HAL
open science

D'une amulette en cuivre aux grandes statues de bronze : évolution des techniques de fonte à la cire perdue, de l'Indus à la Méditerranée, du 5e millénaire au 5e siècle av. J.-C.

Benoit Mille

▶ **To cite this version:**

Benoit Mille. D'une amulette en cuivre aux grandes statues de bronze : évolution des techniques de fonte à la cire perdue, de l'Indus à la Méditerranée, du 5e millénaire au 5e siècle av. J.-C.. Archéologie et Préhistoire. Université de Paris-Nanterre; Université de Fribourg, 2017. Français. NNT : . tel-02612200

HAL Id: tel-02612200

https://hal.science/tel-02612200

Submitted on 19 May 2020

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.

Copyright

THÈSE DE DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS-NANTERRE (FRANCE)
ED 395 « Milieux, cultures et sociétés du passé et du présent »
Spécialité : préhistoire

CO-TUTELLE DE THÈSE AVEC L'UNIVERSITÉ DE FRIBOURG (SUISSE)
Département des Géosciences

D'une amulette en cuivre aux grandes statues de bronze

Évolution des techniques de fonte à la cire perdue, de l'Indus à la Méditerranée, du 5e millénaire au 5e siècle av. J.-C.

présentée à l'Université de Paris-Nanterre pour l'obtention du grade de Docteur

et à l'Université de Fribourg pour l'obtention du grade de *Doctor rerum naturalium*

par

Benoît Mille

Volume 1 : texte

Préparée au Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France (Paris)
et au laboratoire Préhistoire et Technologie (UMR 7055, Nanterre)

Thèse soutenue publiquement à Nanterre le 13 juin 2017 devant le jury composé de :

Catherine Perlès	Professeur des universités émérite	Directeur de thèse
Vincent Serneels	Professeur des universités	Directeur de thèse
Henri-Paul Francfort	Directeur de recherche émérite du CNRS	Rapporteur
Thilo Rehren	Professeur des universités	Rapporteur
Sophie Descamps	Conservateur général du Patrimoine	Examinateur
Denis Gratias	Directeur de recherche émérite du CNRS	Examinateur
Isabelle Pallot-Frossard	Conservateur général du Patrimoine	Examinateur

At present, I think, there is a regrettable tendency for people who have to deal with complex things to lose interest in their richness. While the old artisan –blacksmith, goldsmith, potter, bronze founder, painter, or sculptor– used to develop a feeling for the whole material, the modern worker is trained to look intellectually at the unitary parts of its behavior. The coordinated sensual reaction of the whole body to the material itself […] has been replaced by the touch of a switch, the sight of a meter, and the intellectual solution of an equation.

Cyril Stanley Smith (1965) - Materials and the Development of Civilization and Science, Science, 148(3672), p. 908-917.

REMERCIEMENTS

Arrivé au terme de cette aventure, je mesure à quel point j'ai bénéficié d'un nombre élevé de collaborations. Ce travail n'est pas uniquement le fait d'une personne seule, il est le fruit de ces collaborations. Très nombreux sont les collègues et amis qui m'ont soutenus et encouragés dans ce projet, certains ont même activement contribué ; ces remerciements sont là pour vous témoigner ma reconnaissance. Inévitablement, je vais oublier quelqu'un, je le prie par avance de bien vouloir m'en excuser.

Je tiens en premier lieu à remercier mes deux directeurs, Catherine Perlès et Vincent Serneels, pour l'aide, la confiance et le soutien sans faille qu'ils m'ont accordés, du premier au dernier jour. Merci d'avoir accepté d'encadrer ce travail et d'avoir accueilli le sujet avec enthousiasme ; je ne suis pas sûr que le soudage en boîte, en anneau, ou en cuvettes faisait initialement partie de vos domaines de prédilection. Chère Catherine, merci pour ces relectures si nombreuses et toujours si pertinentes, de m'avoir entraîné jusque Nauplie, et d'avoir accepté de t'impliquer dans mes recherches chiliennes. Cher Vincent, merci pour ta grande disponibilité et la qualité de nos échanges.

Je remercie les membres du jury d'avoir répondu présent à l'appel, tout particulièrement Thilo Rehren, qui a accepté d'évaluer le manuscrit pour le compte de l'Université de Fribourg et de le rapporter pour l'Université Paris-Nanterre, ainsi qu' Henri-Paul Francfort, mon second rapporteur. J'adresse mes plus vifs remerciements à Isabelle Pallot-Frossard, Sophie Descamps et Denis Gratias, qui ont également accepté de siéger dans ce jury.

Le contexte et le calendrier de cette thèse ont été particuliers. J'ai bénéficié en 2010 et 2011 d'un détachement de deux ans auprès du CNRS, qui a permis de développer les recherches que je menais sur la statuaire sudarabique et sur les tests de coulabilité. Je remercie Christiane Naffah, alors directrice du Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France (C2RMF), d'avoir accepté de me laisser partir quelques temps hors de son laboratoire. Albane Burens et Laurent Carozza m'ont à l'époque beaucoup encouragé et aidé à obtenir ce détachement, je leur en suis tout particulièrement reconnaissant. C'est grâce à Patrick Pion que j'ai fait connaissance avec l'UMR 7055 « Préhistoire et Technologie » ; je dois à Hélène Roche et Jacques Pélegrin de m'avoir accepté pendant deux ans dans ce haut lieu, non pas de l'innovation technique, mais de la réflexion sur l'innovation technique ! Le bel accueil et la qualité des échanges que j'ai pu avoir pendant cette période avec tous les membres de ce laboratoire, ont énormément compté pour la réalisation de cette recherche. Mes remerciements vont également à Isabelle Sidéra, actuelle directrice de l'UMR 7055, qui a depuis fortement encouragé le prolongement de ces collaborations.

J'ai retrouvé depuis 2012 le Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France, et c'est dans ce cadre que la préparation de ma thèse s'est poursuivie : fin de mes travaux sur la coulabilité, nouvelles recherches sur les objets du Balochistan et sur la grande statuaire égyptienne et gréco-romaine. Je ne saurais suffisamment remercier Isabelle Pallot-Frossard, directrice du C2RMF, Michel Menu, chef du département recherche et Anne Bouquillon, responsable du groupe « objets » qui ont toujours soutenu ce projet afin qu'il puisse être mené à son terme. Cette thèse représente un très important investissement personnel ; néanmoins, toutes les analyses, toutes les images ont été produites dans le cadre de mon activité au C2RMF. Ce lieu m'offre le privilège de pouvoir quotidiennement côtoyer les œuvres de musée depuis 1993 ; j'y ai également trouvé de remarquables collègues, et le cadre d'un bel épanouissement professionnel. Cette thèse est également une forme de don en retour à tout ce que le C2RMF a pu m'apporter !

Je remercie également les conservateurs, responsables de collections au musée du Louvre (DAO, DAE, DAGER) ; ils ont toujours encouragé et soutenu les recherches que je menais dans le cadre de cette thèse. Des remerciements plus particuliers vont à Sophie Descamps, en charge de la collection des bronzes grecs et romains. Notre collaboration est depuis plusieurs années intensive et très fructueuse ; nombre des idées développées ici sont nées de discussions autour de l'un ou l'autre des grands bronzes du département AGER. Je remercie également Marc Etienne, avec qui l'étude des bronzes égyptiens de la collection Posno a été conduite.

L'étude archéométallurgique du mobilier métallique découvert dans le cadre des missions archéologiques françaises au Pakistan (MAI, MAFM) a représenté une partie très importante de ce travail. Je regrette tellement que Jean-François Jarrige et Roland Besenval ne puissent voir son aboutissement ; ils m'avaient beaucoup encouragé et soutenu au démarrage de ce projet. La plupart des analyses élémentaires des objets de Nausharo et Mehrgarh ont été effectuées dans les années 2003-2007 avec la collaboration de Jérôme Haquet qui appartenait alors à cette équipe. Je le remercie pour son aide et pour la recontextualisation des objets. Merci également à Vincent Marcon, qui m'a également apporté tous les renseignements dont j'avais besoin pour les objets du Makran. Les travaux récents réalisés sur la rouelle de Mehrgarh m'ont conduit à fréquemment solliciter Catherine Jarrige, Aurore Didier et Gonzague Quivron. Je les remercie de leur très grande disponibilité, soutien et confiance. Des remerciements plus particuliers vont à Aurore et Gonzague, sans vos nombreuses et très actives contributions, je n'aurai pu mener cette partie de ma thèse. Je remercie enfin Blanche Barthélémy Barthélemy de Saizieu pour la documentation en partie inédite sur la parure de Mehrgarh et Nausharo.

Le voile levé sur le « mystère de l'amulette de Mehrgarh » ne se limite pas à un succès scientifique. Cela a aussi constitué l'occasion de développer une riche et intense collaboration scientifique dans un esprit de grande convivialité. J'ai donc grand plaisir à remercier Loïc Bertrand, Mathieu Thoury et Tatiana Séverin-Fabiani, du laboratoire IPANEMA, Luc Robbiola du laboratoire TRACES et Mathieu Réfrégiers de la ligne DISCO

au synchrotron SOLEIL, sans oublier Renaud Chabrier pour sa belle implication dans notre projet. Les images de photoluminescence qui ont été obtenues ne sont pas seulement extraordinaires, elles donnent accès à un niveau d'interprétation de l'objet que je ne pouvais ni espérer, ni même imaginer.

Je remercie Paul Jett, de la Smithsonian Institution, pour l'invitation à présenter les résultats de mes recherches sur le Yémen à la conférence Forbes de Washington (2011), et pour m'avoir aussi donné accès à deux bronzes sudarabiques inédits, conservés à la Freer and Sackler Galleries. Cela a permis de prolonger et amplifier l'étude technologique des bronzes du Yémen que j'avais effectuée dans les années 2007-2010 avec François Demange (musée du Louvre), Christine Pariselle et Azza Ali Aqil.

Les essais de coulabilité en moule métallique ont été rendus possibles grâce à la collaboration, la complicité et l'amitié de Paolo Piccardo, merci à lui de m'avoir accueilli pendant près d'un mois dans le laboratoire de métallurgie de l'université de Gênes. Merci également à Andrea Adobati, directeur de la fonderie industrielle Metal Leghe à Urgnano, chez qui nous avons pu réaliser de nombreuses coulées, et goûter la délicieuse cuisine de la plaine du Pô.

J'adresse ma très grande reconnaissance à François Jourdan, directeur général de la fondation de Coubertin, Jean Dubos et Yvon Rio, ex-directeurs et Christophe Béry, directeur actuel de la fonderie d'art de Coubertin. J'ai eu le rare privilège de pouvoir préparer et réaliser mes essais de coulabilité par fonte à la cire perdue dans ce lieu unique. Je remercie tout particulièrement Christophe pour le temps qu'il a accepté de consacrer à ce projet. Les essais ont nécessité une longue préparation des modèles de cire, dans laquelle j'ai très efficacement été aidé par Aurélia Azéma. Merci également à elle pour sa participation aux coulées, ainsi que Paolo Piccardo, Valeria Bongiorno et Florence Mille.

Par le biais d'un financement du projet Charisma, Marc Etienne et moi avons été accueillis une semaine au laboratoire du British Museum pour confronter les résultats de nos études respectives des grands bronzes égyptiens de la Troisième Période intermédiaire. Merci à Paul Craddock, Susan La Niece, Fleur Shearman et John Taylor pour leur grande disponibilité et la chaleur de cet accueil.

Je remercie Nele Ziegler, de l'UMR 7192 Proche-Orient - Caucase : langues, archéologie, cultures, d'avoir accepté de relire la partie de ma thèse qui commente les sources écrites cunéiformes. De la même manière, je remercie François Queyrel, de l'UMR 8546 Archéologie et philologie d'Orient et d'Occident qui a pris le temps de me prodiguer ses conseils pour la traduction des sources grecques et latines. J'adresse aussi mes remerciements à Peter Northover (Oxford Materials Characterisation Service), pour son aide dans la reconstitution des essais effectués par J. Young en 1972.

Je remercie Christel Müller et Elodie Ozenne de l'ED395, ainsi que les personnels de l'université de Nanterre et de Fribourg, tous ont toujours fait preuve d'une grande compréhension à mon égard.

Cette thèse doit également beaucoup aux collaborations plus directes de mes collègues du C2RMF les plus proches. Je pense en premier lieu à David, qui m'a lui aussi encouragé à suivre la voie de cette thèse, et qui a accepté de relire nombre de chapitres. Son statut de spécialiste de la grande statuaire des périodes modernes a apporté un point de vue extérieur mais averti sur les résultats que j'obtenais. Notre collaboration est désormais une vieille histoire, mais elle a toujours su garder l'esprit de nos jeunes années : David, je te remercie aussi pour cela.

Anne m'a apporté un soutien indéfectible et protecteur, la thèse n'aurait jamais pu se finir sans ce soutien. Anne, un immense merci d'y avoir cru tout au long de ces années et de m'avoir laissé la liberté de développer ce projet comme je l'entendais.

Une mention particulière est à accorder à Aurélia. Nous nous sommes en effet retrouvés dans une situation assez particulière, me retrouvant encadrant d'une thèse tout en lançant dans le même temps ma propre thèse ! Aurélia, je te remercie pour la somme considérable de résultats que tu as obtenus, tes conclusions sur les mécanismes contrôlant le soudage de la statuaire antique ont permis de faire un pas de géant dans la compréhension de ce procédé. Ton travail a de cette façon beaucoup contribué au mien.

Je tiens enfin à remercier les producteurs d'images du C2RMF. J'ai pu illustrer la plupart des objets du Balochistan étudiés dans cette thèse grâce aux photographies que Dominique Bagault et Daniel Vigears avaient prises au début des années 2000. Plus encore que la photographie, mon travail est tout particulièrement redevable des radiographies X qui ont été effectuées au C2RMF. Nombre de ces radiographies avaient été effectuées par mon collègue Thierry Borel, sa disparition a laissé un grand vide. Je dois aussi à Jean Marsac et Elsa Lambert, les radiographies des « araignées », j'ai ainsi pu directement mesurer la longueur des tiges sur les images, sans avoir besoin d'ouvrir les moules. Votre travail m'a fait gagner un temps considérable. Elsa a désormais repris seule le flambeau de la radiographie des objets au C2RMF, je la remercie pour l'extraordinaire qualité des images qu'elle nous fournit au quotidien.

La réalisation de cette thèse n'aurait jamais pu se faire sans le soutien de ma proche famille. Je pense tout d'abord mes parents, à qui je dois cette passion pour l'archéologie. Papa, maman, ce travail vous est dédié.

Mes remerciements se tournent également vers mes enfants : Antoine, Aurore, je sais que vous êtes fiers de moi, mais contents également que cela se termine. Les derniers mois de cette thèse m'ont beaucoup accaparé, merci pour votre bienveillante compréhension. La thèse est une aventure que je vous souhaite ; par contre il n'est peut-être pas nécessaire d'attendre aussi longtemps que moi pour la commencer !

Enfin, je ne remercierai jamais assez Florence, compagne de tous mes instants : sans toi, jamais je ne serais allé au bout.

SOMMAIRE

INTRODUCTION 17

1. QU'EST-CE QUE LA FONTE A LA CIRE PERDUE ? 17
2. PROBLEMATIQUE, DEMARCHE ET PLAN DE LA THESE 27

PREMIERE PARTIE : DE L'INVENTION DE LA FONTE A LA CIRE PERDUE AUX PREMIERES GRANDES STATUES (5E-2EMILLENAIRE AV. J.-C.) 31

CHAPITRE 1 : LA SEQUENCE METALLURGIQUE DU BALOCHISTAN ANCIEN (7E - DEBUT 2E MILLENAIRE AV. J.-C.) 35

1. CONTEXTE ARCHEOLOGIQUE DU BALOCHISTAN ANCIEN 35
2. PROTOCOLE D'ETUDE DES OBJETS METALLIQUES 38
3. LES PREMIERS OBJETS METALLIQUES DE MEHRGARH (NEOLITHIQUE ET CHALCOLITHIQUE ANCIEN, -8000 / -3600 AV. J.-C.) 42
3.1. LES PERLES DU NEOLITHIQUE ACERAMIQUE (-8000 / -6500 AV. J.-C.) 43
3.1.1. La grande perle tubulaire de la tombe 101-1979 46
3.1.2. Le bracelet de perles annulaires de la tombe 158-1984 52
3.2. LE NEOLITHIQUE CERAMIQUE (-6500 / -5000 AV. J.-C.) 59
3.3. INVENTION DE LA FONTE A LA CIRE PERDUE AU CHALCOLITHIQUE ANCIEN (-5000 / -3600 AV. J.-C.) 60
3.3.1. Les scories et les creusets 60
3.3.2. Les épingles et les fragments d'objets informes 62
3.3.3. Les amulettes 62
4. DE LA FIN DU CHALCOLITHIQUE ANCIEN A LA FIN DE LA CIVILISATION DE L'INDUS : TECHNIQUES DE MISE EN FORME ET COMPOSITION ELEMENTAIRE DU METAL AU BALOCHISTAN (-4000 / -1900 AV. J.-C.) 68
4.1. PRESENTATION DU CORPUS, TECHNIQUE DE MISE EN FORME DES OBJETS 68
4.2. NOMENCLATURE DES ALLIAGES 72
4.3. EVOLUTION DE LA COMPOSITION DES ALLIAGES 75
4.4. EVOLUTION DE LA COMPOSITION DES ELEMENTS EN TRACES 78
5. LES TECHNIQUES METALLURGIQUES DU BALOCHISTAN ANCIEN DANS LEUR CONTEXTE SUPRA-REGIONAL 80
5.1. DU METAL A L'OBJET : EVOLUTION DES TECHNIQUES D'ELABORATION ET DE MISE EN FORME 82
5.1.1. Néolithique : martelage et cuivre natif 82
5.1.2. Chalcolithique : métallurgie extractive, fonderie et alliages 83
5.1.3. Les périodes de l'Indus : stabilité technique et cuivre arsénié 87
5.2. METAUX ET ALLIAGES MULTIPLES : EVOLUTION DE LA COMPOSITION ELEMENTAIRE 88
5.2.1. Les productions en cuivre non allié 88
5.2.2. Une tradition de cuivre arsénié s'installe 90
5.2.3. Une production différenciée : le cuivre à l'arsenic 94
5.2.4. Un alliage très discret : le bronze 94
5.2.5. Découverte d'un nouvel alliage : le cuivre au plomb 100

CHAPITRE 2 : INVENTION ET ADOPTION DE LA FONTE A LA CIRE PERDUE AU BALOCHISTAN 103

1. LA ROUELLE DE MEHRGARH (4500-3600 AV. J.-C.) 104
1.1. ETUDE TECHNOLOGIQUE 105
1.1.1. Observations technologiques 105

1.1.2. L'hypothèse d'une fonte à la cire perdue 107
1.1.3. Proposition de chaîne opératoire 109
1.2. Premiere etude archeometallurgique (1998-2002) : le mystere de l'amulette 112
1.2.1. Préparation de la coupe métallographique et protocole analytique 112
1.2.2. Résultats des analyses 113
1.2.3. Les données du problème 115
1.3. Seconde etude archeometallurgique (2013-2016) : fin du mystere de l'amulette 119
1.3.1. Premiers essais d'imagerie de photoluminescence UV/visible. 119
1.3.2. Etude par imagerie de photoluminescence UV/visible de grande dynamique spatiale 120
1.3.3. Caractérisations complémentaires de la rouelle 130
1.3.4. Synthèse des résultats de la nouvelle étude archéométallurgique 134
1.4. La rouelle de Mehrgarh a l'origine de l'invention de la fonte a la cire perdue ? 136
1.4.1. Reconstitution de l'histoire matérielle de la rouelle 136
1.4.2. Le choix surprenant d'un cuivre très pur 139
1.4.3. Pourquoi la cire perdue ? 141
2. Le fragment de sceau compartimente de Mehrgarh (4500-3600 av. J.-C.) 150
2.1. Presentation de l'objet 150
2.2. Etude archeometallurgique 151
2.3. L'invention du cuivre au plomb 154
3. Le Poids aux Leopards de Shahi Tump (3400-3000 av. J.-C.) 157
3.1. Contexte de decouverte et presentation de l'objet 157
3.2. Protocole de l'etude archeometallurgique 162
3.2.1. Structure interne 162
3.2.2. Analyse élémentaire des métaux 162
3.3. Resultats de l'etude archeometallurgique 164
3.3.1. L'enveloppe de cuivre au plomb 164
3.3.2. Le remplissage de plomb 165
3.3.3. Le décor de coquillages incrustés 166
3.4. Chaine operatoire de fabrication du Poids aux Leopards 167
3.4.1. Coulée de la coque de cuivre au plomb (Figure 69, A à H) 169
3.4.2. Remplissage par le plomb, incrustation des coquillages (Figure 69, I à L et i à l) 170
3.5. Le Poids aux Leopards dans son contexte supra-regional 170
4. La statuette de taureau de Nausharo (2300-2100 av. J.-C.) 174
4.1. Presentation de la statuette 174
4.2. Etude technologique et archéométallurgique 176
5. Conclusion : 2500 ans de pratique de fonte a la cire perdue au Balochistan 181

CHAPITRE 3 : DIFFUSION DE LA FONTE A LA CIRE PERDUE DEPUIS LE BALOCHISTAN VERS LE PROCHE-ORIENT DANS LE COURS DES 4E ET 3E MILLENAIRES 185

1. Diffusion de la fonte a la cire perdue au sein de la zone Indus 186
1.1. Cuivre au plomb et cire perdue au Balochistan : une relation quasi-bijective 186
1.2. Donnees tres lacunaires dans la zone Indus 189
2. Diffusion de la cire perdue vers la zone iranienne, mesopotamienne et en Asie Centrale 191
3. L'avenement des premieres grandes statues metalliques en Mesopotamie et en Égypte (deuxieme moitie du 3E millenaire av. J.-C.) 197
3.1.1. Grandes statues en tôle de cuivre 198
3.1.2. Grandes statues fondues à la cire perdue en cuivre 199
3.1.3. Grandes statues fondues à la cire perdue en cuivre au plomb 201
3.1.4. Synthèse : le premier âge de la grande statuaire métallique 203
4. Existe-t-il d'autres foyers de developpement precoce de la fonte a la cire perdue en Eurasie ? ... 205

5. Conclusion : une formidable trajectoire historique, suivie d'un terrible hiatus 207

DEUXIEME PARTIE : LES GRANDS BRONZES DE LA PREMIERE MOITIE DU 1ER MILLENAIRE AV. J.-C. 211

CHAPITRE 4 : LES GRANDS BRONZES DE LA TROISIEME PERIODE INTERMEDIAIRE EN ÉGYPTE ... 214

1. Evolution des techniques de la statuaire metallique egyptienne 215
2. La question du passage de la petite a la grande statuaire 216
3. Les techniques egyptiennes de fabrication de la grande statuaire 219
3.1. Le projet Charisma-Archlab 219
3.2. Etude archeometallurgique des statues feminines du temple de Karnak (Haute-Égypte)..... 220
3.2.1. Contexte de découverte..... 220
3.2.2. Description des statues et protocole de l'étude 223
3.2.3. Résultats 225
3.2.4. Synthèse 230
3.3. Etude archeometallurgique de deux statues d'homme decouvertes en Basse-Égypte (collection Posno) 231
3.3.1. Présentation et datation des deux statues 231
3.3.2. Un procédé indirect de fonte à la cire perdue ! 235
3.3.3. Noyaux, armatures et clous distanciateurs..... 241
3.3.4. Une forme très originale de soudure 243
3.3.5. Des alliages bien contrôlés et fortement chargés en plomb 247
3.3.6. De la nécessité de réparer les statues..... 249
3.3.7. Synthèse 252
4. Conclusion : deux methodes en concurrence pour la fabrication des grands bronzes a la fin de la Troisieme Periode intermediaire en Égypte 255

CHAPITRE 5 : LE DEVELOPPEMENT DE LA GRANDE STATUAIRE DE BRONZE DANS LE MONDE EGEEN 257

1. Naissance de la grande statuaire 259
1.1. Le developpement tardif de la petite statuaire de metal 259
1.2. Les premiers grands bronzes et l'influence du monde oriental 264
1.2.1. Le cas des *sphyrèlata*..... 264
1.2.2. Les cas des protomés de griffon..... 268
1.3. Samos : des contacts averes avec l'Égypte..... 273
1.3.1. Les écrits de Diodore de Sicile, Pausanias et Pline l'Ancien. 273
1.3.2. Offrandes égyptiennes sur l'Héraion de Samos 277
1.3.3. L'appropriation samienne du procédé indirect de fonte à la cire perdue 281
1.4. Les grands bronzes grecs de la fin de la periode Archaïque 283
1.4.1. Le kouros de l'Agora d'Athènes 283
1.4.2. Tête du Zeus d'Olympie 285
1.4.3. Le Zeus d'Ugento..... 287
2. Technique des grands bronzes de la periode du style severe (-480 / -450)..... 291
2.1. Travail de la cire 297
2.2. Travail de la terre 301
2.3. Les maitres du soudage..... 302
2.3.1. Le soudage en cordon linéaire 304
2.3.2. Le soudage en cuvettes..... 306

2.4. La question des alliages et le refus du plomb 311
2.5. La reparure 314
3. Conclusion : une eclosion tardive mais spectaculaire de statues monumentales dans le monde egeen. 315

CHAPITRE 6 : LES GRANDS BRONZES DES ROYAUMES SABEENS (YEMEN) 321

1. La collaboration Louvre-OGAM 322
2. La statuaire sudarabique en bronze 326
3. La methode sudarabique de fonte a la cire perdue 332
3.1. L'etonnante finesse des parois metalliques 335
3.2. Le travail de la cire 336
3.3. Le travail de la terre : noyaux creux et moules de coulee 339
3.4. Composition des alliages 343
3.5. Soudage par fusion au bronze liquide : une specificite sudarabique, la forme en anneau 345
3.6. Reparures et finitions 349
4. Conclusion : une longue tradition de grandes statues de bronze en Arabie Heureuse 351

CHAPITRE 7 : LA QUESTION DE L'ORIGINE DES TECHNIQUES DE LA GRANDE STATUAIRE ANTIQUE EN BRONZE 353

1. Technique comparee des grands bronzes egyptiens, sudarabiques et grecs. 353
2. L'hypothese du dernier ancetre commun 357

TROISIEME PARTIE : POURQUOI TANT DE PLOMB ? 361

CHAPITRE 8 : L'USAGE DES ALLIAGES CUIVREUX A FORT TAUX DE PLOMB DANS LES SOCIETES PRE-INDUSTRIELLES 363

1. Le cuivre au plomb des premieres fontes a la cire perdue au Proche-Orient ancien 363
2. La fin de l'age du Bronze en Europe atlantique 365
3. La grande statuaire antique, et le cas particulier de la Grece 367
4. La statuaire khmere 371
5. L'Europe medievale et moderne (XIIIE – XVIIIE s.) 373
6. Alliages cuivreux a fort taux de plomb : une regularite dans les fonderies des societes pre-industrielles 375

CHAPITRE 9 : ETAT DES CONNAISSANCES DE L'EFFET DU PLOMB SUR LA COULABILITE DU CUIVRE ET DU BRONZE. 378

1. Considerations generales sur la solidification du cuivre, du bronze, du cuivre au plomb, et du bronze au plomb 378
1.1. Cuivre non allie 379
1.2. Bronze 379
1.3. Cuivre au plomb 381
1.4. Les bronzes au plomb 383
2. Qu'est ce que la coulabilite, comment la mesure-t-on ? 385
2.1. Coulabilite : un concept mal defini ? 385
2.2. Mesure de la coulabilite 387

2.3. PARAMETRES INFLUENÇANT LA COULABILITE 389
2.3.1. Paramètres liés au métal : 389
2.3.2. Paramètres liés au moule : 394
3. L'EFFET DU PLOMB : PREMIERS ESSAIS EXPERIMENTAUX 398
3.1. ESSAIS EFFECTUES PAR J. YOUNG (1972) 398
3.2. ESSAIS EFFECTUES PAR B.E.P. STANIASZEK ET P. NORTHOVER (1982) 402
4. EFFET DU PLOMB SUR LA COULABILITE DU CUIVRE ET DU BRONZE : BILAN DE NOS CONNAISSANCES. 403

CHAPITRE 10 : ETUDE EXPERIMENTALE DE L'EFFET DU PLOMB SUR LA COULABILITE DU CUIVRE ET DU BRONZE 405

1. EXPERIMENTATIONS EN MOULE METALLIQUE PERMANENT 406
1.1. LE MOULE EN TRIPLE SPIRALE 406
1.2. CONDITIONS DES COULEES 408
1.3. EVALUATION DE LA COULABILITE : LA LONGUEUR EQUIVALENTE 409
1.4. COULABILITE DU BRONZE : RESULTATS ET DISCUSSION 410
1.5. COULABILITE DU CUIVRE AU PLOMB : RESULTATS ET DISCUSSION 416
1.6. COULABILITE DU CUIVRE AU PLOMB DANS UN MOULE METALLIQUE POTEYE AU KAOLIN 421
1.7. SYNTHESE SUR LES EXPERIMENTATIONS EN MOULE METALLIQUE PERMANENT. 423
2. EXPERIMENTATIONS EN MOULES DE PLATRE. 425
2.1. LE MODELE EN ARAIGNEE 425
2.2. PREPARATION DES MOULES (FABRICATION DES MODELES EN CIRE, MOULAGE DES MODELES, CUISSON DES MOULES). 428
2.3. LES COULEES 429
2.4. RESULTATS DES ESSAIS DE COULABILITE EN MOULE DE PLATRE 434
2.5. DISCUSSION ET SYNTHESE DES RESULTATS SUR LA COULABILITE EN MOULE DE PLATRE 438

CHAPITRE 11 : POUR CONCLURE SUR LA COULABILITE DES ALLIAGES CUIVREUX ET LA QUESTION DES FORTS AJOUTS DE PLOMB 443

CONCLUSION GENERALE 450

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 457

AVERTISSEMENT : sauf mention particulière, les illustrations et les photographies sont de l'auteur.

Introduction

1. Qu'est-ce que la fonte à la cire perdue ?

La fonte à la cire perdue est une technique de mise en forme du métal par moulage toujours en usage aujourd'hui dans l'artisanat traditionnel (Armbruster, 1993; Vuaillat & Bourhis, 1998), en fonderie d'art (Dubos, 2003), et en fonderie de précision industrielle ou dentaire (Backman & Williams, 1992; Doriath & Nouailles, 1994).

Le principe de la fonte à la cire perdue est simple et demeure inchangé depuis son invention. Un modèle en cire est tout d'abord façonné. Il est ensuite enrobé de terre réfractaire afin de constituer le moule de coulée. Puis l'ensemble est chauffé, à la fois pour évacuer la cire, et durcir le moule. Enfin, le métal est coulé dans l'empreinte, à la place de la cire. Après refroidissement, le moule est brisé, l'objet métallique est récupéré, c'est une réplique exacte du modèle en cire.

Si le principe de la fonte à la cire perdue est simple, sa réalisation recouvre d'innombrables modalités, ce qui complique son appréhension. Ces modalités dépendent à la fois de la complexité du modèle en cire à reproduire, de l'expérience et des habitudes du fondeur, ainsi que de choix techniques et économiques effectués par l'atelier. Il est possible de regrouper les différents procédés selon quatre familles ou types, que nous allons rapidement décrire afin que le lecteur puisse se familiariser avec la technique. En effet, la mise en œuvre de la fonte à la cire perdue peut rapidement devenir très complexe au vu du grand nombre d'étapes qui se succèdent. Au-delà de la présentation de cette typologie (Figure 1), chaque procédé-type sera illustré par un ou deux exemples concrets de mise en application (Figure 2 à Figure 6), offrant ainsi au lecteur la possibilité de mieux percevoir les avantages et inconvénients de chacun. Les modalités que nous illustrons ici sont toutes attestées pour l'Antiquité, par contre nous ne parlerons pas de certains procédés plus r, tel que le procédé indirect de fonte en creux à l'épargné (Bourgarit *et al.*, 2014). De même, tous les exemples sont empruntés à la

fabrication de statuaire, sujet qui nous occupera plus particulièrement dans ce travail. Il faut toutefois garder à l'esprit que la fonte à la cire perdue trouvait déjà par le passé de nombreuses autres utilisations, notamment pour la fabrication des bijoux.

