



HAL
open science

Le point sur une méthode de détermination de provenance des objets en fer de la sidérurgie ancienne

Marie-Pierre Coustures, Guillaume Renoux, Camille Scaon, Didier Béziat, Christian Rico, Francis Dabosi, Luc Long, Claude Domergue, Francis Tollon

► To cite this version:

Marie-Pierre Coustures, Guillaume Renoux, Camille Scaon, Didier Béziat, Christian Rico, et al.. Le point sur une méthode de détermination de provenance des objets en fer de la sidérurgie ancienne. Pierre-Yves Milcent. L'économie du fer protohistorique : de la production à la consommation du métal. Actes du XXVIIIe colloque international de l'Association française pour l'étude de l'âge du Fer (Toulouse, 20-23 mai 2004), Supplément Aquitania (14/2), Fédération Aquitania, pp.145-150, 2007, 978-2-910763-08-4. hal-01952434v2

HAL Id: hal-01952434

<https://hal.science/hal-01952434v2>

Submitted on 4 Feb 2023

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.



Distributed under a Creative Commons Attribution - NonCommercial - NoDerivatives 4.0 International License

Le point sur une méthode de détermination de provenance des objets en fer de la sidérurgie ancienne

*Marie-Pierre Coustures, Guillaume Renoux, Camille Scaon, Didier Béziat,
Christian Rico, Francis Dabosi, Luc Long, Claude Domergue, Francis Tollon*

RÉSUMÉ

Cette étude fait le point sur une méthode de détermination de provenance des produits semi-finis de la sidérurgie ancienne en se basant sur les caractéristiques minéralogiques et chimiques des déchets paléometallurgiques et offre des perspectives pour les objets finis.

MOTS-CLÉS

sidérurgie ancienne, provenance, analyses de scories, centres sidérurgiques, Les Martys, Les Ferrys, barres de fer, Les Saintes-Maries-de-la-Mer, pointes de flèches, Le Puy d'Issolud

ABSTRACT

This study takes stock of a method for the determination of the provenance of semi-finished products of ancient iron metallurgy, based on the mineralogical and chemical characteristics of the paleometallurgical waste. It offers prospects too with regard to the consideration of finished objects.

KEYWORDS

ancient metallurgy of iron, provenance, analyses of slags, iron-making centres, Les Martys, Les Ferrys, iron bars, Les Saintes-Maries-de-la-Mer, arrow heads, Le Puy d'Issolud

Il a été récemment proposé une méthode de détermination de la provenance des objets semi-finis de la sidérurgie ancienne¹. Celle-ci repose sur l'étude minéralogique et chimique comparée des déchets paléométallurgiques des centres sidérurgiques romains des Martyrs (Aude) et des Ferrys (Loiret). On y démontre qu'il existe, pour les couples d'éléments en trace ayant le même nombre d'électrons de valence et des rayons ioniques proches, une forte corrélation entre la composition chimique du minerai de départ et celle des produits scoriacés des étapes ultérieures de la chaîne opératoire et ce jusqu'aux inclusions de scorie des barres de fer². Ainsi, les rapports de concentration de deux éléments diffèrent pour les deux sites (Cs/Rb = 34,96 au Martyrs et 11,01 au Ferrys) ce qui permet d'établir une signature chimique propre d'eux.

Puisqu'à un centre sidérurgique particulier correspond une signature chimique particulière, on a voulu procéder au même test sur des barres de fer des épaves romaines des Saintes-Maries-de-la-Mer (Bouches-du-Rhône) afin de tenter d'en déterminer la ou les provenances.

De même, peut-on espérer, au travers des études menées sur des clous et pointes de flèches (I^{er} s. a.C.) du Puy d'Issolud (Lot), l'antique *Uxellodunum* de la guerre des Gaules, pouvoir étendre le domaine d'application de cette méthode à la détermination de provenance des objets finis de la sidérurgie ancienne.

1. MALGRÉ LA DIVERSITÉ DES MINÉRAIS UTILISÉS POUR LA RÉDUCTION, LA SIGNATURE CHIMIQUE EST UNIQUE POUR UN CENTRE SIDÉRURGIQUE : POURQUOI ?

