1985. "Lapphyttan. An example of medieval iron production", dans *Medieval Iron in Society*, Björkenstam, N. & S. Fornander (éd.), Jernkontoret and Riksantikvarieämbetet, Stockholm, p. 184-225.
- MANGIN, M.**, 1981. *Un quartier de commerçant et d'artisans d'Alésia : contribution à l'histoire de l'habitat urbain en Gaule*, Publication de l'Université de Dijon, Les Belles Lettres, Paris, Vol. 1-2.
- MANGIN, M., FLUZIN, P., COURTADON, J.-L., FONTAINE, M.-J.**, 2000. *Forgerons et paysans des campagnes d'Alésia (Haut-Auxois, Côte-d'Or) Ier siècle avant- VIIIe siècle après J.C.*, (Age, C. C. d'Etude P. A. M., Éd.) *CRA Monographies*, CNRS Edition, Paris, Vol. 22.
- MANYA, S.**, 2017. *Caractérisation des produits et des déchets de la forge indirecte de Glinet - Précisions des gestes techniques de l'affinage Mémoire de master 2*, Bordeaux Montaigne.
- MARECHAL, J.-F.**, 1998. "A propos de nouveaux lingots d'époque romaine découverts sur la côte narbonnaise", *Bulletin de la Société nationale des Antiquaires de France*, p. 239-254.
- MARLIER, S.**, 2018. "Navires et navigations dans le delta du Rhône à l'époque romaine", *Archaeonautica*.

- MERLUZZO, P., FORRIERES, C.**, 1990. "Les premières étapes du travail du fer en foyer de forge, selon des procédés traditionnels japonais", dans *Paléométaballurgie du fer et cultures. Actes du Symposium international du comité pour la sidérurgie ancienne*, Benoit, P. & P. Fluzin (éd.), Vulcain, Belfort, p. 71-86.
- MERLUZZO, P., LEROY, M., GRAPIN, C.**, 2014. "Etude métallographique de deux masses de fer brut et de deux bandages de roues gallo-romains d'Alésia", *Revue Archéologique de l'Est*, vol. 63, p. 237-258.
- MONGUILAN, L.**, 1987. "Une épave romaine chargée de fer et de plomb dans le golfe de Fos-Saint-Gervais I", dans *Les mines et la métallurgie en Gaule et dans les provinces voisines. Actes du colloque de Paris*, p. 171-179.
- MURRY, G.**, 1993. "Aciers. Généralités", *Techniques de l'ingénieur*.
- MURRY, G.**, 1998. "Transformations dans les aciers", *Techniques de l'ingénieur Traitements thermiques des métaux : généralités*, p. 1-5.
- NEFF, D., DILLMANN, P.**, 2001. "Phosphorus localisation and quantification in archaeological iron artefacts by micro-PIXE analyses", dans *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*.
- NOSEK, E.-M.**, 1994. "The Metallography of gromps", dans *La sidérurgie ancienne de l'Est de la France dans son contexte européen. Archéologie et archéométrie*, Les Belles Lettres, Besançon, p. 57-64.
- NOSEK, E., MAZUR, A.**, 1995. "The forging and carburizing of high phosphorous iron", dans *Paléométaballurgie du fer et Cultures*, Benoit, P. & P. Fluzin (éd.), Vulcain, Sevenans, p. 49-58.
- OLIVIER, L.**, 2000. "Le « Briquetage de la Seille » (Moselle) : nouvelles recherches sur une exploitation proto-industrielle du sel à l'âge du Fer", *Antiquités Nationales*, vol. 32, p. 141-169.
- PAGES, G., SCHNEIDER, L., FLUZIN, P.**, 2005. "Le travail du fer dans l'établissement perché tardo-antique du Roc de Pampelune (Argelliers, Hérault) : l'apport des analyses métallographiques Le travail du fer dans l'établissement perché tardo-antique du Roc de Pampelune (Argelliers, Hérault) : l'apport des analyses métallographiques", *ArcheoSciences Revue d'archéométrie*, vol. 29, p. 107-116.
- PAGES, G.**, 2008. *La métallurgie du fer en France méditerranéenne de l'Antiquité au début du Moyen Âge : jalons d'une approche interdisciplinaire*.
- PAGES, G., LONG, L., FLUZIN, P., DILLMANN, P.**, 2008. "Réseaux de production et standards de commercialisation du fer antique en Méditerranée", *Revue archéologique de Narbonnaise*.
- PAGES, G.**, 2010a. "Un demi-produit ferreux à Vichy au IIIe s ; l'apport des analyses métallographiques dans la définition de l'extension géographique et chronologique du standard des Saintes-Maries-de-la-Mer", *ArcheoSciences, Revue d'Archéométrie*.
- PAGES, G.**, 2010b. "Fonctions et localisation préférentielle des travaux de forge dans les campagnes du Haut-Empire de Narbonnaise".
- PAGES, G., FLUZIN, P., LONG, L.**, 2011. "L'acier, une variété de fer parmi d'autres ? Approches méthodologiques des demi-produits des épaves romaines des Saintes-

- Maries-de-la-Mer (Bouches-du-Rhône, France)", dans *L'acier en Europe avant Bessemer*, p. 147-174.
- PAGES, 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", *Journal of Archaeological Science*.
- PAGES, G.**, 2014. "Productions, commerces et consommation du fer dans le Sud de la Gaule de la Protohistoire à la domination romaine", p. 47-67.
- PAGES, G., L'HERITIER, M.**, 2020. "La circulation du fer sous ses formes brutes dans la Gaule antique et la France médiévale à travers l'analyse archéométallurgique des vestiges archéologiques", dans *Le marché des matières premières dans l'Antiquité et au Moyen Âge Rome*, Boisseuil, D. & C. Rico (éd.), École fran.
- PAGES, G., DILLMANN, P., VEGA, E., FOY, E.**, 2020. "Questions posées sur le travail et le commerce de l'acier dans les camps romains de Strebersdorf en Pannonie (Burgenland, Autriche). Étude interdisciplinaire des scories et des demi-produits", dans *Ad Metalla! Zum Militärplatz Strebersdorf in den pannonischen, Monographien Instrumentum MI Eisenrevieren an der Bernstainstrasse*, Mergoil, Sedlmayer Hedga, Vol. 69p. 104-116.
- PEREZ, A., DILLMANN, P., ARRIBET-DEROIN, D., VEGA, E., ARANDA, R., L'HERITIER, M., NEFF, D., BELLOT-GURLET, L.**, 2013. "Reconstitution d'affinage wallon de la fonte : premières expérimentations archéologiques et archéométriques", dans *Comprendre les savoir-faire métallurgiques antiques et médiévaux*, Tereygeol, F. (éd.), Errance, Paris.
- PHILIBERT, J., VIGNES, A., BRECHET, Y., COMBRADE, P.**, 1998. *Métallurgie du minerai au matériau*, Masson, Paris.
- PIASKOWSKI, J.**, 1962. "Starozytne kesy zelazne z witowa, pow. kazimierza wielka, w swietle powtornych badan metaloznawczych. Sprawosdania", *archeologiczne*, vol. XIV, p. 320-329.
- PIASKOWSKI, J.**, 1984. "A standardization procedure for the presentation of the results of metallographic examinations of early iron implements", dans *The crafts of the blacksmith. Symposium pour la sidérurgie ancienne*, Scott (éd.), Belfast, p. 169-177.
- PIASKOWSKY, J.**, 1995. "The metallographic examination of iron implements from medieval village in dracy, Bourgogne (France)", *Kwartalnik Historii Nauki i Techniki R.*, vol. 46, p. 65-83.
- PICCARDO, P., IENCO, M. G., BALASUBRAMAN, R., DILLMANN, P.**, 2004. "Detecting non-uniform phosphorus distribution in ancient indian iron by colour metallography", *Current Science*, vol. 87, p. 650-653.
- PICCARDO, P., AMENDOLA, R., RINASCIO, M. R., IENCO, M. G., PELLATI, G., STAGNO, E., PIRLO, T.**, 2008. "Development of the Ligurian metallurgical activity : The iron in Stura valley from XIV to XVIII century", *Metallurgia Italiana*, p. 27-36.
- PLEINER, R.**, 1984. "Problems in the standardisation of metallographic investigations of archaeological iron objects", dans *The crafts of the blacksmith*, SCOTT, B. G. & H. CLEERE (éd.), Belfast, p. 179-180.

- PLEINER, R.**, 2000a. *Iron in Archaeology The european bloomery smelters*, Archeologicky Ustav av Cr, Prague.
- PLEINER, R., FLUZIN, P., MANGIN, M., BILLON, M., DILLMANN, P., VEGA, E., RABEISEN, E.**, 2003. "Lingot et couteaux en fer d'Alésia", *Revue Archéologique de l'Est*, vol. 52, p. 91-130.
- PLINE L'ANCIEN**, 1953. "Histoire naturelle", dans *Livre XXXIV*, Bonniéc, H. Le (éd.), Les Belles, Paris, p. 156-157.
- POKORNY, A., POKORNY, J.**, 1998. "Inclusions non métalliques dans l'acier", *Techniques de l'Ingenieur*, vol. 33, p. 1-43.
- R. PLEINER**, 2000b. *Iron in Archaeology. The European Bloomery Smelters.*,.
- RAPOSO C, P., CORREIA, J. A. F. ., SOUSA, D., SALAVESSA E, M., REIS, C., OLIVEIRA, C., DE JESUS, A.**, 2017. "Mechanical properties of wood construction materials from a building from the 19th century", *Procedia Structural Integrity*, vol. 5, p. 1097-1101.
- RENOUX, G., DABOSI, F., PAILLER, J.-M., GUILLAUME, R., FRANCIS, D., JEAN-MARIE LES ARMES EN FER, P., PUY, U.**, 2004. "Les armes en fer d'Uxellodunum (Puy d'Issolud, Lot), dernière bataille de César en Gaule : étude paléométallurgique de pointes de flèche et trait de catapulte", vol. 28, p. 141-152.
- ROBION-BRUNNER, C.**, 2010. "Forgerons et sidérurgie en pays dogon : vers une histoire de la production du fer sur le plateau de Bandiagara (Mali) durant les empires précoloniaux", *Journal of African Archaeology Monograph Series*, vol. 3, p. 167.
- ROUGIER, J.**, 1987. "Les lingots de fer d'Aoste (Isère)", dans *Les mines et la métallurgie en Gaule et dans les provinces voisines. Actes du colloque de Paris*, Errance, Caesarodunum XXII, Paris, p. 180-183.
- RUBINSON, S. R.**, 2010. *An archaeometallurgical study of early medieval iron technology*, Bradford.
- SAAGE, R., PEETSALU, P.**, 2018. "Metallographic investigation of iron blooms and bars from the smithy site of Käku, Estonia".
- SANCHEZ, C., JEZEGOU, M.-P.**, 2014. "Les ports dans l'espace méditerranéen antique Narbonne et les systèmes portuaires fluvio-lagunaires", dans *Actes du colloque international tenu à Montpellier*, Montpellier.
- SCOTT, B. G.**, 1991. *Early Irish Ironworking*, Ulster Mus.
- SERNEELS, V.**, 1993. *Archéométrie des scories de fer. Recherches sur la sidérurgie ancienne en Suisse occidentale*, Cahiers d'Archéologie Romande, 61, Cahiers d'Archéologie Romande, Lausanne.
- SERNEELS, V.**, 2004. "Le fer et ses minerais", dans *Le Fer*, Mangin, M. (éd.), Errance, p. 25-48.
- SERNEELS, V., MERLUZZO, P., LEROY, M.**, 2004. "Les activités de forge : le travail du métal", dans *Le Fer*, Mangin, M. (éd.), Errance, p. 81-112.
- SERNEELS, V.**, 2011. "À propos de la qualité des fers produits par la méthode directe de réduction", dans *L'acier en Europe avant Bessemer*, p. 73-93.