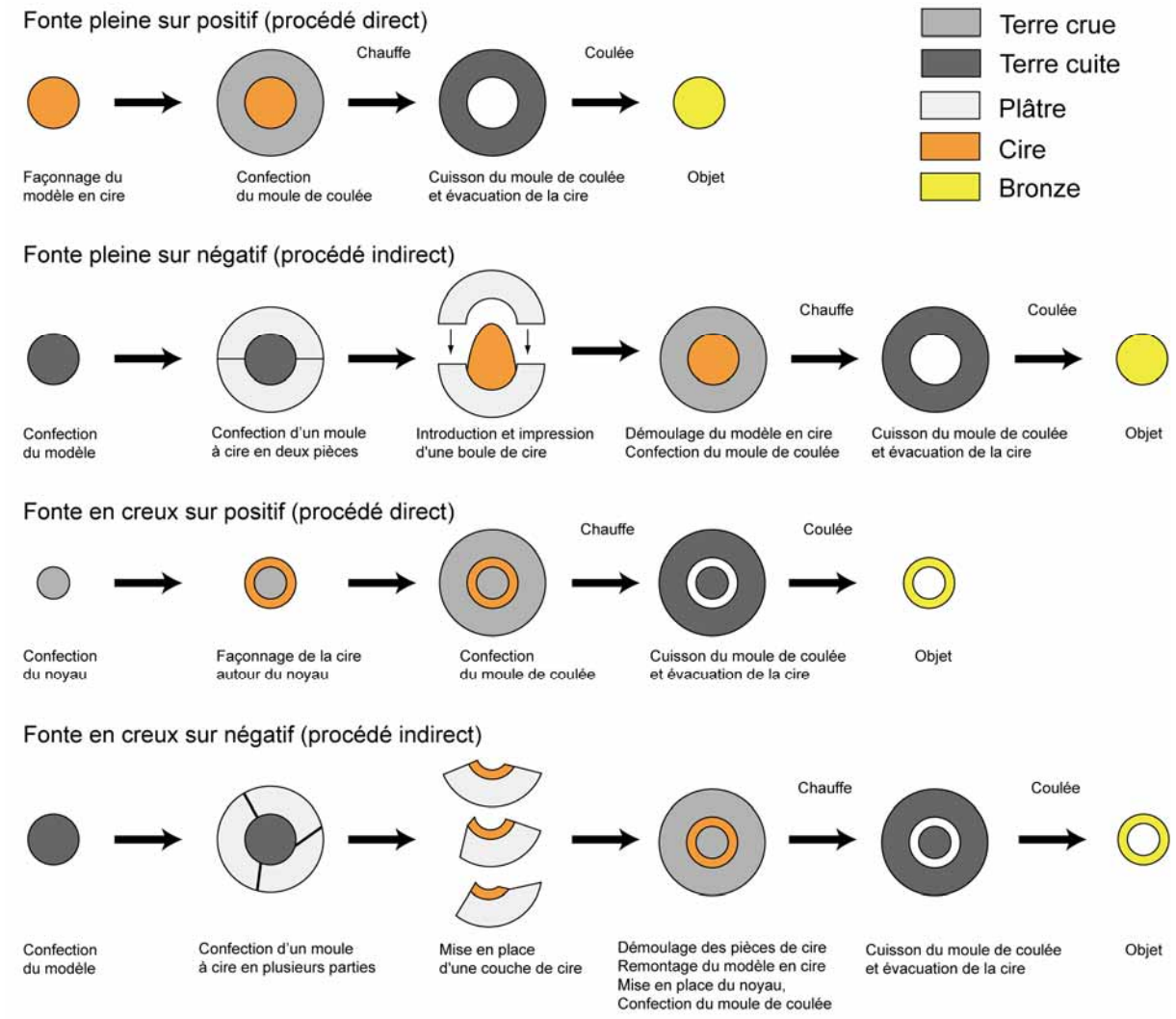


Figure 1 : Schéma du principe de la fonte à la cire perdue, selon que la fonte soit pleine ou creuse et que le procédé soit direct ou indirect.

Figure 2 : fonte pleine par le procédé direct, village artisanal de Ouagadougou (Burkina Faso), mars 2008. A statuettes sculptées et modelées en cire ; B confection des moules de coulée ; C étuvage des moules autour d'un foyer ; D coulée du métal ; E statuettes en cours de finition.

© L. Garenne-Marot.

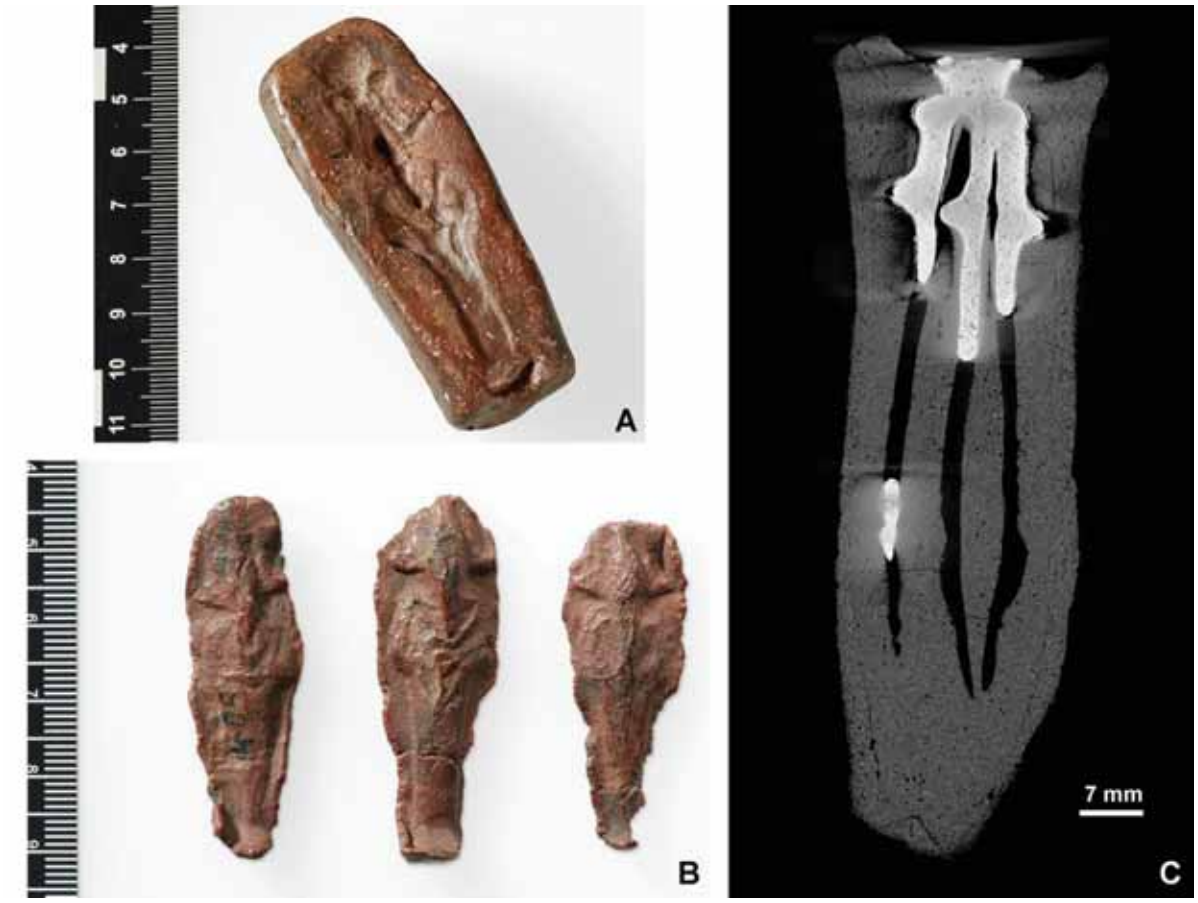


Figure 3 : fonte pleine par le procédé indirect, Qubbet el-Hawa (Égypte), -750 / -420 av. J.-C., LVR-LandesMuseum Bonn. A : moule à cire permanent pour une statuette d'Osiris (terre cuite) ; B : trois épreuves antiques de statuettes en cire tirées à partir de ce moule à cire ; C : tomographie X d'un moule de coulée montrant un raté, le métal n'a rempli que le haut du moule. Dans ce moule, trois épreuves d'Osiris en cire avaient été montées en grappe pour être coulées en une seule opération.

D'après (Fitzenreiter et al., 2016) : A : QH 207/35 (p. 265) © J. Vogel/LVR ; B : QH 207/59 (p. 267), © J. Vogel/LVR ; C : QH 207/44 (p. 283) © D. Meinel/BAM.

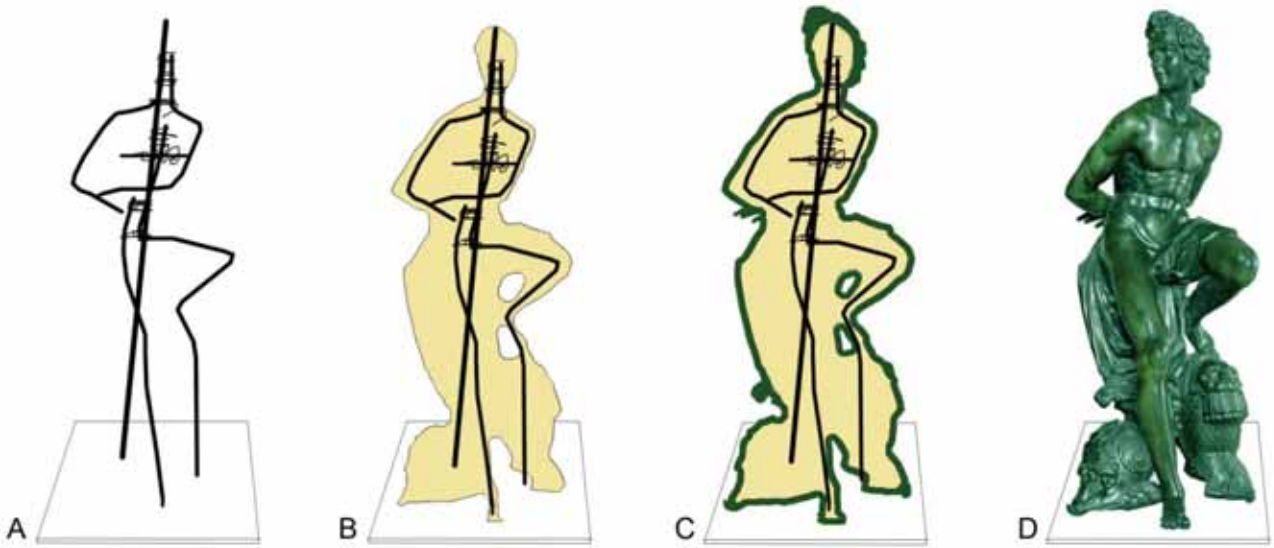


Figure 4 : fonte creuse par le procédé direct, Captif de Franqueville et Bordoni, 1618, h. 160 cm, inv. MR 1668, musée du Louvre. A : confection de l'armature de noyau (fer) ; B : façonnage du noyau (terre) ; C : sculpture de la cire (vue en coupe) ; D : modèle en cire achevé.

D'après (Bewer et al., 2008, Figure 1 p. 30)

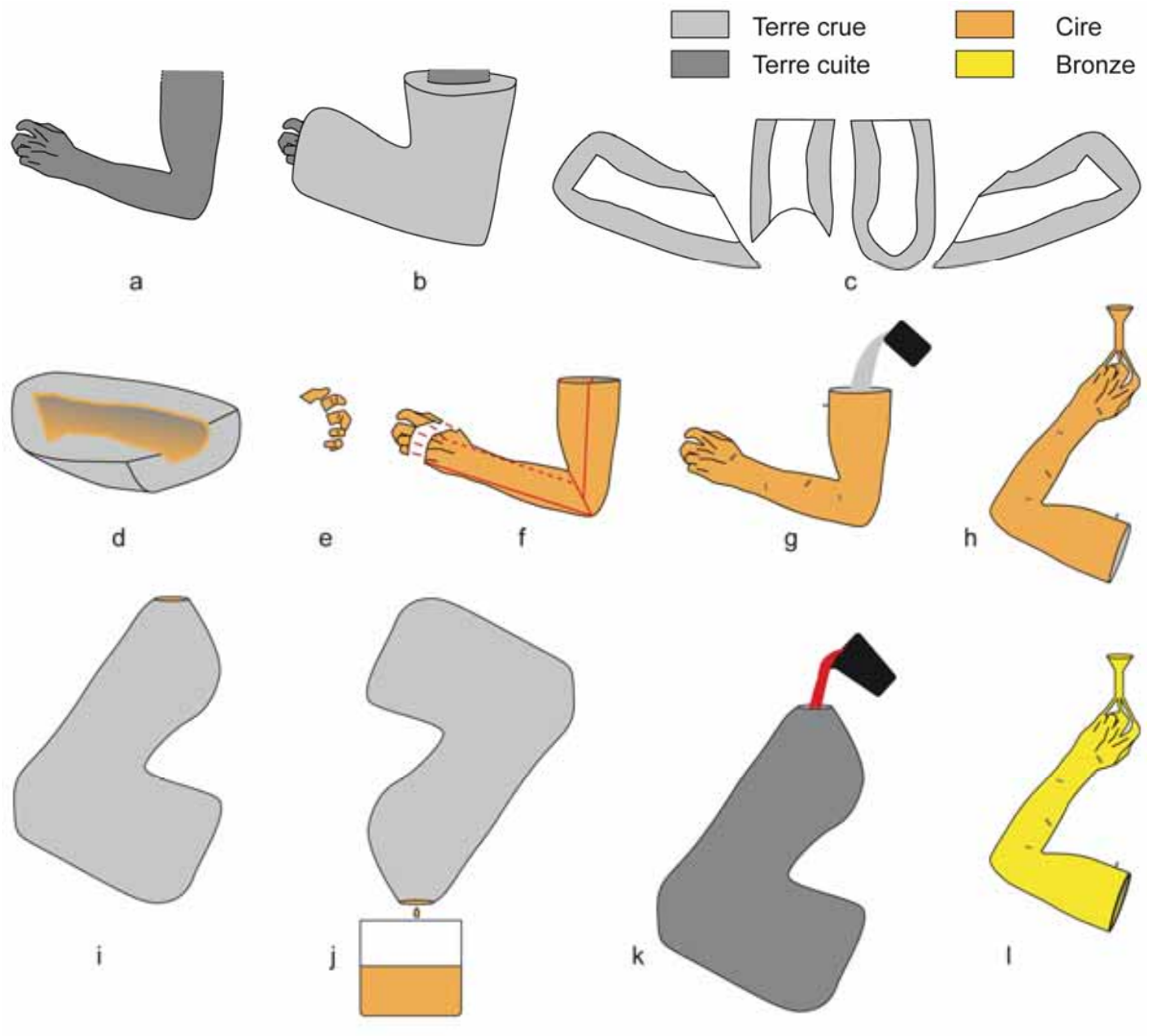


Figure 5 : fonte creuse par le procédé indirect, principales étapes de la fabrication du bras d'Essegney (France), IIe s. ap. J.-C., l. 43 cm, musée d'Epinal. a : modèle, b : moulage du modèle, c : les quatre pièces du moule à bon creux, d : cire appliquée en feuille dans le moule, e : façonnage des doigts en cire par le procédé direct, f : remontage du modèle en cire, g : coulée du noyau, insertion des clous distanciateurs, h : ajout du système d'alimentation, i : confection du moule de coulée, j : décirage et cuisson du moule, k : coulée du métal, l : décochage du moule et du noyau.

D'après (Caumont et al., 2006)

Figure 6 : fonte creuse par le procédé indirect, variante dite au renversé, reproduction de la tête de l'Apollon de Lillebonne (musée du Louvre, DAGER). Le moule à bon creux a été pris sur une impression 3D de la tête à l'échelle 2/3 ; les essais ont effectués lors de la deuxième réunion du groupe CAST :ING (Copper Alloy Sculpture Techniques and history: an International iNterdisciplinary Group), fonderie de Coubertin, juillet 2016.

A : moule à bon creux en quatre pièces principales et une pièce complémentaire pour éviter la contre-dépouille du chignon ; B : remontage du moule à bon creux ; C : le moule à bon creux est rempli de cire liquide ; D : après une attente de quelques minutes, le moule est renversé pour évacuer la partie de la cire restée liquide, on obtient un modèle de cire creux ; l'épaisseur de la paroi de cire dépend du temps attendu avant la renverse du moule ; E : dépose des pièces du moule à bon creux, l'épreuve en cire apparaît. La suite de la fabrication est identique aux étapes g à l précédemment décrites pour le bras d'Essegney.

Fonte pleine sur positif (procédé direct)

Le cas le plus simple est celui d'une fonte pleine à partir d'un modèle directement élaboré en cire (Figure 1 et Figure 2). Un tel procédé convient parfaitement à la réalisation d'objets de petites dimensions, ne réclamant que de faibles quantités de métal (de l'ordre de quelques grammes à quelques centaines de grammes). La première étape consiste à élaborer un *modèle en cire*, ce qui s'effectue généralement en combinant sculpture de la cire froide –et donc dure– à l'aide d'un outil tranchant, et modelage de la cire ramollie par un léger chauffage (Figure 2, A). Il faut ensuite souder sur le modèle en cire les éléments (également en cire) de ce qui deviendra le *système d'alimentation* en métal (cône de coulée, canaux d'alimentation). La pièce de cire peut alors être enrobée d'une terre réfractaire pour réaliser le *moule de coulée* (Figure 2, B). Un étuvage du moule renversé au-dessus d'un foyer permet d'évacuer la cire (Figure 2, C), puis le moule est cuit à haute température afin de durcir et chasser toute trace d'humidité. Le métal est alors coulé dans le moule, il prend donc la place de la cire (Figure 2, D). Une fois le métal solidifié, le moule est décoché afin de libérer l'objet ainsi créé. De longues opérations de finition sont encore nécessaires (découpe des canaux d'alimentation en métal, réparure, polissage), avant d'aboutir à l'objet fini (Figure 2, E).

Fonte pleine sur négatif (procédé indirect)

Le moule de coulée fabriqué lors d'une fonte à la cire perdue est toujours à usage unique. Cette technique s'oppose en cela à la fonte en *moule permanent*, qui fait généralement appel à un moule assemblé à partir de plusieurs pièces et démontable, avec pour objectif de couler un très grand nombre d'objets métalliques identiques. L'intérêt premier de la fonte à la cire perdue ne réside donc pas dans la production d'objets en série – apanage du moule permanent –, mais dans sa capacité à créer un objet métallique de géométrie complexe. Ce fait explique d'ailleurs que la technique soit toujours en usage aujourd'hui : il n'existe aucun autre moyen de produire certaines formes en métal par moulage, en particulier lorsque la géométrie de l'objet est telle que celui-ci ne sera pas démoulable sans briser le moule de coulée.

Pour la cire perdue, il existe toutefois un cas de figure intermédiaire, difficile à mettre en évidence en archéologie tant les vestiges qu'il laisse sont ténus et délicats d'interprétation : la fonte pleine sur négatif (Figure 1 et Figure 3). Il n'y a aucune raison de penser que ce procédé n'était pas d'emploi courant aux périodes anciennes, mais on vient seulement de découvrir les preuves irréfutables de son utilisation par la découverte de l'extraordinaire dépôt de moules et de modèles en cire de Qubbet el-Awa en Égypte (Fitzenreiter*, et al.*, 2016).

Le procédé est basé sur la fabrication d'un moule permanent, mais cette fois destiné à la cire (Figure 3, A). Il est tout particulièrement adapté à la production en série de petits modèles en cire (moins de 10 cm) telles que des statuettes qui réclameraient sinon une mise en forme longue et très minutieuse (Figure 3, B). Les modèles seront normalement tous identiques, à moins que le fondeur ne choisisse de retoucher la cire. À Qubbet el-Awa, cette production en série de modèles de cire s'accompagne d'une procédure de moulage particulière, elle aussi adaptée à la production en masse : le *montage en grappe*. Cela permet de fortement réduire le nombre de moules de coulée à préparer (Figure 3, C).

Fonte creuse sur positif (procédé direct)

Au-delà de la dizaine de centimètres de hauteur (et du centimètre d'épaisseur), la coulée en plein d'une statuette trouve ses limites : l'objet devient très lourd (masse volumique du bronze : 9 à 10 $kg.dm^{-3}$), et très coûteux en métal. Le fondeur sera de plus confronté à la survenue d'importants défauts de fonderie, en raison de la différence de vitesse de solidification entre zones fines (par exemple des bras) et zones épaisses (torse). Il devient alors nécessaire de couler « *en creux* », ou plus exactement, sur *noyau*.

Dans le cas de la fonte creuse sur positif, le sculpteur commence par façonner un noyau, généralement à partir d'une terre réfractaire, en lui donnant la taille et la forme approximative de la statue (Figure 1 et Figure 4, B). S'il s'agit d'une grande statue, une étape préliminaire consistera à construire une solide armature, le plus souvent à partir de barres de fer assemblées, afin de renforcer la structure d'ensemble du noyau (Figure 4, A). Le noyau réfractaire est ensuite revêtu de cire

et tous les détails de la statue sont sculptés (Figure 4, B et C). Les étapes suivantes sont identiques à celles d'une fonte pleine.

Fonte creuse sur négatif (procédé indirect)

Le procédé indirect de fonte en creux est particulièrement adapté à la fabrication de grandes statues. Le principe consiste à reproduire en cire un modèle préexistant. S'il s'agit de l'œuvre originale sculptée par l'artiste, ce modèle sera le plus souvent en argile (Figure 1 et Figure 5, a). On prend ensuite une empreinte de ce modèle, au moyen d'un moule généralement élaboré en plâtre. Ce moule doit être démontable (Figure 5, b et c) ; il doit donc éviter toutes les contre-dépouilles (Figure 6, a), on le dénomme alors par l'expression *moule à bon creux*. Le moule à bon creux n'est pas adapté à la coulée du métal[1], c'est un *moule à cire*. Plusieurs options sont possibles pour garnir de cire les différentes pièces de ce moule : la cire peut être appliquée en feuilles dans l'intérieur du creux (Figure 5, d), sous forme de boulettes molles étalées et juxtaposées, sous forme liquide par le biais de couches passées au pinceau, voire même par la technique spectaculaire du *renversé* (Figure 6, C à E). Arrivé à ce stade, les moules partiels sont déposés, et on assemble si besoin les pièces de cire entre elles par des joints à la cire ; certains détails trop complexes à mouler sont parfois sculptés à part en positif, ils seront souvent assemblés sur la cire à cette étape (Figure 5, e, f).

Contrairement au procédé direct, l'armature de noyau n'est pas indispensable dans le cas du procédé indirect. Cela posera tout de même un problème : une fois la cire évacuée du moule, le noyau pourra librement bouger dans le moule, ce qui ne manquera pas de se passer pendant la coulée du métal. Pour pallier à ce problème, le système antique consistait généralement à planter au travers de la cire et jusque dans le noyau des *clous distanciateurs*, dont la tête dépassait de la cire, de façon à être également pris dans le moule de coulée (Figure 5, g). Ce dispositif astucieux permettait de maintenir très efficacement le noyau dans le moule pendant la coulée.

---

[1] D'une part on souhaite souvent le conserver, d'autre part on ne peut y positionner les clous distanciateurs, cf. ci-après.

Peu de temps avant, ou peu de temps après la mise en place des clous distanciateurs, la cire creuse est remplie de terre réfractaire pour constituer le noyau. On remarquera que dans le cas du procédé indirect, le noyau est fabriqué après la cire, à l'inverse du procédé direct. La prise en compte de l'ordre des séquences de travail est donc très importante lorsque l'on souhaite identifier le type de procédé mis en œuvre.

Le procédé indirect de fonte en creux offre le très grand avantage de conserver le modèle original de l'artiste, ainsi que de permettre le tirage d'une statue en plusieurs exemplaires. C'est la qualité principale que l'on prête à ce procédé dans les fonderies d'art actuelles. Il ne faut pas douter que cette possibilité a également été exploitée aux périodes antiques : bien que l'immense majorité des grandes statues en bronze soient à jamais perdues ou refondues, il est désormais bien établi que certaines ont été éditées en plusieurs exemplaires (Mattusch, 2014b, pp. 125-148).

Dans les premiers temps de l'utilisation du procédé indirect, il semble que deux autres avantages ont surtout été recherchés par les fondeurs (cf. deuxième partie de ce travail). Le procédé indirect permet d'une part de très facilement produire des parois fines, qui seront de plus très régulières puisque la face interne de la paroi épousera tous les reliefs de la face externe. Ce n'est pas le cas du procédé direct qui provoque de très nets épaississements dans les zones de fort relief telles qu'un visage ou une chevelure (Figure 4, C). Nous verrons dans la troisième partie de ce travail que les statues de l'Antiquité se distinguent justement de leurs homologues modernes par la grande finesse de leurs parois métalliques. Par ailleurs, le procédé indirect conduit très naturellement à couler une statue en plusieurs parties, puisque le principe même implique une production sous la forme de pièces de cire, et non d'un modèle complet. Cela simplifie énormément la fabrication de la statue, pour peu que l'on dispose d'un procédé efficace d'assemblage ; il se trouve que les fondeurs de l'Antiquité étaient passés maîtres dans l'art du soudage (cf. deuxième partie). Dans le cas du procédé direct, en raison de la nécessité des armatures de noyau, la coulée d'une statue en pièces séparées est une opération hasardeuse, il est beaucoup moins risqué de la couler

en un seul jet. On ne connaît pas une seule grande statue de l'Antiquité coulée en un seul jet.

2. Problématique, démarche et plan de la thèse

Cette recherche vise à explorer l'existence de liens entre les plus anciens objets métalliques fabriqués par fonte à la cire perdue découverts à Mehrgarh (Pakistan, 5e millénaire) et les premières grandes statues de bronze de la fin de l'époque archaïque et de l'époque du style dit « sévère » dans le monde égéen (fin du VIe et début du Ve s. av. J.-C.). Les bronziers grecs ont en effet donné naissance à une longue et brillante tradition technique de grande statuaire de métal. Cette tradition a conduit à produire jusqu'à la fin de la période romaine, soit pendant plus d'un millénaire, de très nombreuses statues, qui toutes respectent une méthode dont les grandes lignes sont définies au début du Ve s. av. J.-C. Mais cette méthode, comment a-t-elle été mise au point ? Est-elle le fruit d'une série d'inventions *ex nihilo* qui bénéficieraient d'un environnement extraordinairement innovant dans le domaine de la métallurgie ? Résulte-t-elle au contraire d'emprunts faits aux civilisations orientales, comme le suggèrent quelques textes antiques ?

Pour aborder ces questions, deux champs disciplinaires ont été explorés, les sciences physico-chimiques d'une part, et les sciences humaines et sociales de l'autre. Les sciences physico-chimiques ont été mises à contribution pour ce qui concerne la caractérisation des matériaux et l'aide à la détermination des techniques de fabrication : analyse de la composition des alliages et détermination des propriétés physico-chimiques associées, imagerie de laboratoire (radiographie et tomographie X, techniques de microscopie) pour aller au-delà de la seule observation visuelle. Pour ce qui relève des sciences humaines et sociales, la démarche adoptée est celle de l'approche technologique, avec pour objectif de proposer des pistes de réflexion aux questionnements propres à cette approche : quels sont les mécanismes de l'innovation technique ? Quelles sont les modalités de diffusion de ces innovations ? Une chaîne opératoire de fabrication aussi complexe que la fonte à la cire perdue évolue-t-elle au même rythme dans tous les domaines : matériaux, procédés de fonte, techniques d'assemblage ?

La thèse est organisée en trois grandes parties, elles-mêmes divisées en chapitres.

La première partie est intitulée « des premières fontes à la cire perdue aux premières grandes statues (5e-2e millénaire av. J.-C.) ». Les plus anciens objets fabriqués selon cette technique ont été découverts à Mehrgarh (Pakistan) par la mission archéologique française au Pakistan. Cette collection totalement inédite est présentée en détail. Puis nous suivons la diffusion de cette innovation majeure à l'échelle du Proche-Orient ancien[2], et nous étudions son évolution : par améliorations successives, les fondeurs font progresser la fonte à la cire perdue jusqu'à savoir couler les premières figures humaines à la taille naturelle dès le milieu du 3e millénaire av. J.-C..

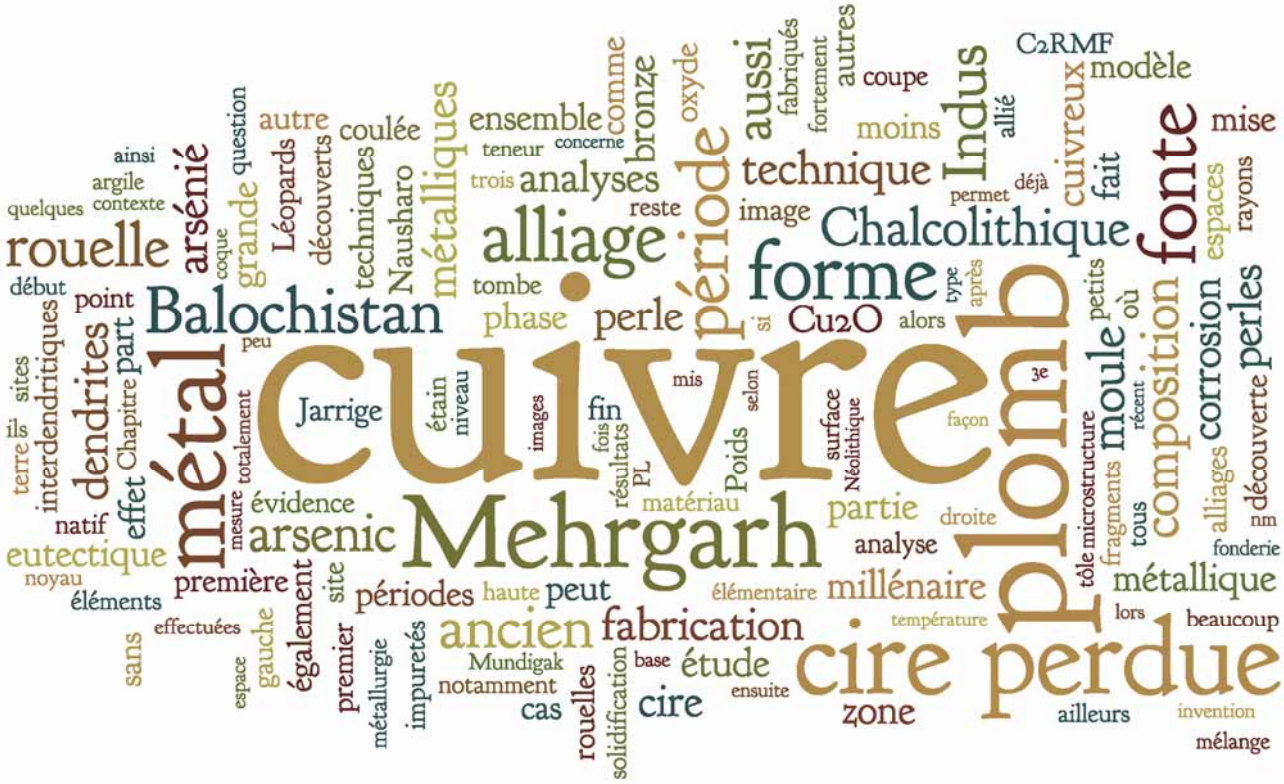
La seconde partie, intitulée « les grands bronzes de la première moitié du 1er millénaire av. J.-C. », étudie l'avènement soudain et parfaitement maîtrisé de techniques très élaborées de moulage et de soudage dans trois aires culturelles distinctes : l'Égypte, le monde égéen, et les royaumes sabéens (Yémen). Ces techniques révolutionnent la fabrication des statues et resteront la base sur laquelle les fondeurs grecs puis romains s'appuieront pendant plus d'un millénaire. L'étude technologique approfondie d'un choix raisonné de statues provenant des trois aires susmentionnées permet de comparer les différentes chaînes opératoires des premiers grands bronzes antiques, et de discuter d'une éventuelle origine commune pour ces techniques.