Le centre sidérurgique des Martyrs a utilisé un minerai de type chapeau de fer dérivant de l'altération supergène soit d'un minerai primaire sulfuré, soit d'un minerai primaire carbonaté³ (fig. 1). Les différences chimiques entre les chapeaux de fer dérivant de ces deux types apparaissent nettement dans le diagramme, la signature chimique des scories étant en revanche homogène (fig. 2). Le domaine de

	La	Pr	Rb	Cs	Hf	Zr	Th
Minerai primaire sulfuré							
SSu1	11,81	2,60	0,5	0,20	0,08	3	0,27
Minerai primaire carbonaté							
MSSi1	15,09	3,79	9,7	0,44	0,19	6	0,81
Minerai archéologique							
F122b	4,43	0,96	3,9	0,28	0,16	7	0,38
N1	15,08	3,08	6,2	0,34	0,13	5	0,57
F10b	10,45	2,35	8,7	0,55	0,24	8	1,00
F20	8,44	1,80	3,7	0,32	0,11	4	0,40
Chapeaux de fer							
MSer2	35,10	8,61	1,6	0,20	5,25	178	20,95
MCab1	4,29	0,80	1,6	0,26	0,34	12	1,03
MCab2	3,66	0,72	1,1	0,22	0,29	11	2,38
MCam1	7,52	1,68	27,6	1,12	0,79	28	2,65
MRdC1	7,15	1,11	1,2	0,24	0,05	3	0,19
MCar1	6,62	1,72	0,9	0,22	0,05	3	0,42

Fig. 1. Compositions en éléments en trace des différents types de minerais des Martyrs, analyses réalisées au service ICP-MS du LMTG (unité : ppm). Les auteurs tiennent à la disposition des personnes qui en feraient la demande les analyses complètes.

variation de la composition est beaucoup plus étendu pour le minerai provenant des gisements des alentours que pour celui qui a été retrouvé sur le site archéologique ; on peut y voir l'influence des traitements appliqués au minerai tels que le tri ou le grillage.

L'unicité de signature chimique au sein des produits scoriacés correspond en réalité à la composition chimique moyenne des fragments de minerai provenant de plusieurs gisements⁴ et composant la charge introduite dans le bas fourneau lors de la réduction.

1- Coustures *et al.* 2003, 589-613.

2- Coustures *et al.* 2003, 607-608.

3- Domergue, dir. 1993, 243-246.

4- Domergue, dir. 1993, 243-246.

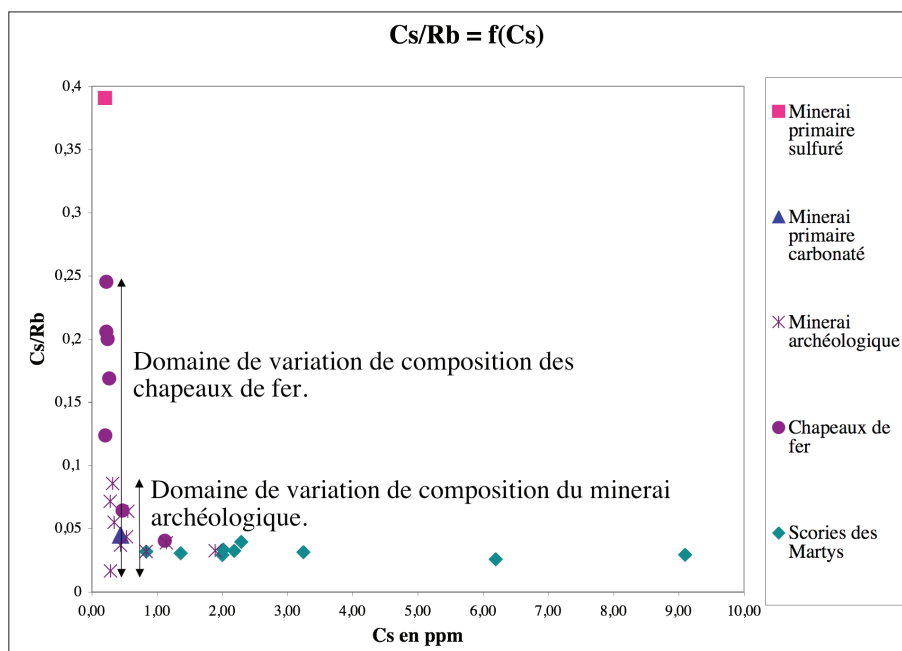


Fig. 2. Variation du rapport Cs/Rb en fonction de la concentration en Cs des différents types de minerais des Martys.