- SMITH, R.-A.**, 1905. "Ancient British Iron Currency Bars", *Proceedings of the society of antiquaries in London*, vol. XX, p. 179-195.
- SOLIER, Y.**, 1981. "Les épaves de Gruissan", *Archaeonautica*, vol. III, p. 196-212.
- SPIESSER, J.**, 2014. *La villa gallo romaine du « Grésil » (Seine-Maritime) Fouille programmée pluriannuelle 2014-2016 Rapport intermédiaire 2014*.
- STEWART, J.-W., CHARLES, J. A., WALLACH, E.-R.**, 2000a. "Iron-phosphorus-carbon system. Part 1 to 3", *Materials Science and Technology*, vol. 16, p. 275-303.
- STEWART, J.-W., CHARLES, J. A., WALLACH, E.-R.**, 2000b. "Iron-Phosphorus-Carbon system part 2 - Metallography behaviour of Oberhoffer's reagent", *Materials science and technology*, vol. 16, p. 283-290.
- STRABON**, 1989. "Géographie, traduction de Robert Baladié", dans *Livre IV, Les Belles*, Paris.
- STRAUBE, H.**, 1996. *Ferrum Noricum und die Stadt auf dem Magdalensberg*,.
- TCHERNIA, A.**, 1999. "Recherches archéologiques sous-marines", p. 465-499.
- TEREYGEOL, F.**, 2007. "La poursuite des recherches sur Castel-Minier : un haut lieu de la production de plomb, d'argent et de fer" *La mémoire du Garbet - Bulletin n°32*.
- TEREYGEOL, F.**, 2011. *Aulus-les-Bains, Castel-Minier Bilan scientifique DRAC*.
- TEREYGEOL, F.**, 2013. "L'apogée de la mouline : Castel-Minier au XVIe siècle", dans *Les chemins du fer en Belledonne*, Bailly-Maitre, M.-C. (éd.), Allevard.
- TEREYGEOL, F.**, 2014. *Le Castel-Minier (Aulus-les-Bains, 09), Document final de synthèse 2014*.
- TEREYGEOL, F.**, 2016. "L'apogée de la mouline : Castel-Minier au XVIe siècle", dans *Les chemins du fer en Belledonne*, p. 105-112.
- TEREYGEOL, F.**, 2017. *Le Castel-Minier : document final de synthèse 2017*.
- TEREYGEOL, F.**, 2020. *Le Castel-Minier (Aulus-les-Bains, 09) Rapport intermédiaire 2020*.
- TEZENAS, H.**, 1972. *Dictionnaire des sciences de la gestion*,.
- THIELE, A., HOSEK, J.**, 2015. "Estimation of phosphorus content in archaeological iron objects by means of optical metallography and hardness measurements", *Acta Polytechnica Hungarica*, vol. 12, p. 113-126.
- THIELE, Á., HOSEK, J.**, 2015. "Mechanical properties of medieval bloomery iron materials - comparative tensile and charpy-tests on bloomery iron samples and S235JRG2", *Periodica Polytechnica Mechanical Engineering*.
- TRONQUART, G.**, 1986. "La sidérurgie au « Camp Celtique » de la Bure (Saint-Dié): Bilan de vingt ans de recherches (1964-1984).", *Revue Archéologique de l'Est*, vol. 37, p. 59-74.
- TRUFFAUT, E.**, 1994. "Contribution du manganèse au développement historique de la sidérurgie : aspects techniques", *La Revue de Métallurgie-CIT*, p. 1703-1719.
- VANDER VOORT, G. F.**, 2004. *ASM Handbook Volume 9 : Metallography and*

Microstructures,

- VEGA, E., DILLMANN, P., FLUZIN, P., ENRIQUE, V., PHILIPPE, D.**, 2002. "Contribution à l'étude de fers phosphoreux en sidérurgie ancienne", *Revue d'archéométrie*, vol. 26, p. 197-208.
- VEGA, E., DILLMANN, P., L'HERITIER, M., FLUZIN, P., CREW, P., BENOIT, P.**, 2003. "Forging a phosphoric iron. An analytical and experimental approach.", dans *Archaeometallurgy in Europe 2003*, Milano, p. 337-346.
- VERNA, C., BENOIT, P.**, 1990. "La sidérurgie de Clairvaux au Moyen-Age (XIIIe - XVe siècles)" *Histoire de Clairvaux*.
- VERNA, C.**, 2001. *Le temps des Moulins. Fer, technique et société dans les Pyrénées centrales (XIIIe - XVIe siècles)*, Publications de la Sorbonne, Paris.
- VERNA, C.**, 2008. "« Moulin à fer » : l'héritage de Bertrand Gille", dans *Jeux d'eau. Moulins, meuniers et machines hydrauliques, XIe-XXe siècle, Etudes offertes à Georges Comet*, Durand, A. (éd.), Aix-en-Provence, p. 273-286.
- VERNA, C.**, 2009. "Qualités des fers, prix des marchés, valeurs des hommes et des alliances (haut Vallespir, XV e siècle)", *Sources sérielles et prix au Moyen Age. Mélanges en l'honneur de Maurice Berthe*, p. 353-398.
- VERNA, C.**, 2011. "Innovations et métallurgies en Méditerranée occidentale (XIIIe–XVe siècles)", *Anuario de Estudios Medievales*, vol. 41, p. 623-644.
- WANHILL, R. J. ., SEINEN, P. ., RIJKENBERG, R. ., MEIJERS, H. J. .**, 2007. *Investigation of a broken pile-shoe from a roman bridge*.
- WERME, L., BJOERNER, I. K., BART, G., ZWICKY, H. U., GRAMBOW, B., LUTZE, W., EWING, R. C., MAGRABI, C.**, 1990. "Chemical corrosion of highly radioactive borosilicate nuclear waste glass under simulated repository conditions", *Journal Name: Journal of Materials Research; (USA); Journal Volume: 5:5*, p. Medium: X; Size: Pages: 1130-1146.
- ZOLTAN, H.**, 1961. "A diosgyori Központi Kohászati Muzeum és a soproni Liszt Ferenc Museum vasbucáinak kohászattortneti vonatkozásai", *Közlemenyek*.
- ZWICKER, U.**, 1967. "Untersuchungen an einem eisenbarren aus dem depotfund von renningen (kr. leonberg)", *Fundberichte aus Schwaben*, vol. NF18/1, p. 282-283.

Table des figures

Figure 1 : Schéma d'organisation théorique et simplifié de la chaîne opératoire.	40
Figure 2 : Carte de répartition des lieux de découvertes de demi-produits, analysés métallographiquement et pris en compte dans le cadre de notre étude, 1) Houghton Down 2) Villade Touffréville 3) Ensemble de sites du bassin parisien ayant livré des demi-produits appartenant au Second Âge du Fer 4) Acy-Romance 5) Marsal 6) Saint-Dizier 7) Renningen 8) Alésia 9) Dépôt du Durrenentzen 10) Forge de Montagney 11) Chatillon 12) Glux-en-Glenne Bibracte 13) Bragny-sur- Saône 14) Vichy 15) Castel-Minier 16) Ensemble de site du bassin méditerranéen ayant livré des demi- produits antiques, parmi eux 16' Saintes-Maries-de-la-Mer, 17) Piani d'Erna 18) Develier-Courtételle 19) Semlach/Eisner 20) Somogy 21) Sopron 22) Strebersdorf 23) Cracovie 24) Wittow 25) Kakü 26) Carmel Coast, Israël.....	46
Figure 3 : Structures de Widmanstätten observées sur le demi-produit 13570/3 de Castel-Minier (à gauche) et perlite globulaire (à droite) sur le fer de hache 13396-1 de Castel-Minier.	49
Figure 4 : Exemple d'une structure à 0,2 % de carbone environ à grains équiaxes (à gauche) et d'une structure écrouie (à droite) sur la pointerolle CL12830 de Castel-Minier.....	53
Figure 5 : Diagramme TRC pour un acier à 0,4% de carbone d'après Buchwald, 2005	55
Figure 6 : Exemples de structures de trempe – Martensite, bainite et perlite nodulaire - révélées par attaque Nital sur la pointerolle 12687 à Castel-Minier.....	55
Figure 7 : Typologies des matières premières métalliques pour les deux Âges du Fer en France d'après Berranger, 2013	61
Figure 8 : Sous-division en variantes pour la catégorie demi-produit à extrémité roulée d'après Berranger, 2013	62
Figure 9: Comparaison des différentes classifications établies pour définir la nature du métal du demi- produits à partir de trois grands corpus d'études	82
Figure 10 : Comparaison des différentes classifications établies pour le pourcentage inclusionnaire à partir de trois grands corpus d'études, en vert la méthode employée, en bleu le corpus d'application considéré.....	83
Figure 11 : Aires géographiques et sites concernés par l'étude	89
Figure 12 : Procédé en vigueur pour chacun des sites considérés en fonction de la chronologie.(Les sites indiqués par une étoile font référence aux demi-produits dont la datation a été estimée grâce à la typologie, ou grâce au contexte de la découverte, la fourchette chronologique considérée est donc large).	90
Figure 13 : Zones de production majeures (Montagne Noire, Massif du Canigou et Hautes-Corbières) et sites de réduction du fer pour la période Antique (orange) : 1-Domaine des Forges (Les Martyrs) 2- Laprade-Basse 3-Co d'Espérou 4-Camp Naout 5-Baillestavy - Sites ayant livré des demi-produits antiques (rouge) 1-Llobregat (Les Sorres) 2-Almassara (Ben Aféli) 3-Antibes (Cap Gros) 4-Hyères (Bagaud 2) 5- Hyères (Cap des Médès) 6-Saint-Raphaël (Dramont C) 7-Bonifacio 8- Arbalax (Bellavista) 9-Sassari (Capo Testa) 10- Saintes-Maries-de-la-Mer 11-Arles (Trinquetaille) 12-Fos-sur- Mer (Saint-Gervais I) 13-Palavas-les-flots 14-Frontignan (Aresquier 5) 15-Gruissan (Mateille A) 16-	