La troisième partie « Pourquoi tant de plomb ? » interroge la raison pour laquelle la plupart des objets présentés dans les deux premières parties ont été élaborés à partir de métaux cuivreux dans lesquels le plomb a été ajouté en très forte quantité. Une hypothèse a souvent été proposée, mais jamais justifiée : les forts ajouts de plomb faciliteraient les opérations de fonderie, en particulier dans le cas de la fonte à la cire perdue, en améliorant la coulabilité des alliages cuivreux. À partir d'un état des connaissances en science des matériaux et d'une étude critique de résultats expérimentaux déjà obtenus en archéométallurgie, un étonnant

[2] Dans ce travail, j'emploierai l'expression « Proche-Orient ancien » dans son acception la plus large (Potts, 2012). Cet espace géographique comprenant le Levant, la Mésopotamie, l'Anatolie, l'Egypte, la zone indo-iranienne, la péninsule Arabique et la partie méridionale de l'Asie centrale.

paradoxe apparaît : les alliages cuivreux à fort taux de plomb se classent parmi les alliages à long intervalle de solidification, qui en métallurgie moderne sont réputés posséder une mauvaise coulabilité. Cela nous a conduits à concevoir de nouveaux protocoles de test et à réaliser de nouvelles simulations expérimentales, pour définir les conditions bien particulières dans lesquelles le fort ajout de plomb améliore effectivement et de façon très spectaculaire la coulabilité des alliages cuivreux.

Première partie : de l'invention de la fonte à la cire perdue aux premières grandes statues (5e-2e millénaire av. J.-C.)



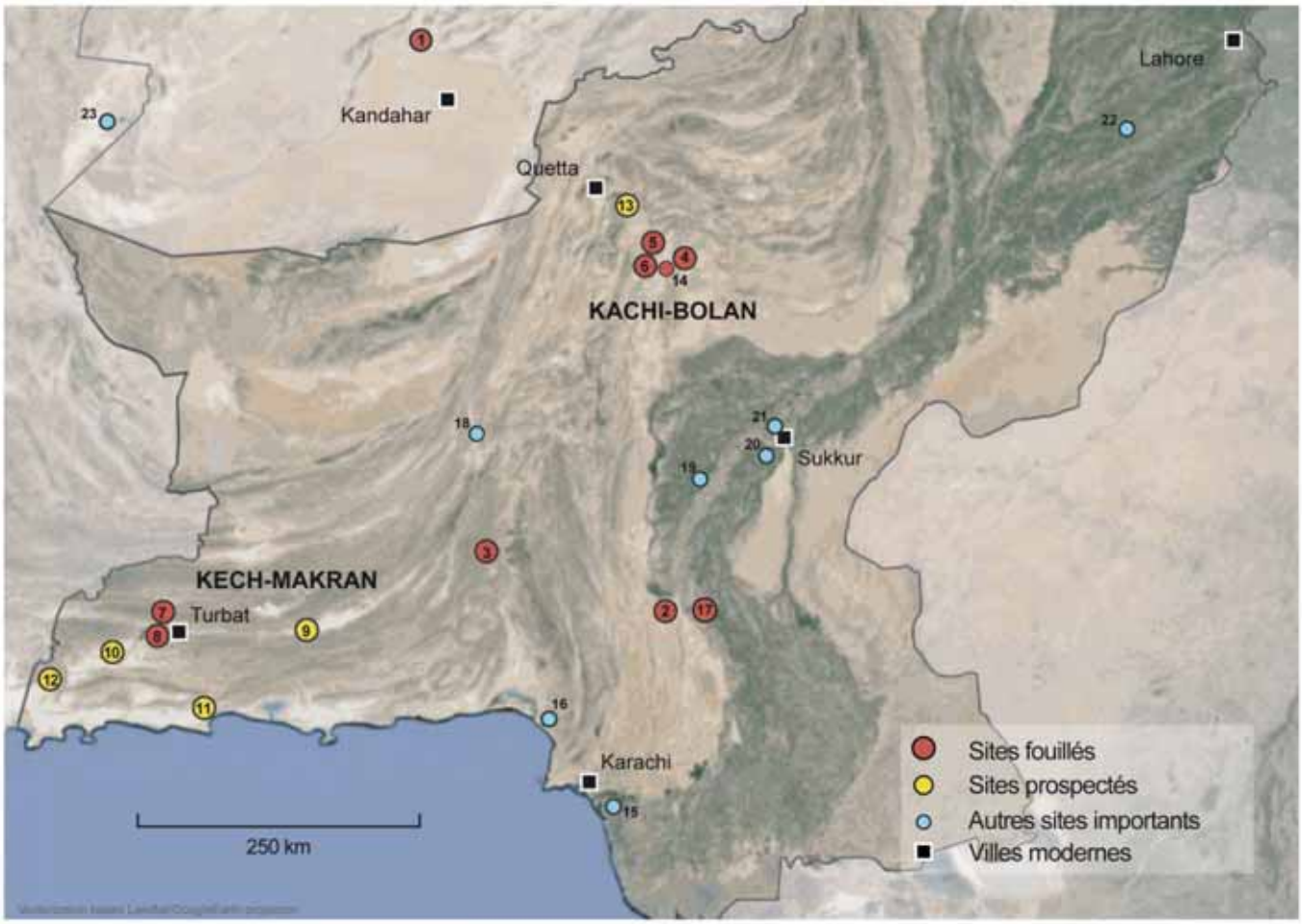
Cette première partie examine la question de l'invention et de la diffusion du procédé de fonte à la cire perdue. Nous avons en effet découvert une petite série d'objets qui témoignent de l'adoption extrêmement précoce de cette technique lors de l'étude du mobilier métallique du site de Mehrgarh (Balochistan, Pakistan, fin du 5e - début du 4e millénaire). En élargissant cette enquête à l'ensemble du mobilier métallique recueilli par les missions archéologiques françaises au Balochistan[3], nous avons constaté que la fonte à la cire perdue a conservé une place particulière et reste un support privilégié d'innovations techniques pendant toute la période d'occupation de ces sites, c'est-à-dire jusqu'au début du 2e millénaire. Par ailleurs, nous avons mis en évidence l'existence d'un marqueur chimique associé à l'utilisation de la cire perdue au Balochistan : pour ces périodes qui précèdent l'adoption du bronze (cuivre+étain), un alliage particulier, le cuivre au plomb, était exclusivement réservé à la fabrication de ces objets. En utilisant ce marqueur chimique, nous avons cherché à suivre la diffusion de cette innovation technique majeure, ce qui nous a amené à considérer un territoire beaucoup plus étendu, puisqu'il couvre l'ensemble une très grande partie du Proche-Orient ancien. Cela nous a de plus permis de mettre en exergue une question primordiale, celle de l'avènement de la grande statuaire métallique dans le cours du 3e millénaire av. J.-C. (Mésopotamie et Égypte).

Le premier chapitre ne sera pas consacré à la fonte à la cire perdue, mais à la présentation du résultat totalement inédit des analyses élémentaires réalisées sur la collection des objets métalliques découverts par la Mission Archéologique de l'Indus et par la Mission archéologique française au Makran pour une période s'étendant du 7e au 2e millénaire av. J.-C. (sites de Mehrgarh, Nausharo, Miri Qalat et Shahi Tump). Ce préliminaire est indispensable : les premières fontes à la cire perdue ne peuvent pas être présentées sans dresser au préalable la séquence métallurgique d'une région aux confins du monde indo-iranien et dont on ne savait rien, alors qu'elle s'avère occuper une place fondamentale dans l'Histoire de la métallurgie.

[3] Nous adopterons dans ce travail l'orthographe « Balochistan », qui est celle employée par les missions archéologiques francaises ; l'orthographe « Baloutchistan » est également fréquente en langue française.

Le second chapitre livrera en détail les résultats de l'étude technologique d'objets sélectionnés parmi les plus anciennes fontes à la cire perdue découvertes au Balochistan : nous constaterons notamment que l'importance accordée à cette technique se mesure non seulement au travers du statut symbolique particulier des objets, mais également par une sophistication toujours croissante dans la mise en œuvre du procédé de fabrication.

Le troisième et dernier chapitre étudiera la question de l'emprunt de la technique de la fonte à la cire perdue et de son éventuel refus, à l'échelle du Proche-Orient ancien. Nous verrons que la cire perdue a connu une diffusion très large, forte d'ailleurs d'un succès qui ne s'est jamais démenti depuis son invention. Nous verrons aussi que cette diffusion s'est parfois accompagnée d'adaptations locales, en particulier pour ce qui concerne la nature de l'alliage constitutif de l'objet. Nous discuterons enfin le cas de la réalisation des premières statues métalliques de taille humaine. En effet, il se trouve que les statues correspondantes ont non seulement été créées en des lieux et lors d'une phase historique très particulière du 3e millénaire, mais de plus que la cire perdue n'a pas systématiquement été choisie pour la fabrication de ces objets très spectaculaires.



Mission archéologique de l'Indus (M.A.I.)

1. Mundigak
2. Amri
3. Nindowari
4. Pirak
5. Mehrgarh
6. Nausharo
13. Kirta
14. Lal Shah, Damboli, Dauda Damb, Sibri, Shah Ghair
17. Chanhu-daro

Mission archéologique française au Makran (M.A.F.M.)

7. Miri-Qalat
8. Shahi-Tump
9. Kulli
10. Panodi
11. Sotka Koh
12. Sutkagen Dor

Autres sites archéologiques importants

15. Allahdino
16. Balakot
18. Sohr Damb
19. Mohenjo Daro
20. Kot Diji
21. Lakhan-jo Daro
22. Harappa
23. Shahr-i-Sokhta

Figure 7 : principaux sites préhistoriques du Balochistan ancien. Les objets métalliques nouvellement analysés proviennent pour l'essentiel de Mehrgarh, Nausharo, Miri Qalat, Shahi Tump et Mundigak (1,5-8).

(adapté d'après Didier & Sarmiento Castillo, 2014)

Chapitre 1 : la séquence métallurgique du Balochistan ancien (7e - début 2e millénaire av. J.-C.)

1. Contexte archéologique du Balochistan ancien

Les objets ont été découverts lors des campagnes effectuées par deux missions archéologiques françaises distinctes, mais opérant toutes deux au Balochistan pakistanais. Il s'agit d'une part de la Mission Archéologique de l'Indus (M.A.I.) qui focalise ses recherches au nord de la plaine de Kachi et dans le Bassin de la Bolan –cette mission était dirigée par J.-F. Jarrige, et d'autre part de la Mission archéologique française au Makran (M.A.F.M.), au Sud-Ouest du Balochistan –mission qui était quant à elle dirigée par R. Besenval puis par V. Marcon[4]. Enfin, nous avons complété le corpus par une série d'objets découverts dans les années 1950 lors de la fouille de Mundigak (région de Kandahar en Afghanistan, près de la zone frontière du Balochistan.) par J.-M. Casal (Figure 7).

Le secteur de Kachi-Bolan est situé au débouché du col de Bolan, une des principales voies de communication entre l'Afghanistan méridional, l'Iran de l'Est, et la vallée de l'Indus. Cette région de piémont se situe à la bordure occidentale de la vallée de l'Indus qui a vu, vers 2500 avant notre ère, se développer la première grande civilisation urbaine du sous-continent indo-pakistanais, la civilisation de l'Indus, contemporaine de celles de Mésopotamie et de l'Égypte de l'ancien empire. Les objets métalliques de la région de Kachi-Bolan proviennent pour la plupart de la fouille de Mehrgarh et Nausharo, les deux sites archéologiques les plus importants du secteur. La fouille de ces deux sites a révélé une occupation protohistorique continue sur plus de 6000 ans, depuis le début du 8e millénaire jusqu'au début du 2e millénaire av. J.-C (Jarrige, 1996, 2008, 2013). La plaine de Kachi forme en effet un environnement particulièrement favorable à l'occupation humaine : eau en

[4] La direction de ces deux missions est désormais assurée par Aurore Didier (UMR7041 ArcScan), les travaux de terrain sont arrêtés, mais d'importants projets de publication sont en cours malgré le décès brutal et quasi-simultané de J.-F. Jarrige et R. Besenval à l'automne 2014.

permanence et sols arables de grande qualité. L'analyse des restes faunistiques et floristiques a de fait montré que l'agriculture et le pastoralisme constituaient la base de l'économie de subsistance de la région, dès les premiers temps de l'occupation du site de Mehrgarh. Les objets qui ont été analysés dans le cadre de ce travail couvrent la totalité des périodes représentées à Mehrgarh et Nausharo, depuis le Néolithique acéramique jusqu'à la fin de la période de l'Indus[5]. Dans la plupart des cas, les objets sont précisément situés en contexte stratigraphique, ce qui confère à la collection un intérêt exceptionnel : à l'échelle de l'Asie du Sud, cette série est la seule à ouvrir la possibilité d'étudier l'évolution de la métallurgie sur une séquence chronologique aussi longue (Figure 8).

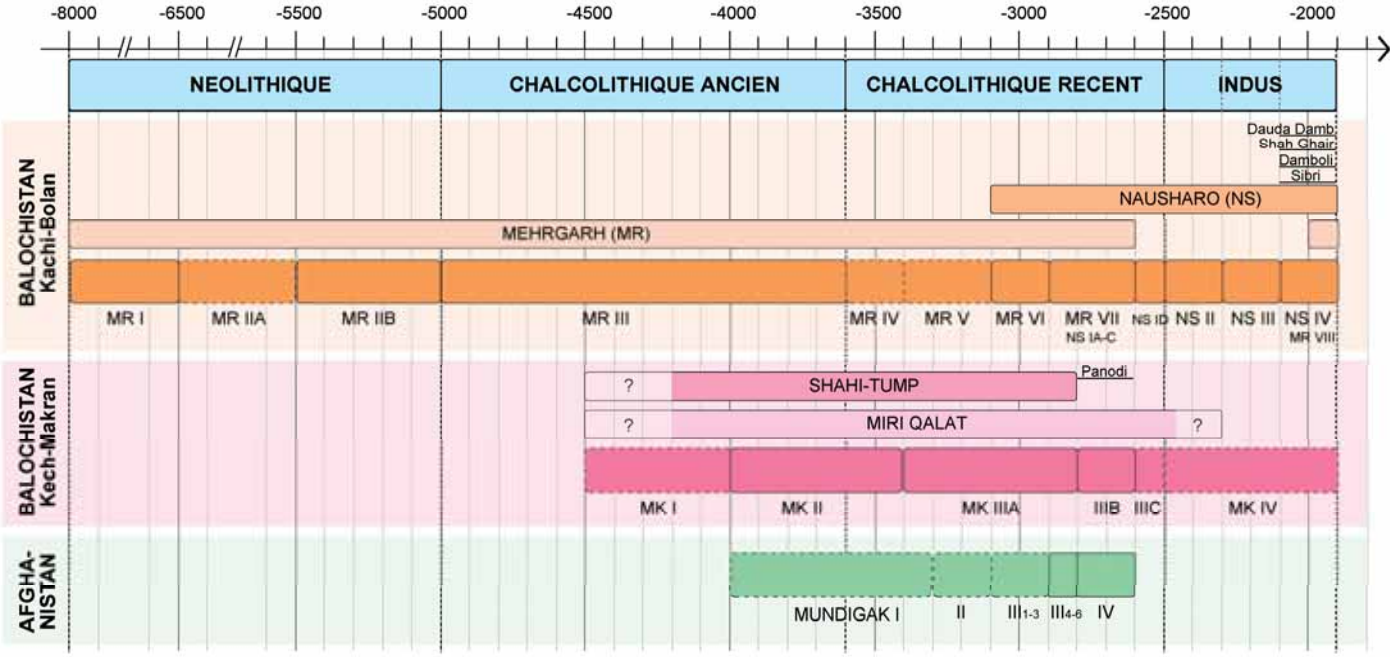


Figure 8 : périodisation et chronologie des sites pour lesquels des analyses d'objets métalliques ont été effectuées (Kachi-Bolan, Kech-Makran, Afghanistan). Les cases entourées de pointillés correspondent aux périodes où la métallurgie est non documentée dans ce travail.

Compilé à partir de : Kachi-Bolan (Jarrige et al., 1995; Jarrige, 1996, 2008, 2013; Jarrige et al., 2013) ; Kech-Makran (Besenval, 2005; Didier & Mutin, 2013) ; Mundigak (Barthélemy de Saizieu et al., 1993; Besenval, 2005) et (Didier & Sarmiento Castillo, 2014).

Le secteur du Kech-Makran est resté l'une des régions les moins bien connues de l'Asie méridionale jusqu'aux travaux de terrain de la Mission française dirigée par R. Besenval (1987-2007). Localisé au sud-ouest du Balochistan pakistanais, ce territoire de 250 km de long sur 150 km de large, traditionnellement

[5] Quelques objets découverts sur de petits sites situés à quelques kilomètres de Nausharo complètent la collection (Damboli, Sibri, Shah Ghair et Dauda Damb), tous datés de la 3e période de l'Indus (NS IV - MR VIII).

associé à l'ancienne « Gédrosie » et à la « côte des Ichtyophages » des sources textuelles classiques, est longtemps resté en marge du développement de la recherche archéologique. La MAFM a centré l'essentiel de ses activités sur la période protohistorique, avec la fouille des sites de Miri Qalat et de Shahi-Tump (Besenval, 2005). Les objets métalliques ont en majorité été découverts dans les niveaux du Chalcolithique ancien et du Chalcolithique récent de ces deux sites (4000-2800 av. J.-C.). Les objets métalliques postérieurs (période IIIB) sont en revanche totalement absents, car si les niveaux correspondants existent bel et bien à Miri Qalat, ils sont restés inacessibles en raison de la présence d'une forteresse islamique les recouvrant. On sait aussi que cette période IIIB correspond à l'occupation protohistorique la plus importante du Kech-Makran. Les données collectées sur les sites pillés de la plaine de Dasht, située à l'ouest de la vallée de la Kech, ne laissent d'ailleurs que peu de doute sur la production et l'usage de nombreux objets métalliques durant la période IIIB. Nous avons donc cherché à compléter la séquence en analysant les objets métalliques datés de la période IIIB et découverts lors de la prospection des nécropoles du Dasht. Malheureusement, la corrosion est tellement importante que seuls deux objets découverts à Panodi ont donné des résultats exploitables. En dépit d'une séquence chronologique beaucoup plus courte que dans le secteur Kachi-Bolan, l'intérêt du Kech-Makran reste néanmoins tout aussi exceptionnel. Les objets métalliques, ainsi que l'ensemble de la culture matérielle, témoignent de l'existence de liens multiples et complexes avec les populations anciennes du sud-est du Plateau iranien, de la vallée de l'Indus, de l'Asie centrale et de la péninsule d'Oman. La périodisation établie à Miri Qalat et Shahi-Tump constitue par conséquent une référence majeure pour le sud-ouest du Pakistan et, par extension pour l'archéologie de l'ensemble des régions indo-iraniennes (Figure 8).

Tout comme les sites du Kech-Makran, Mundigak se place à l'interface de plusieurs aires culturelles durant la période protohistorique : culture du Hilmand dans le sud-est iranien, monde centrasiatique au nord et aire culturelle du Balochistan pakistanais au sud-est. Le site est cependant localisé beaucoup plus au nord, dans la partie afghane du Balochistan (Figure 7). L'histoire de Mundigak, d'abord un village puis vaste agglomération, s'étend sans discontinuité sur plus d'un millénaire (Figure 8). La période IV correspond à la phase d'extension maximale du

site. Les études réalisées sur le mobilier de Mundigak ont montré l'existence d'intenses relations avec l'Asie centrale. Dès sa phase ancienne, Mundigak se place dans la mouvance culturelle du Balochistan et de la bordure occidentale de l'Indus (Jarrige, 1986; Barthélemy de Saizieu, *et al.*, 1993). Une série exceptionnelle d'objets métalliques a été découverte dans les niveaux de la période IV, contemporaine de la fin du Chalcolithique récent au Balochistan (2800-2600 av. J.-C.). Etant donné que les objets métalliques provenant de contextes stratifiés sont quasiment absents pour cette période au Kech-Makran, la série de Mundigak pallie cette absence et fournit par la même occasion des comparaisons pertinentes avec le mobilier du secteur Kachi-Bolan. Par ailleurs, une hache et une pointe de lance datées de la période III_6 (2900-2800 av. J.-C.) ont été ajoutées à l'échantillon. La hache avait en particulier été analysée à l'époque de sa découverte par le laboratoire national d'essais du CNAM, et les résultats faisaient état de l'utilisation d'un bronze à 5% d'étain (Casal, 1961, p. 244). L'utilisation du bronze pour une période aussi précoce n'ayant pas manqué d'attirer l'attention des archéométallurgistes, cette hache est depuis régulièrement citée comme étant l'un des plus anciens bronzes d'Asie (Berthoud *et al.*, 1982, p. 50; Stech & Pigott, 1986, p. 47; Pigott, 1999, p. 87; Thornton *et al.*, 2002, p. 1452). Il nous a semblé important d'analyser à nouveau ces deux objets, d'une part pour vérifier le résultat qui avait été obtenu, et d'autre part pour disposer de données plus complètes, notamment en ce qui concerne la composition en éléments en traces.

2. Protocole d'étude des objets métalliques

Les trois secteurs que nous venons de présenter ont livré un total dépassant le millier d'objets métalliques, datés du milieu du 7e au début du 2e millénaire avant notre ère, ce qui ouvre la possibilité d'étudier une séquence métallurgique longue de plus de 4500 ans ! L'étude de ces artefacts permet ainsi pour la première fois de proposer un aperçu de l'évolution des techniques métallurgiques et des stratégies d'approvisionnement en métal du Balochistan pré et protohistorique. La forte corrosivité des sols a cependant compliqué l'étude, tout particulièrement pour les objets des périodes les plus anciennes. Ainsi, si l'étude archéométallurgique a

concerné une sélection de plus de 200 objets, seules 157 analyses de composition élémentaire du métal ont pu être obtenues.

Les quelques objets métalliques du Néolithique et du Chalcolithique ancien de Mehrgarh (MR I à MR III) sont tous trop corrodés pour obtenir la composition élémentaire initiale du métal, de sorte que seuls des examens technologiques ont été effectués, en exploitant observations visuelles et radiographie de rayons X. Au vu de l'importance de ce mobilier métallique, puisqu'extrêmement ancien et pratiquement sans équivalent à l'échelle des régions indo-iraniennes et même de toute l'Asie du sud, les observations ont été complétées pour quelques objets par des coupes métallographiques. L'objectif principal de l'examen métallographique de ces objets intégralement minéralisés était d'aller aussi loin que possible dans la compréhension des techniques métallurgiques mises en œuvre. En somme, nous avons tenté de déduire la composition élémentaire initiale du métal et ses propriétés par l'étude de la nature et de la structure des produits de corrosion qui se sont formés.

Pour ce qui concerne les données de composition élémentaire du métal, la séquence pour laquelle nous disposons de résultats quantitatifs s'ouvre avec le mobilier découvert dans les tombes de Shahi-Tump datées de la fin du Chalcolithique ancien (MK II). Ces objets sont en effet relativement massifs, ce qui a permis de prélever des échantillons non altérés par micro-forage au moyen d'une perceuse de précision équipée de forets en acier rapide HSS de 1 mm de diamètre. Le même protocole de prélèvement a été appliqué aux objets du Chalcolithique récent et des périodes de l'Indus de l'ensemble des sites. Etant donné que les sols de la plaine de Kachi et de la plaine du Dasht sont extrêmement salins, même de grands objets (burins, herminettes, pointes de lance, haches) sont parfois totalement minéralisés, conduisant à des prélèvements inexploitables.

Pour les prélèvements ayant permis de collecter un minimum de 10 mg de copeaux métalliques sains, les analyses ont été effectuées par spectrométrie d'émission atomique par torche à plasma à couplage inductif (ICP-AES : Inductively Coupled Plasma Atomic - Emission Spectroscopy) au C2RMF. Nous avons favorisé autant que possible cette technique étant donné sa grande justesse (env. 5%) et sa très grande sensibilité (10 à 100 ppm dans le métal, c'est-à-dire capable de

détecter des teneurs de l'ordre de 0.001 %) : 107 objets ont été analysés de cette façon. Pour chaque prélèvement, les copeaux ont été mis en solution dans l'eau régale (mélange concentré d'acides chlorhydrique et nitrique permettant de dissoudre tous les métaux). Les solutions obtenues ont été nébulisées dans le plasma d'argon produit par l'ICP-AES, ce qui provoque une émission atomique dans l'ultraviolet et le visible qui est mesurée : 29 éléments chimiques sont ainsi simultanément dosés (pour plus de détails sur le protocole analytique par ICP-AES utilisé au C2RMF, consulter Mille & Bourgarit, 2000; Bourgarit & Mille, 2003).

En examinant sous stéréomicroscope certains prélèvements fortement affectés par la corrosion, nous avons été en mesure d'isoler quelques copeaux non altérés. Généralement, la quantité de matière n'était pas suffisante pour réaliser leur analyse par ICP-AES. En conséquence, ces copeaux ont été analysés par PIXE (Particle Induced X-ray Emission) sur l'accélérateur de particules AGLAE (Accélérateur Grand Louvre d'Analyses Elémentaires) du C2RMF (Dran *et al.*, 2000). Cela a permis d'ajouter 46 analyses supplémentaires. Toute aussi juste que l'ICP-AES mais moins sensible (limite de détection de l'ordre de la centaine de ppm, soit 0.01%), la technique PIXE a permis de détecter les principales impuretés du métal et de doser les éléments majeurs dans le cas éventuel d'alliages.

Enfin, cinq analyses effectuées par DCP-AES (Direct Current Plasma – Atomic Emission Spectroscopy) sur des objets de Mundigak au C2RMF dans le cours des années 1970 et restées depuis inédites ont été intégrées. Cette technique est analogue à l'ICP-AES, mais de sensibilité moindre, se situant entre le PIXE et l'ICP-AES.

Des tests réalisés au C2RMF sur des matériaux de référence certifiés et sur des prélèvements d'alliages cuivreux anciens ont montré la très bonne intercalibration des trois techniques (Bourgarit & Mille, 2003, 2014).

Le détail des analyses élémentaires par sites et par techniques est donné ci-dessous (Tableau 1) ; pour le résultat complet de ces analyses, se reporter à l'annexe A.

ZONE	Site	ICP-AES	PIXE	DCP-AES	TOTAL
Kachi-Bolan	**Mehrgarh**	11			**11**
Kachi-Bolan	**Nausharo**	51	41		**92**
Kachi-Bolan	**Damboli**		1		**1**
Kachi-Bolan	**Dauda Damb**	1	1		**2**
Kachi-Bolan	**Shah Ghair**		2		**2**
Kachi-Bolan	**Sibri**	2	1		**3**
Kech-Makran	**Miri Qalat**	1			**1**
Kech-Makran	**Shahi-Tump**	21			**21**
Kech-Makran	**Gholam-i Jump / Sabzi Jump**	2			**2**
Afghanistan	**Mundigak**	17		5	**22**
TOTAL		**106**	**46**	**5**	**157**

Tableau 1: décompte des objets métalliques analysés provenant des fouilles françaises au Balochistan.

3. Les premiers objets métalliques de Mehrgarh (Néolithique et Chalcolithique ancien, -8000 / -3600 av. J.-C.)

Dans cette partie, les plus anciens objets métalliques découverts à Mehrgarh seront précisément remis en contexte, et lorsque des analyses ont été effectuées, les résultats seront également présentés. Il nous a semblé en effet important de rassembler le maximum d'information autour de ces objets jamais étudiés en tant que tel, pour lesquels les données sont relativement éparses, provenant parfois de la consultation de carnets de fouille inédits. Pour la petite série d'amulettes du Chalcolithique ancien, seul le contexte archéologique sera indiqué. Les amulettes en question ont toutes été fabriquées par fonte à la cire perdue, on se reportera donc au chapitre qui leur est consacré pour le détail des résultats de l'étude archéométallurgique (cf. Chapitre 2 : invention et adoption de la fonte à la cire perdue au Balochistan).

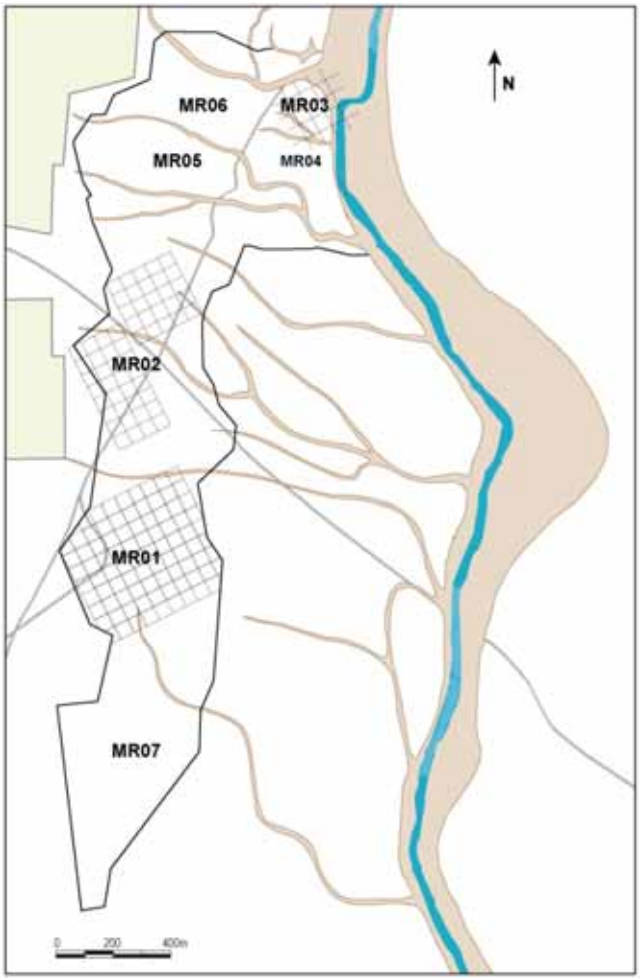


Figure 9 : le site de Mehrgarh, dont localisation des implantations du Néolithique (MR3) et du Chalcolithique ancien (MR2). Le tracé actuel de la Bolan a largement entaillé le site néolithique.

(d'après Jarrige, et al., 2013, figure 4)

3.1. Les perles du Néolithique acéramique (-8000 / -6500 av. J.-C.)

À Mehrgarh, le gisement néolithique MR3 est un tertre d'une dizaine d'hectares de superficie (Figure 9). Première occupation de ce site, il constitue aussi le plus ancien établissement sédentaire du sous-continent indo-pakistanais. Il se divise en deux séquences principales (Figure 10), une phase Néolithique acéramique (MR I), et une phase Néolithique céramique (MR IIA et MR IIB).