2. APPLICATION AUX BARRES DE FER DES SAINTES-MARIES-DE-LA-MER

En un peu plus de vingt ans, le DRASSM a répertorié, au large des Saintes-Maries-de-la-Mer, neuf épaves chargées de barres de fer dont les datations sont comprises entre le 1^{er} s. a.C. et le 1^{er} s. p.C. Les expertises menées sur ces épaves ont montré que leur chargement devait s'élever à plusieurs dizaines de tonnes de fer, témoignant ainsi d'un commerce important de ce métal en Méditerranée occidentale durant cette période⁵. Connaître la destination de ces bateaux ainsi que la provenance de leur cargaison s'avère donc primordial pour l'histoire du commerce du fer à cette époque.

La position géographique des épaves laisse supposer que les bateaux se sont échoués à l'entrée d'un ancien bras du Rhône, endroit où ils devaient, selon leur tirant d'eau, soit décharger leur cargaison, soit se préparer à remonter le fleuve⁶. Si l'on a une idée de la destination des bateaux, la question de l'origine des cargaisons n'a en revanche pas encore été résolue avec certitude. Dans la fourchette chronologique considérée, deux zones sont plus spécialement susceptibles d'avoir produit le fer des

épaves des Saintes-Maries-de-la-Mer : il s'agit du Canigou et de la Montagne Noire. La production de fer étant nettement plus importante pour cette dernière zone, c'est donc l'hypothèse de provenance de la Montagne Noire et plus particulièrement du centre sidérurgique des Martys (Aude) qui a été privilégiée et que nous avons essayé de vérifier.

2.1. Les inclusions de scorie d'une barre de fer : résidus de scories de réduction ou résultats d'ajouts de forge ?

Associer une barre de fer à un centre sidérurgique revient à associer les inclusions de scorie d'une barre de fer à un minerai. Les inclusions de scorie présentes dans l'acier d'une barre sont de deux types : des inclusions uniquement vitreuses et des inclusions à cristaux de wüstite et matrice vitreuse⁷.

Les compositions en éléments majeurs des inclusions de scorie de ces deux types ont été déterminées pour cinq barres de fer des Saintes-Maries-de-la-Mer (fig. 3).

Le diagramme typologique des scories de réduction⁸ montre que les inclusions de scorie à cristaux de wüstite et matrice vitreuse et certaines

5- Long *et al.* 2002, 163-176.

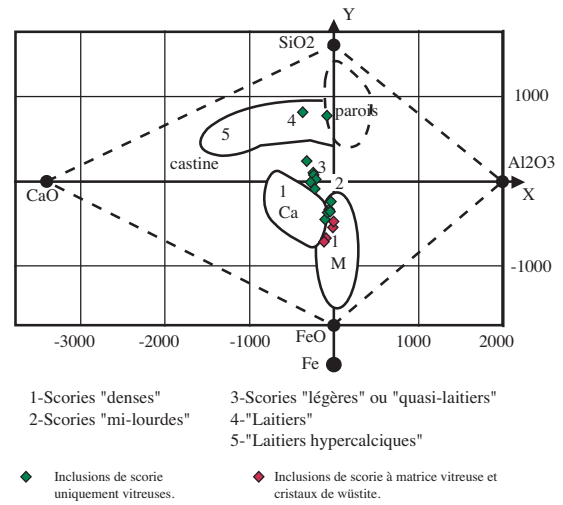
6- Long *et al.* 2002, 161-163.

7- Coustures *et al.* 2004, 146-148.

8- D'après Fluzin *et al.* 2004, 155.