Port Vendres (Port Vendres III) 17- Giglio porto 18-Tarquinia (Gravisca) 19-Syracuse (Preminino)	
20-Lunel-viel 21-Roc de Pampelune 22-Auribelle-Basse d'après Pagès,2014.....	92
Figure 14 : Localisation des différentes épaves échouées au large de la Camargue face aux Saintes-Maries-de-la-Mer (Crédits : Luc Long et Luc Masselin)	100
Figure 15 : Typologie des Saintes-Maries-de-la-Mer établie par Luc Long	101
Figure 16 : Localisation des sites antiques (en rouge) ayant livré du matériel retenu pour étude.....	104
Figure 17 : Localisation des Saintes-Maries-de-la-Mer (13) et des épaves des Saintes-Maries-de-la-Mer au large de la Camargue (d'après L.Long et L.Masselin), les épaves ayant livré du matériel retenu pour étude sont encerclées en rouge.....	107
Figure 18 : Localisation de la villa du Grésil, Orival par rapport aux sites du bassin nord méditerranéen	113
Figure 19 : Le bassin sidérurgique autour de la mine de Sem d'après Verna, 2001 et Téreygeol,2017.	116
Figure 20 : Localisation du site de Castel-Minier (Ariège, commune d'Aulus-les-Bains, 09140).....	122
Figure 21 : Plan du site en l'état entre la fin du XIII ^{ème} siècle et le début du XIV ^{ème} siècle (Crédits : F. Téreygeol et J-C Méaudre).....	125
Figure 22 : Plan du site en l'état au XIV ^{ème} siècle (Crédits : F.Téreygeol et J-C Méaudre).	126
Figure 23 : Plan du site en l'état au XV ^{ème} siècle (Crédits : F.Téreygeol et J-C Méaudre).....	128
Figure 24 : Plan du site en l'état au XVI ^{ème} siècle (Crédits : F.Téreygeol et J-C Méaudre)	130
Figure 25 : Frise chronologique des différentes mutations sur le site de Castel-Minier	130
Figure 26 : Evolution des infrastructures par période d'occupation pour le site de Castel-Minier (Crédits: F.Téreygeol et J-C Méaudre).....	131
Figure 27 : Hauts fourneaux et affineries du Pays de Bray et de ses marges, d'après Arribet-Deroin, 2010.....	135
Figure 28 : Migrations des travailleurs du fer depuis la Wallonie jusqu'au Weald, d'après Arribet-Deroin, 2010.....	136
Figure 29 : Localisation du site de Glinet	137
Figure 30 :Plan d'ensemble du site de Glinet, d'après Arribet-Deroin et al., à paraître.....	139
Figure 31 : Distribution du corpus en fonction de la chronologie, de la place dans la chaîne opératoire (MB : masse brute ou fragment de masse brute en cours de compactage, BC : Barre en cours de compactage, L : Lopins et B : Barres), du site d'appartenance (SMDLM : Saintes-Maries-de-la-Mer - PRD : Prades - GRSL : Orival, Le Grésil – SG : Saint-Gervais 1, Fos-sur-Mer - GRU : Gruissan - DMG : Sauvian, La Domergue - THR : Els Vidrers, Thuir – BLS : Baillestavy – PLM : La Palme – PZL : La Tuilerie, Paziols) et de la typologie	147
Figure 32 : Distribution des demi-produits étudiés autour du Bassin méditerranéen (et en Haute-Normandie).....	148
Figure 33: Localisation des différentes épaves aux Saintes-Maries -de-la-Mer et indication des épaves renfermant les barres sélectionnées pour étude, d'après une carte de L. Long et L. Masselin.....	149
Figure 34 : Masses brutes en cours de compactage retenues pour étude métallographique, issues de l'épave SM42 et SM43 des Saintes-Maries-de-la-Mer (13)	152
Figure 35 : Masses en cours de compactage issues de la rue de la Basse, à Prades	154
Figure 36 : Barre en cours de compactage de la Palme.....	156
Figure 37 : Barre en cours de compactage retrouvée Rue de la Basse, à Prades (66)	157
Figure 38 : Clichés des deux lopins étudiés issus pour l'un de l'épave SM41.1 des Saintes-Maries-de-la-Mer, Bouches-du-Rhône et pour l'autre de la villa de la Domergue, Sauvian, Hérault.....	159
Figure 39 : Epave SM31 - Restitution du puits de l'archipompe conservé dans les concrétions du chargement de barres de fer (dessin : L.Long,2015)	161
Figure 40 : Barres de type 7L de l'épave SM31 des Saintes-Maries-de-la-Mer.....	162

Figure 41 : Exemples de barre de type 2M des Saintes-Maries-de-la-Mer et des barres de typologie assimilée 2M de Saint-Gervais 1 (Fos-sur-Mer) et de la villa du Grésil (Orival)	167
Figure 42 : Barre de type 4C des Saintes-Maries-de-la-Mer et barre de typologie assimilée 4C de la Palme	170
Figure 43 : Barre retrouvée à Saint-Martin-le-Bas, Gruissan.....	173
Figure 44 : Barre de Paziols	174
Figure 45 : Barre de Baillestavy	175
Figure 46 : Les deux barres du site de Els Vidrers à Thuir (66).....	176
Figure 47 : Chutes de demi-produits pouvant être retrouvées sur les sites de production. L'élément 1 correspond à la soie de préhension, l'élément 2 à la seconde extrémité tranchée du demi-produit et l'élément 3 correspond à un fragment susceptible de se détacher lors des stades terminaux de la mise en forme du demi-produit ou à une découpe volontaire visant à régulariser les bords du demi-produit.	182
Figure 48 : Répartition des demi-produits (et des ébauches d'objet) étudiés par périodes d'occupation du site	184
Figure 49 : Localisation des demi-produits pour la fin du XIII ^{ème} siècle et le début du XIV ^{ème} siècle	186
Figure 50 : Mobilier ferreux correspondant à la première période d'occupation (Fin XIII ^{ème} siècle - Début XIV ^{ème} siècle.)	188
Figure 51 : Localisation des demi-produits découverts pour le XIV ^{ème} siècle	189
Figure 52 : Mobilier ferreux étudié pour la seconde période d'occupation (XIV ^{ème} siècle.)	191
Figure 53 : Localisation des demi-produits étudiés pour le XV ^{ème} siècle.....	192
Figure 54 : Dimensions des demi-produits pour le XV ^{ème} siècle	194
Figure 55 : Fers plats issus de la production du marteau pour le XV ^{ème} siècle	195
Figure 56 : Caractéristiques morphologiques et métrologiques des chutes de fers ronds.....	198
Figure 57 : Localisation des demi-produits étudiés pour le XVI ^{ème} siècle.....	202
Figure 58 : Exemples des chutes de demi-produits issues de la production du XVI ^{ème} siècle	203
Figure 59 : Fragment de masse brute en cours de compactage CL13625-1	206
Figure 60 : Fragment de masse en cours de compactage et groupés pour le XVI ^{ème} siècle	207
Figure 61 : Histogramme de distribution des longueurs des pointerolles de Castel-Minier dans le panorama d'autres pointerolles du XIV ^{ème} siècle, XV ^{ème} siècle et XVI ^{ème} siècle, issues d'autres mines de l'Est de la France et de la mine royale de Pampailly près de Lyon (I. Guillot et al., 1987, 1995; A. Conin et al., 1990) – Cet histogramme comptabilise uniquement les pointerolles entières. Les 197 pointerolles de la Mine Samson ne sont pas considérées, seules le sont celles pour lesquels nous disposons de la donnée métrique.....	211
Figure 62 : Histogramme de distribution du ratio O(R) des pointerolles de Castel-Minier dans le panorama d'autres pointerolles, du XIV ^{ème} siècle, XV ^{ème} siècle et XVI ^{ème} siècle, issues d'autres mines de l'Est de la France et de la mine royale de Pampailly près de Lyon (I. Guillot et al., 1987, 1995; A. Conin et al., 1990) - Cet histogramme comptabilise uniquement les pointerolles entières. Les 197 pointerolles de la Mine Samson ne sont pas considérées, seules le sont celles pour lesquels nous disposons de la donnée métrique (je dois ajouter les pointerolles de 2020). La ligne en pointillé rouge indique la position de la valeur préconisée par Agricola.....	212
Figure 63 : Localisation sur le site des pointerolles retenues pour étude	213
Figure 64 : Exemples des niveaux d'usure des pointerolles parmi celles sélectionnées pour l'étude, CL13069 : Pointerolle proche d'un état neuf, CL12485 : Pointerolle proche d'un état neuf mais avec trace d'écrasement sur la tête, CL12687 : Pointerolle usée aux deux extrémités, CL12830 : Pointerolle dont la pointe est brisée, CL13893 : Pointerolle dont l'œil est très proche de la tête, CL13894 : Pointe seule.....	215
Figure 65 : Fragments de crochet (à gauche) et d'anneau (à droite) retrouvés en mine	217
Figure 66 : Fragments de hache découverts dans le canal du XV ^{ème} siècle.....	219