Le Néolithique acéramique (MR I) est documenté par une impressionnante séquence stratigraphique de 7 mètres d'épaisseur. Cette zone, fouillée dans un premier temps entre 1974 et 1985, a récemment été réévaluée par le biais de quatre campagnes de fouilles (1997-2000), ce qui a permis de redéfinir de façon beaucoup plus précise la séquence stratigraphique (Jarrige*, et al.*, 2013). Neuf niveaux d'architecture ont été mis en évidence et 77 maisons quadrangulaires en briques crues ont été dégagées. Neuf niveaux de cimetières sont intercalés entre ces niveaux d'habitats, pour un total de 315 tombes. Le très haut niveau de savoir-faire des populations vivant à Mehrgarh s'illustre dans de nombreux domaines. Les études anthropologiques ont par exemple apporté les preuves des plus anciens soins dentaires connus (Coppa *et al.*, 2006). Les tombes du cimetière du Néolithique acéramique contiennent un mobilier funéraire riche, varié, de très grande qualité esthétique, et qui fournit de précieuses indications sur les activités artisanales. Ce matériel funéraire inclut des objets utilitaires en pierre, en os ou en vannerie (empreintes de paniers bitumés), des figurines humaines ou animales en pierre ou en argile (parfois partiellement cuites), et surtout d'abondantes parures dont la qualité atteste du dynamisme d'artisans qui utilisent les ressources de régions éloignées notamment de nombreux coquillage marins, du lapis-lazuli, de la turquoise, de la stéatite et de la calcite (Barthélemy de Saizieu, 1994). Deux tombes du niveau acéramique 9, le plus récent de MR3, ont livré des perles en cuivre. Ces tombes sont datées vers 6500 av. J.-C., les objets métalliques découverts dans ces sépultures sont les plus anciens objets métalliques du site (Figure 11).

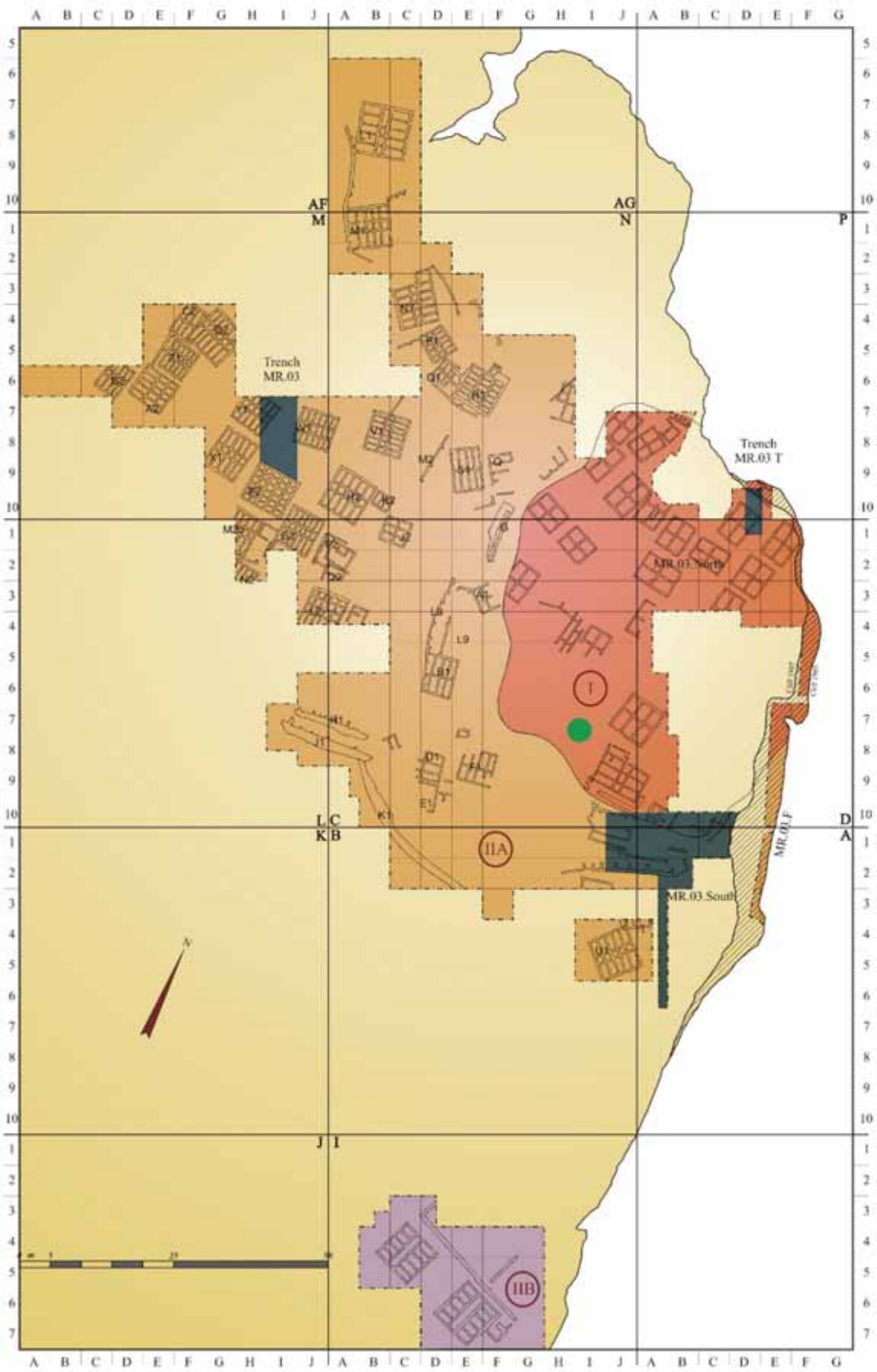


Figure 10 : plan du site néolithique MR3, périodes I, IIA et IIB. La zone où les perles métalliques ont été découvertes est figurée par un point vert.

(d'après Jarrige, et al., 2013, figure 4b)

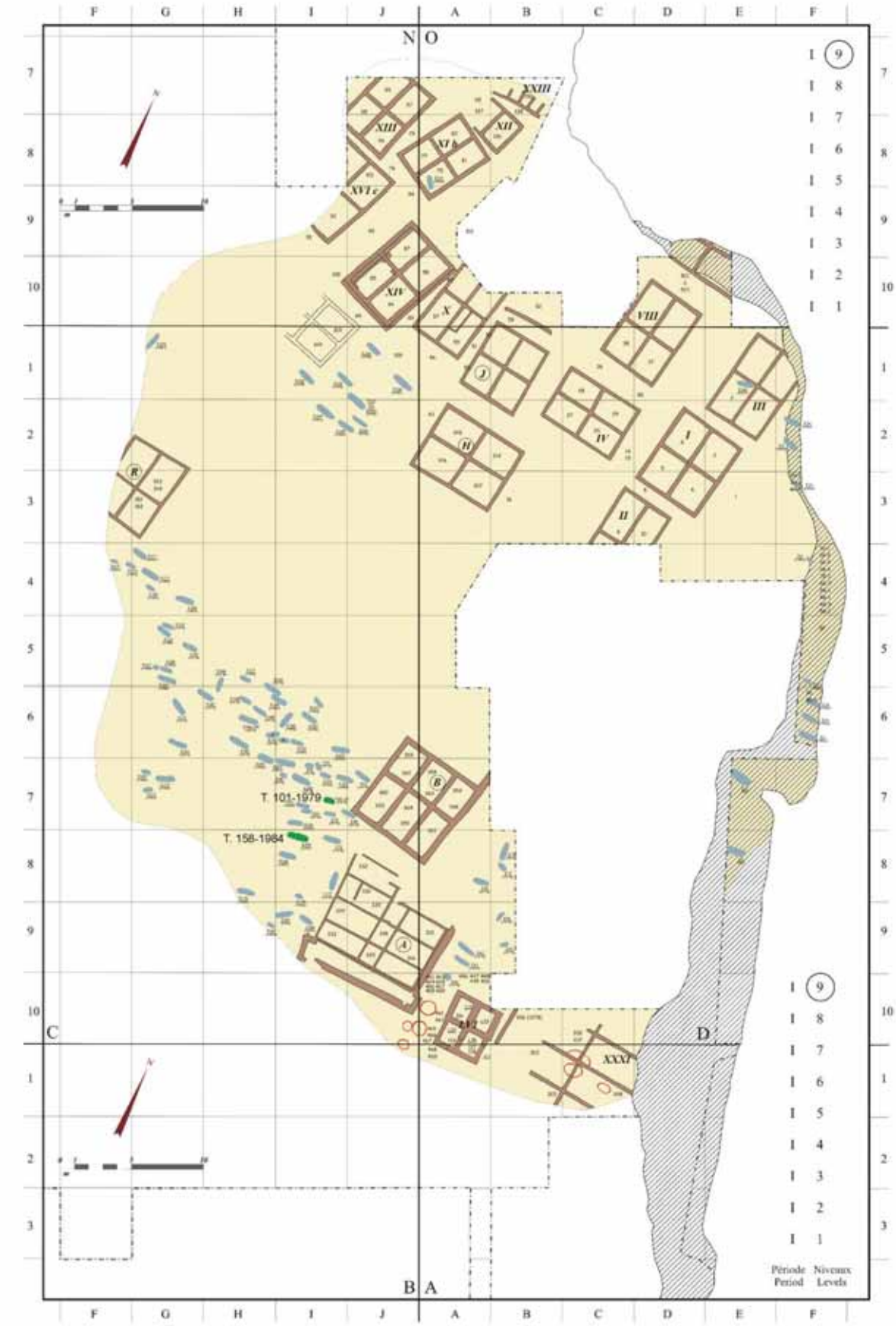


Figure 11 : MR3, période I, niveau 9. Les tombes 101-1979 et 158-1984 d'où proviennent les perles métalliques sont figurées en vert.

(d'après Jarrige, et al., 2013, figure 14)

3.1.1. La grande perle tubulaire de la tombe 101-1979

La tombe 101 a été fouillée en 1979 par Gonzague Quivron, elle fait partie du cimetière 9. Les tombes de ce cimetière ont été creusées dans le niveau d'occupation 9, alors que les constructions correspondantes étaient déjà abandonnées et en ruines. Le cimetière 9 est nettement plus vaste que ceux des phases précédentes, il occupait au moins 2000 m². C'est aussi celui qui comptait le plus grand nombre d'inhumés : 118 tombes ont été reconnues, auxquelles devaient s'ajouter d'autres tombes aujourd'hui détruites par l'érosion due aux fréquentes inondations de la Bolan, la rivière bordant le site (Jarrige*, et al.*, 2013, p. 132). Si l'on rapproche le mode d'édification des sépultures et la grande richesse du mobilier funéraire, il se dégage l'image d'une société particulièrement sophistiquée. La tombe 101-1979, comme pratiquement toutes celles du cimetière du Néolithique acéramique, est une sépulture en fosse avec chambre funéraire latérale fermée par un mur de briques crues, et dont les parois étaient teintées à l'ocre rouge (Figure 12). Toutes les tombes du cimetière 9 sont datées des alentours de 6500 av. J.-C.

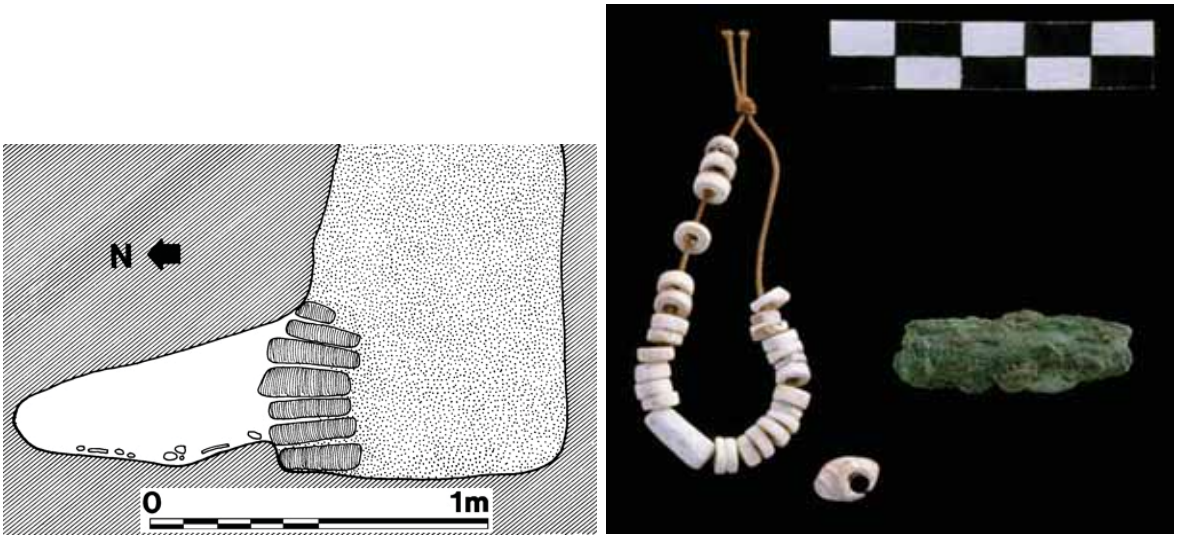


Figure 12 : À gauche : vue en coupe de la tombe 259-1999, section prise au niveau des pieds du défunt. La tombe 101-1979 a été édifiée de façon identique : une fosse profonde d'environ un mètre est creusée, au nord de laquelle une chambre sépulcrale est aménagée. Le défunt est ensuite déposé, tête à l'est, membres inférieurs en position fléchie et les supérieurs repliés mains placés devant le visage. Un mur de briques crues scelle ensuite la chambre, et la fosse d'accès est comblée. À droite : mobilier découvert dans la tombe 101-1979 : collier de perles en coquillage marin et perle tubulaire en cuivre.

À gauche : (d'après Jarrige, et al., 2013, fig. 115 p. 322).

À droite : © MAI, C. Jarrige.

Dans le cas présent, la tombe était orientée est-ouest, la tête du défunt était placée à l'est, la fosse d'accès et le muret de briques crues étant situé au sud (muret de 3 assises de briques crues, L 1,24 m, H 0,40 m). Malgré le très mauvais état de conservation de la tombe, les ossements en connexion anatomique d'un enfant ont été mis en évidence. Cet enfant était paré d'un collier en perles de coquillages marins : c'est la matière première de plus de 85 % des parures néolithiques de Mehrgarh (Barthélemy de Saizieu, 1994, p. 593). En plus de ce collier, une volumineuse perle en cuivre a été découverte sur l'un des fémurs de l'enfant (Jarrige*, et al.*, 1995, p. 246).

La perle en cuivre est de forme tubulaire, elle mesure 36 mm de longueur pour un diamètre faisant actuellement 11 mm (n° inv. MR.79.03.367.02, n° C2RMF FZ24427). La surface laisse apparaître un objet très fortement concrétionné et dégradé, et ayant une forte tendance à se desquamer (comparer la photographie prise au moment de sa découverte à celle de l'objet lorsqu'il est venu au C2RMF, Figure 12 et Figure 13). L'intérieur de la perle est intégralement rempli par les produits de corrosion.

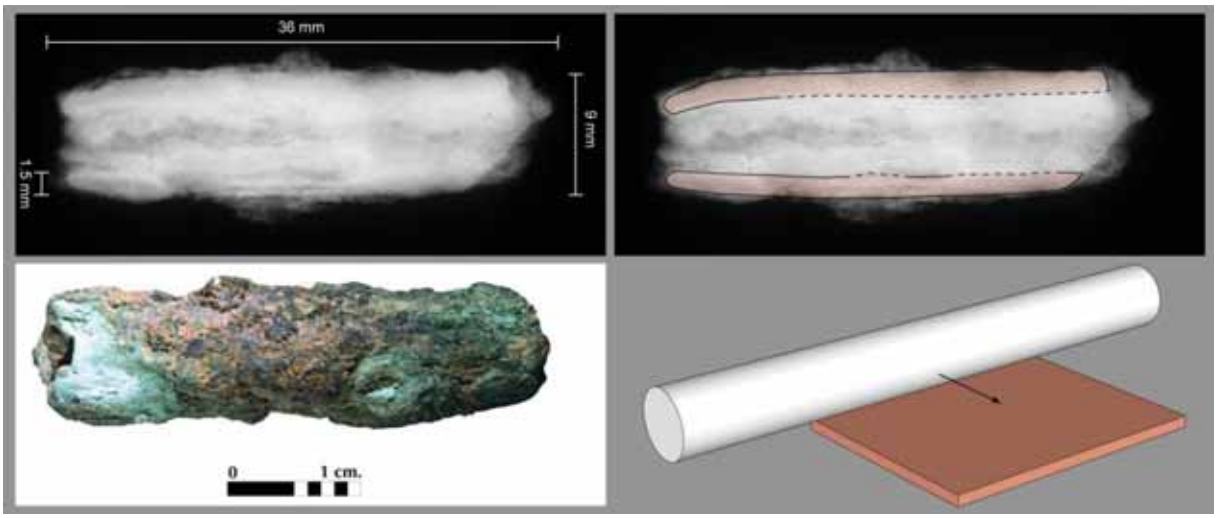


Figure 13 : En haut, radiographie X de la perle tubulaire en cuivre et shéma d'interprétation figurant la section originelle de la tôle d'après les limites originelles visibles sur la radiographie. En bas à gauche, photographie de l'objet au moment de sa radiographie. En bas à droite, dernière phase de la mise en forme de la perle tubulaire : enroulement de la tôle autour d'un axe cylindrique.

Radiographie © C2RMF, T. Borel ; photographie © C2RMF, D. Bagault

La radiographie X confirme tout d'abord que la perle n'a pas été constituée en taillant et perforant un bloc de malachite, mais qu'elle était initialement métallique. Malgré la corrosion, on reconnait encore l'aspect typique d'une fine tôle

de métal, et non celui d'un matériau débité et usiné. Cet examen confirme aussi que la corrosion du métal est extrême (Figure 13). La probabilité de trouver du métal sain est par conséquent quasi-nulle ; rappelons aussi que l'objet est par ailleurs absolument unique. Nous avons donc préféré ne pas effectuer de prélèvement et nous limiter à des examens technologiques non destructifs. Une observation attentive de la radiographie révèle, en dépit de la corrosion, des lignes horizontales grises qui dessinent assez clairement les limites originelles de l'objet. On peut déduire de ces lignes un certain nombre de mesures, qui montrent que l'objet a été mis en forme à partir d'une tôle métallique d'environ 1,5 mm d'épaisseur, et que le diamètre originel de la perle se situait autour de 9 mm de diamètre. Les bords de l'objet sont encore aujourd'hui relativement rectilignes, ce qui laisse penser que la longueur actuelle correspond à la longueur initiale (36 mm). Malheureusement, la forte altération ne permet pas d'observer le mode de jonction de la tôle. Cependant, la régularité de la forme, l'épaisseur assez importante de la tôle et l'absence apparente de superposition laisse penser que cette jonction se faisait bord contre bord (sur les différents types de jonction des bords d'une perle en tôle roulée, voir Cottiaux *et al.*, 2014, pp. 499-504). L'ensemble de ces observations permettent de reconstituer les dernières étapes de mise en forme de l'objet : elles ont consisté à enrouler par martelage une tôle de 1.5 mm d'épaisseur et de 36x28 mm de côté autour d'un axe cylindrique de 6 mm de diamètre (Figure 13). Le volume correspondant d'une telle tôle est de 1.5 cm^3, soit 13.5 g de cuivre. Il ne fait guère de doute que la perle a été élaborée à partir de cuivre natif (cf. § 5.1.1 p. 82). La fabrication de la perle tubulaire a donc nécessité un globule de cuivre natif d'une vingtaine de grammes, à partir duquel une tôle de 1.5 mm d'épaisseur a été préparée, sans doute par passes alternées de martelages et de recuits de recristallisation (voir p. 50). Un rectangle de 36x28 mm a été découpé dans cette tôle, puis a été roulé et martelé autour de l'axe circulaire précédemment décrit. Les chutes de découpe restantes ont éventuellement être réutilisées pour fabriquer de plus petites perles.

La meilleure comparaison pour cet objet est la perle tubulaire découverte à Ali Kosh dans la plaine du Deh Luran au Sud-Ouest de l'Iran (Khuzestan). Découverte lors de la fouille extensive du site effectuée en 1963, la perle est associée aux couches de démolition des bâtiments du niveau acéramique B2

(profondeur 380 cm, carré 63, in Hole *et al.*, 1969, p. 42). Ces niveaux étaient initialement datés vers 6500 av. J.-C., soit un âge équivalent à celui proposé pour la perle de Mehrgarh. Mais cette datation a récemment été revue en analysant par AMS le ^{14}C du collagène des ossements animaux découverts sur le site, et le niveau acéramique d'Ali Kosh est désormais résolument ancré dans la seconde moitié du 8e millénaire (Hole, 2000)[6]. La perle d'Ali Kosh est nettement plus petite que la perle de Mehrgarh (14 mm de longueur pour 5 mm de diamètre, Hole*, et al.*, 1969, p. 244), pour une tôle d'environ 1 mm d'épaisseur. Cela ne représente ici que 0.22 cm^3 de matière, soit 2 g de cuivre. La mise en forme de la perle apparaît plus grossière que pour la perle de Mehrgarh : la jonction se fait par fort recouvrement sur le bord long de la tôle (Smith, 1969). De ce fait, la section de la perle prend quasiment la forme d'une spirale. L'enroulement a quant à lui été mené autour d'un axe de section quadrangulaire, provoquant un net facettage. L'étude métallurgique de cet objet a été menée par C.S. Smith. Un examen radiographique et deux coupes métallographiques transversales ont été effectués (Figure 14).

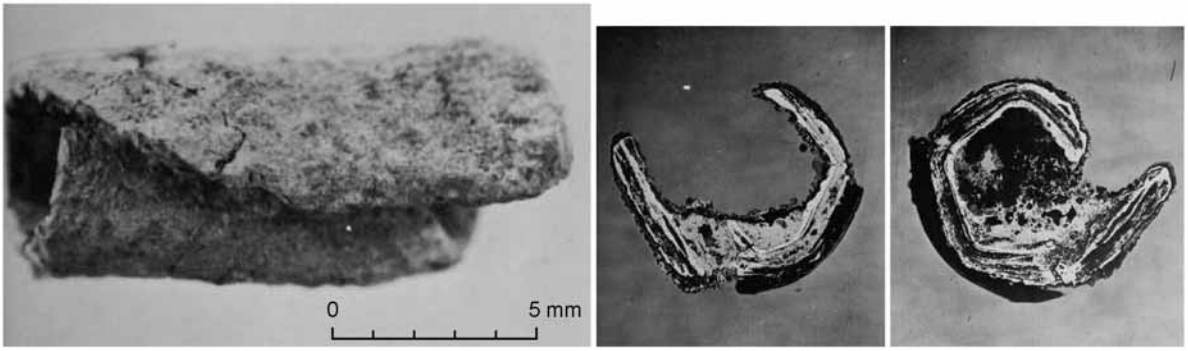


Figure 14 : perle d'Ali Kosh. À gauche, vue d'ensemble de la perle. À droite, coupes métallographiques transversales. Remarquer le métal totalement minéralisé, la jonction par fort recouvrement, et l'enroulement autour d'un axe de section quadrangulaire. Les trois images sont pour la première fois présentées avec une échelle, qui a été ajoutée à partir des informations données dans le texte de C.S. Smith.

(D'après Hole, et al., 1969 planche 42, photographies K. Clapp).

[6]Trois ossements de la phase Ali Kosh ont été datés, dont deux se rattachent au niveau B2 où la perle a été découverte (B-18723 et B-18724) :

B-18722 8110 +/- 80 soit 7347-6777 cal BC (prof 210-230),

B-18723 8490 +/- 90 soit 7716-7336 cal BC (prof 280-300),

B-18724 8110 +/- 80 soit 7577-7091 cal BC (prof 380-400).

Comme à Mehrgarh, le métal est intégralement minéralisé. L'examen des couches de corrosion conduisent l'auteur à conclure que la perle a été obtenue en découpant une tôle de cuivre à l'aide d'un outil tranchant et en la roulant sur elle-même, ladite tôle de cuivre ayant été préparée par martelage d'un nodule de cuivre natif. La microstructure initiale a totalement disparu, seul le feuilletage des produits de corrosion est observable, ce qui n'a pas permis de conclure sur l'éventualité de traitements thermiques de recuits associés au martelage (Smith, 1969).

Malgré une différence dans le module, la similarité des deux perles est frappante, d'autant plus que les contextes historiques de Mehrgarh et d'Ali Kosh sont singulièrement comparables : deux sites certes séparés par plus de 2500 km, mais qui se trouvent tous deux situés en piémont du Plateau iranien (de façon diamétralement opposée), et qui témoignent surtout d'une néolithisation très précoce[7]. Et dans les deux cas, les perles de cuivre sont à considérer comme des objets tout à fait exceptionnels.

Exceptionnels car à Mehrgarh, tout comme à Ali Kosh, le cuivre natif est une matière première exogène, qui nécessite la mise en place de contacts à très longue distance. La découverte de Mergarh renforce la proposition déjà formulée en 1969 par F. Hole et C.S. Stanley Smith : ce cuivre natif pourrait provenir du Plateau iranien central, où il se rencontre abondamment (cependant la proposition alors formulée d'une provenance Talmessi – Anarak, situé au centre géographique du Plateau, est désormais contestée, cf. *infra* p. 55). Mais les deux perles sont également exceptionnelles car elles témoignent de la maîtrise d'un nouveau savoir-faire : la mise en forme du métal en feuille (superficie supérieure à 10 cm² pour la perle de Mehrgarh, et un peu plus de 2 cm² pour Ali Kosh). Dans les deux cas, et même si l'état d'altération ne permet pas de le démontrer, cette mise en forme ne peut avoir été effectuée autrement que par passes alternées de martelage et de recuits de recristallisation. Le martelage provoque en effet un écrouissage du métal : il devient dur et fragile. Il est de fait impossible de fortement déformer le cuivre sans alterner le martelage par des phases de recuits. Nous y reviendrons en conclusion de ce chapitre (cf. § 5.1.1 p. 82), mais retenons déjà que la mise en

[7] La similarité des deux sites a été relevée à de nombreuses reprises, et s'illustre dans de nombreux domaines, voir par exemple la question des pratiques funéraires (Jarrige & Lechevallier, 1980).

forme du métal en feuille, même pour des surfaces de l'ordre de 2 à 10 cm² nécessite la mise au point de techniques métallurgiques spécifiques, et que la maîtrise de ces savoir-faire réclame un long apprentissage. Au vu de la rareté du cuivre, tant à Mehrgarh qu'à Ali Kosh, il serait surprenant que ces objets aient été mis en forme sur place. Mais cela n'enlève rien à leur valeur, bien au contraire. Il est plus vraisemblable que les deux perles ont été importées déjà manufacturées, en tant que bien à très forte valeur de signe.

3.1.2. Le bracelet de perles annulaires de la tombe 158-1984

La tombe 158-1984 est la seule autre sépulture de MR3 à avoir livré des objets en cuivre. Située à trois mètres au sud de la précédente (Figure 11), elle appartient elle aussi au niveau 9, c'est-à-dire la dernière phase du Néolithique acéramique. La tombe fait partie d'un petit groupe de sépultures fouillées en 1984 et particulièrement bien préservées (157, 158, 162, 163, 164, 165), se rattachant toutes à un même niveau caractérisé par un véritable sol riche en vestiges siliceux d'origine végétale (Jarrige*, et al.*, 1995, p. 467). La tombe 158-1984 est bâtie suivant le même principe que précédemment décrit : une fosse avec chambre latérale au nord, ici fermée par un muret de 6 assises conservées de briques crues (L=1.54 m). Fait relativement rare, il s'agit d'une tombe double : un adulte en position standard (158A : corps orienté est-ouest, crâne à l'est), et à ses pieds le squelette complet mais disloqué d'un enfant d'environ 18 mois (158B ; Figure 15).

Figure 15 : tombe double 158-1984. C'est au poignet de l'adulte 158A que le bracelet de 8 perles de cuivre a été découvert.

Photographie © MAI, C. Jarrige.

Il n'y a pas de mobilier associé à l'enfant. Les restes d'un panier bitumé ont été retrouvés au pied de l'adulte, ce panier était littéralement posé sur le squelette de l'enfant. L'adulte portait au poignet gauche le seul objet de parure : un bracelet fait de perles en cuivre. Le bracelet comprend huit petites perles de forme annulaire (n° inv. MR.84.03.158.01, n° C2RMF FZ24428). Dans leur état actuel de conservation, les perles pèsent en moyenne 0.13 g. Les perles ont toutes été radiographiées au C2RMF, et les clichés montrent sans ambigüité qu'elles ont été mises en forme à partir de petites bandelettes de métal enroulées (Figure 16). Seul un matériau pouvant se déformer plastiquement tel que le métal autorise une telle mise en œuvre. Comme pour la perle tubulaire de la tombe 101-1979, l'usage du cuivre métallique est donc bien attesté pour la réalisation de ces perles.

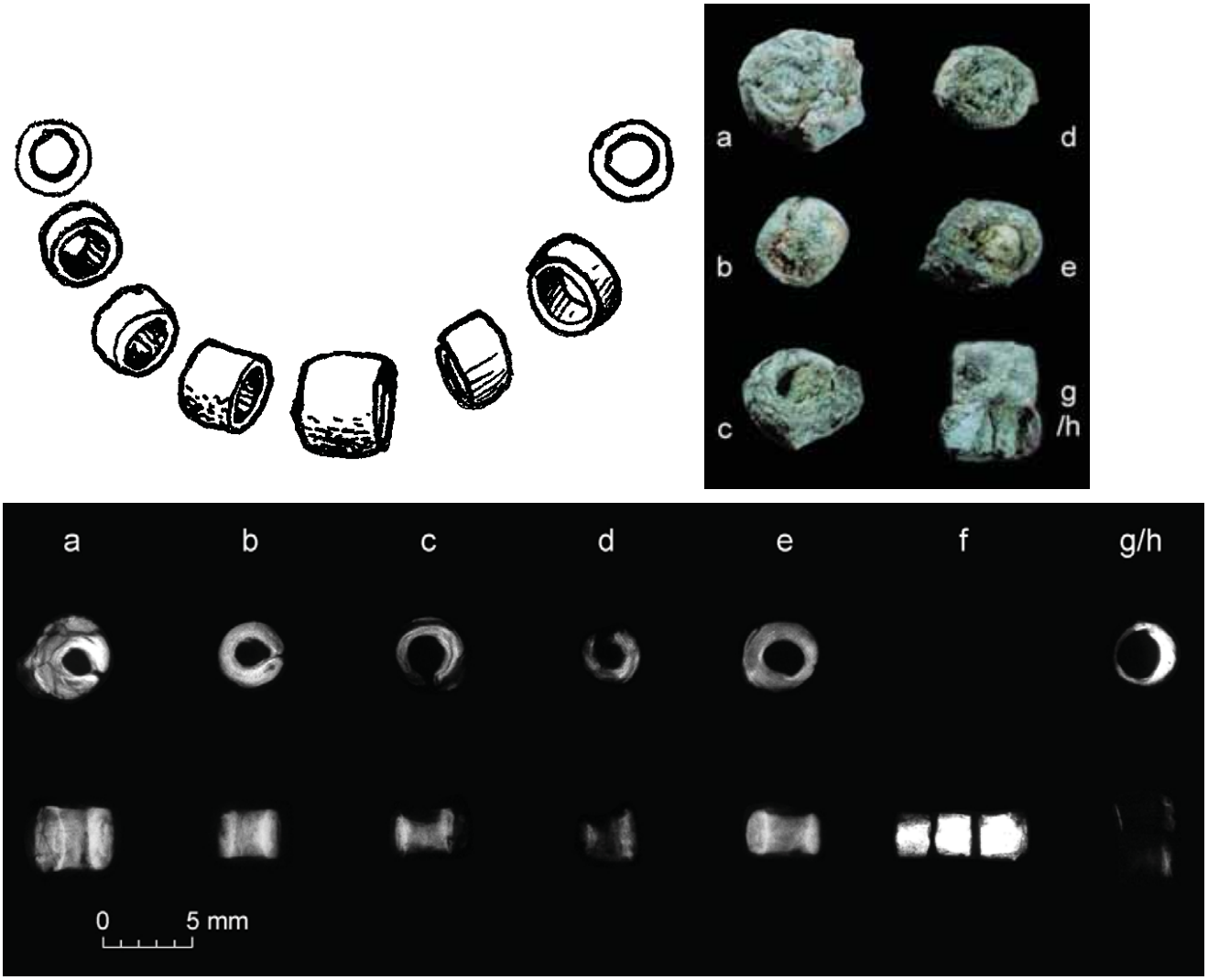


Figure 16 : en haut : dessin effectué au moment de la découverte des perles et photographie lors de leur venue au C2RMF. La perle f en 3 fragments lors de son étude n'a pas été photographiée. En bas : radiographie en vues de dessus (sauf pour f) et de face.