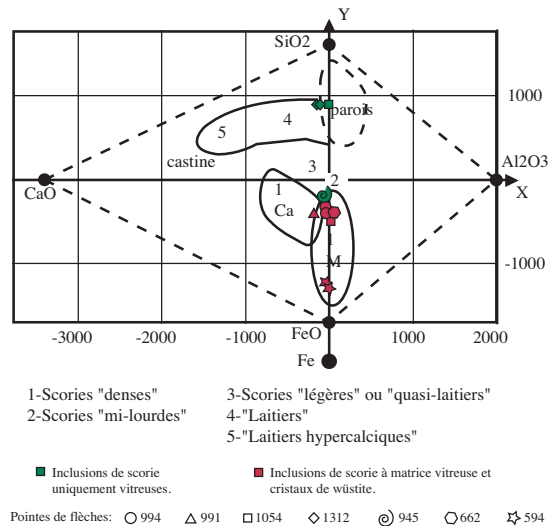
	Na ₂ O	Al ₂ O ₃	SiO ₂	K ₂ O	CaO	FeO
Inclusions de scorie uniquement vitreuses						
SM2-61-2	0.56	5.80	34.04	3.10	7.36	46.21
SM2-61-1	0.49	5.65	36.55	2.71	7.25	41.92
SM9-50-82-1	0.66	5.25	35.33	2.00	8.91	42.30
SM9-50-82-3	0.56	5.88	34.39	1.86	8.42	35.42
SM9-50-82-4	0.74	6.01	35.86	2.33	8.33	35.05
SM9-50-82-5	1.07	9.55	53.20	3.92	12.35	4.22
SM10-8-2	0.41	5.43	31.68	1.75	2.60	53.96
SM10-8-4	0.92	11.89	58.44	4.34	5.21	14.04
SM9-248-3	0.15	3.47	30.27	0.98	2.86	59.91
SM9-248-2	0.16	2.90	29.53	1.10	2.97	60.71
SM9-248-1	0.25	4.54	24.95	1.95	3.95	61.92
SM9-55-4	0.01	1.91	29.51	0.28	2.93	60.35
SM9-55-3	0.45	16.21	35.05	5.86	14.20	24.27
Inclusions de scorie à cristaux de wüstite et matrice vitreuse						
SM9-55-1	0.13	3.93	17.81	1.36	4.11	71.06
SM9-50-82-2	0.31	2.75	18.03	1.15	3.8	71.39
SM9-248-4	0.07	4.22	22.46	0.83	2.50	65.45
SM9-248-5	0.07	4.75	25.17	0.89	2.55	62.03

	Na ₂ O	Al ₂ O ₃	SiO ₂	K ₂ O	CaO	FeO
Inclusions de scorie à cristaux de wüstite et matrice vitreuse						
994ab	0.04	4.41	24.73	0.76	2.9	57.6
994c	0.05	3.82	27.88	0.8	3.06	56.56
991	0.13	3.04	27.25	1.16	6.02	60.08
1054a1-4	0.37	6.54	24.13	1.55	1.76	63.57
594-3	0.02	0.42	2.89	0.18	0.4	95.59
594-4	0.06	0.6	1.63	0.02	1.24	90.63
662	0.07	4.41	27.81	1.23	1.47	63.58
clou	0.18	4.64	29.27	1.23	2.91	60.79
Inclusions de scorie uniquement vitreuses						
1312	0.25	10.93	63.36	2.52	7.84	10.56
1312-3	0.23	11.04	63.91	2.52	7.71	10.86
945	0.18	3.33	35.2	1.00	2.82	53.98
1054a5	0.3	3.21	29.17	1.22	1.12	64.16
clou	0.13	3.89	28.17	1.05	2.03	63.51



◀Fig. 3. Compositions en éléments majeurs des inclusions de scorie de cinq barres de fer des Saintes-Maries-de-la-Mer, analyses réalisées au service microsonde électronique du LMTG (unité : % poids oxydes). Les auteurs tiennent à la disposition des personnes qui en feraient la demande les analyses complètes.

▲Fig. 4. Compositions en éléments majeurs des inclusions de scories de cinq barres de fer des Saintes-Maries-de-la-Mer replacées dans le diagramme typologique général d'après A. Ploquin (Fluzin et al. 2004).



◀Fig. 5. Compositions en éléments majeurs des inclusions de scorie de pointes de flèches et d'un clou du Puy d'Issolud (unité : % poids oxydes).

▲Fig. 6. Compositions en éléments majeurs des inclusions de scorie de pointes de flèches et d'un clou du Puy d'Issolud replacées dans le diagramme typologique général d'après A. Ploquin (Fluzin et al. 2004).

inclusions uniquement vitreuses ont une composition similaire à celle des scories de réduction (fig. 4) et qu'elles résulteraient donc d'une épuration imparfaite. Les inclusions uniquement vitreuses ont une composition proche des laitiers et correspondraient donc plus probablement à des ajouts lors du travail de forge. Les inclusions résiduelles de l'étape de réduction sont seules susceptibles de renfermer les caractéristiques chimiques du minerai de départ et sont donc les seules utilisables pour espérer déterminer la provenance d'une barre de fer.

2.2. D'où proviennent les barres de fer des épaves des Saintes-Maries-de-la-Mer ?

Pour tester l'hypothèse de provenance "Montagne Noire" en ce qui concerne les barres de fer des Saintes-Maries-de-la-Mer, les signatures chimiques des inclusions de scorie et les résidus de scories de réduction de cinq barres de fer ont été comparées à celle qui avait été obtenue pour le centre sidérurgique des Martyrs. Certaines barres présentent une signature chimique compatible avec celle des Martyrs. Elles ont donc pu être produites par ce centre sidérurgique. D'autres, en revanche, présentent une signature chimique différente. Leur provenance demeure donc inconnue⁹.