Figure 67 : Localisation des demi-produits et des fiches (en rouge) sur le site.....	225
Figure 68 : Exemples de barres	227
Figure 69 : Barre de section ronde	228
Figure 70 : Demi-produits de type barre pouvant avoir été employés pour les besoins du site ou être des ébauches d'objet.....	229
Figure 71 : Artefact GL06-131 entre chute de barre et chute en cours de compactage	229
Figure 72 : Tiges retenues pour étude à Glinet.....	230
Figure 73 : Plaques retenues pour étude à Glinet	231
Figure 74 : Tôle retenue pour étude à Glinet.....	232
Figure 75 : Fiches retenues pour étude.....	233
Figure 76 : Méthodologie et moyens analytiques.....	237
Figure 77 : Analyse à l'échelle macroscopique de la barre de Paziols. A) Découpe de l'objet dans toute sa longueur. B) Observations macroscopiques avant attaque. C) Observations macroscopiques après attaque, les zones carburées apparaissent plus sombres que les zones ferritiques D) Schéma interprétatif des observations macroscopiques.	239
Figure 78 : Obtention d'une carte de distribution des différentes zones ferritiques ou carburées à partir de l'image métallographique après attaque Nital – Echantillon CL13382-3b, Castel-Minier.	243
Figure 79 : Exemple d'histogrammes obtenus pour l'échantillon N°5 étiré avant seuillage (à gauche) puis après seuillage à droite. Les pixels dont la valeur est supérieure à 0,7 valent 1.....	248
Figure 80 : Echantillon n°5 étiré a) Image métallographique après attaque Nital – la ferrite apparaît blanche, la perlite prend différentes teintes du beige au marron. b) Image convertie en niveau de gris – la ferrite apparaît blanche, la perlite prend plusieurs teintes de gris. c, d, e, f) Images binaires obtenues après seuillage pour différentes valeurs de seuil, les grains de ferrite apparaissent noirs et ceux de perlite apparaissent blancs.....	248
Figure 81 : La rangée inférieure présente les images binaires obtenues après seuillage des images métallographiques présentées sur la rangée supérieure. De gauche à droite les teneurs moyennes en carbone (indiquées par %C*) sont croissantes (0,01% de carbone, 0,45% de carbone, 0,6% de carbone).....	249
Figure 82 : Valeur moyenne des niveaux de gris obtenus après seuillage en fonction du taux de carbone moyen (incertitude relative indiquée par les boîtes à moustache) pour la gamme d'échantillons laminés et étirés.	250
Figure 83 : Schéma synoptique de l'algorithme général divisé en deux algorithmes.	252
Figure 84 : Différentes images obtenues par l'Algorithme 1, pour les images c, d et e, les zones claires correspondent aux parties extraites par l'algorithme.....	253
Figure 85 : Différentes images obtenues par l'Algorithme 2, les zones claires correspondent aux parties extraites par l'algorithme.....	255
Figure 86 : Répétabilité de l'algorithme vis-à-vis du taux de carbone moyen : résultats obtenus pour cinq opérations.	259
Figure 87 : Répétabilité de l'algorithme pour l'étape de segmentation pour quatre opérateurs.....	260
Figure 88 : Comparaison entre l'approche manuelle et l'approche algorithmique.	262
Figure 89 : Comparaison entre deux opérateurs, pour l'approche manuelle et l'approche algorithmique.	263
Figure 90 : Exemple de variations mésoscopiques et de structures fantômes révélées après attaque Oberhoffer sur l'échantillon GL00-03-02 à Glinet	267
Figure 91 : Portion du diagramme d'équilibre Fe-P d'après Buchwald 1998, la zone hachurée orange correspond à la zone de formation potentielle des structures fantômes, là où coexistent ferrite (α) et austénite (γ).	268

Figure 92 : a) Exemple de la grille d'analyse sur la section polie longitudinale du demi-produit GL10-74 (Glinet), chaque croisement de la grille correspond à la position d'un indente b) Détail des indents indiqués en rouge, c) Cartographie des valeurs de dureté obtenues.....	270
Figure 93 : Courbe de contrainte-déformation de l'éprouvette SM24.6.2EII (Saintes-Maries-de-la-Mer) et paramètres caractéristiques.....	272
Figure 94 : a) Essai de traction en cours sur machine MTS Exceed model E43 b) Modèle de l'éprouvette utilisé c) Prélèvement de l'éprouvette dans la barre SM24.5 des Saintes-Maries-de-la-Mer	273
Figure 95 : a) Rupture mixte ductile et fragile – b) Rupture ductile – c) Rupture fragile transgranulaire par clivage d) Rupture fragile intergranulaire. Les images a, b, et c sont issues de l'analyse post-mortem d'une éprouvette d'un renfort du Palais des Papes d'Avignon, l'image d d'un renfort du donjon du château de Vincennes, d'après (M. L'Héritier, I. Guillot, et P. Dillmann, 2019)	275
Figure 96 : Caractéristiques métallographiques des masses et des fragments de masses en cours de compactage des Saintes-Maries-de-la-Mer.	280
Figure 97 : Caractéristiques métallographiques des masses et des fragments de masses en cours de compactage de Prades.	281
Figure 98 : Pourcentages inclusionnaires estimés après analyse à l'échelle microscopique pour les masses en cours de compactage.	282
Figure 99 : Porosités, inclusions et replis métalliques au sein de la masse en cours de compactage SM42.18.4.29 des Saintes-Maries-de-la-Mer (a) et de Prades 1 (PRD-1) (b), Chapelets d'îlots métalliques dans une zone d'inclusions et de corrosion en extrémité de la masse en cours de compactage de Prades 1 (PRD-1) (c), Macroporosités au sein de la matrice métallique de la masse de Prades 2 (PRD-2) (d).....	282
Figure 100 : Pourcentages surfaciques carburés ($C > 0,3$) estimés après analyse à l'échelle microscopique pour les masses en cours de compactage.	284
Figure 101 : Variabilité des microstructures et de la composition au sein de la masse en cours de compactage SM42.18.4.29 des Saintes-Maries-de-la-Mer a) De l'acier hypereutectoïde à l'acier eutectoïde b) De l'acier eutectoïde à l'acier à 0,2 % de carbone, décarburation autour des inclusions.	285
Figure 102 : Variabilité des microstructures et de la composition au sein des masses en cours de compactage de Prades a) De l'acier à 0,3% de carbone à l'acier eutectoïde en passant par la ferrite pour PRD-1 b) Acier eutectoïde vers un acier à 0,4% de carbone pour PRD-1 c) De l'acier hypereutectoïde à la fonte blanche hypoeutectique pour PRD-2 d) De la ferrite à l'acier hypereutectoïde pour PRD-2.	287
Figure 103 : Diagramme étoile présentant les différentes caractéristiques métallographiques issus de l'analyse microscopique des masses et des fragments de masse en cours de compactage.....	288
Figure 104 : Caractéristiques métallographiques des barres en cours de compactage.	290
Figure 105 : Variabilité des microstructures et de la composition au sein de la masse en cours de compactage de la Palme (PLM-1) de la ferrite (a) à l'acier hypereutectoïde aux extrémités (b).	292
Figure 106 : Variation des teneurs en carbone au sein de la barre de Prades (PRD-3), a) De l'acier eutectoïde à la ferrite b) De l'acier eutectoïde à l'acier à 0,2 % de carbone.	292
Figure 107 : Diagramme étoile présentant les différentes caractéristiques métallographiques des barres en cours de compactage.....	293
Figure 108 : Caractéristiques métallographiques du lopin des Saintes-Maries-de-la-Mer (SM41-1) et du lopin de la Domergue (DMG-1).	294
Figure 109 : Micrographies avant attaque Nital des lopins SM41-1 (a et b) et de la Domergue (c et d) - a et b) Porosités visibles dans la matrice métallique du lopin SM41-1 c) Chapelet d'inclusion et corrosion pour le lopin de la Domergue d) Charbon de bois piégé dans les porosités et inclusions pour le lopin de la Domergue.	296

Figure 110 : Micrographies après attaque Nital du lopin des Saintes-Maries-de-la-Mer, SM41-1 et de la Domergue DMG-1 a) Structures hors-équilibres : martensite, bainite et perlite nodulaire b) Transition d'une structure martensitique vers un acier à 0,7 % de carbone c) Acier hypereutectoïde et acier à 0,8 % localisés autour d'une porosité d) Ferrite et acier à 0,1 %.....	298
Figure 111 : Diagramme étoile présentant les différentes caractéristiques métallographiques des lopins.	299
Figure 112 : Planche illustrative des caractéristiques métallographiques des vergettes de type 7L. ..	302
Figure 113 : Diagramme étoile présentant les différentes caractéristiques métallographiques des barres de type 7L des Saintes-Maries-de-la-Mer.	303
Figure 114 : Diagramme étoile présentant les différentes caractéristiques métallographiques des barres de type 2M des Saintes-Maries-de-la-Mer et de Bagaud étudiées par G.Pagès en comparaison aux barres de type 2M analysées dans cette étude (8 premières barres listées).	306
Figure 115 : Caractéristiques métallographiques des barres de type 2M des Saintes-Maries-de-la-Mer et des barres et fragments de barre de typologie apparentée 2M issues d'autres sites chronologiquement contemporains.	307
Figure 116 : a) Micrographie après attaque au réactif Nital de la barre de l'épave de Saint-Gervais 1 (SG16-1), montrant des zones ferritiques (a) et des zones plus carburées atteignant 0,5% de carbone.	309
Figure 117 : a) Micrographie après attaque au réactif Nital de la barre du Grésil montrant des zones carburées jusqu'à l'eutectoïde et des zones ferritiques b) Micrographie après attaque au réactif cuivrique d'Oberhoffer révélant des structures fantômes.	309
Figure 118 : Diagramme étoile présentant les différentes caractéristiques métallographiques des barres de Saint-Gervais et du Grésil replacées dans le panorama général des barres 2M étudiées pour cette étude (bleu).....	310
Figure 119 : Caractéristiques métallographiques des barres de type 4C et de typologie apparentée 4C.	313
Figure 120: Diagramme étoile présentant les différentes caractéristiques métallographiques de la barre de La Palme PLM-2 et de SM34.18.C3.80 replacée dans le panorama général des barres 4C étudiées par G.Pagès.....	315
Figure 121 : Caractéristiques métallographiques de la barre de Gruissan.....	316
Figure 122 : Micrographies issues de la barre de Gruissan, a) Structure de martensite et perlite nodulaire b) Variation des teneurs en carbone de l'acier eutectoïde à la ferrite c) Grains de ferrite de tailles diverses d) Grains de ferrite écrouis dans le "bouchon".	317
Figure 123: Caractéristiques métallographiques de la barre de Baillestavy.....	318
Figure 124 : Micrographies issues de la barre de Baillestavy a) Acier à 0,7 % de carbone localisée dans la partie basse de l'échantillon b) Ferrite et acier à 0,1 % de carbone et inclusions allongées dans le sens du martelage localisées dans la partie haute de l'échantillon.....	319
Figure 125 : Caractéristiques métallographiques de la barre de Paziols.	320
Figure 126 : Caractéristiques métallographiques des deux barres de Thuir.	322
Figure 127 : a et b) Inclusions et porosités de THR-1 c) Acier à 0,7 % de THR-1 d) Acier à 0,6 % et acier à 0,2 % de THR-2.	324
Figure 128 : Caractéristiques métallographiques des barres de Thuir.....	325
Figure 129 : Courbes de contrainte-déformation, par type de barre, en rouge le type 4L, en vert le type 6C, en rose le type 2M, en orange le type 1M, et en bleu le type 1L.	331
Figure 130 : Distribution des effectifs pour le module d'Young.	332
Figure 131 : Distribution des effectifs pour la limite d'élasticité Re0.2.	333
Figure 132 : Distribution des effectifs pour l'allongement à la rupture.	334
Figure 133 : Distribution des effectifs pour la contrainte maximale.	335