Dessin © MAI G. Tosello, photographies © C2RMF D. Bagault, radiographies © C2RMF T. Borel.

Les clichés radiographiques ont également révélé que les perles de cette tombe sont très fortement corrodées. L'aspect extérieur de la perle FZ24428b semblait néanmoins indiquer un objet mieux préservé, impression confortée par une densité radiographique assez forte et homogène. Nous avons donc choisi cette perle afin de préparer une coupe métallographique dans un plan perpendiculaire à l'axe d'enroulement, avec l'espoir de découvrir une zone métallique préservée, ce qui aurait permis d'étudier en détail l'histoire thermomécanique de l'objet et de déterminer la composition élémentaire du métal. Malheureusement, l'examen de la coupe au microscope optique en réflexion et au microscope électronique à balayage montre que le métal constitutif de la perle est complètement minéralisé (Figure 17 et Figure 18).

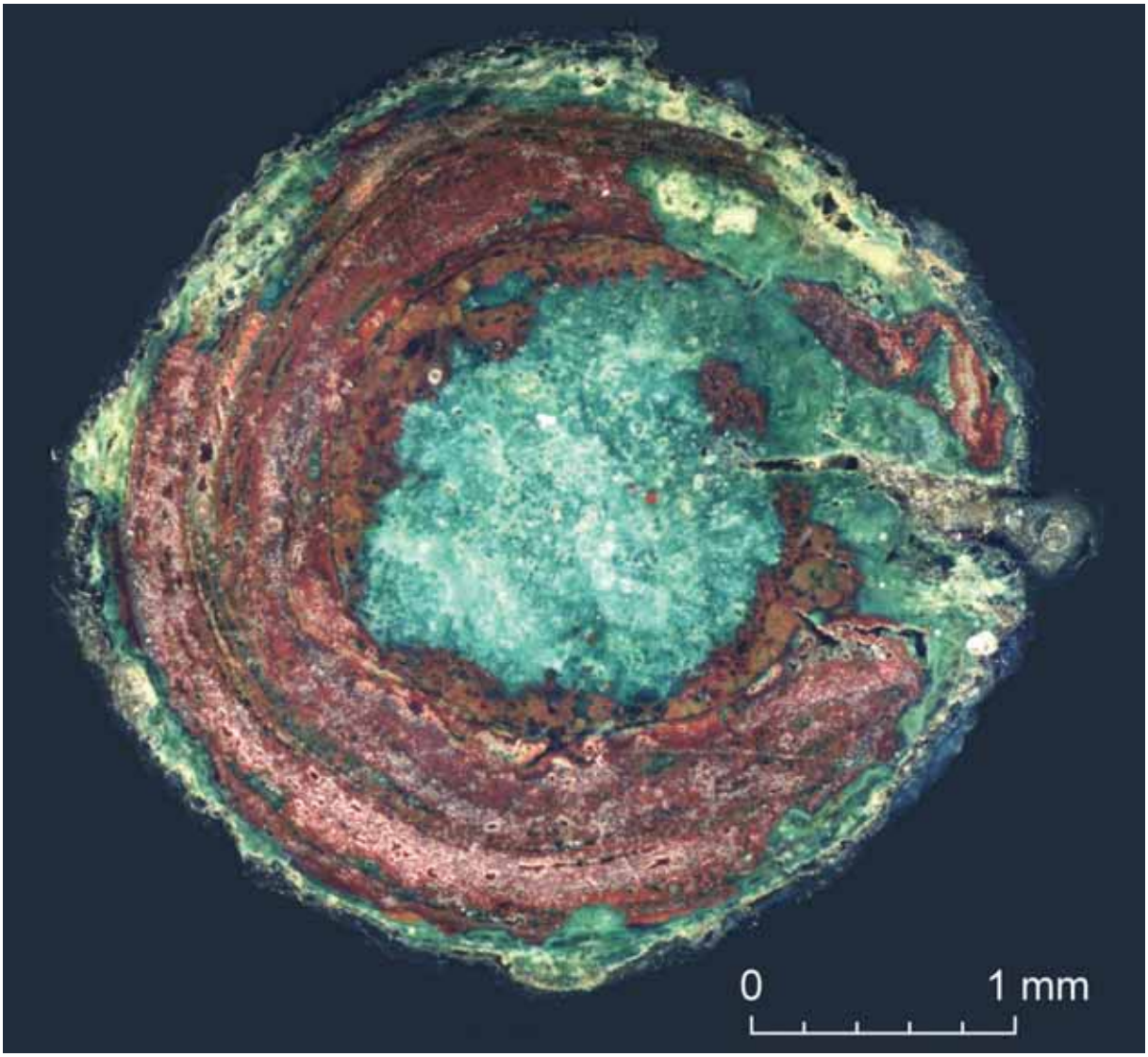


Figure 17 : vue d'ensemble de la coupe métallographique de la perle FZ24428b au microscope optique en réflexion / fond noir.

La combinaison de la cartographie élémentaire et des couleurs observées en microscopie optique permet l'identification des produits de corrosion. On distingue en particulier des oxydes cuivreux de type Cu_2O qui occupent le cœur du jonc de métal corrodé (de couleurs rouge et orange en microscopie optique), et des hydroxychlorures de cuivre, d'une part en périphérie de l'objet et d'autre part remplissant la lumière de la perle (de couleur verte, probablement de la clinoatacamite). L'épaisseur de la bandelette de métal valait environ 1 mm, sa mesure est déduite de la cartographie du silicium. On trouve en effet des grains riches en silice, issus du sol d'enfouissement, qui se sont concrétionnés sur l'objet et soulignent la surface d'origine (Figure 18 C). Aucun autre élément métallique que le cuivre n'a été détecté, hormis quelques paillettes d'argent métallique précipitées à l'interface des produits de corrosion internes et externes (Figure 18 E).

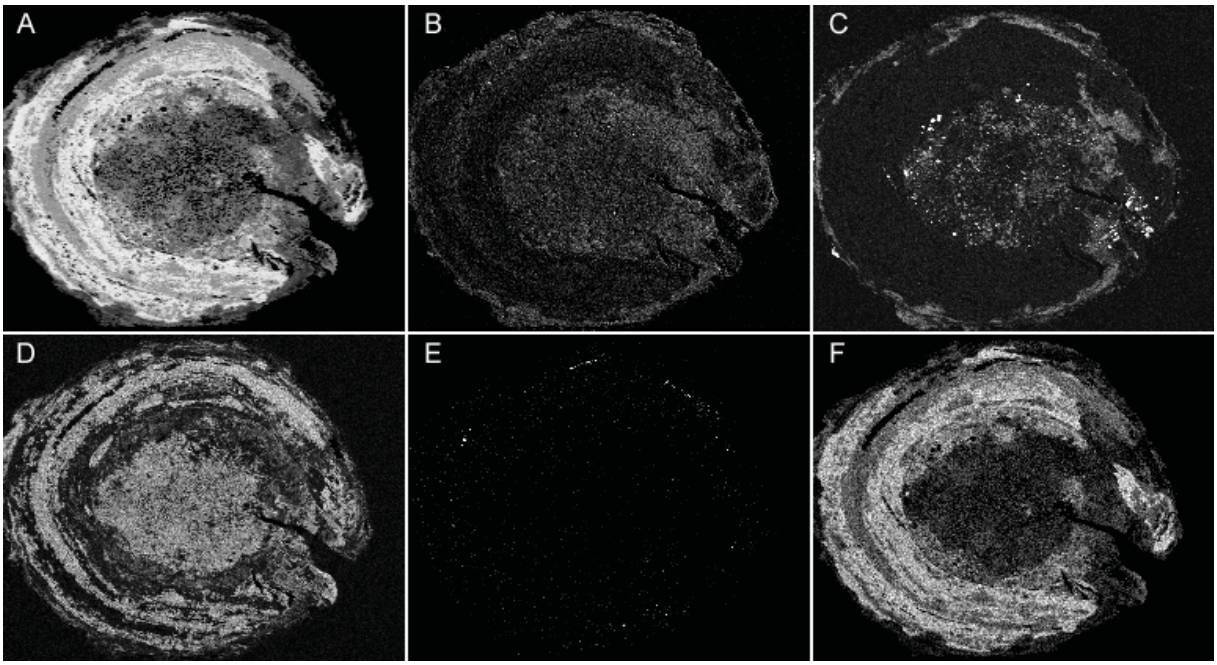


Figure 18 : vue d'ensemble de la coupe métallographique de la perle FZ24428b au microscope électronique à balayage. A : image en électrons rétrodiffusés ; B à F : cartographie élémentaire (B : oxygène, C : silicium, D : chlore ; E : argent ; F : cuivre.

Il est fréquent que le cuivre natif soit très pur, l'argent étant alors l'une des seules impuretés associées. Les analyses effectuées renforcent donc encore l'hypothèse du recours au cuivre natif pour la fabrication des perles néolithiques de Mehrgarh. En revanche, cela relativise la proposition faite par C.S Smith et F. Hole en 1969, selon laquelle ce cuivre natif proviendrait du district de Talmessi-Anarak (cf. *supra*). Le cuivre natif de Talmessi-Anarak a depuis lors été caractérisé, il renferme de fortes impuretés d'arsenic que nos analyses n'ont pas mises en

évidence ; par ailleurs aucune trace d'exploitation ancienne de cuivre n'a été découverte dans cette zone (Berthoud*, et al.*, 1982; Pernicka, 2004). Il n'en reste pas moins qu'une provenance du Plateau Central iranien reste hautement vraisemblable au vu de l'abondance des minéralisations cuprifères de cette région, la localisation précise de cette ressource restant à déterminer. Etant donné le très fort degré d'altération du métal, il a été décidé de ne pas effectuer d'autres prélèvements, et la suite de l'étude des perles du bracelet s'est uniquement basée sur les résultats d'examens technologiques non invasifs.

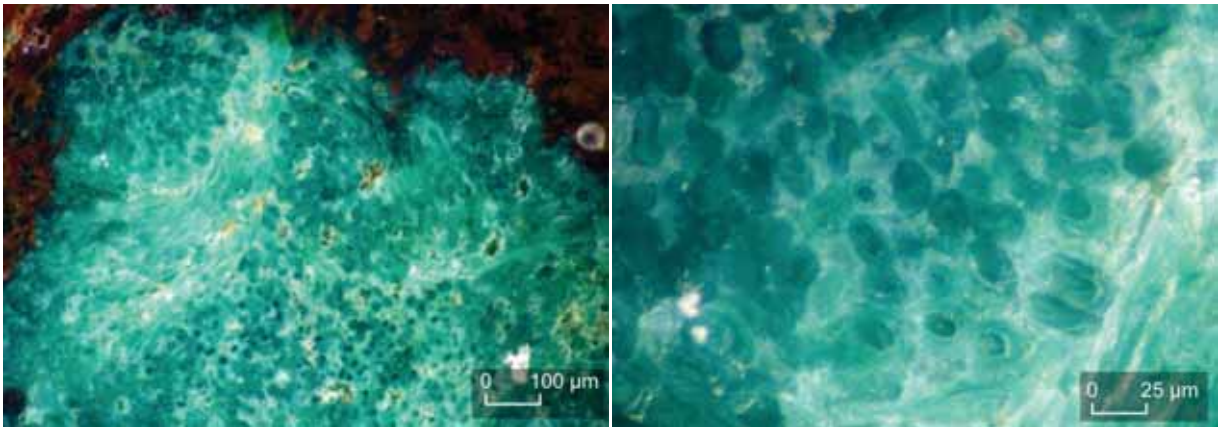


Figure 19 : détail de la lumière de la perle laissant apparaître un fil de coton minéralisé par les produits de corrosion du cuivre. La plupart des fibres de coton ont été coupées dans le sens transversal. Micrographie optique en réflexion / fond noir.

Avant de continuer notre développement sur la technique de fabrication des perles, il convient de signaler la découverte exceptionnelle et totalement inattendue effectuée en examinant la structure des hydroxychlorures de cuivre visibles dans la lumière de la coupe de la perle L24428b (Figure 17). En effet, une vue rapprochée révèle que nous avons coupé transversalement plusieurs centaines de fibres creuses de forme ellipsoïdale de 5 à 30 µm de diamètre (Figure 19). La suite des investigations a permis de montrer qu'il s'agissait de fibres de coton *Gossypium sp.*, dont la morphologie a été conservée par pseudomorphose grâce à leur minéralisation par les produits de corrosion du cuivre (pour plus de détails sur l'identification de ces fibres, se reporter à Moulherat *et al.*, 2002). La corrosion totale du métal aura donc eu une heureuse conséquence : des sels de cuivre ont rapidement et fortement diffusé dans l'environnement immédiat de la perle, et ont imprégné le fil sur lequel les perles étaient enfilées avant que celui-ci ne se décompose. Les fibres de coton identifiées dans ce bracelet de Mehrgarh constituent le premier exemple connu d'utilisation du coton dans l'Ancien Monde. Il

est impossible de déterminer si les fibres proviennent d'une espèce déjà domestiquée, mais la présence de ce fil de coton à Mehrgarh suggère qu'un des cotons de l'Ancien Monde a une origine très précoce, peut-être dans la plaine de Kachi (Moulherat, *et al.*, 2002).

	a	b	c	d	e	g	h	Moyenne	Total (8 perles)
H (mm)	3.6	2.7	2.4	2.5	2.4	2.5	2.5	*2.6*	-
DE (mm)	4.6	3.7	4.0	3.1	4.1	3.6	3.6	*3.8*	-
DI (mm)	1.4	1.6	2.1	1.4	2.0	2.1	2.1	*1.8*	-
L tôle déroulée (mm)	*4.5*	*4.9*	*6.4*	*4.2*	*6.3*	*6.6*	*6.6*	*5.7*	*45*
Epaisseur tôle (mm)	*1.6*	*1.1*	*1.0*	*0.9*	*1.1*	*0.8*	*0.8*	*1.0*	-
Surface tôle (mm^2)	*16*	*13*	*15*	*11*	*15*	*16*	*16*	*15*	*117*
Volume cuivre (mm^3)	*25*	*14*	*15*	*9*	*16*	*12*	*12*	*15*	*119*
Masse cuivre (g)	*0.23*	*0.13*	*0.13*	*0.08*	*0.14*	*0.11*	*0.11*	*0.13*	*1.06*

Tableau 2 : morphométrie des perles annulaires de la tombe 158-1984, mesures effectuées sur les radiographies. H : hauteur ; DE : diamètre externe ; DI : lumière de la perle. Les valeurs indiquées en italique ont été calculées à partir des mesures.

Mais revenons aux perles. Les radiographies permettent de prendre des mesures très précises des perles (Figure 13 et Tableau 2), et de comparer le détail de la fabrication de chaque objet. Le diamètre des perles varie de 3.6 à 4.6 mm. Toutes les bandelettes ont été enroulées autour d'un axe de section circulaire, mais selon deux modules distincts. Les bandelettes de cuivre des perles a, b et d ont été enroulées autour d'un axe d'environ 1.5 mm de diamètre, tandis que les bandelettes des perles c, e, g et h ont été enroulées autour d'un axe un peu plus gros (environ 2 mm). L'épaisseur de la tôle vaut généralement 1.0 mm, avec la perle a comme seule exception notable (1.6 mm). La hauteur est également régulière (2.6 mm en moyenne), si ce n'est la perle a qui se singularise encore une fois (3.6 mm). Il est intéressant de constater que la hauteur -qui correspond à la largeur des bandelettes avant enroulement-, et l'épaisseur sont uniformes pour sept perles sur les huit. Cela accrédite l'idée que ces perles résultent de la découpe d'une même bandelette de tôle mesurant 1 mm d'épaisseur, et découpée à 2.6 mm de largeur. Dans un tel cas, une bandelette de cuivre de 40 mm de longueur suffit à la réalisation des 7 perles. La perle a proviendrait donc d'une autre bandelette de tôle : cela signifie-t-il que l'origine de la perle est différente ? Pas nécessairement : si l'on confronte l'aspect général des perles, ainsi que certains détails de la mise en forme (notamment la technique de jonction au niveau des bords de la tôle), il se

dégage une grande homogénéité, y compris pour la perle a. Il est donc tout à fait envisageable que la perle a ait été fabriquée par la même personne, mais qu'elle provient d'une seconde bandelette de tôle, dont les dimensions étaient un peu différentes de la première.

Comme dans le cas de la grande perle tubulaire FZ24427 de la tombe 101-1979, les mesures prises permettent de restituer les dimensions initiales des perles du bracelet, et donc d'estimer la quantité de cuivre mobilisée pour fabriquer les objets et de discuter du niveau de difficulté de la fabrication. Le volume de métal nécessaire est ici beaucoup plus faible que précédemment, 15 mm^3 en moyenne soit 0.13 g, cent fois moins que pour la perle tubulaire FZ24427 ! La quantité totale de cuivre mobilisée pour le bracelet est cette fois de l'ordre d'un seul gramme. La surface de tôle est à l'avenant : 15 mm^2 pour une perle annulaire, 1000 m^2 pour la perle tubulaire. La mise en forme de surfaces aussi réduites est beaucoup moins difficile que précédemment. Le martelage peut s'effectuer à partir de petits globules de cuivre natif, et sera simplifié par le fait que la taille du marteau sera de l'ordre voire supérieure à la surface de tôle à fabriquer. Comme déjà signalé, la fabrication peut aussi se baser sur le recyclage de chutes de découpe produites à l'occasion de la fabrication de plus grands objets. Le mode de jonction des bords de la tôle est le même pour toutes les perles annulaires, et témoigne d'une opération très soignée et de la grande habileté du manufacturier : cette jonction s'effectuait bord contre bord, et non par recouvrement, ce qui permet aux perles de conserver une très bonne rotondité, d'autant plus qu'un martelage soigné des bords a permis d'inscrire le contour des perles dans une forme cylindrique bien régulière (bien visible sur la radiographie des perles a, b et e, Figure 16).

Une certaine parenté de fabrication se dégage donc des perles métalliques de Mehrgarh si l'on considère les opérations de finition, en particulier le mode de jonction bord contre bord de la tôle, qui est vraisemblablement identique pour les huit perles annulaires et pour la grande perle tubulaire. Ce mode de finition mis en évidence à Mehrgarh est beaucoup plus soigné que celui de la perle d'Ali Kosh, où la jonction se fait par recouvrement, avec pour résultante un important défaut de rotondité. Il faut par ailleurs souligner que la quantité de cuivre mobilisée pour le bracelet de perles annulaires de la tombe 158-1984 est très faible, environ un

gramme de métal en tout et pour tout. La superficie de tôle à mettre en forme est très limitée, et ne pose donc pas les mêmes problèmes que pour la grande perle tubulaire. Il n'en reste pas moins que ce bracelet doit être considéré comme un bien de grand prestige étant donné la rareté du cuivre dans le mobilier néolithique de Mehrgarh, seulement présent dans deux tombes sur les 315 fouillées, et ne représentant que neuf objets sur les 50 000 référencés.

3.2. Le Néolithique céramique (-6500 / -5000 av. J.-C.)

Avec la période IIA, vers 6500 avant notre ère, apparaissent les premières céramiques faites dans une pâte grossière. À la période IIB, la céramique devient plus fine. Le développement des activités agricoles est attesté par la présence d'impressionnants ensembles de bâtiments compartimentés en cellules qui correspondent vraisemblablement à des structures de stockage de céréales, dont les empreintes sont très nombreuses. Le métal est totalement absent de la période IIA. Trois objets seulement sont associés à la période IIB (seconde moitié du 6e millénaire) : un anneau ouvert (ou fragmenté), une perle annulaire de même module que celles du bracelet de la tombe 158-1984, et une masse informe cuivreuse (lingot ?). Un test effectué sur le « lingot » a montré une corrosion telle que nous n'avons pas poussé plus loin l'étude archéométallurgique de ces objets.

3.3. Invention de la fonte à la cire perdue au Chalcolithique ancien (-5000 / -3600 av. J.-C.)

Après 5000 av. J.-C. commence la période III qui correspond au début du Chalcolithique. Les vestiges appartenant à cette période s'étendent sur plus de 75 hectares (site MR2, Figure 9), l'épaisseur des couches varie entre moins d'un mètre et six mètres. La majorité des bâtiments fouillés sont des unités pluricellulaires qui s'inscrivent dans la suite des ensembles de stockage des périodes I et II, mais selon une occupation des sols plus extensive, les bâtiments n'étant généralement plus construits les uns au-dessus des autres comme à MR3 (Jarrige*, et al.*, 1995, p. 21). Pour cette période III ont également été fouillés des habitats et de nombreuses tombes dont le matériel était dans l'ensemble moins riche qu'au Néolithique. La poterie est maintenant produite en quantité massive, les récipients sont ornés de décors peints à base d'oxydes de fer, représentant d'abord des compositions de motifs géométriques, puis apparaissent des frises de capridés et d'oiseaux. Le haut niveau des techniques de chauffe est aussi attesté dans l'application de glaçure bleue sur la stéatite cuite, les tombes de la période III ayant livré de nombreux colliers en petites perles blanches, dont quelques-unes portaient la trace de glaçure (Barthélemy De Saizieu & Bouquillon, 2000; Jarrige, 2008). Concernant le métal, les objets sont plus nombreux et de typologie plus variée : une centaine d'occurrences sont référencées dans le catalogue des objets métalliques de la Mission Archéologique de l'Indus élaboré par Jérôme Haquet. Nous détaillons ci-après les principales caractéristiques de ces objets.

3.3.1. Les scories et les creusets

Parmi les artefacts découverts à MR2, on compte notamment trois scories et six creusets ou fragments de creuset[8]. Les trois scories ne sont probablement pas liées à une activité métallurgique, l'analyse au MEB de la coupe que nous avons effectuée révèle uniquement la vitrification partielle d'une argile riche en calcium, aucune trace métallique n'a été décelée. Ces scories résultent vraisemblablement d'une opération artisanale à haute température non métallurgique, comme par

[8] Creusets et fragments de creuset : inv. n° MR.79.2H.23.17, MR.79.2H.10.58, MR.79.2H.16.16, MR.79.2H.12.01, MR.79.2H.18.14, MR.79.2H.20.16. Les 3 scories sont rassemblées sous le même n° générique : MR.79.2H.

exemple la vitrification accidentelle des parois d'un four de cuisson de vases céramiques. En revanche, les creusets portent indubitablement des traces de concrétions cuivreuses. Ils sont tous élaborés à partir d'une terre argileuse fortement dégraissée par des fibres végétales. On constate que les concrétions cuivreuses sont peu nombreuses et peu étendues. Bien que totalement altérées, leur morphologie évoque de petits globules métalliques piégés en surface, et non des phases cuivreuses scoriacées. Cela plaide pour une activité de type fonderie (fusion du cuivre pour couler des objets, et/ou élaboration d'alliages), et non pour une activité longue et à haute température de type affinage du cuivre ou réduction de minerais. On constate aussi que malgré la chauffe ponctuelle et une température n'ayant probablement pas dépassé 1100° C, la terre argileuse s'est fortement vitrifiée au niveau du bord supérieur et de la face interne du creuset, témoignant d'une part du caractère peu réfractaire du matériau argileux, et d'autre part d'une chauffe effectuée en soufflant par le dessus, vraisemblablement *via* un soufflet à bouche (Figure 20).

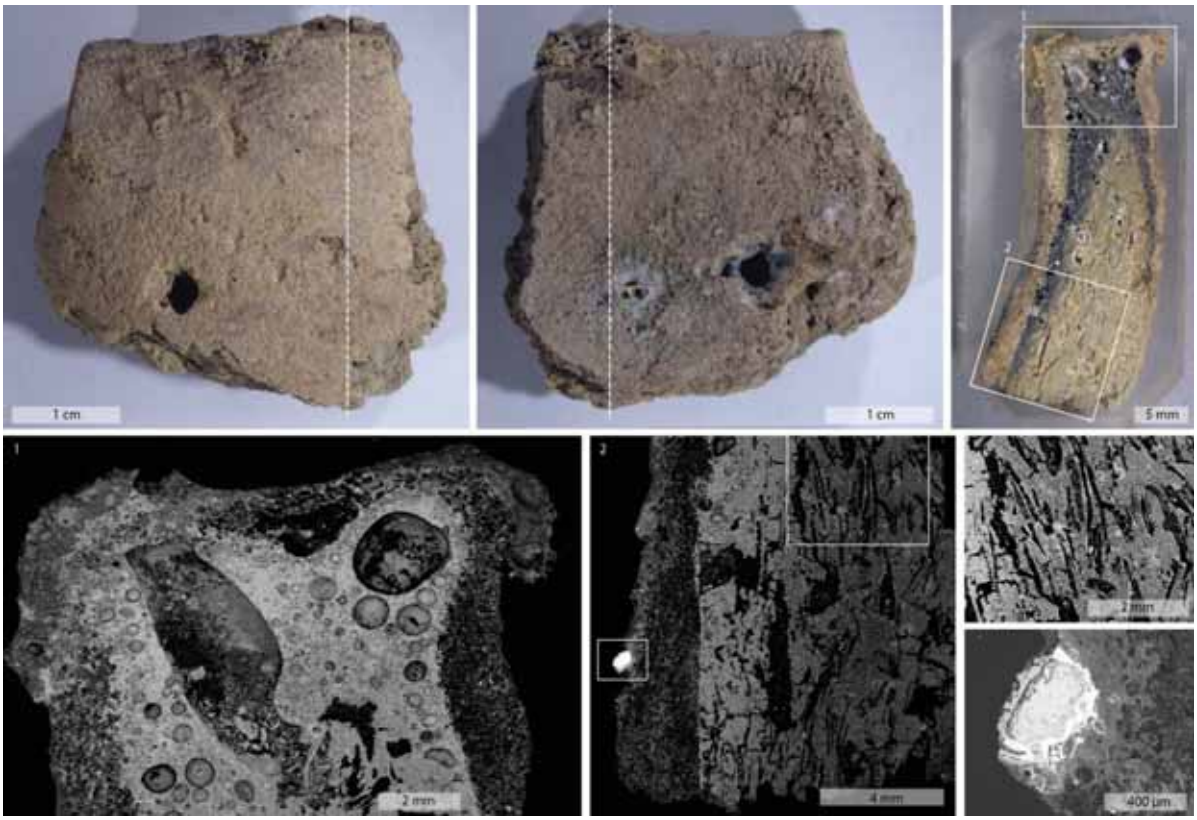


Figure 20 : fragment de creuset n° inv MR.79.2H.18.14, n° C2RMF FZ25404. En haut, de gauche à droite : face externe, face interne (noter la concrétion cuivreuse au bord du trait de coupe) et vue d'ensemble de la coupe transversale. En bas, de gauche à droite, détails de la coupe transversale, images MEB en électrons rétrodiffusés : bord supérieur (la texture bulleuse témoigne de la forte vitrification et du caractère peu réfractaire de la terre argileuse composant le creuset), partie basse

du creuset (les empreintes des fibres végétales dégraissant la terre sont encore très visibles (en noir), la concrétion adhérente en surface du creuset est totalement corrodée en hydroxychlorures de cuivre, zone blanche).

Photographies de la ligne supérieure © C2RMF D. Bagault.

3.3.2. Les épingles et les fragments d'objets informes

Découverts en plus grand nombre dans les niveaux du Chalcolithique ancien qu'aux périodes précédentes, les artefacts en alliage cuivreux sont disséminés sur l'ensemble du site MR2. La plupart des occurrences référencées sont des fragments qui correspondent soit aux restes de petits objets cassés et usés, soit à des résidus liés à l'activité de production métallurgique (par ailleurs attestée *via* les creusets). À Mehrgarh, et au contraire du Makran (cf. § 4.1, p. 68), les objets massifs tels que les haches et les ciseaux coulés n'apparaissent pas avant le Chalcolithique Récent. Le métal des petits fragments ici en question est généralement tellement corrodé que non seulement il n'est pas envisageable de déterminer la composition chimique du métal, mais il est même généralement impossible de reconstituer la forme initiale du fragment considéré. Parmi ces objets, il se trouve tout de même quatre épingles (dont une uniquement représentée par sa tête en double spirale, et une autre mesurant 5 centimètres de long), elles n'ont pas été analysées. Nous avons en effet préféré nous focaliser sur une série unique de petites « amulettes », dont l'intérêt est fondamental pour la recherche qui nous occupe ici.

3.3.3. Les amulettes

Cinq « amulettes » ont été collectées entre 1981 et 1990 au cours des différentes campagnes de fouille du site MR2. Une amulette a été découverte en contexte funéraire, deux autres lors de la fouille des bâtiments du secteur X, les deux dernières proviennent de ramassages de surface. La datation attribuée à ces objets s'étend de -4500 à -3600 av. J.-C. Cette datation repose d'abord et avant tout sur le contexte de découverte : le site MR2 ayant uniquement été occupé au cours du Chalcolithique ancien (MRIII), les objets qui en proviennent ne peuvent être antérieurs ou postérieurs à cette période (-5000 / -3600 av. J.-C.). Il a tout de même été possible de restreindre un peu cet intervalle, en se basant non pas sur l'étude du mobilier et des restes osseux de la tombe –qui ne sont plus accessibles,

mais sur le contexte stratigraphique qui permet d'affirmer que les cinq objets ne sont pas issus des niveaux les plus profonds du Chalcolithique ancien[9].

Comme pour les autres objets examinés et datant de la période III, les amulettes sont profondément corrodées, et il n'a pas été possible de déterminer la composition élémentaire du métal par une simple analyse. Mais dans ce cas l'intérêt des objets est tellement exceptionnel que cela justifiait une étude très approfondie. Car dès le début des années 2000, lors d'une première phase de l'étude de ces objets, nous avions montré que les petites amulettes de Mehrgarh constituent les plus anciens objets connus fabriqués par fonte à la cire perdue. Nous nous limiterons ici à la description de la forme des objets (Figure 21) et à la présentation du contexte archéologique de découverte (Figure 22), l'étude technologique et archéométallurgique est, quant à elle, présentée dans le deuxième chapitre de cette première partie (cf. Chapitre 2 § 1 et § 2 p. 104 et suivantes).

(a) Fragment d'amulette en forme d'applique ajourée (MR.81.2X.49.01 / FZ25406). L'objet est incomplet, il prend la forme de la lettre P, mais plusieurs cassures montrent qu'il comptait d'autres ramifications. Malgré l'état fragmentaire, il s'agit du plus grand objet de la série (hauteur / largeur max actuelles : 26 / 22 mm). L'objet a été découvert en 1981, lors de la fouille du secteur X (Figure 22) : sur une superficie de 600 m², un groupe de cinq structures de stockage en briques crues a été dégagé, directement sous la surface. Les édifices sont fortement arasés, n'étant préservés que sur quelques assises de briques seulement. Ils sont constitués de compartiments généralement rectangulaires occupant toute la surface des constructions ou, le plus souvent, situés de part et d'autre d'un long couloir central. Deux niveaux de structures ont été observés. Le fragment d'applique en métal à été trouvé dans le second niveau le plus ancien fouillé, toutefois proche de la surface actuelle en raison de la forte érosion des structures, à l'extérieur des bâtiments (près de la structure V), dans une terre noire poudreuse contenant également de nombreux tessons, silex et os animaux.