3. ET LES OBJETS FINIS ?

Les objets finis, ici des pointes de flèches et un clou provenant du Puy d'Issolud, renferment des inclusions de scorie des deux mêmes types minéralogiques¹⁰ que celles qui ont été observées dans les barres de fer et dont la composition en

éléments majeurs (fig. 5) est comparable, pour certaines d'entre elles, à celle des scories de réduction (fig. 6). Il est donc envisageable que les objets finis conservent des résidus d'une épuration imparfaite, ce qui rendrait possible la détermination de leur provenance, à condition que la taille des inclusions soit suffisamment importante pour que ces dernières puissent être analysées. Si le diamètre trop faible (inférieur à 150 µm) des inclusions de scorie des objets en fer du Puy d'Issolud n'a pas permis de déterminer leur composition en éléments en trace, en revanche, cela a été possible pour une lame de fer du centre sidérurgique des Martyrs, qui présente la même signature chimique que les autres produits de la chaîne opératoire du site¹¹.

Il semble désormais possible, par la détection des éléments en trace, de vérifier l'origine d'un objet semi-fini ou fini, issu de la sidérurgie ancienne, en comparant sa signature chimique avec celle du centre sidérurgique potentiellement producteur. Cette détermination de provenance ne peut toutefois pas être effectuée de façon systématique et fiable, si l'on n'a pas au préalable constitué une banque de données recensant les signatures chimiques de nombreux centres sidérurgiques. Dans tous les cas, l'utilisation de cette méthode devra s'appuyer sur des hypothèses archéologiques solides. Une fois ces précautions prises, la possibilité de déterminer la provenance d'un objet en fer offre des perspectives intéressantes et nouvelles, dans le domaine des connaissances relatives au commerce de ce métal, produit de la filière directe de la sidérurgie.

9- Coustures *et al.* 2006, 258.

10- Renoux *et al.* 2001, 1154-1155.

11- Coustures *et al.* 2003, 607-608.

Bibliographie

- Coustures, M.-P., D. Béziat, Fr. Tollon, Cl. Domergue, L. Long et A. Rébiscoul (2003) : "The use of trace element analysis of entrapped slag inclusions to establish ore – bar iron links : examples from two gallo-roman iron-making sites in France (Les Martys, Montagne Noire, and Les Ferrys, Loiret)", *Archaeometry*, 45, 4, 589-613.
- Coustures, M.-P., D. Béziat et Fr. Tollon (2004) : "Des inclusions de scorie dans les fers anciens : Pour quoi faire ?", in : Mangin, dir. 2004, 146-148.
- Coustures, M.-P., Chr. Rico, D. Béziat, D. Djaoui, L. Long, Cl. Domergue et Fr. Tollon (2006) : "La provenance des barres de fer romaines des Saintes-Maries-de-la-Mer (Bouches-du-Rhône) : étude archéologique et archéométrique", *Gallia*, 63, 243-261.
- Domergue, Cl., dir. (1993) : *Un centre sidérurgique romain de la Montagne Noire. Le domaine des Forges (Les Martys, Aude)*, Revue Archéologique de Narbonnaise Suppl. 27, Paris.
- Fluzin, Ph., A. Ploquin et Fr. Dabosi (2004) : "Approches métallurgiques et archéométriques", in : Mangin, dir. 2004, 113-173.
- Khanoussi, M., P. Ruggeri et C. Vizmara (2002) : *L'Africa romana. Lo spazio marittimo del Mediterraneo occidentale : geografia storica ed economia. Atti del XIV convegno di studi (Sassari, 7-10 dicembre 2000)*, Rome.
- Long, L., Chr. Rico, Cl. Domergue (2002) : "Les épaves antiques de Camargue et le commerce maritime du fer en Méditerranée nord-occidentale (1^{er} s. avant J.-C./1^{er} s. après J.-C.)", in : Khanoussi et al. 2002, Rome, 161-188.
- Mangin, M., dir. (2004) : *Le fer*, Collection "Archéologiques", Paris.
- Renoux, G., J.-M. Pailler et Fr. Dabosi (2001) : "Première étude paléométallurgique des armes de fer du Puy d'Issolud (Lot)", *La Revue de Métallurgie-CIT/Science et Génie des Matériaux*, 1147-1158.