Figure 134 : Exemple de faciès de rupture présentant des cupules traduisant un comportement ductile du matériau pour l'éprouvette SM25.3.1EI, observé par microscopie électronique à balayage.	336
Figure 135 : Dispersion des paramètres mécaniques E, A, Re _{0,2} et σ en fonction du type de barre et de la barre considérée.....	337
Figure 136 : Graphique étoile présentant la dispersion des paramètres mécaniques E, A, Re _{0,2} et σ en fonction du type de barre et de la barre considérée.	338
Figure 137 : Dispersion des paramètres mécaniques E, A%, Re _{0,2} et σ_M (noté σ_{max} sur les graphiques) en fonction de la nature du métal.	340
Figure 138 : Graphique étoile présentant la dispersion des paramètres mécaniques E, A, Re _{0,2} et σ_M en fonction de la nature du métal.	341
Figure 139 : Etude des faciès de rupture au MEB : Inclusions visibles dans la zone de rupture pour l'éprouvette SM2.7.1EI (a) et SM9.5.1EI (b).	343
Figure 140 : Allure des courbes de contrainte-déformation pour les éprouvettes ferritiques.....	343
Figure 141 : Eprouvette SM6.9.1EI étudiée par analyse métallographique a) Distribution des teneurs en carbone dans l'éprouvette b et c) Zones de rupture dans une partie faiblement aciérée d) Ferrite.	344
Figure 142 : Courbes de contrainte-déformation pour les éprouvettes phosphoreuses.	345
Figure 143 : Variation de la taille des grains de ferrite pour l'éprouvette SM9.7.1EI dans une zone proche de la zone de rupture.....	346
Figure 144 : Distribution du pourcentage surfacique carburé parmi les artefacts.....	349
Figure 145 : Relation entre taux de carbone moyen et pourcentage surfacique carburé (% C >0,3) et distribution des effectifs au sein du corpus des demi-produits pour chacun des deux facteurs, les lignes rouges indiquent les moyennes pour chacun des paramètres considérées. Les échantillons présentant des structures de type martensite, bainite et perlite nodulaire, la valeur du taux de carbone moyen est compris entre les bornes indiquées par les barres d'erreurs noires. Le point indiqué correspond à la moyenne des valeurs de ces deux bornes.	352
Figure 146 : Relation entre taux de carbone moyen et écart type à la moyenne et distribution des effectifs au sein du corpus des demi-produits pour chacun des deux facteurs.	353
Figure 147 : Taux de carbone moyen en fonction du pourcentage surfacique carburé (%C > 0,3) pour les demi-produits antiques issus du corpus d'étude et de la bibliographie.	354
Figure 148 : Pourcentage surfacique carburé pour chacune des masses ou fragments de masse en cours de compactage.	355
Figure 149 : Pourcentage surfacique carburé et taux de carbone moyen en fonction de la période chronologique considérée.	357
Figure 150 : Répartition des valeurs des pourcentages inclusionnaires en fonction du type de demi-produit considéré (de haut en bas : masse en cours de compactage, barre en cours de compactage, lopin et barre)..	360
Figure 151 : Relation entre l'épaisseur de la barre et sa propreté inclusionnaire.	362
Figure 152 : Caractéristiques métallographiques et de microdureté pour les barres étudiées à l'échelle microscopique pour notre corpus et par Gaspard Pagès, en fonction de leur typologie.....	366
Figure 153 : Caractéristiques métallographiques des trois objets analysés pour la fin du XIII ^{ème} - début du XIV ^{ème} siècle.....	373
Figure 154 : Echantillon CL13284a - a) Variation des teneurs en carbone et des structures observées au sein de la section longitudinale – de haut en bas : fonte, acier eutectoïde, ferrite, acier eutectoïde et acier hypereutectoïde b) Détails de la microstructure : acier hypereutectoïde et fonte.	375
Figure 155 : Echantillon CL13284a : a) Grains de ferrite équiaxes b) Partie supérieure présentant des grains écrouis suite à un martelage non suivi d'un recuit.....	375
Figure 156 : Caractéristiques métallographiques des ébauches fin XIII ^{ème} , début XIV ^{ème} siècle, Castel-Minier. Les limites numériques aux extrémités des branches de l'étoile sont indiquées entre parenthèses pour chacun des paramètres considérés. Pour l'artefact CL13287, montrant des structures	

de trempe, les valeurs indiquées pour le taux de carbone et l'écart type sont les valeurs moyennes des fourchettes indiquées dans le tableau 1.	378
Figure 157 : Caractéristiques métallographiques des demi-produits et ébauches d'objets analysés pour la période du XIV ^{ème} siècle.....	380
Figure 158 : Echantillon CL12185a (CM14, US3082) : a) Gradient de teneur en carbone – de haut en bas : ferrite, acier à 0,3 % de carbone, structure des trempe (martensite, bainite et perlite nodulaire) et ligne de soudure b) Structures de trempe (martensite, bainite et perlite nodulaire).	382
Figure 159 : Echantillon CL12234-3a (CM14, US3082) : a) Structure de trempe (martensite, bainite et perlite nodulaire) et ligne de soudure b) Structures de trempe (martensite, bainite et perlite nodulaire).	383
Figure 160 : Caractéristiques métallographiques et dureté des pointerolles analysées pour la période du XIV ^{ème} siècle.	386
Figure 161: a) Hétérogénéité de composition du corps de la pointerolle CL13069 (CM16, US2397) - b) Ecrouissage des grains au niveau de la tête de la pointerolle CL12830 (CM15, US2405).....	388
Figure 162 : Structures de trempe sur la pointerolle CL11085-1 (CM12,US2338) a) Ligne de soudure, décarburation périphérique et martensite, bainite et perlite nodulaire b) Détails : martensite et perlite nodulaire.....	388
Figure 163 : Distribution des pourcentages inclusionnaires pour les artefacts du corpus XIV ^{ème} siècle en fonction de leur place dans la chaîne opératoire , la ligne rouge indique la moyenne des pourcentages inclusionnaires par catégorie.	390
Figure 164 : Masse brute en cours de compactage - CL13625/1(CM17, US6069) - a) Section avant attaque, b) Schéma interprétatif des distributions des teneurs en carbone au sein de la section, c) Zone de fonte, d) Séparation nette entre un acier à 0,1 % de carbone et un acier à 0,8 % de carbone, e) Acier hypereutectoïde.	393
Figure 165 : Caractéristiques métallographiques et dureté des fers plats analysés pour la période du XV ^{ème} siècle.....	395
Figure 166 : Distribution des effectifs de demi-produits en fonction du pourcentage inclusionnaire pour les fers plats de Castel-Minier.....	396
Figure 167 : Métallographie avant attaque Nital et après attaque Nital de l'échantillon CL13383-10a (CM16, US6015) montrant des inclusions fines orientées de façon longitudinale.	397
Figure 168 : Distribution des pourcentages surfaciques carburés au sein du corpus de fers plats, Castel-Minier, XV ^{ème} siècle.	398
Figure 169 : Image métallographique après attaque Nital de l'échantillon CL13383-22b (CM16, US601) présentant des structures de trempe, Micrographies 1 : Martensite, bainite et perlite nodulaire 2 : Aiguilles de martensite et bainite 3 : Trempe hétérogène, partie supérieure trempée, partie inférieure non trempée car la teneur en carbone n'est pas suffisante pour permettre la trempe.	399
Figure 170 : Exemples de zones d'aciers hypereutectoïdes et de fonte pour les chutes de demi-produits de fers plats, XV ^{ème} siècle. a) Gradient des teneurs en carbone d'une zone de fonte vers un acier à 0,3 % de carbone en passant par une zone d'acier hypereutectoïde et un acier trempé pour l'échantillon CL13383-22b (US6015, CM16) b) Acier hypereutectoïde : aiguilles de cémentite visible sur la section de l'échantillon CL12678-4-6-a (US2529, CM15) c) Gradient des teneurs en carbone visible sur l'échantillon CL13383-21a (US6015, CM16), acier hypereutectoïde et aiguille de cémentite vers un acier à 0,6 % de carbone.....	399
Figure 171 : Relation entre taux de carbone moyen et écart type – à noter que les points noirs représentent les demi-produits présentant des structures de trempe et pour lesquels les teneurs en carbone et les écarts types sont sous-évalués.	400
Figure 172 : Caractéristiques métallographiques et dureté des barres de fer rondes analysées pour la période du XV ^{ème} siècle.....	403
Figure 173 : Distribution des pourcentages inclusionnaires pour les fers ronds, la ligne pointillée rouge indique la position de la moyenne de ces pourcentages inclusionnaires.	404