[9] Je remercie Gonzague Quivron qui a étudié en avril 2015 les archives des fouilles du site MR2, afin d'une part de reconstituer le contexte archéologique de chaque objet, et d'autre part d'aboutir à la nouvelle datation -4500 / -3600 qui est proposée ici (ces objets avaient précédemment été enregistrés dans la base de données de la MAI avec une datation générique -4500 / -4000).

Figure 21 : Amulettes en alliage cuivreux découvertes sur le site MR2 de Mehrgarh (Chalcolithique ancien, deuxième partie de la période III, 4500 – 3600 av. J.-C.). a : FZ25406 ; b : FZ25410-12 ; c : FZ25415 ; d : FZ25416 ; e : FZ25417 (à gauche face supérieure, à droite face inférieure).

Photographies a, b, d : © D. Bagault, C2RMF ; c et e : © B. Mille, C2RMF ; détourage, retouche de la balance des blancs et montage de la planche B. Mille.

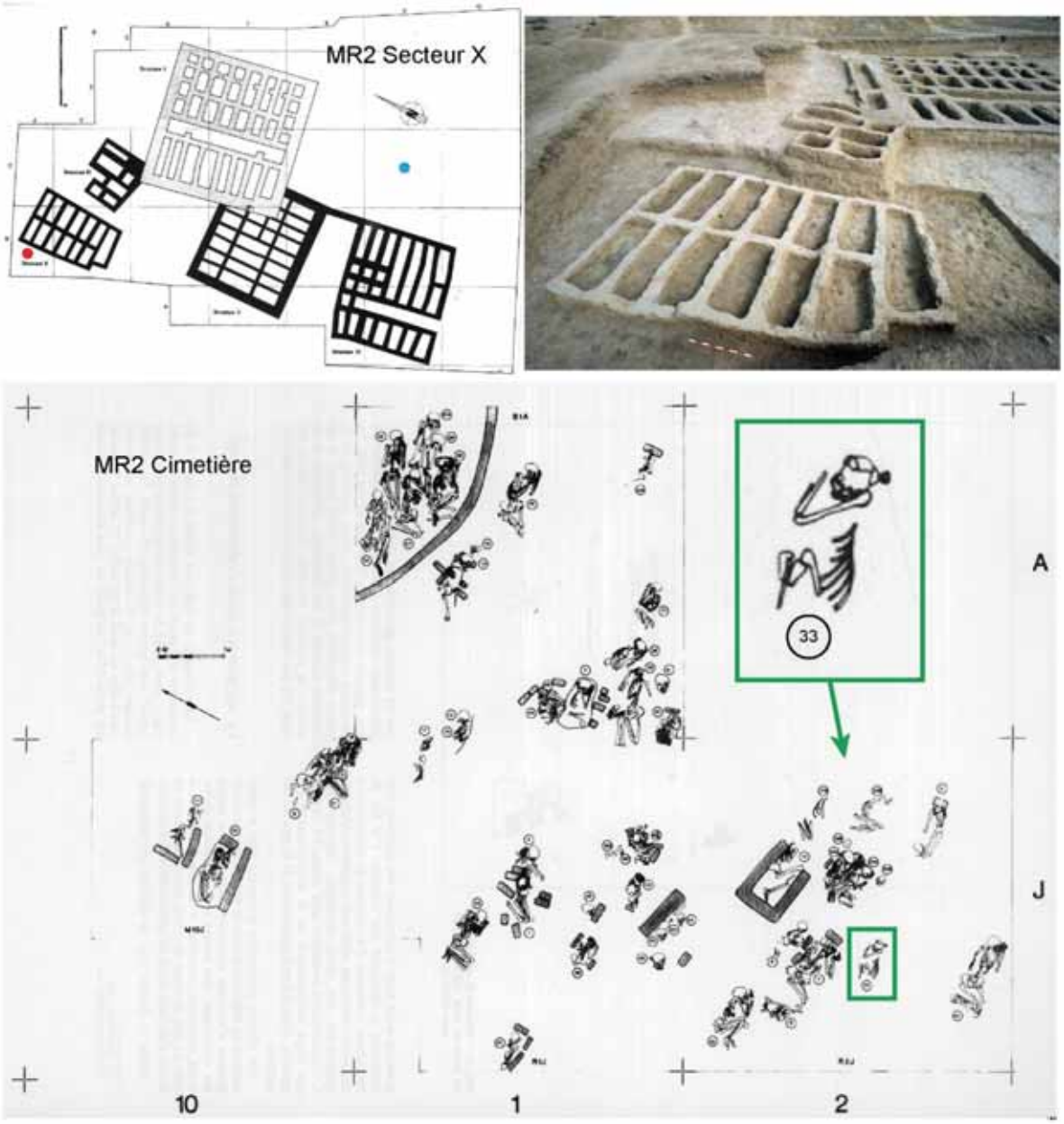


Figure 22 : Mehrgarh, site MR2, période III, présentation des deux secteurs ayant livré les trois amulettes en contexte stratigraphique. En haut à gauche, plan des structures pluricellulaires I-V situés dans le secteur X (au sud-ouest de MR2). L'amulette FZ25406 a été découverte près du bâtiment V (point rouge), l'amulette FZ25410-12 à l'est du bâtiment IV (point bleu). En haut à droite, détail du bâtiment IV. En bas, plan du cimetière situé quelques mètres à l'est du secteur X ; encadré vert : vue rapprochée de la tombe H33, les fragments des deux possibles rouelles FZ25415 sont figurés par un disque noir à l'arrière du crâne de la défunte.

Plans d'après (Jarrige, et al., 1995, p. 341, fig. 7.12) et (Samzun & Sellier, 1983, p. 72, fig. 3) ; photographie © C. Jarrige, MAI.

(b) Trois fragments, probablement issus du même objet, une applique ajourée voire un sceau (MR.81.2X.106.01 / FZ25410, MR.81.2X.106.02 / FZ25412, MR.81.2X.106.03 / FZ25411). Les trois fragments sont trop petits pour déterminer la forme initiale de l'objet. Le fragment FZ25410 correspond au fragment d'une tige centrale qui se connectait sur la périphérie de l'objet. À la différence de tous les

autres objets, la section de cette tige n'est pas circulaire ou ovale (boudin de cire plus ou moins aplati), mais est de forme plus complexe (plaque de 6 mm de large, et de 2 mm d'épaisseur, surmontée par deux rebords latéraux de 2 mm de hauteur, voir Figure 59 p. 150 pour une vue en coupe). Ce type de section évoque la forme de certains sceaux compartimentés des périodes postérieures (Figure 23 d, Figure 24 x), cet objet pourrait donc plutôt correspondre à un sceau, et non à une applique ajourée ; il a fait l'objet d'une étude archéométallurgique approfondie (cf. Chapitre 2 § 2 p. 150). Les trois fragments ont été découverts dans le même secteur X, à une vingtaine de mètres de l'objet précédent, également dans le deuxième niveau de bâtiments de stockage à compartiments. Ils étaient dans une terre briqueuse et situés à l'extérieur des structures (à l'est de la structure IV).

(c) Deux fragments correspondant vraisemblablement à une paire d'appliques ajourées en forme de rouelle (MR.83.02.05.01 / FZ25415). Un premier fragment montre le tiers de l'anneau périphérique d'une rouelle, auquel se connectent deux rayons fragmentés. L'autre fragment est visiblement le centre d'une rouelle, où l'on voit distinctement six « moignons », points de départ des six rayons d'une rouelle. Les deux fragments ne peuvent être connectés dans leur état actuel, l'hypothèse la plus vraisemblable est qu'ils correspondent à une paire de rouelles. On ne peut cependant pas exclure que cela constitue un seul et même objet de forme plus complexe, à l'image de ce que devait être FZ25406. Les deux fragments ont été découverts lors de la campagne 1982-1983, au cours de la fouille de la nécropole chalcolithique de MR2 (Samzun & Sellier, 1983). Le cimetière a été reconnu sur 85 m², 73 squelettes ont été dégagés, provenant d'un unique niveau de tombes mal préservées, juste sous la surface actuelle sur une épaisseur de 30 cm environ. Certaines sépultures sont collectives, d'autres individuelles. La tombe H 33 appartient à cette dernière catégorie. Il s'agit d'une femme inhumée en position fléchie et couchée sur le coté droit, face au Nord. Les deux fragments de rouelle ont été trouvés près de son crâne.

(d) Applique ajourée en forme de rouelle (MR.85.03.00.01 / FZ25416). L'objet prend la forme d'une petite roue (ou rouelle) constituée d'un anneau périphérique de 20 mm de diamètre sur lequel repose six rayons qui se connectent par juxtaposition au centre de l'objet. Cette rouelle a été trouvée en surface. Elle ne

figure pas dans les carnets de fouilles de l'époque (Fouille d'Anaïck Samzun), mais est en revanche citée et illustrée dans sa thèse de doctorat comme appartenant bien au chantier MR2 du Chalcolithique ancien MRIII (Samzun, 1988). On ne peut cependant la localiser avec davantage de précision au sein d'un secteur ou d'un niveau archéologique de MR2. Après radiographie, une coupe métallographique a été réalisée afin d'étudier un des objets du lot de la façon la plus approfondie possible (cf. Chapitre 2, § 1 p. 104 et suivantes).

(e) Applique ajourée en forme de rouelle (MR.90.02.00.01 / FZ25417). Cette rouelle est en tout point identique à l'exemplaire FZ25416 (dimensions et mode de construction). Elle a été trouvée en 1990 dans la zone MR2 qui à cette époque ne faisait plus l'objet de fouilles. C'est un ramassage de surface que l'on ne peut pas localiser avec plus de précision.

4. De la fin du Chalcolithique ancien à la fin de la civilisation de l'Indus : techniques de mise en forme et composition élémentaire du métal au Balochistan (-4000 / -1900 av. J.-C.)

Le commentaire sera découpé selon le phasage chronologique précédemment défini pour le Balochistan ancien, depuis la fin du Chalcolithique ancien, jusqu'à la fin de la civilisation de l'Indus (de -4000 à -1900 av. J.-C., Figure 8). Les techniques de mise en forme et le corpus des objets sera tout d'abord présenté de façon succincte, puis nous définirons une typologie des alliages. Nous discuterons ensuite de la composition élémentaire du métal en deux temps, en examinant d'abord l'évolution des alliages, puis la composition des éléments en traces (spectre d'impuretés du métal).

4.1. Présentation du corpus, technique de mise en forme des objets

Pour la fin du Chalcolithique ancien (-4000 / -3500 av. J.-C.), les 17 artefacts analysés proviennent du Kech-Makran, et plus précisément des tombes de la période II du site de Shahi-Tump à l'exception d'un objet découvert sur le site voisin de Miri Qalat (Besenval, 2005, p. 3). Les objets métalliques les plus fréquemment déposés sont le ciseau et la hache plate (Figure 23 a et b). Ils sont relativement massifs (50 à 500 g) et coulés en moule bivalve de pierre ou d'argile, ainsi que le montrent les « coutures de moule » encore souvent visibles. Cette technique de fonderie en moules dits permanents (car réutilisables), est bien documentée pour les sites contemporains du Plateau iranien (voir en particulier les moules en terre cuite récemment décrits pour Arisman, Helwing, 2011, pp. 265-269, figs. 37-43).

Pour le début du Chalcolithique récent (-3500 / -2900 av. J.-C.), les objets analysés sont moins nombreux (7 exemplaires), une partie provenant de Shahi-Tump, le reste de Mehrgarh. Pour Shahi-Tump, il s'agit cette fois du mobilier archéologique associé aux riches tombes du cimetière de la période IIIA, où les restes de 120 individus ont été découverts, souvent inhumés avec un abondant

mobilier céramique, de nombreuses perles en coquillage marin, stéatite, cornaline, citrine, quartz, ainsi que des bracelets et des récipients en coquillage marin. Le répertoire métallique est radicalement différent de la période précédente, presqu'uniquement constitué d'objets fabriqués par fonte à la cire perdue. La seule tombe masculine ayant livré un objet métallique est celle de l'extraordinaire « Poids aux Léopards » (Figure 23 c et Chapitre 2 § 3, p. 157). Parmi les autres objets métalliques, on compte notamment un miroir (non analysé), et une série de sceaux compartimentés, de forme circulaire, carrée ou rectangulaire, dont trois ont été analysés (Figure 23 d). Seules les tombes féminines semblent livrer les sceaux compartimentés, puisque sur les 11 individus concernés à Shahi-Tump, 8 sont des adultes de sexe féminin, et 3 sont non identifiables, dont 2 enfants (Besenval, 2005, p. 5). Les trois objets analysés pour Mehrgarh permettent quant à eux d'accéder pour la première fois à la composition élémentaire du métal sain dans la zone Kachi-Bolan. Il s'agit d'une herminette, d'une épingle et d'un fragment non identifiable, peut-être un résidu de coulée, tous découverts à MR1 en 1976.

Les objets analysés pour la fin du Chalcolithique récent (-2900 / -2500 av. J.-C.) sont beaucoup plus nombreux, faisant de cette période l'une des mieux documentée du point de vue de la composition élémentaire (64 objets, dont 4 de Mehrgarh, 36 de Nausharo[10], 2 de Gholam-i Jump / Sabzi Jump pour le Kech-Makran, et 22 de Mundigak). La typologie des objets est plus diversifiée et montre que l'usage du métal se généralise : pointe de lance, lame, hameçon, hache, herminette, ciseau, burin, poinçon, anneau, épingle, miroir,… (Figure 23 e à l). Les objets sont en apparence moins spectaculaires que ceux de la période précédente, mais il faut tenir compte du contexte totalement différent, puisque l'ensemble du mobilier métallique ou presque de cette période a été trouvé en zone d'habitat, et non dans les tombes. La domination des objets tranchants ou pointus, souvent usés ou cassés (41 objets sur 64 sont des lames de couteau ou des burins ou des pointes ou des haches), montre bien que ce sont essentiellement des objets de la vie quotidienne qui ont été retrouvés.

[10] À partir de la fin du Chalcolithique récent, le site de Mehrgarh est progressivement abandonné au profit du site de Nausharo, situé à 6 km au sud. Le plan des vestiges découverts à Nausharo est donné dans l'annexe B, pour une présentation plus détaillée du site, consulter (Jarrige, 1996).

Figure 23 : objets choisis parmi le corpus analysé. Chalcolithique ancien, Shahi-Tump pér. II : a : ciseau 2/98/III/39 / FZ25672 ; b : hache plate 2/98/III/42 / FZ25673. Début Chalcolithique récent, Shahi Tump pér. IIIa : c : Poids aux Léopards 2/98/II/402 / FZ25676 ; d : sceau 2/98/II/435 / FZ25678. Fin Chalcolithique récent, Nausharo pér. IA-C et ID : e : miroir NS.92.01.63.04 / FZ31060 ; f : ciseau NS.91.01.10.01 / FZ31049 ; g : foret NS.90.01.15.21 / FZ31046 ; h : burin NS.92.01.43.05 / FZ23949 ; i : hachoir NS.90.01.22.03 ; Mundigak pér. III_6 et IV : j : hache à collet MA2816 / FZ36275 ; k : poignard MG.B.25.06 / FZ31112 ; l : poinçon MG.B.42.0 / FZ31111.

© MAI, J. Haquet, sauf a, b, d © C2RMF, D. Bagault et c © C2RMF, D. Vigears.

Figure 24 : objets choisis parmi le corpus analysé (suite). Périodes de l'Indus, Nausharo, Damboli et Shah Ghair. Periode 1 : m : pointe de lance NS.93.12.29.01 / FZ31072 ; n : herminette NS.93.12.07.03 / FZ31070 ; o : ciseau NS.89.03.12.258 / FZ23967. Période 2 : p : statuette de taureau NS.90.09.00.12 / FZ24429 ; q : anneau NS.92.02.55.03 / FZ23978 ; r : espaceur NS.96.06.41.35 / FZ31098 ; s : perle NS.96.06.06.01 / FZ31094 ; t : ciseau NS.93.02.05.09 / FZ31065 ; u : ciseau NS.91.08.23.11 / FZ23961 ; v : épingle à double enroulement NS.93.20.84.04 / FZ31077. Période 3 : w : bord de récipient SG.99.00.00.03 / FZ31105 ; x : sceau DB.95.00.00.01 / FZ31083 ; y : ciseau NS.95.05.16.04 / FZ31087.

© MAI, J. Haquet, sauf p © C2RMF, D. Bagault.

Les trois périodes de l'Indus (-2500 / -1900 av. J.-C.) sont représentées par 66 analyses (Indus 1 : 15, Indus 2 : 35, Indus 3 : 16). Comme pour la fin du Chalcolithique récent, tous les objets ont été découverts en contexte d'habitat, ils ne proviennent que de la zone Kachi-Bolan : Mehrgarh (3), Nausharo (55), Sibri (3), Shah Gair (2), Dauda Damb (2), Damboli (1). La typologie s'enrichit, les formes sont plus variées au sein des types, les objets sont souvent plus petits, notamment les outils : pointe de lance, lame, ciseau, pointe, hache, herminette, vaisselle, pot à khôl, épingle, pince, rasoir, anneau, perle, espaceur de collier, lingot (Figure 24 m à

y). Toutes les techniques de mise en forme du métal sont en usage : les objets en tôle sont fabriqués par déformation plastique (notamment quelques pièces très fragmentaires de vaisselle), la fonte en moules permanents reste la technique la plus utilisée pour couler les outils et les armes. Pour ces objets, une dernière phase de mise en forme par martelage est souvent nécessaire : préparation des tranchants, ajustage des emmanchements, travail d'allongement pour créer les fils enroulés des épingles à double tête, etc. À noter aussi pour cette période trois objets analysés et fabriqués à la cire perdue : deux sceaux (Figure 24 x), et surtout le petit taureau découvert à Nausharo, unique statuette du corpus et sur laquelle nous reviendrons en détail (Figure 24 p et Chapitre 2 § 4, p. 174).

4.2. Nomenclature des alliages

Nos résultats montrent que lorsque le cuivre est allié, trois éléments chimiques d'addition ont été utilisés, soit l'arsenic, soit le plomb, soit l'étain. Les alliages en question sont toujours binaires, la combinaison de deux éléments chimiques en plus du cuivre (alliages ternaires) n'est pas documentée. À partir de ce premier constat, une dénomination précise des alliages a été mise en place (Tableau 3). Le nombre d'objets concernés et la composition moyenne de chaque classe d'alliage ont également été calculés (Tableau 4).

<table>
<tr><th></th><th>< 1 wt%</th><th>1 à 5 wt%</th><th>5 à 10 wt%</th><th>> 10 wt%</th></tr>
<tr><td rowspan="3">Pb
As
Sn</td><td rowspan="3">Cuivre non allié</td><td rowspan="2">Cuivre arsénié</td><td></td><td>Cuivre au plomb</td></tr>
<tr><td>Cuivre à l'arsenic</td><td></td></tr>
<tr><td></td><td colspan="2">Bronze</td></tr>
</table>

Tableau 3 : nomenclature adoptée pour la description des alliages du Balochistan ancien. Orange: alliages naturels. Rouge: alliages de synthèse.

Le *cuivre non allié* est un métal où la teneur en plomb, arsenic et étain est inférieure à 1 % (Tableau 4). Cela ne présume pas de l'origine de ce cuivre, qui peut aussi bien provenir de l'exploitation des ressources en cuivre natif, que de la réduction de minerais de type « oxydes », c'est-à-dire les carbonates (tels que la malachite), les sulfates (tels que la brochantite), les chlorures (tels que l'atacamite), etc. Dans le cas du cuivre natif, un métal de bonne à très bonne pureté est attendu,

les seuls éléments chimiques pouvant accompagner le cuivre dans la gamme de concentration 0.1-1 % étant l'arsenic et l'argent (Pernicka *et al.*, 1997). Cela ne permet pas forcément de différencier le cuivre natif du cuivre préparé par réduction de minerais. En effet, les minerais de type « oxydes » peuvent eux aussi être extrêmement purs, et donc produire un cuivre quasiment sans impuretés.

Le *cuivre arsénié* peut contenir de 1 à 5 % d'arsenic (en moyenne 2.6 %). Le plomb est très occasionnellement rencontré jusquà cette teneur, mais sa teneur reste en moyenne faible (0.68 %), et nous avons considéré que la présence de plomb dans le cuivre arsénié correspondait à une impureté. Le cuivre arsénié est documenté pour de très nombreuses primo-métallurgies (Proche-Orient ancien, bassin méditerranéen, Europe occidentale, Amérique préhispanique, Roberts & Thornton, 2014). Son utilisation précède toujours l'arrivée d'autres alliages. Il y a débat autour du cuivre arsénié, car ce n'est pas un alliage au sens classique du terme en raison de son mode d'élaboration. Il est aujourd'hui admis que pour les alliages dont la teneur en arsenic reste assez faible (nous avons ici fixé la limite à 5 %), ils n'ont pas été préparés par mélange de deux composés, mais en choisissant intentionnellement des minerais de cuivre naturellement riches en arsenic (Weeks, 2012, p. 307). Ces minerais peuvent aussi bien être de type « oxydes » (par exemple l'olivenite $Cu_2(AsO_4)OH$) que de type sulfures (par exemple la tennantite $Cu_{12}As_4S_{13}$). Les teneurs en arsenic obtenues par ce mode d'élaboration sont suffisamment importantes pour modifier les propriétés du cuivre : couleur plus pâle (rose), et amélioration des propriétés mécaniques (notamment une plus grande dureté). Il ne fait donc guère de doute que les propriétés du cuivre arsénié avaient été remarquées et volontairement recherchées. En ce sens, le cuivre arsénié est donc bien un alliage, mais dont le contrôle de la teneur en arsenic *a priori*, c'est-à-dire au moment de l'élaboration de l'alliage, est difficile voire impossible. Le cuivre arsénié est bien le premier alliage à base de cuivre utilisé par l'homme, mais il s'agit d'un *alliage naturel*, et non d'un *alliage de synthèse*. Il est rencontré dans la majorité des objets du Balochistan protohistorique (Tableau 4).

Le *cuivre à l'arsenic* concerne quelques objets à fortes teneurs en arsenic (5 à 10 %, Tableau 4). Les teneurs sont ici suffisantes pour que l'alliage prenne une couleur argentée et devienne très dur (voire cassant), mais aussi pour que le mode

d'élaboration précédemment décrit ait trouvé ses limites. L'arsenic métallique n'existe pas à l'état natif, et ne pouvait pas être préparé aux périodes anciennes. Des pistes très convaincantes ont récemment été proposées pour expliquer l'élaboration des cuivres à forte teneur en arsenic, notamment en mélangeant le cuivre avec du *speiss*, un composé intermétallique fer-arsenic connu et préparé dès le 4e millénaire à Tepe Hissar en Iran (Thornton *et al.*, 2009). Dernièrement, un site majeur de production de speiss a été identifié à Arisman (Iran), et de possibles échanges à grande distance de ce produit ont été mis en évidence, validant définitivement la piste du speiss comme source de l'arsenic des cuivres à l'arsenic (Rehren *et al.*, 2012).

Le *bronze*, c'est-à-dire l'alliage du cuivre avec l'étain, est un alliage de synthèse au sens le plus classique du terme (composition décidée au préalable et obtenue par mélange pondéral ou en volume des deux composés, le cuivre et l'étain). Le bronze n'a été rencontré que pour neuf objets du Balochistan dont la teneur en étain est assez variable (de 5,7 à 15,4 %, Tableau 4).

Le *cuivre au plomb* se distingue sans ambigüité du cuivre arsénié car les teneurs en plomb sont toujours très élevées (au moins 10 %, max. 43 %). Cet alliage de synthèse est étonnant dans la mesure où il n'avait jamais été individualisé en tant que tel. Nous allons voir qu'il a été mis spécifiquement au point pour fabriquer les objets fondus à la cire perdue. Neuf objets sont concernés (Tableau 4).

	Nombre d'objets	Teneur moyenne (en wt%)		
		As	Pb	Sn
Cuivre non allié	32	0.34	0.26	0.01
Cuivre arsénié	96	**2.6**	**0.68**	0.06
Cuivre à l'arsenic	8	**5.8**	0.49	0.19
Cuivre au plomb	9	1.4	**22.0**	0.01
Bronze	9	1.23	0.49	**9.5**

Tableau 4 : teneur moyenne en arsenic, plomb et étain pour les différentes catégories d'alliage mises en évidence au Balochistan ancien (nombre total d'objets anlysés : 154), résultats complets en annexe A.

4.3. Evolution de la composition des alliages

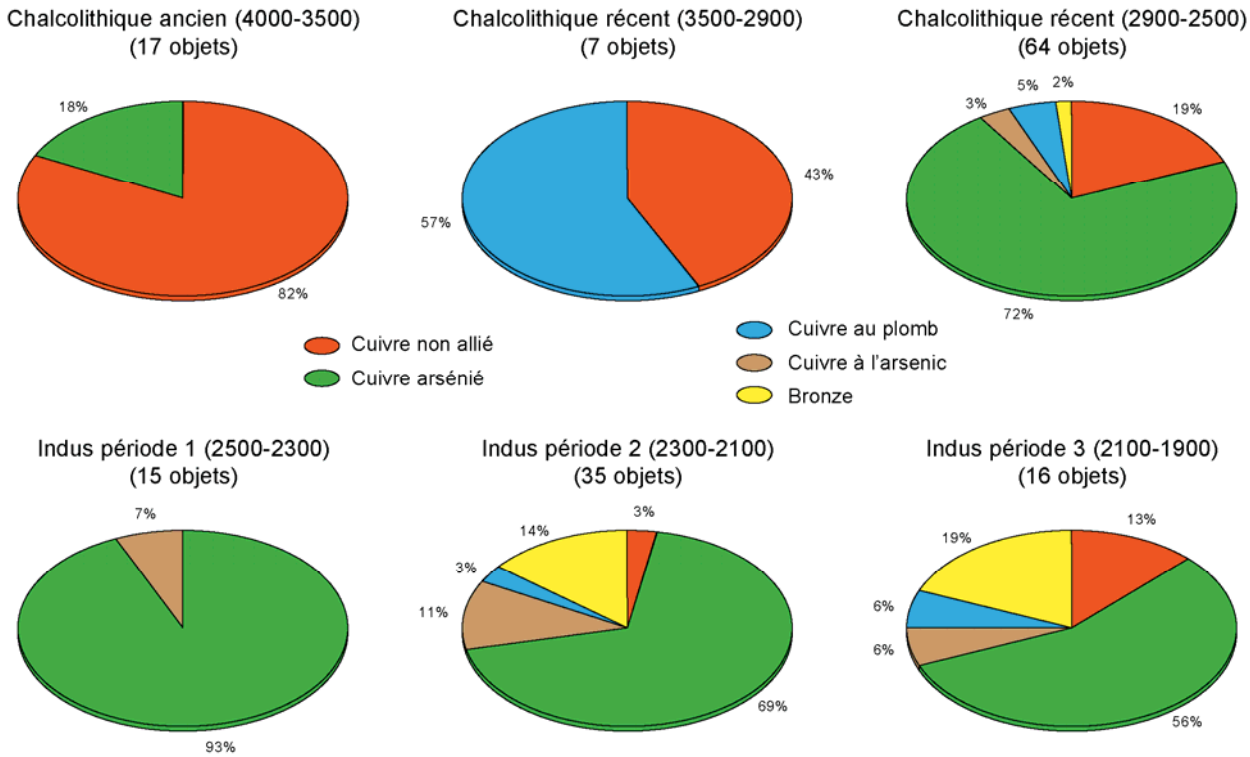


Figure 25 : évolution de l'utilisation des différents types d'alliage au Balochistan, de 4000 à 1900 av. J.-C.

Il n'y a pas de données pour le début du Chalcolithique ancien, mais on constate que pour la deuxième partie de cette période (-4000 / -3500), le cuivre non allié domine très nettement (Figure 25). Il concerne notamment tous les gros outils, ainsi que les haches plates. Trois objets se distinguent, faits de cuivre arsénié, une petite pointe, une aiguille et un fragment de forme non identifiable.

Le début du Chalcolithique récent se caractérise par une situation très particulière, puisque l'alliage dominant est le cuivre au plomb : les objets en question proviennent tous du cimetière de la période IIIA de Shahi-Tump, et il s'avère qu'ils sont tous fabriqués par fonte à la cire perdue (3 sceaux compartimentés et le Poids aux Léopards). La relation cire perdue / cuivre au plomb est ici tellement évidente qu'elle pose immédiatement la question de la mise au point d'un alliage dont les qualités seraient spécifiquement adaptées à cette technique de mise en forme. Le cuivre non allié est le second métal répertorié pour cette période, il constitue les trois objets provenant de Mehrgarh. Si le nombre d'objets est statistiquement trop faible pour conclure quant à l'absence de cuivre arsénié à cette période, il semble en tout cas que le cuivre non allié occupe encore

une place importante durant la première partie du Chalcolithique récent pour la fabrication des objets métalliques.

La fin du Chalcolithique récent (2900-2500 av. J.-C.) est une période pour laquelle nous disposons de nombreuses analyses, qui plus est, elles comprennent des objets provenant des trois zones géographiques examinées, même si le Kech-Makran n'est que faiblement représenté (seules 2 analyses sont exploitables pour les objets issus de l'exploration de la plaine du Dasht). Le changement est radical, puisque le cuivre arsénié domine désormais très nettement (72 %), le cuivre non allié ne composant plus que 19 % des objets. Cette prépondérance est plus marquée à Mehrgarh et Nausharo (78 %), mais se retrouve également à Mundigak (60 %). Le cuivre arsénié est utilisé pour réaliser la très grande majorité des outils de la vie quotidienne, en particulier les lames de couteau et les objets tranchants ou perçants (sur les 46 cuivres arséniés, 36 sont des outils). Il y a toutefois une exception notable. Sur les 6 haches que compte le corpus, qui sont d'ailleurs les objets les plus massifs de la période, une seule est en cuivre arsénié, les 5 exemplaires restant sont faits de cuivre non allié, à l'image de ce qui se pratiquait aux phases précédentes. Les sept autres objets faits de cuivre non allié n'appellent pas de commentaire particulier. Le cuivre au plomb continue d'être utilisé et semble bien cantonné à un usage particulier puisqu'il constitue l'alliage d'un sceau compartimenté découvert à Nausharo (seul objet de la période fabriqué à la cire perdue) et de deux lingots de Mundigak. La fin du Chalcolithique récent est également marquée par l'utilisation de deux nouveaux alliages de synthèse, le cuivre à l'arsenic (un ciseau, et une goutte, résidu d'une opération métallurgique), et le bronze (une petite perle en bronze découverte à Nausharo). On soulignera à ce sujet une information très importante, la hache de Mundigak MA 2816 présentée comme l'un des plus anciens bronzes d'Asie (cf. p. 38 et Figure 23 j) est en réalité faite de cuivre non allié (0.54 % Pb, 0.58 % As), l'analyse effectuée par le Laboratoire National d'Essais en 1960 était donc erronée.

Les trois périodes de l'Indus à Nausharo (2500/1900 av. J.-C.) donnent l'impression d'une grande stabilité métallurgique, la dite stabilité semblant même s'inscrire en continuité avec la période précédente. Nous aurons l'occasion de revenir sur cette information extrêmement importante (cf. § 5.1.3, p. 87). Nous

avons souligné que la typologie se diversifiait, mais qu'il n'y avait pas de modification majeure du répertoire. Il semble en aller de même pour la composition élémentaire du métal. Le fait le plus marquant est que le cuivre arsénié reste le métal formant la base de la fabrication des objets métalliques. D'abord d'usage quasi exclusif et ayant totalement supplanté le cuivre non allié (93 % pour la période 1), on remarque que son usage décroît progressivement (69 % à la période 2, 56 % à la période 3). Le cuivre non allié fait une timide réapparition aux périodes 2 (une épingle) et 3 (un clou et un pot à khôl). Le cuivre à l'arsenic par contre s'affirme avec 6 objets dont 4 pour la seule période 2 (trois tiges, vestiges probables d'outils cassés et un petit lingot) ; à noter que le seul cuivre à l'arsenic de la période 3 est un sceau compartimenté découvert à Damboli et fabriqué par fonte à la cire perdue (Figure 24 x). Le bronze prend de plus en plus d'importance : totalement absent à la période 1 de l'Indus, il est le second alliage le plus fréquent aux périodes suivantes (14 puis 19 %). On retiendra toutefois que son usage reste marginal, dans la mesure où il ne remplace jamais le cuivre arsénié. Non seulement les bronzes sont peu nombreux (8 objets sur 66), mais la typologie des objets est souvent particulière, notamment à la période 2 où le bronze est utilisé pour de petits objets de parure : une perle, une bille et un espaceur de collier à quatre trous (Figure 24 r et s). Le cuivre au plomb n'est documenté que pour deux objets, ils sont indubitablement fabriqués à la cire perdue : un sceau compartimenté provenant de Sibri, et le petit taureau de Nausharo (Figure 24 p et Chapitre 2 § 4, p.174).