Figure 174 : a) Inclusions suivant le mouvement de l'écrasement de la tête pour la barre ronde CL13382-2 b) Inclusions très allongées suite au martelage pour CL13382-6.	405
Figure 175 : Distribution des surfaces carburées (%C > 0,3) pour les fers ronds	406
Figure 176 : Variation des teneurs en carbone au sein des barres de fers ronds a) De la ferrite à l'acier à 0,4% de carbone pour CL13382-2 b) Acier à 0,2% de carbone et acier à 0,8% de carbone au niveau de l'extrémité tranchée à chaud de CL 13382-4.	407
Figure 177 : Caractéristiques structurales des fers ronds, distribution des teneurs en carbone et de l'hétérogénéité des teneurs en carbone, les lignes en pointillés rouges indiquent les positions des moyennes pour les taux de carbone moyen et les écarts types à la moyenne pour ce corpus.	408
Figure 178 : Proposition d'un mode d'élaboration des fers ronds.....	410
Figure 179 : Section métallographique transversale avant et après attaque pour un fer rond - CL13382-13 (CM16, US6015) - montrant le repli de la matière sur elle-même.	410
Figure 180 : Caractéristiques métallographiques et dureté du crochet et de l'anneau analysés pour la période du XV ^{ème} siècle.....	411
Figure 181 : Echantillon CL13396-1a (CM16, US6015) A) Distribution des teneurs en carbone au sein de l'échantillon B) Cartographie de distribution des valeurs de dureté. Micrographies : a) Perlite lamellaire et ferrite b) Transition d'un acier présentant une structure de perlite globulaire à un acier à perlite lamellaire, au centre une bande d'acier eutectoïde c) Perlite globulaire.	413
Figure 182 : Caractéristiques métallographiques et dureté des pointerolles analysées pour la période du XV ^{ème} siècle.....	414
Figure 183 : Micrographies de la pointerolle CL12687 (CM15,TB0) a) Perlite nodulaire observée dans le corps de l'outil b) Ecrouissage des grains d'acier au niveau de la tête.....	416
Figure 184 : Structures de trempe observées sur la pointerolle CL12687 (CM15,TB0) a) Martensite, bainite b) Perlite nodulaire et martensite.....	417
Figure 185 : Distribution des pourcentages inclusionnaires pour le mobilier du corpus XV ^{ème} siècle en fonction de leur place dans la chaîne opératoire, la ligne rouge indique la moyenne des pourcentages inclusionnaires par catégorie.	420
Figure 186 : Caractéristiques métallographiques des fers plats et des fers ronds du XV ^{ème} siècle, Castel-Minier. Pour les fers plats comportant martensite et bainite, la valeur du taux de carbone moyen et celle de l'écart-type indiquées sur le graphique sont les valeurs minimales. Elles peuvent être supérieures.....	421
Figure 187 : Positionnement des taux de carbone moyen et des pourcentages inclusionnaires de l'anneau et du crochet dans le spectre des fers ronds.....	424
Figure 188 : Caractéristiques métallographiques de quatre fragments de masses brutes représentatifs de ceux analysés pour la période du XVI ^{ème} siècle, d'après I. Stepanov.....	425
Figure 189 : Caractéristiques métallographiques de quatre demi-produits représentatifs des demi-produits analysés pour la période du XVI ^{ème} siècle, d'après I. Stepanov	427
Figure 190 : Distribution des pourcentages inclusionnaires pour les demi-produits, XVI ^{ème} siècle. ...	428
Figure 191 : Distribution des pourcentages surfaciques carburés pour les demi-produits, XVI ^{ème} siècle.	429
Figure 192 : Caractéristiques métallographiques des clous CL10024, CL10055 et 10292 analysés pour la période du XVI ^{ème} siècle, d'après I.Stepanov.....	432
Figure 193 : Caractéristiques métallographiques des burins CL10706/1 et CL10854 analysés pour la période du XVI ^{ème} siècle.....	434
Figure 194 : Distribution des pourcentages inclusionnaires pour les échantillons du corpus XVI ^{ème} siècle en fonction de leur place dans la chaîne opératoire , la ligne rouge indique la moyenne des pourcentages inclusionnaires par catégorie.	435
Figure 195 : Caractéristiques métallographiques des échantillons XVI ^{ème} siècle, Castel-Minier.	437

Figure 196 : Distribution des pourcentages surfaciques carburés au sein du corpus de demi-produits.	439
Figure 197 : Distribution des pourcentages surfaciques carburés au sein du corpus de demi-produits, la ligne rouge indique la moyenne des pourcentages surfaciques carburés pour l'ensemble des demi-produits, et les lignes bleues la limite à 20% et 80%.	440
Figure 198 : Relation entre taux de carbone moyen et pourcentage surfacique carburé (% C>0,3) et distribution des effectifs au sein du corpus des demi-produits pour chacun des deux facteurs, les lignes rouges indiquent les moyennes pour chacun des paramètres considérées pour le corpus des demi-produits, les triangles indiquent les demi-produits pour lesquels de la martensite, bainite ou perlite nodulaire ont été observées- Mode de représentation d'après Pagès, 2008.	441
Figure 199 : Relation entre taux de carbone moyen et écart type à la moyenne et distribution des effectifs au sein du corpus des demi-produits pour chacun des deux facteurs.	442
Figure 200 : Distribution des effectifs de dureté au sein du corpus des demi-produits du XIII ^{ème} siècle au XV ^{ème} siècle.	444
Figure 201 : Relation entre taux de carbone moyen et microdureté Vickers moyenne.	445
Figure 202 : Relation entre écart type au taux de carbone moyen et écart type à la microdureté Vickers moyenne.	446
Figure 203 : Relation entre taux de carbone moyen et écart type à la moyenne en fonction de la période d'occupation du site, pour les demi-produits trempés ces valeurs sont souvent sous-évaluées.	447
Figure 204 : Relation entre taux de carbone moyen et pourcentage surfacique carburé (%C >0,3) en fonction des périodes d'occupation du site.	448
Figure 205 : Variation du pourcentage massique en manganèse replacé sur la métallographie après attaque de l'échantillon CL13383-10, (US6015,CM16). Les zones les plus carburées sont les zones les plus sombres (marron).	452
Figure 206 : Distribution des pourcentages inclusionnaire pour le corpus des demi-produits (et ébauches).	458
Figure 207 : Variation du pourcentage inclusionnaire en fonction de la typologie du demi-produit.	459
Figure 208 : Relation entre épaisseur du demi-produit et pourcentage inclusionnaire.	460
Figure 209 : Relation entre taux de carbone moyen et pourcentage inclusionnaire pour les demi-produits.	461
Figure 210 : Influence de la période d'occupation sur le pourcentage inclusionnaire.	462
Figure 211 : Influence de l'épaisseur sur la qualité inclusionnaire par période d'occupation.	463
Figure 212 : Variation du pourcentage inclusionnaire pour des produits situés à différents niveaux de la chaîne opératoire, les traits pointillés rouges indiquent la moyenne des pourcentage inclusionnaire pour chaque catégorie.	464
Figure 213 : Composition des pointerolles en fonction des sites.	470
Figure 214 : Métallographies des sections polies des demi-produits GL00-50 (en haut) de nature ferritique, et GL00-39 (en bas), de nature majoritairement ferritique avec quelques zones plus carburées, représentatifs des demi-produits de Glinet.	478
Figure 215 : Distribution des pourcentages inclusionnaires pour les demi-produits de Glinet.	479
Figure 216 : Inclusions plus ou moins fines, aplaties et orientées selon le martelage pour a) GL00-50 et b) GL08-30.	480
Figure 217 : Section polie pour les artefacts a) GL06-131 et b) GL05-39 (éclat de compactage).	480
Figure 218 : Influence de l'épaisseur sur le pourcentage inclusionnaire.	481
Figure 219 : Distribution des pourcentages surfaciques carburés pour chacun des demi-produits correspondant au corpus de Glinet, la ligne rouge indique la moyenne de ces pourcentages.	482
Figure 220 : a) Ferrite équiaxe, variations de taille de grains au sein de l'échantillon GL00-39 b) Ecrouissage d'une extrémité du demi-produit/ébauche GL08-112 c) Macles observés pour le demi-produit/ébauche GL08-112.	483

Figure 221 : Micrographies issues de l'objet GL00-39 a) Acier à 0,7 % de carbone encerclé par un acier à plus faible teneur autour de 0,3% b) Structure localisé d'acier hypereutectoïde au sein d'un acier eutectoïde.	484
Figure 222 : Relation entre taux de carbone moyen et écart type, les lignes rouges indiquent les valeurs moyennes du taux de carbone moyen ou de l'écart type pour l'ensemble des demi-produits.	485
Figure 223 : a) Distribution du phosphore au sein de l'échantillon GL04-93 à Glinet. b,c,d : Structures fantômes et mise en évidence de l'appauvrissement en phosphore autour des inclusions (marqué par des zones plus sombres) témoignant du caractère déphosphorant des inclusions pour la micrographie c.	486
Figure 224 : Variation des teneurs en phosphore pour les demi-produits de Glinet.	488
Figure 225 : Distribution des dureté moyennes pour les demi-produits de Glinet, la ligne rouge indique la position de la moyenne.	489
Figure 226 : Relation entre taux de carbone moyen et dureté moyenne pour les demi-produits de Glinet.	490
Figure 227 : Relation entre teneurs en phosphore et microdureté - Pointés locaux.	491
Figure 228 : Variation de la teneur en phosphore (rouge) et de la dureté (jaune) pour quatre lignes de profil réalisées dans l'échantillon GL10-74.	492
Figure 229 : Relation entre teneur en phosphore et microdureté replacée sur l'image métallographique après attaque Oberhoffer (en haut) et teneur en carbone et microdureté (en bas) replacée sur l'image métallographique après attaque Nital pour l'échantillon GL00-39.	493
Figure 230 : Diagramme étoile regroupant les caractéristiques générales de la production de demi-produits de Glinet.	494
Figure 231 : Caractéristiques métallographiques des fiches de Glinet.	496
Figure 232 : Distribution des pourcentages inclusionnaires pour les objets de Glinet, la ligne rouge indique la moyenne des pourcentages inclusionnaires pour le corpus des objets.	497
Figure 233 : a) Microfissures observées dans l'objet GL04-114 b) Ligne de soudure mal refermée corrodée pour la fiche GL08-100.	498
Figure 234 : Distribution des pourcentages surfaciques carburés pour chacun des objets finis de Glinet, la ligne rouge indique la moyenne de ces pourcentages.	498
Figure 235 : a) Ecrouissage des grains ferritiques au niveau de la tête de la fiche GL08-77-2 et b) ferrite avec macles pour la fiche GL08-43-1.	499
Figure 236 : a) Structure hors-équilibre de type martensite et perlite nodulaire observée sur l'échantillon GL04-114a b) Structure hors-équilibre de type martensite ou bainite en bordure de l'objet GL08-77-2 et ferrite.	499
Figure 237 : Relation entre taux de carbone moyen et écart type pour les objets finis, les lignes rouges indiquent les valeurs moyennes du taux de carbone moyen ou de l'écart type pour l'ensemble des fiches. Les points de plus grande taille comptent pour 2 objets.	500
Figure 238 : Distribution des duretés moyennes pour les objets de Glinet, la ligne rouge indique la position de la moyenne.	501
Figure 239 : Cartographie des valeurs de dureté mesurées pour la section de la fiche GL04-114 en relation avec la nature du métal.	501
Figure 240 : Diagramme étoile regroupant les caractéristiques générales de la production d'objets de Glinet.	502
Figure 241 : Représentation du taux de carbone moyen en fonction de la surface carburée.	503
Figure 242 : Représentation du taux de carbone moyen en fonction de l'écart type.	504
Figure 243 : Evolution massique des éléments au cours de l'affinage d'après Perez et al. 2013.	506
Figure 244 : Portion du diagramme d'équilibre Fe-P d'après Buchwald et Wivel, 1998, la zone hachurée orange correspond à la zone de formation potentielle des structures fantômes, là où coexistent ferrite (α) et austénite (γ).	509

Figure 245 : Représentation du taux de carbone moyen en fonction de la surface carburée.....	510
Figure 246 : Représentation du taux de carbone moyen en fonction de l'écart type.....	511
Figure 247 : Histogramme de distribution des duretés.....	512
Figure 248 : Histogramme de distribution des pourcentages inclusionnaires au sein du corpus des demi-produits et des objets finis de Glinet.	513
Figure 249 : Diagramme étoile regroupant les caractéristiques générales de la production de demi-produits (vert foncé) et objets finis (rouge) de Glinet.	514
Figure 250 : Comparaison des caractéristiques structurales entre les fers de l'église Saint-Ouen de Rouen, de la cathédrale de Rouen, de la cathédrale de Troyes et de l'église Saint-Etienne d'Auxerre, issus du procédé indirect (a) et les demi-produits de Glinet (b).....	515
Figure 251 : Distribution des effectifs d'objets analysés métallographiquement (corpus et bibliographie), par période, considérant le procédé de réduction.....	520
Figure 252 : Distribution des pourcentages surfaciques carburés classés par ordre croissant pour chacun des demi-produits considérés par l'étude, une barre représente un demi-produit.	523
Figure 253 : Distribution du pourcentage surfacique carburé par catégories pour l'ensemble des demi-produits considérés	524
Figure 254 : Distribution des valeurs de propreté inclusionnaire pour l'ensemble des demi-produits considérés.....	525
Figure 255 : Eventail des natures de métal des demi-produits considérant le pourcentage surfacique carburé, le pourcentage inclusionnaire et la présence ou l'absence de phosphore.	526
Figure 256 : Distribution des valeurs de microdureté moyenne pour les artefacts de Glinet, Castel-Minier et les artefacts antiques analysés.	527
Figure 257 : Relation entre le pourcentage surfacique carburé (%C>0,3) et la microdureté moyenne des demi-produits de ce présent travail considérant la présence de phosphore et de structure de trempe	527
Figure 258 : Comparaison des différents résultats obtenus pour les essais de traction uniaxiale concernant la contrainte maximale et l'allongement à la rupture.....	529
Figure 259 : Comparaison des différents résultats obtenus pour les essais de traction uniaxiale concernant la contrainte maximale et la limite conventionnelle d'élasticité.	529
Figure 260 : Positionnement des valeurs de contrainte maximale à la rupture et d'allongement à la traction pour les barres des Saintes-Maries-de-la-Mer et des renforts en fer de monuments replacées sur la courbe d'Ashby, d'après (M. L'Héritier, I. Guillot, et P. Dillmann, 2019) ;	532
Figure 261 : Distribution des effectifs d'objets analysés métallographiquement (corpus et bibliographie), par période, considérant le pourcentage surfacique carburé (%C>0,3). Aciéré >80%, Mixte à dominance aciéré (MDA) >50%, Mixte à dominance ferritique (MDF) >20% et Ferritique <20%.	533
Figure 262 : Exemple de "split bloom", découverte à Sopron (Hongrie) et attribuée au V ^{ème} siècle de notre ère (d'après Gömöri, J).....	549
Figure 263 : Distribution de la présence de phosphore dans la matrice métallique parmi les objets ..	552
Figure 264 : Comparaison des duretés moyennes mesurées pour les demi-produits de Glinet, de Castel-Minier et de Develier-Courtételle en fonction du taux de carbone moyen.	558
Figure 265 : Comparaison des différents résultats obtenus pour des éprouvettes phosphoreuses (bibliographie et corpus d'étude) concernant la contrainte maximale et l'allongement à la rupture....	561
Figure 266 : Comparaison des différents résultats obtenus pour des éprouvettes phosphoreuses (bibliographie et corpus d'étude) concernant la contrainte maximale et la limite conventionnelle d'élasticité.	562
Figure 267 : Distribution des pourcentages inclusionnaires pour les demi-produits mis en forme manuellement (en haut) et par martelage hydraulique (en bas), pour Castel-Minier (bleu) et Glinet (rouge).	565

Figure 268 : Distribution des pourcentages inclusionnaires pour les demi-produits mis en forme manuellement (en haut) et par martelage hydraulique (en bas). La courbe rouge indique le pourcentage cumulé d'échantillons.....	567
Figure 269 : Variation du pourcentage inclusionnaire en fonction de l'épaisseur du demi-produits sans (graphique du haut) ou avec emploi du marteau hydraulique (graphique du bas)	568
Figure 270 : Effectifs des demi-produits par gamme de pourcentage surfacique carburé en fonction du procédé employé.....	571
Figure 271 : Taux de carbone moyen et écart type à la moyenne pour chacun des objets en fonction du procédé employé.....	572
Figure 272 : Comparaison des taux de carbone moyen et écart type pour les demi-produits du XVI ^{ème} siècle issus du procédé indirect pour Glinet et du procédé direct pour Castel-Minier	573
Figure 273 : Distribution des teneurs en carbone pour les fers architecturaux considérant le procédé de réduction et la présence de phosphore dans le métal.....	574
Figure 274 : Diversité théorique des demi-produits obtenus à chaque étape de la chaîne opératoire considérant la valeur ajoutée (d'après Pagès, 2008 et Berranger 2009) et exemple d'artefacts archéologiques.....	580
Figure 275 : Panorama de la nature des demi-produits pour différentes périodes	581
Figure 276 : Comparaison des profils de nature de métal pour Castel-Minier et Glinet.....	582

Table des tableaux

Tableau 1 : Classes de qualité inclusionnaire, d'après Bauvais 2007, Berranger 2009	64
Tableau 2 : Modes de classification des demi-produits des deux Âges du Fer, Berranger 2014, les caractéristiques majoritaires sont indiquées par une case gris foncé.....	68
Tableau 3 : Caractéristiques métrologiques des barres pour chacun des types des Saintes-Maries-de-la-Mer d'après Luc Long (Photographies : Gaspard Pagès). L'échelle vaut 30 cm sauf pour le type 8 où elle vaut 5 cm.	71
Tableau 4 : Classe de propreté inclusionnaire d'après Pagès, 2008.....	75
Tableau 5 : Classement typo-métallographique des demi-produits assimilés à la typologie des Saintes-Maries-de-la-Mer, d'après Pagès, 2008 - Volume 2 p.229	77
Tableau 6 : Tableau récapitulatif des différents sites retenus pour étude.....	114
Tableau 7: Caractéristiques métrologiques des masses en cours de compactage étudiées.....	154
Tableau 8 : Caractéristiques métrologiques des barres en cours de compactage étudiées	157
Tableau 9 : Caractéristiques métrologiques des lopins étudiés	159
Tableau 10 : Caractéristiques métrologiques des barres 7L des Saintes-Maries-de-la-Mer retenues pour étude	162
Tableau 11 : Caractéristiques métrologiques des barres 1M des Saintes-Maries-de-la-Mer retenues pour étude.....	163
Tableau 12 : Caractéristiques métrologiques des barres 1L des Saintes-Maries-de-la-Mer retenues pour étude.....	164
Tableau 13 : Caractéristiques métrologiques des barres 4L des Saintes-Maries-de-la-Mer retenues pour étude	164
Tableau 14 : Caractéristiques métrologiques des barres 6C des Saintes-Maries-de-la-Mer retenues pour étude.....	165
Tableau 15 : Caractéristiques métrologiques des barres 2M des Saintes-Maries-de-la-Mer retenues pour étude.....	168
Tableau 16 : Caractéristiques métrologiques des barres de typologie apparentée 2M retenues pour étude	168
Tableau 17: Caractéristiques métrologiques des barres 4C des Saintes-Maries-de-la-Mer retenues pour étude	171
Tableau 18 : Caractéristiques métrologiques des barres de typologie apparentée 4C retenues pour étude	171
Tableau 19 : Caractéristiques métrologiques des barres du Haut-Empire sans typologie apparentées retenues pour étude.....	173
Tableau 20 : Caractéristiques métrologiques des barres issues de contextes plus tardifs à celui des Saintes-Maries-de-la-Mer retenues pour étude.....	176
Tableau 21 : Caractéristiques des demi-produits antiques retenus pour étude, les astérisques indiquent que la barre est de typologie apparentée à un type des Saintes-Maries-de-la-Mer	177