4.4. Evolution de la composition des éléments en traces

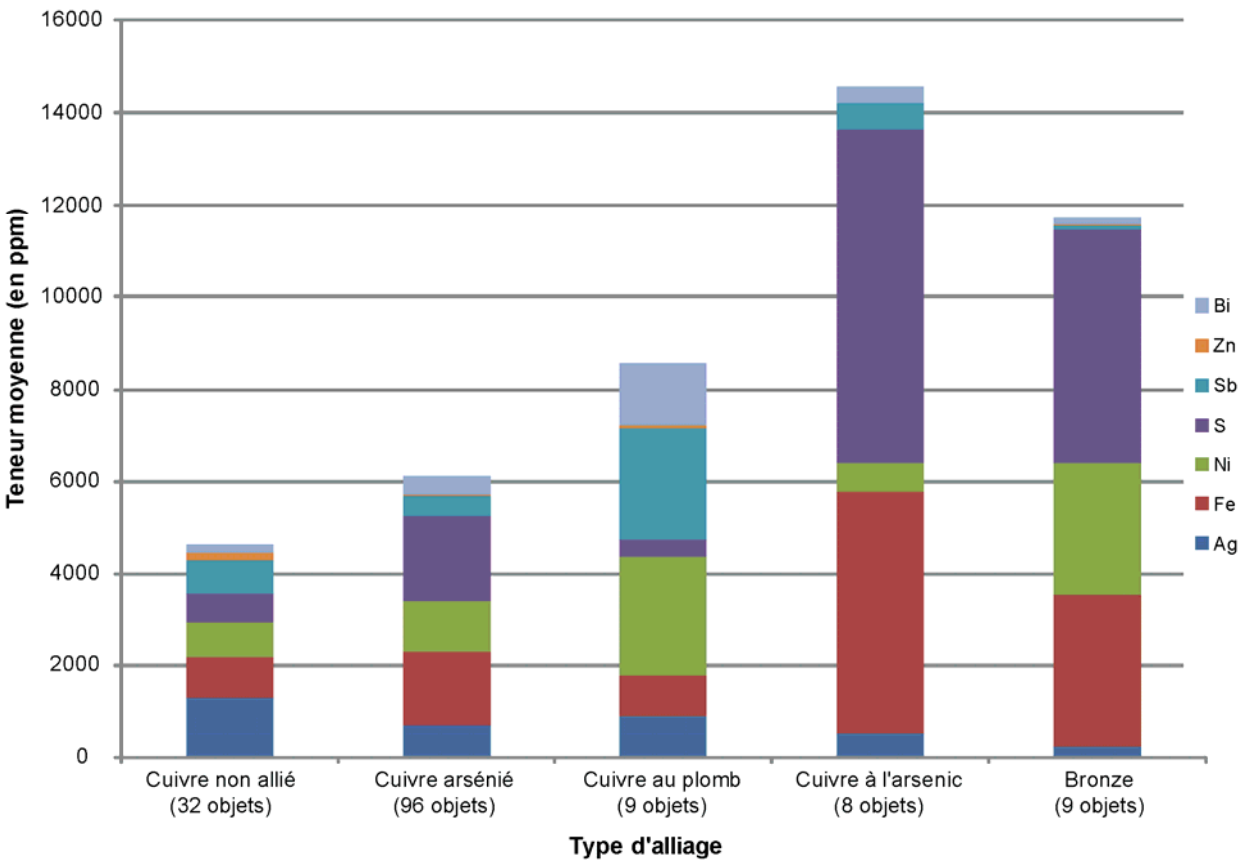


Figure 26 : teneur moyenne cumulée des principales impuretés en fonction du type d'alliage pour les objets métalliques du Balochistan.

La composition des éléments en traces se corrèle de façon très nette avec le type d'alliage. Cette caractéristique remarquable permet de comparer tous les objets du Balochistan entre eux sur une base statistique simple, la composition moyenne du spectre des impuretés (Figure 26). La première conséquence un peu inattendue est que cela valide indirectement la typologie des alliages que nous avons mise en place, notamment la très nette différence existant entre les cuivres arséniés et les cuivres à l'arsenic (essentiellement sur Fe et S). Mais ce résultat met surtout en évidence une différenciation du mode d'approvisionnement en cuivre pour chacun des alliages élaborés. Cela évoque l'utilisation de cuivres de provenances distinctes, choisis en fonction des qualités intrinsèques (couleur, coulabilité, propriétés mécaniques) que les premiers artisans métallurgistes du Balochistan voulaient obtenir pour leur métal. Nous y reviendrons dans une discussion plus générale sur l'évolution de la composition des alliages à base de cuivre au Balochistan (cf. § 5.2 p. 88). Enfin, dernière remarque de ce préambule :

on reste surpris de la stabilité dans le temps des stratégies d'approvisionnement et des techniques d'élaboration qui ont été mises en place pour ces alliages, le cuivre arsénié étant le seul métal pour lequel nous avons pu mettre en évidence une subtile évolution de la composition en impuretés (cf. 5.2.2 Une tradition de cuivre arsénié).

Le cuivre non allié n'est pas seulement le métal sans élément chimique ajouté, c'est aussi celui qui comporte le moins d'impuretés, avec un taux cumulé moyen de 4600 ppm, auquel il convient ici d'ajouter l'arsenic et le plomb (teneurs moyennes respectives 3400 ppm et 2600 ppm). Outre ces fortes impuretés d'arsenic et de plomb, le cuivre non allié renferme également les plus importants taux moyens d'argent (1300 ppm) et de zinc (160 ppm).

Le cuivre arsénié se distingue assez nettement du cuivre non allié car il est globalement moins pur, et les associations d'impuretés caractéristiques sont assez différentes. Les deux impuretés dominantes sont ici le soufre et le fer, tandis que l'argent est nettement moins présent (700 ppm au lieu de 1300 ppm), et que le zinc a quasiment disparu.

Le cuivre au plomb se différencie de tous les autres alliages cuivreux, avec une signature en impuretés très caractéristique, associant l'antimoine, le bismuth et l'argent. Ces trois éléments chimiques accompagnent fréquemment les minéralisations plombifères. Il est donc très probable qu'ils ont été apportés *via* l'ajout de plomb, auquel cas ils ne permettent pas de caractériser le cuivre et sa provenance.

Le cuivre à l'arsenic et le bronze ont des spectres d'impuretés qui présentent plusieurs traits communs. Le taux cumulé est similaire, et domine nettement : respectivement 14000 et 12000 ppm, auquel s'ajoute dans les deux cas 5.000 ppm de plomb. On retiendra donc qu'en moyenne un cuivre à l'arsenic ou un bronze renferme 1.5 à 2 % d'impuretés en plus de l'élément volontairement ajouté. Le soufre et le fer constituent la part la plus importante du spectre, auxquels s'ajoute le nickel dans le seul cas du bronze. Les autres éléments chimiques sont à faible teneur.

5. Les techniques métallurgiques du Balochistan ancien dans leur contexte supra-régional

Les travaux menés par les missions archéologiques françaises à Mundigak, au Kech-Makran et dans la région de Kachi-Bolan ont donc conduit à la découverte d'un corpus d'objets métalliques de première importance. Ce corpus documente sur plus de 4500 ans la séquence métallurgique du Balochistan, une zone longtemps ignorée par la recherche car placée aux confins du monde indo-iranien. Les études que nous avons effectuées sur ces objets modifient radicalement nos connaissances des techniques métallurgiques maîtrisées et pratiquées dans la vallée de l'Indus aux périodes pré- et protohistoriques, et réévaluent le rôle que le Balochistan a joué dans le développement de la métallurgie à l'échelle du Proche-Orient ancien. Dans un premier temps, nous nous arrêterons sur le développement extrêmement précoce des techniques de fabrication des objets métalliques au Balochistan pendant le Néolithique et le Chalcolithique, et sur l'influence très importante que ces périodes ont exercé sur les pratiques métallurgiques des périodes de l'Indus. Nous passerons ensuite en revue les différents alliages dont nous avons identifié l'usage, et nous comparerons nos résultats à ceux publiés pour les régions voisines, afin de replacer le Balochistan ancien dans un espace géographique élargi au Proche-Orient ancien.

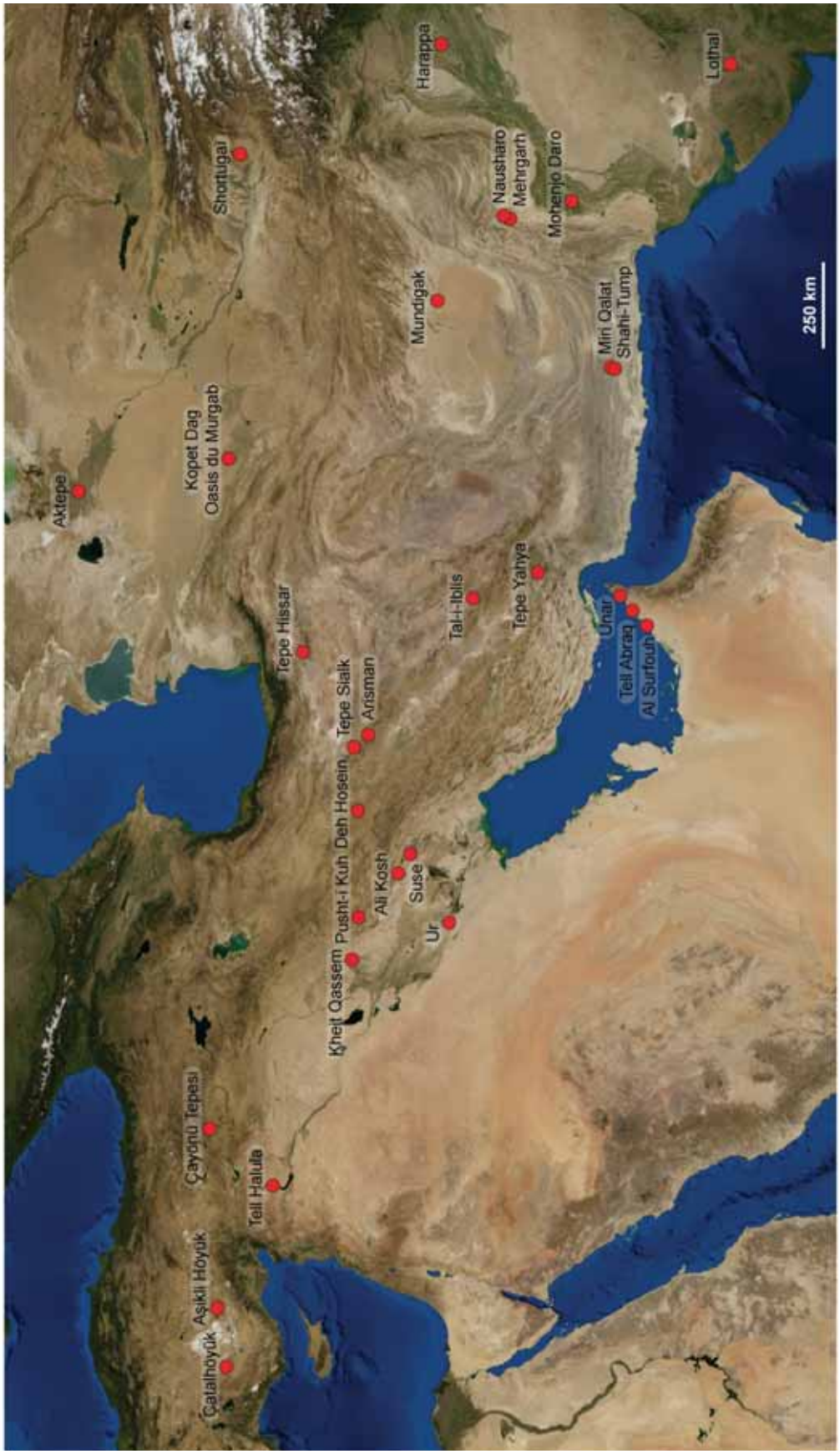


Figure 27 : le Balochistan, une région aux confins du Proche-Orient ancien. Points rouges: principaux sites archéologiques cités dans le chapitre 1.

Fonds de carte: Blue Marble September, © R. Stöckli, NASA Earth Observatory.

5.1. Du métal à l'objet : évolution des techniques d'élaboration et de mise en forme

5.1.1. Néolithique : martelage et cuivre natif

Les plus anciens objets métalliques connus ont été découverts en Anatolie et en Syrie à Çayönü Tepesi, Aşikli Höyük, Çatalhöyük, ou encore Tell Halula, où le cuivre natif a été martelé et recuit dès les 9e et 8e millénaires pour produire des perles, des anneaux, des poinçons et des crochets (Smith, 1965; Molist *et al.*, 2009; Weeks, 2012; Birch *et al.*, 2013). De la fin du 8e au 6e millénaire av. J.-C., la production et la consommation de ces objets ont gagné une zone très étendue (Figure 27), et notamment l'Iran où les ressources cuprifères sont très abondantes, depuis le Khuzistan et le Fars au 8e millénaire (dont la perle d'Ali Kosh précédemment présentée et désormais datée -7500 / -7000, Figure 14, note 6 et p. 49), les Monts Zagros et le Plateau iranien avec en particulier Tepe Sialk au 6e millénaire (Weeks, 2012), jusqu'à atteindre les confins du monde indo-iranien à Mehrgarh au Balochistan pakistanais à la fin de la phase acéramique du Néolithique c'est-à-dire vers 6500 av. J.-C. (cf. § 3.1 p. 43), et à Tepe Yahya au Sud de l'Iran à la fin du 6e millénaire (Thornton*, et al.*, 2002).

Dans ce schéma de développement de la métallurgie, Mehrgarh et Ali Kosh, tous deux placés en piémont du plateau iranien mais de façon diamétralement opposée, affichent une chronologie extrêmement précoce d'utilisation des premiers objets métalliques au vu de leur grand éloignement de la zone anatolienne. Malgré ces dates très anciennes, rien n'indique que les deux sites sont des foyers indépendants d'invention d'une métallurgie du cuivre natif. Au contraire de l'Anatolie, les objets en cuivre y restent en effet extrêmement rares, quant au travail du métal il n'a laissé aucune trace tangible. Pour interpréter cette présence de cuivre à Mehrgarh et à Ali Kosh, il nous semble qu'il faut tenir compte d'une part de l'exceptionnelle richesse et diversité du mobilier retrouvé dans les sépultures néolithiques, notamment pour ce qui concerne les matériaux des objets de parure, et d'autre part de la position géographique privilégiée que ces deux sites occupent, à la croisée de plusieurs axes majeurs de circulation. Cette présence de cuivre dès le Néolithique acéramique serait donc plutôt à mettre en relation avec la capacité

des habitants de Mehrgarh et Ali Kosh à nouer des contacts à très longue distance et à acquérir des biens très fortement valorisés.

À Mehrgarh et à Ali Kosh, les perles en cuivre ont été mises en forme selon une technique métallurgique spécifique, le martelage probablement entrecoupé de recuits, même si l'état de conservation des perles ne permet plus l'observation de la microstructure. Tout indique que l'on a fait appel au cuivre natif pour fabriquer ces objets. Ce matériau est relativement abondant sur le plateau iranien, mais une origine plus lointaine n'est pas à exclure (cf. p. 55). Quant au savoir-faire associé à ce premier cuivre, il reste discuté. Certains chercheurs considèrent que la fabrication des petits objets métalliques du Néolithique ne nécessite pas de compétences particulières, d'une part car ils sont issus de cuivre natif, et d'autre part car le métal n'a pas été fondu (Roberts *et al.*, 2009). Nous pensons au contraire que le procédé en question témoigne d'une réelle spécificité métallurgique (Bourgarit & Mille, 2007). Bien sûr, le martelage fait appel à des procédés et à des outils adaptés de techniques plus anciennes (taille de la pierre, du bois,…), mais les propriétés exploitées lors de ce formage sont spécifiques au métal (grande plasticité, régénérescence des propriétés mécaniques par traitement thermique), et leur maîtrise demande un long et difficile apprentissage. Les observations technologiques que nous avons effectuées sur la grande perle tubulaire et le bracelet de petites perles de Mehrgarh vont bien dans le sens d'objets très investis et parfaitement réalisés, en cohérence avec l'idée de l'existence d'une véritable métallurgie néolithique.

5.1.2. Chalcolithique : métallurgie extractive, fonderie et alliages

Vers 5000 av. J.-C., la découverte de la métallurgie extractive bouleverse la situation établie : le cuivre peut désormais être élaboré par la transformation à haute température d'un minerai ; au moins 700 °C pour les minerais les plus simples tels que la malachite. Un nouveau mode d'approvisionnement en cuivre est donc disponible. Non conditionné par la quête incertaine de pépites de métal natif, il ouvre la voie à une généralisation de l'emploi du cuivre. Et c'est effectivement à partir de cette période que les usages se diversifient et que les objets deviennent plus massifs, on commence par exemple à trouver des armes. On a longtemps pensé que le plateau iranien était le berceau de cette invention, les plus anciens

témoins de cette activité ayant été découverts sur le site de Tal-i Iblis périodes I et II (Frame, 2012). Mais la découverte de vestiges de métallurgie extractive sur le site de Belovode en Serbie dans la même fourchette chronologique (Radivojevic *et al.*, 2010) complique l'appréhension du phénomène : comment expliquer en effet que deux régions distantes de plus de 4000 km, situées de part et d'autre de l'Anatolie, partagent au même moment la même découverte ? Ce serait selon Roberts *et al.* l'indice d'un lieu d'invention plus ancien et central, vraisemblablement en Anatolie (Roberts*, et al.*, 2009), tandis que pour Radivojevic *et al.* cela validerait le modèle de C. Renfrew selon lequel la métallurgie extractive se serait développée en Eurasie à partir de plusieurs foyers indépendants (Renfrew, 1969; Radivojevic*, et al.*, 2010) et Figure 28.

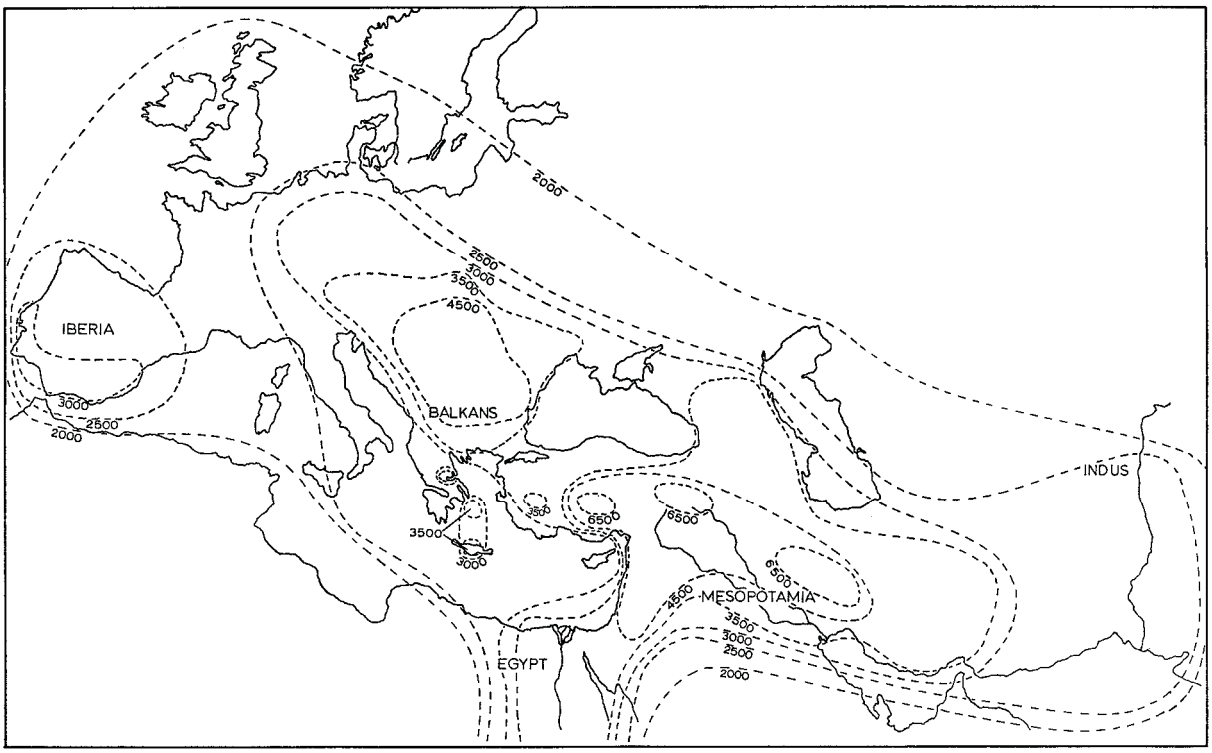


Figure 28 : carte isochrone de l'origine et du développement de la métallurgie telle que proposée par C. Renfrew en 1970. Noter le développement supposément tardif de la zone Indus (entre 3000 et 2500 av. J.-C.).

(d'après Renfrew, 1970, Figure 10)

Aucune scorie de métallurgie extractive n'a été découverte sur les sites du Balochistan que nous avons étudiés. Il est toutefois certain qu'une partie au moins des approvisionnements résulte d'un cuivre élaboré par réduction de minerai au début du 4è millénaire. En effet, les objets datés du Chalcolithique ancien et provenant du Kech-Makran (-4000 / -3500) sont faits soit à partir de cuivre non allié,

soit à partir de cuivre arsénié. Si le cuivre non allié peut éventuellement correspondre à du métal natif refondu, il ne fait aucun doute que le cuivre arsénié est issu d'une opération de métallurgie extractive étant donné les fortes teneurs en plomb, soufre et fer ; trois éléments qui ne sont jamais présents à ce niveau dans les cuivres natifs.

Nous avons vu que les techniques néolithiques de mise en forme du métal se limitaient à la déformation plastique par un travail alternant les phases de martelage et de recuit de recristallisation. Pour ce qui concerne le formage par fonderie, il semble qu'il a suivi de peu l'invention de la métallurgie extractive et pourrait même l'avoir précédé. Il n'y a malheureusement pas de recherches récentes sur l'origine des techniques de moulage et de fonderie. À notre connaissance, une des seules études sur le sujet remonte à 1981, et si l'essai en question est magistral car il pose la question de façon globale en examinant les premiers développements de la fonderie à travers le monde (Proche-Orient ancien, Chine, Amérique préhispanique, Afrique), il ne dresse pas l'inventaire précis des premiers objets coulés, ne s'appuyant que sur quelques exemples (Smith, 1981). Au Proche-Orient, la fonderie en moules permanents (c'est-à-dire réutilisables) est parfaitement au point et permet de fabriquer des outils et des armes relativement massifs à partir de la deuxième moitié du 5e millénaire. Les moules correspondants sont obtenus soit en creusant une empreinte dans la pierre, soit en imprimant un modèle dans l'argile molle, et sont soit monovalves (donc ouverts), soit bivalves (voir ci-après). Au crédit des plus anciens objets fabriqués par fonderie, on compte notamment une vingtaine de haches plates rectangulaires découvertes dans les niveaux les plus anciens de la nécropole de Suse I, datés de la seconde moitié du 5e millénaire av. J.-C. (Tallon, 1987, pp. 311-314).

Les objets métalliques lourds comparables à ceux de Suse I n'ont pas été retrouvés dans les niveaux du Chalcolithique ancien de Mehrgarh (-5000 / -3600). Toutes les occurrences référencées correspondent aux restes de petits objets qui n'ont vraisemblablement pas été obtenus par coulée en moules permanents. Il faut attendre la dernière partie du Chalcolithique ancien (-4000 / -3500) avec les ciseaux et les haches plates de Shahi-Tump pour trouver des objets fabriqués selon la technique de fonderie mise en évidence à Suse (Figure 23 a et b). C'est aussi à

cette période qu'il faut rattacher les découvertes d'objets et de moules effectuées à Arisman, c'est-à-dire à l'ouest du plateau iranien central ; Figure 29 et (Helwing, 2011).

Figure 29 : moules permanents monovalves ou à couvercle (terre cuite), découverts à Arisman et datés de la première moitié du 4e millénaire av. J.-C. De gauche à droite : moule de hache plate rectangulaire (même type de hache que celles de Suse I et de Shahi Tump) ; double moule décrit comme moule à lingots, mais qui correspond vraisemblablement à un moule pour la coulée d'ébauches de ciseaux tels que ceux découverts à Shahi-Tump ; moule de hache plate trapézoïdale ; moule de hache double à perforation centrale.

(d'après Helwing, 2011, figs. 38, 40-42)

Si Mehrgarh apparaît en retrait pour ce qui concerne l'adoption du moule permanent, la zone n'est pas en reste pour ce qui concerne les techniques de moulage. Nos recherches ont en effet mis en évidence une extraordinaire série de petits objets tous découverts dans les niveaux du Chalcolithique ancien de Mehrgarh et fabriqués par fonte à la cire perdue (Figure 21). Ce serait la plus ancienne attestation de l'utilisation de cette technique, nous allons y revenir en détail dans les chapitres 2 et 3 de cette première partie.

Au Chalcolithique récent, la découverte d'objets spectaculaires tels que le Poids aux Léopards à Shahi-Tump indique que le métal occupe une place centrale dans la société, et qu'à ce titre la métallurgie continue de constituer un support privilégié d'innovations dans le domaine des activités artisanales. On notera aussi que les sceaux compartimentés en métal se comptent par dizaines, ce qui est pour le moment sans équivalent dans les régions voisines. Car si la glyptique est certes fortement représentée, les objets correspondants sont surtout en pierre (Mundigak et Iran du sud-est), terre-cuite (Mehrgarh, Nausharo), ou os (Shar-i-Shokthta,

Mundigak). Ce foisonnement d'innovations dans le domaine de la métallurgie est parfaitement illustré par la diversité des alliages composant les objets. La période est d'une part marquée par la généralisation du cuivre arsénié, alliage naturel de cuivre et d'arsenic, même si le cuivre non allié continue d'être utilisé. Mais la période voit aussi l'arrivée des premiers alliages de synthèse. Au contraire du cuivre arsénié, l'élaboration de ces alliages est totalement contrôlée, on cherche donc à formuler une composition : cuivre au plomb pour la fonte à la cire perdue, cuivre à l'arsenic et premier bronze ! Le cuivre arsénié (alliage naturel), le bronze, le cuivre à l'arsenic et le cuivre au plomb (alliages de synthèse) resteront la base de la fabrication de tous les objets des périodes de l'Indus.

5.1.3. Les périodes de l'Indus : stabilité technique et cuivre arsénié

Les trois périodes de la civilisation de l'Indus, documentées pour l'essentiel par l'exceptionnelle séquence des objets de Nausharo, se placent en contrepoint des périodes précédentes. Il se dégage en effet l'image d'une grande stabilité des techniques, des alliages et des réseaux d'approvisionnements en métal, qui conduisent à une sorte d'homogénéisation tant pour ce qui concerne le mode de fabrication des objets, que pour la nature des alliages utilisés. Cette image d'une métallurgie stable, productive, mais peu innovante n'est pas en soi un résultat nouveau, le fait avait déjà été mis en évidence grâce aux analyses effectuées dans les années 1930 et 1940 sur le mobilier métallique d'Harappa et Mohenjo-Daro (voir notamment Kenoyer & Miller, 1999, où ces données sont résumées et réévaluées). C'est d'ailleurs probablement en s'appuyant sur la même base de connaissances que C. Renfrew avait placé en 1970 la vallée de l'Indus en tant que zone périphérique mineure où la métallurgie se développait tardivement, dans le cours du 3e millénaire, avec pour modèle d'adoption celui d'un package complet de connaissances acquises auprès des métallurgies allochtones occidentales du Levant et de la Mésopotamie, (Renfrew, 1970) et Figure 28.

Ce modèle, déjà plusieurs fois mis à mal au gré des découvertes effectuées depuis 1970, est fortement contredit par notre mise en perspective de 4500 ans de métallurgie au Balochistan. Car la grande nouveauté de notre étude des périodes de l'Indus est de montrer que les techniques et les alliages utilisés ne sont pas un bagage importé. Les connaissances des métallurgistes des périodes Indus de

Mehrgarh et Nausharo s'ancrent littéralement dans le substrat chalcolithique local : mêmes alliages, mêmes spécificités des techniques de mise en forme, mêmes modalités d'approvisionnement en métal. Cela ne signifie pas que le système s'est figé : les techniques de mise en forme et notamment la cire perdue connaissent certaines améliorations, le bronze monte très progressivement en puissance, et nous allons voir qu'une évolution de la composition en traces du cuivre arsénié signale certains changements (cf. § 5.2.2 p. 90). Le système de production métallurgique des périodes de l'Indus se place néanmoins dans la continuité de celui des périodes précédentes.

Dans cette perspective, les conclusions apportées par l'étude des collections métalliques des missions archéologiques françaises au Kachi-Bolan, au Makran et à Mundigak s'intègrent parfaitement dans le cadre tracé par J.-F. Jarrige pour décrire le processus d'évolution des sociétés vivant à la bordure occidentale de la vallée de l'Indus (Jarrige, 2008). Dès le Néolithique, ces régions forment un foyer d'innovations techniques qui explique en grande partie le très haut niveau des artisanats de la civilisation de l'Indus. On avait longtemps cru que les cultures locales ne possédaient pas le dynamisme interne expliquant l'apparition de métropoles comme Mohenjo-daro ou Harappa vers 2500 av. J.-C. Nous montrons ici avec les objets métalliques découverts à Nausharo, éléments parmi d'autres d'une très riche culture matérielle (poterie à décor peint, stéatite cuite, glaçures, figurines en terre cuite, sceaux compartimentés, pierres semi-précieuses, coquillages marins..), que la métallurgie de la civilisation de l'Indus s'inscrit dans la suite d'une longue tradition locale.

5.2. Métaux et alliages multiples : évolution de la composition élémentaire

5.2.1. Les productions en cuivre non allié

Le cuivre non allié est le métal par excellence des premières périodes que nous avons étudiées au Balochistan. Nous n'avons pas véritablement pu analyser la composition élémentaire du cuivre natif composant les objets de Mehrgarh pour les périodes néolithiques et pour le Chalcolithique ancien en raison de la

minéralisation complète des objets. Les indices rassemblés indiquent toutefois l'emploi d'un cuivre sans arsenic et à faibles impuretés d'argent. Ce cuivre natif peut provenir du Plateau Central iranien étant donné l'abondance des affleurements cuprifères, y compris pour le métal natif, mais il ne peut pas s'agir du district de Talmessi-Anarak comme le pensait C.S. Smith, ce dernier étant riche en arsenic (Pernicka, 2004).

Figure 30 : à gauche, hache plate de Shahi Tump 2/97/III/26 / FZ24375 ; à droite hache plate de Suse I, musée du Louvre, inv. Sb06800. Noter la toile de lin recouvrant les deux haches, dont la trame est encore très visible. Cette toile de lin s'est conservée par minéralisation au contact des produits de corrosion du métal. Noter également la très forte réduction du tranchant de la hache de Shahi Tump : l'usure, les affûtages et les réaménagements successifs ont conduit à fortement tronquer la forme originelle de l'objet, qui devait probablement être très similaire à la hache de Suse.