Tableau 22 : Vue d'ensemble du corpus sélectionné par périodes	185
Tableau 23 : Caractéristiques métrologiques du mobilier pour la fin du XIII ^{ème} siècle, début du XIV ^{ème} siècle.....	187
Tableau 24 : Caractéristiques métrologiques du mobilier étudié pour le XIV ^{ème} siècle.....	191
Tableau 25 : Caractéristiques métrologiques des fers plats étudiés pour le XV ^{ème} siècle	196
Tableau 26 : Caractéristiques métrologiques des fers ronds étudiés pour le XV ^{ème} siècle.....	199
Tableau 27 : Caractéristiques métrologiques des demi-produits étudiés pour le XVI ^{ème} siècle par Ivan Stepanov, NC : Non Communiqué.....	204
Tableau 28 : Caractéristiques métrologiques du fragment de masse brute étudié pour le XV ^{ème} siècle	206
Tableau 29 : Caractéristiques métrologiques des pointerolles étudiées (XIV ^{ème} siècle et XV ^{ème} siècle)	214
Tableau 30 : Caractéristiques métrologiques des éléments de chaîne étudiés pour le XV ^{ème} siècle ...	217
Tableau 31 : Caractéristiques métrologiques des fragments de hache pour le XV ^{ème} siècle	218
Tableau 32 : Tableau récapitulatif de l'ensemble des objets sélectionnés pour étude à Castel-Minier	220
Tableau 33 : Caractéristiques du corpus d'étude parmi les produits sélectionnés à Glinet.....	234
Tableau 34 : Pourcentage massique en carbone des échantillons laminés et étirés.....	246
Tableau 35 : Répétabilité de l'algorithme vis-à-vis du pourcentage inclusionnaire : résultats obtenus pour dix opérations.....	258
Tableau 36 : Comparaison entre l'approche manuelle et l'approche algorithmique pour le taux de carbone moyen (%C*) et le pourcentage inclusionnaire (%Inc) pour plusieurs échantillons issus du site de Castel-Minier.....	261
Tableau 37 : Caractéristiques des barres des Saintes-Maries-de-la-Mer retenues pour essais de traction	274
Tableau 38 : Caractéristiques métallographiques des masses en cours de compactage étudiées à l'échelle macroscopique (section entière) et microscopique (section entière ou prélèvement d'une part de la section pour les artefacts volumineux)	288
Tableau 39 : Caractéristiques métallographiques des barres en cours de compactage, étudiées à l'échelle macroscopique et microscopique.....	293
Tableau 40 : Caractéristiques métallographiques des lopins étudiés à l'échelle macroscopique et microscopique.	298
Tableau 41: Caractéristiques métallographiques des barres des Saintes-Maries-de-la-Mer de type 7L étudiées à l'échelle microscopique.....	302
Tableau 42 : Caractéristiques métallographiques des barres des Saintes-Maries-de-la-Mer de type 2M étudiées à l'échelle macroscopique et microscopique, en référence, la moyenne pour l'ensemble des barres 2M étudiées par G.Pagès*.	305
Tableau 43 : Caractéristiques métallographiques des barres de typologie apparentée 2M hors Saintes-Maries-de-la-Mer étudiées à l'échelle macroscopique et microscopique.....	310
Tableau 44 : Caractéristiques métallographiques de la barre des Saintes-Maries-de-la-Mer de type 4C étudiée à l'échelle macroscopique et microscopique, en référence, la moyenne pour l'ensemble des barres 4C étudiées par G.Pagès*	312
Tableau 45 : Caractéristiques métallographiques de la barre de la Palme de typologie apparentée 4C étudiée à l'échelle macroscopique et microscopique. Les résultats de l'analyse à l'échelle macroscopique sont la moyenne de deux sections longitudinales perpendiculaires, tandis que les résultats de l'analyse à l'échelle microscopique correspondent à une partie d'une section longitudinale. En référence, la moyenne pour l'ensemble des barres 4C étudiées par G.Pagès*	314
Tableau 46 : Caractéristiques métallographiques de la barre de Gruissan, étudiée à l'échelle macroscopique et microscopique, M/M pourcentage de la section macroscopique étudiée à l'échelle microscopique.	318

Tableau 47 : Caractéristiques métallographiques de la barre de Baillestavy, étudiée à l'échelle macroscopique et microscopique.	320
Tableau 48 : Caractéristiques métallographiques de la barre de Paziols, étudiées à l'échelle macroscopique et microscopique, M/M pourcentage de la section macroscopique étudiée à l'échelle microscopique.	321
Tableau 49 : Caractéristiques métallographiques des barres issues de contextes plus tardifs, étudiées à l'échelle macroscopique et microscopique.....	324
Tableau 50 : Caractéristiques mécaniques et métallographiques des neuf barres analysées, avec E le module d'Young, Re 0,2 la limite d'élasticité, σ_M la contrainte maximale, A % l'allongement à la rupture, SF indique la présence ou l'absence de structures fantômes, l'astérisque signifie que l'analyse microscopique n'a pas été réalisée, seule la donnée issue de l'analyse macroscopique menée par G.Pagès est indiquée.....	328
Tableau 51 : Valeur moyenne pour chacun des paramètres considérés en fonction du type de barre.	336
Tableau 52 : Caractéristiques métallographiques et dureté du mobilier étudié pour la période fin XIII ^{ème} - début XIV ^{ème} siècle à Castel-Minier.	376
Tableau 53 : Caractéristiques métallographiques et dureté du mobilier étudié pour la période du XIV ^{ème} siècle à Castel-Minier.....	383
Tableau 54 : Caractéristiques métallographiques et fourchettes de dureté des pointerolles étudiées pour la période du XIV ^{ème} siècle à Castel-Minier.....	389
Tableau 55 : Caractéristiques métallographiques et duretés du corpus de fers plats étudiés pour la période du XV ^{ème} siècle à Castel-Minier.....	401
Tableau 56 : Caractéristiques métallographiques et duretés du corpus de fers ronds étudiés pour la période du XV ^{ème} siècle à Castel-Minier.	409
Tableau 57 : Caractéristiques métallographiques et dureté du crochet et de l'anneau.	412
Tableau 58 : Caractéristiques métallographiques et de dureté du fragment de fer de hache CL13396-1.	412
Tableau 59 : Caractéristiques métallographiques et fourchettes de dureté pour les pointerolles étudiées pour le XV ^{ème} siècle à Castel-Minier.....	418
Tableau 60 : Caractéristiques métallographiques des fragments de masse brute du XVI ^{ème} siècle d'après I. Stepanov.	426
Tableau 61: Caractéristiques métallographiques des demi-produits du XVI ^{ème} siècle, d'après I. Stepanov.	430
Tableau 62 : Caractéristiques métallographiques des clous étudiés pour le XVI ^{ème} siècle, I. Stepanov.	432
Tableau 63 : Caractéristiques métallographiques des burins étudiés pour le XVI ^{ème} siècle, d'après I. Stepanov.	434
Tableau 64 : Caractéristiques métallographiques des fragments de masses brutes, XVI ^{ème} étudiés par I. Stepanov.	449
Tableau 65 : Relevé des différentes formes et natures de métal produites par une forge hydraulique d'après Verna, 2001.	456
Tableau 66 : Tableau récapitulatif des caractéristiques des pointerolles de Castel-Minier.....	467
Tableau 67 : Tableau comparatif de la nature des fers de hache d'Andone (A. Debord et N. Dieudonné-glad, 1993) et de la nécropole de Saint-Michel (Hernandez, 2010, p. 201-213, étude G.Pagès) en comparaison à celui de Castel-Minier.....	474
Tableau 68 : Résultats des dosages réalisées à la microsonde en vue de quantifier le pourcentage massique de phosphore au sein des échantillons de Glinet, % _{mass} P* est le pourcentage massique moyen de phosphore pour une ligne ou pour un échantillon.....	487
Tableau 69 : Tableau récapitulatif des caractéristiques métallographiques et de dureté des demi-produits étudiés à Glinet, SF indique la présence ou l'absence de structures fantômes.....	494

Tableau 70 : Tableau récapitulatif des caractéristiques métallographiques et de dureté des objets finis étudiés à Glinet.....	502
Tableau 71 : Tableau récapitulatif des valeurs moyennes obtenues pour le module d'Young (E), la limite élastique (Re0,2%), la contrainte maximale (Rm) et l'allongement à la rupture (A%) pour chacun des sites considérés.	530

Résumé

Mots-clefs : Qualité, Alliages ferreux, Demi-produits, Diachronie, Statistique, Métallographie

Les études historiques, archéologiques et archéométriques menées jusqu'alors montrent la diversité des alliages ferreux anciens, chacune dans un contexte spatio-temporel précis. Ce projet vise à s'inscrire dans un temps long afin de décrire et définir les natures et les qualités du fer et de ses alliages et en évaluer la diversité de l'Antiquité au début de l'époque moderne en Europe Occidentale. Pour ce faire, plus d'une centaine de demi-produits, matériaux intermédiaires entre la masse brute de réduction et l'objet fini, ont été étudiés. Issus d'un ensemble de sites en Méditerranée Nord-Occidentale et en Haute-Normandie, ils permettent de couvrir l'ensemble de la période considérée et de refléter l'évolution des procédés techniques sidérurgiques.

La méthodologie employée, reproductible et répétable, met en relation la nature du métal – déterminée par des analyses métallographiques – et ses propriétés mécaniques évaluées par des analyses de microdureté et par des essais de traction uniaxiale. La conception d'un algorithme semi-automatique basé sur du traitement d'images permet de diminuer par trois le temps dédié à l'interprétation des analyses métallographiques. Ces études fournissent des données quantifiables et comparables pour appréhender la notion de qualité du point de vue du matériau.

Quel que soit la période considérée, les matériaux produits et en circulation présentent une grande diversité. Néanmoins, quelques spécificités ont pu être pointées par site ou par période. Afin de saisir l'origine d'une telle variabilité, les résultats des analyses site par site, couplés aux résultats de la bibliographie, ont été comparés de manière diachronique et rapprochés aux questionnements historiques. Cette approche inédite, comparatiste et statistique, a permis de saisir l'impact des conditions opératoires et techniques sur la nature du métal et d'éclairer la façon dont les sociétés antiques et médiévales percevaient la nature du métal qu'elles produisaient et travaillaient pour l'adapter à un usage spécifique.

Abstract

Key words : Quality, Ferrous alloys, Semi-products, Diachronic, Statistical, Metallography

For several years, historical, archaeological and archaeometrical studies, lead for a specific spatio-temporal context, have shown the huge diversity for ancient ferrous alloys. This project aims to define and describe ferrous alloys qualities and to evaluate its diversity for a long period of time from Antiquity to the beginning of modern period, in Western Europe. For that, more than one hundred semi-products, intermediate materials between raw material and final object, were studied. Coming from several archaeological sites in North-Western Mediterranean and in Normandy, they reflect the evolution of technical systems for the considered period.

Analytical methodology used, reproducible and repetable, establishes a link between the metal nature – determined by metallographical analysis – and its mechanical properties evaluated by microhardness measurements and uniaxial tensile tests. The creation of an innovative semi-automatic algorithm, based on image analysis, allowed reducing by three the time dedicated to the interpretation of metallographic analysis. These studies supply quantitative and comparative data to consider the quality notion by a material approach, without any consideration of value.

Independently from the considered period of time, a huge diversity of nature of metal has been enlighten. Some period or site specificities have been pointed out. In order to understand the reason of such variability, the results concerning each context, coupled with bibliographic studies have been compared in a diachronic way and link to historical issues. Reaching a comparative vision, inter and intra-sites, this innovative approach permits to understand the impact of the technical and environmental conditions and the knowledge of craftsmen on the metal nature. It allows comprehending the way the ancient societies perceive and identify the different qualities and adapt them to a specific use.