À gauche, © C2RMF, D. Bagault ; à droite, © C2RMF, B. Mille

Le cuivre non allié des objets de la période II du Kech-Makran (fin du Chalcolithique ancien) se caractérise par un taux d'impuretés relativement faible. Il n'est pas possible de déterminer si ce cuivre est originellement natif, ou issu de la réduction d'un minerai. Dans tous les cas sa provenance est différente du cuivre natif étudié à Mehrgarh, car il contient outre l'argent et le zinc, des impuretés d'arsenic et de plomb en teneurs non compatibles avec les perles et amulettes de Mehrgarh. Ce cuivre, qui rappelons-le concerne les gros outils et les haches plates

de Shahi Tump, trouve de nombreux équivalents dans les haches plates de la nécropole de Suse I (mais teneurs en plomb souvent plus faibles et en nickel souvent plus fortes, Tallon, 1987, pp. 157-160). Les haches plates du Makran et de Suse ne partagent pas seulement forme, technique et composition. Certaines haches de Suse I ont été déposées dans la tombe enveloppées d'un textile de lin (recherche en cours par C. Moulherat et A. Thomas), et c'est également ce qui a été mis en évidence pour l'exemplaire 2/97/III/26 de Shahi Tump (Besenval, 2005, p. 4), Figure 30. On notera enfin que le cuivre non allié continue d'être utilisé sporadiquement aux périodes ultérieures, notamment pour fabriquer les haches du Chalcolithique récent, et qu'il conserve sa composition très caractéristique.

5.2.2. Une tradition de cuivre arsénié s'installe

Le cuivre arsénié est le métal composant la très grande majorité des objets du Balochistan, depuis la fin du Chalcolithique récent où son usage se généralise, jusqu'à la fin des périodes de l'Indus (93 objets sur 130). Cette situation est observée dans toutes les zones géographiques du Balochistan, Kachi-Bolan, Makran et Mundigak. Le cuivre arsénié succède au cuivre non allié, dont l'usage se raréfie après 2900 av. J.-C. Il faut aussi souligner que le cuivre arsénié ne sera jamais supplanté par le bronze dans la fourchette chronologique examinée, c'est-à-dire jusqu'en 1900 av. J.-C.

Le cuivre arsénié peut renfermer de 1 à 5 % d'arsenic. Les teneurs sont suffisamment élevées pour estimer que les propriétés de ce métal (couleur, dureté) sont significativement différentes de celles du cuivre (Lechtman, 1996). Il s'agit bien d'un alliage et il a été utilisé comme tel, mais nous le qualifions de naturel, dans le sens où il n'est pas synthétisé par ajout d'arsenic dans le cuivre au cours de la fusion, mais par sélection de minerais de cuivre riches en arsenic. Il est donc obtenu directement *via* la réduction de ce ou ces minerais (voir aussi p. 73). Parmi les impuretés renfermées dans le cuivre arsénié du Balochistan, le cas du plomb doit être discuté à part. Il s'avère en effet que cette impureté est souvent en forte teneur (moyenne 0.68 %, médiane 0.35 %), pouvant même atteindre pour quelques objets des teneurs équivalentes à celles de l'arsenic (Figure 31).

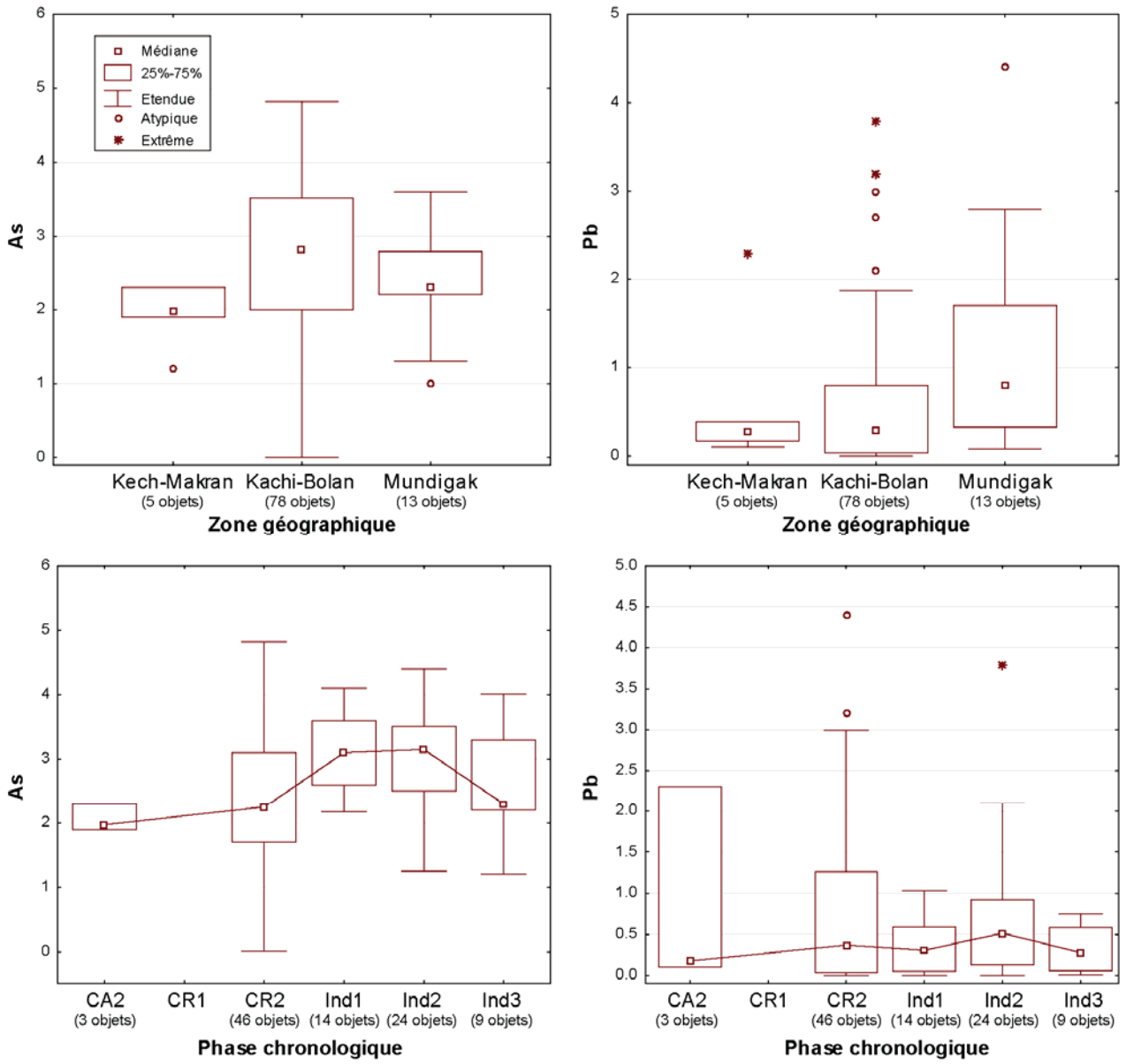


Figure 31 : distribution des teneurs en arsenic et en plomb (% massique) pour le cuivre arsénié du Balochistan en fonction de la zone géographique (en haut) ou de la phase chronologique (en bas).

Le cuivre arsénié du Balochistan ne présente pas d'évolution marquée pour ce qui concerne le taux d'alliage (Figure 31) : les valeurs médianes oscillent entre 2 et 3 % pour l'arsenic, depuis la fin du Chalcolithique ancien jusqu'à la fin des périodes de l'Indus. Il en va de même pour le plomb (sa principale impureté), qui reste plutôt stable, avec une médiane toujours en-deça de 0,5 % (Figure 31 bas). La seule tendance remarquable est d'ordre géographique, le cuivre arsénié de Mundigak renferme généralement autour de 0.8 % de plomb, cette teneur est rarement atteinte dans le Kech-Makran ou dans la zone Kachi-Bolan (Figure 31 haut).

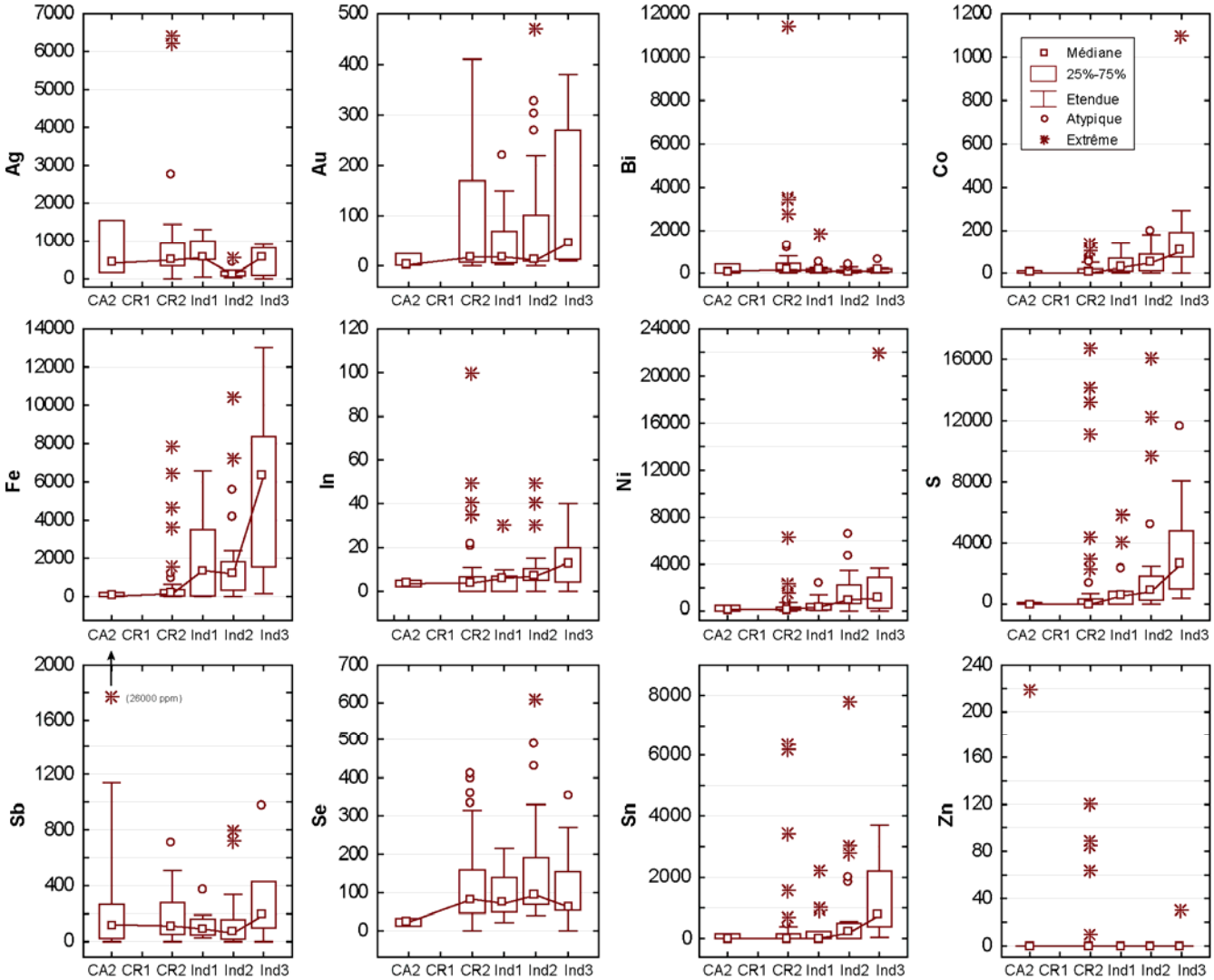


Figure 32 : évolution de la teneur des principales impuretés du cuivre arsénié (valeurs en ppm) dans la zone Kachi-Bolan en fonction de la période chronologique (de 4000 à 1900 av. J.-C.).

La stabilité de la composition du cuivre arsénié ne concerne pas uniquement les taux d'arsenic et de plomb. Le spectre d'impuretés reste étonnamment constant pour bon nombre d'éléments chimiques (argent, bismuth, antimoine, sélénium, zinc ; Figure 32). D'autres éléments traces voient leur teneur évoluer, mais toujours de façon très progressive, et selon une même tendance qui conduit à amplifier le taux d'impuretés avec le temps (cobalt, fer, indium, nickel, soufre et étain[11]). Plutôt qu'une modification des sources d'approvisionnements en minerais, cette augmentation faible et graduelle de certaines impuretés évoque plus une évolution des techniques de réduction, et notamment des procédés de métallurgie extractive

[11] Pour l'étain, l'augmentation des teneurs se fait surtout à la dernière période de l'Indus. Dans ce cas précis, il est probable que le stock de cuivre arsénié a été « contaminé » par quelques pièces de bronze qui se sont glissées dans le creuset lors des refontes de recyclage. Il ne faut en effet pas oublier que c'est à cette période que le bronze commence à devenir un alliage fréquemment utilisé.

de plus en plus efficaces, car opérant à des températures de plus en plus hautes. Un tel phénomène est en tout cas attesté et bien décrit pour l'arsenic et le nickel des bronzes de la protohistoire européenne (Pollard *et al.*, 1991), ainsi que pour le fer (Craddock & Meeks, 1987).

	Co	Ni	Pb
Balochistan (Pakistan, Afghanistan) (Mille, ce travail)	Faible	Faible	Fort
Harappa (Pakistan) (Kenoyer & Miller, 1999)	Faible	Faible	Fort
Tepe Yahya (Iran) (Thornton, *et al.*, 2002)	Faible	Faible	Faible
Oman (plusieurs sites) (Weeks, 2003)	Fort	Fort	Faible
Suse (Iran) (Malfoy & Menu, 1987)	Fort	Fort	Fort

Tableau 5 : teneurs moyennes en cobalt, nickel, et plomb d'objets métalliques en cuivre arsénié du 3è millénaire av. J.-C. pour différents sites du Proche-Orient ancien où la composition élémentaire est documentée.

Fort nickel ou plomb : supérieur à 1000 ppm.

Fort cobalt : supérieur à 100 ppm.

Cet usage massif de cuivre arsénié n'est pas limité au seul territoire du Balochistan. La situation ici observée pour le 3e millénaire est généralisable à l'échelle de l'ensemble du Proche-Orient ancien (Weeks, 2012, p. 307). Au sein de cet immense territoire, nous avons choisi quelques sites ou zones archéologiques pour lesquels des échanges à longue distance avec le Balochistan sont probables voire attestés, et pour lesquels d'importantes campagnes d'analyses élémentaires ont été effectuées sur les objets métalliques. Nous avons rassemblé toutes ces données pour examiner les teneurs de trois impuretés particulièrement caractéristiques du cuivre arsénié : le cobalt, le nickel et le plomb (Tableau 5). Il apparaît très clairement que chaque zone utilisant le cuivre arsénié se différencie par un schéma d'impuretés qui lui est propre. Toutes ces régions sont à courte ou moyenne distance de gisements de cuivre (en général moins de 200 km étant donné l'abondance des ressources cuprifères de cette région du globe). Pour tous les sites du Proche-Orient ancien que nous avons examinés, le cuivre arsénié semble donc correspondre au métal produit et acquis localement, et utilisé pour la fabrication de l'ensemble de la panoplie des objets métalliques du quotidien.

5.2.3. Une production différenciée : le cuivre à l'arsenic

Rappelons tout d'abord que le cuivre à l'arsenic, que nous définissons comme l'alliage contenant plus de 5 % d'arsenic, ne se différencie pas seulement par sa forte proportion d'arsenic mais également par un spectre d'impuretés distinct (Figure 26). On observe par ailleurs que le cuivre à l'arsenic apparaît plus tard que le cuivre arsénié au Balochistan, et que son usage se développe en parallèle de celui du bronze (Figure 25). Le lien unissant cuivre à l'arsenic et bronze est étonnamment renforcé en confrontant les spectres d'impuretés respectifs de ces deux alliages. Ils sont très similaires et très caractéristiques, étant notamment marqués par de fortes teneurs en soufre et en fer (Figure 26). Cette signature évoque une source de cuivre sous la forme d'un sulfure de type chalcopyrite. Il est toutefois possible que la relation soit totalement fortuite. En effet, fer et soufre sont aussi, avec l'arsenic, les principaux composants du speiss, ce composé intermétallique qui aurait permis de préparer les cuivres à l'arsenic (cf. p. 73).

5.2.4. Un alliage très discret : le bronze

À l'inverse du cuivre à l'arsenic, le bronze ne pose pas de problème d'identification. Par contre, la chronologie de l'adoption du bronze, et surtout la question de la provenance de l'étain sont deux thématiques très discutées, tant pour l'Asie que pour l'Europe. Une question préoccupe particulièrement archéologues, philologues et métallurgistes travaillant sur le Proche-Orient ancien : quelle était la source du bronze mésopotamien ? En effet, on sait d'une part que la Mésopotamie est totalement dépourvue de ressources métallifères, et on connait d'autre part de nombreux textes cunéiformes rédigés en sumérien et en akkadien qui témoignent de l'importation massive de métaux à destination des principales cités mésopotamiennes (Muhly, 1973, p. 220 & 288). Pour le bronze, les plus anciens témoignages remontent à la première dynastie archaïque (DA.I, -2900 / -2750) grâce à deux textes découverts à Ur, l'alliage porte alors le nom de UD*ka.bar* (aussi retranscrit *zabar*), qui signifierait « le métal fort » (Dossin, 1948, p. 29, n. 1; Limet, 1960, p. 52). L'étain est quant à lui cité à partir du DA.IIIA (-2600 / -2500), notamment dans les documents découverts à Ur et à Fara (Limet, 1960, pp. 52-53), il porterait le nom de *AN.NA* en sumérien, et de *anâku* en akkadien.

Le problème des approvisionnements en étain et en bronze de la Mésopotamie a conduit quelques auteurs à graduellement échafauder une thèse dans laquelle le Balochistan et la vallée de l'Indus pourraient avoir tenu un rôle très important (voir en particulier Berthoud*, et al.*, 1982; Stech & Pigott, 1986). Cette thèse s'appuie sur les huit points suivants : (i) les textes sumériens mentionnent que le cuivre était importé de *Magan* (identifié à Oman) et de *Meluhha* (identifié aux régions de la civilisation de l'Indus) et transitait jusqu'en Mésopotamie via *Dilmun* (identifié à Bahrein) (Moorey, 1985, pp. xvii-xxii) ; (ii) de nombreuses inscriptions citent *Meluhha* comme étant également la source de marchandises précieuses telles que les bois exotiques, la cornaline, le lapis-lazuli (Jarrige, 1995, p. 8; Possehl, 2012, p. 762) et une inscription datant du règne de Gudea de Lagash y associe l'étain (Muhly, 1973, pp. 306-307; Weeks, 2003, p. 180) ; (iii) les occurrences de lapis-lazuli sont extrêmement rares, et la seule mine d'importance exploitée anciennement se situe dans le Badakhshan au Nord-Est de l'Afghanistan (Herrmann, 1968, p. 22) ; (iv) les prospections de T. Berthoud et ses collègues ont mis en évidence d'importantes ressources en étain dans la zone de Sarkar et Misgaran, à l'ouest de l'Afghanistan (Berthoud*, et al.*, 1982, pp. 49-50) ; (v) Shortugai et Mundigak, tous deux situés en Afghanistan, témoignent d'un intensif travail du lapis-lazuli dans le cours du 3è millénaire (Francfort, 1989, p. 127; Barthélemy de Saizieu*, et al.*, 1993) ; (vi) les campagnes d'analyse des années 1960-1980 ont clairement établi que durant tout le 3e millénaire, le cuivre arsénié est resté le métal dominant dans la zone du Plateau Iranien, et que le bronze ne s'est jamais imposé (Stech & Pigott, 1986, p. 43) ; (vii) le bronze était en revanche réputé pour être précocement adopté et avoir rapidement joué un rôle important en Mésopotamie (en se basant essentiellement sur l'analyse des textes anciens), une situation comparable était attendue dans l'Indus puisque les premières analyses d'objets effectuées dans les années 1930-1940 mettaient en évidence une proportion non négligeable de bronzes (Stech & Pigott, 1986, p. 44) ; (viii) la hache de Mundigak considérée comme l'un des plus anciens bronzes d'Asie (cf. p 38) apportait une dernière pierre à l'édifice, en tant que validation archéologique du lien unissant l'étain et le lapis-lazuli en Afghanistan.

Tous les arguments pointaient donc vers un modèle où l'Afghanistan constituait la zone source de l'étain et du lapis-lazuli, alimentant à la fois la

Mésopotamie et la vallée de l'Indus (Pigott, 1999, p. 87). Pour ce qui concerne la Mésopotamie, ce modèle avait pour corollaire le *by-pass* de toute la zone iranienne dans le cadre d'échanges dirigés et sans intermédiaires de produits de luxe venus de l'Est lointain et à destination des élites sumériennes et akkadiennes (Stech & Pigott, 1986, pp. 43, 57). Il semble à la lueur des recherches récentes et des conclusions apportées par notre travail, que le modèle proposé ne peut plus être soutenu tel quel. En premier lieu, une exploitation minière d'étain très ancienne et de grande ampleur a été identifiée à Deh-Hosein, dans le Zagros central au Nord-Ouest de l'Iran (Nezafati *et al.*, 2006). Deh Hosein fait partie intégrante du Luristan, cette région est située au contact de la Mésopotamie et était déjà bien connue pour la qualité de ses bronzes (Begemann *et al.*, 2008). À l'opposé, il est apparu que les riches minéralisations stannifères d'Afghanistan n'ont livré aucune trace d'exploitation antérieure au 2e millénaire (Weeks, 2003, p. 181). Enfin, la nouvelle analyse que nous avons effectuée de la hache à collet de Mundigak révèle en fait un cuivre non allié, tandis que les résultats que nous avons obtenu à l'échelle du Balochistan montrent que le bronze n'est jamais véritablement adopté, y compris pour ce qui concerne les périodes de l'Indus (cf. § 4.3 p. 75 et ci-dessous).

Sur la base de ces nouvelles informations, il nous a semblé utile de présenter une nouvelle synthèse de l'évolution de l'utilisation du bronze au Proche-Orient ancien pendant le 3e millénaire. Pour cette synthèse, nous n'avons pas visé à l'exhaustivité, nous avons au contraire eu recours à des critères de sélection assez stricts tant pour ce qui concerne la fiabilité des analyses, que pour le contexte de découverte et la datation des objets. Ainsi, nous avons repris à notre compte le remarquable filtrage des données effectué par Kenoyer et Miller sur les analyses anciennes d'objets des sites de la vallée de l'Indus (Kenoyer & Miller, 1999, p. 113)[12]. Pour l'Iran, deux séries d'analyses font référence, Tepe Yahya et Suse, nous les avons retenues (Malfoy & Menu, 1987; Thornton*, et al.*, 2002). Il en va de même pour la région d'Oman grâce aux recherches très approfondies menées par L. Weeks (Weeks, 2003). Paradoxalement, la Mésopotamie reste le parent pauvre de cette recherche. Les rares analyses effectuées anciennement ont

[12] À titre d'exemple, sur les 177 analyses répertoriées par D.P Agrawal pour Mohenjo-Daro et Harappa, Kenoyer et Miller n'en ont retenu que 52 (Kenoyer & Miller, 1999, pp. 137-143; Agrawal, 2000, p. 72).

été rassemblées et commentées par P.R.S Moorey, qui avait alors souligné l'indigence de la situation (Moorey, 1985, pp. 51-68). Suite à ce constat, un ambitieux projet a été lancé au début des années 1980 par l'université de Pennsylvanie, le *Mesopotamian Metals Project* (MMP), mais la publication des résultats a été maintes fois différée, au point qu'elle n'est toujours pas à l'ordre du jour en 2016[13]. Un autre vaste programme analytique a été conduit par l'université de Heidelberg, le *Frühe Metalle in Mesopotamien*. Le tome 1 paru en 2011 présente les résultats bruts des analyses de 2615 objets (Hauptmann *et al.*, 2004). Le tome 2, non publié à ce jour, s'est fixé pour objectif de remettre en contexte les objets et d'exploiter les résultats des analyses, mais la guerre d'Irak de 2003 a fortement compromis la faisabilité du projet. Nous aurons l'occasion d'utiliser la somme considérable de données publiées dans le tome 1 pour explorer les liens entre composition d'alliage et cire perdue (cf. Chapitre 3), mais pour ce qui concerne le problème de la chronologie d'adoption du bronze, les données ne sont pas utilisables en l'état. En conséquence, nous nous sommes limités aux analyses de composition sélectionnées comme séries de référence par P.R.S Moorey en 1985 et confirmées comme telles dans son manuel de 1994 (Moorey, 1994, p. 276), à savoir 12 analyses effectuées par T. Berthoud sur les objets de la nécropole de Kheit Qassem pour le DA.I (Berthoud, 1979, pp. 17 et 34-36 du tome d'annexes) et 22 analyses effectuées par P. Craddock sur des objets découverts à Ur, et répartis entre le DA.III (-2600 / -2350) et la période akkadienne (-2350 / -2100 ; Moorey, 1985, pp. 66-68, tableau 2)[14]. Pour l'Asie centrale, de très nombreuses analyses ont été effectuées à l'époque soviétique, en particulier par V. Ruzanov. Si les données sources ne sont pas directement accessibles, il existe toutefois un article résumant très succinctement les résultats obtenus (Ruzanov, 1999). L'auteur déclare avoir effectué 1800 analyses, le mobilier métallique se répartissant sur trois phases chronologiques distinctes, Namazga IV (-2900 / -2300), Namazga V (-2200 / -1700) et Namazga VI (-1700 / -1000, donc hors champ chronologique ici discuté). Pour la zone turkmène, les données exposées dans l'article permettent d'inférer la part relative des objets en bronze. Enfin, pour le Luristan, nous avons retenu l'étude

[13] Projet et résultats préliminaires consultables sur un site internet de l'université de Pennsylvanie : http://avirtualmuseum.org/publications/mesopotamian_metals/index.html .

[14] P.R.S Moorey liste d'autres analyses d'objets mésopotamiens datés, mais les séries sont moins conséquentes, les analyses plus anciennes, et surtout les mêmes tendances sont observées.

très approfondie de deux lots d'objets effectuée à l'initiative d'E. Haerinck et B. Overlaet. Sur les 106 analyses publiées, 19 ont ici été utilisées, les autres ne satisfaisant pas les critères que nous avons précédemment énoncés (Begemann, *et al.*, 2008)[15].

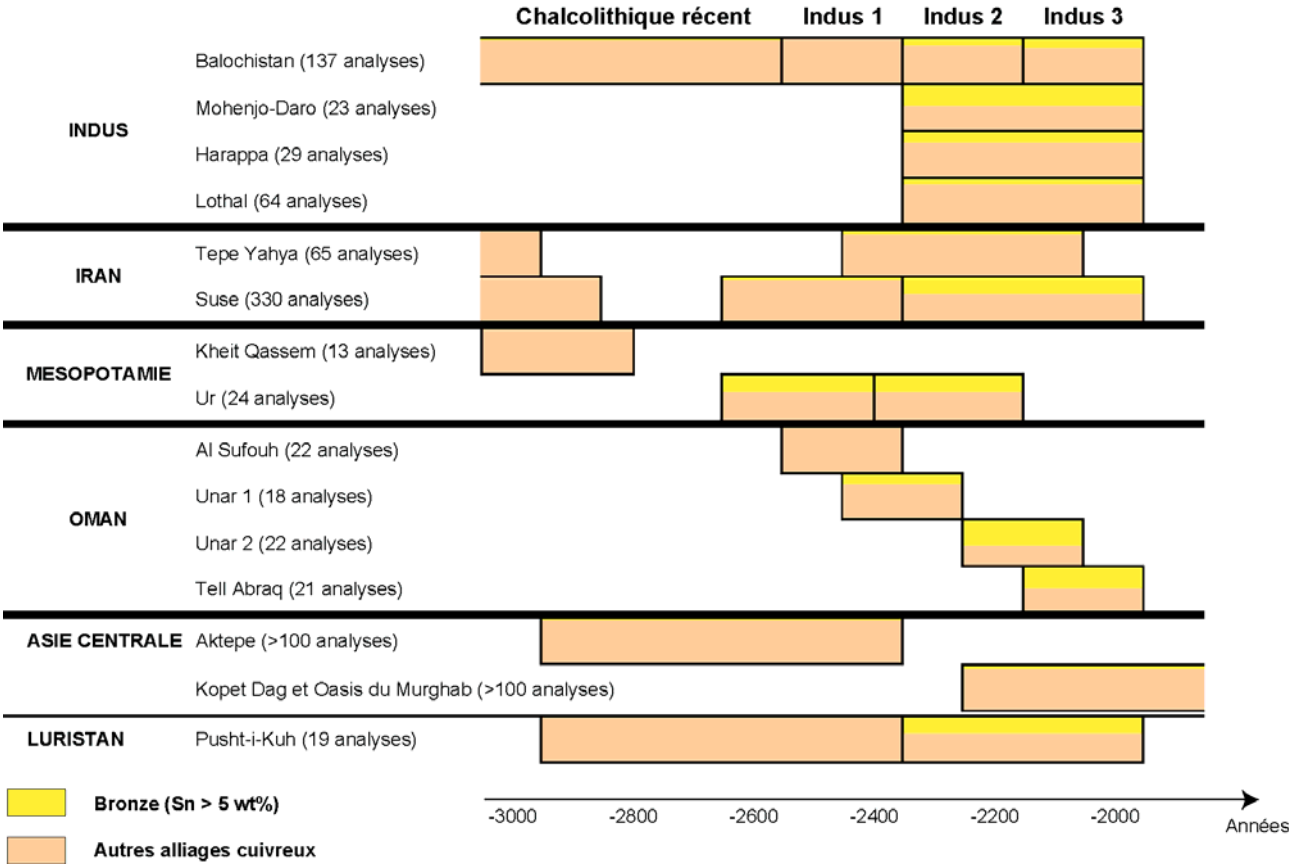


Figure 33 : part relative du bronze (> 5 % Sn) dans le corpus des objets en alliage cuivreux du Proche-Orient ancien du 3è millénaire av. J.-C.

787 analyses de composition élémentaire compilées, références et critères de sélection détaillés dans le texte.

La question de l'adoption du bronze au Proche-Orient est donc un problème complexe et non complètement résolu à ce jour. Les données les plus récemment obtenues (Oman, Luristan et Balochistan) comblent une part des importantes lacunes géographiques qui existaient, même si le corpus d'analyses reste pour l'heure insuffisant en nombre, et surtout très déséquilibré. Une vision nouvelle de la situation est néanmoins apportée par les 787 analyses de composition que nous

[15] En particulier, nous n'avons pas tenu compte des 48 objets issus des collections du musée du Louvre, dont la provenance du Luristan n'est pas assurée. Nous avons ensuite sélectionné parmi les 58 objets restant, tous issus de la fouille de la mission belge dans le Pusht-i-Kuh, ceux qui se rattachent au 3e millénaire et dont la datation était suffisamment précise (Begemann, *et al.*, 2008, p. 25, tableau 4).

avons rassemblées, elle amorce enfin une explication au phénomène observé (Figure 33).

En premier lieu, une information essentielle est établie à l'échelle du Proche-Orient : le recours au bronze reste le plus souvent un phénomène marginal sur la durée complète du 3e millénaire, quelle que soit la zone considérée. Dans certaines zones néanmoins, le bronze prend de l'importance durant la dernière partie du 3e millénaire. Cela est particulièrement vrai en Oman (55 % des objets à Unar 2, 48 % à Tell Abraq), mais le même phénomène se remarque dans la partie la plus occidentale de l'Iran, avec 38 % de bronzes au Luristan, et cela d'autant plus que quelques objets non comptabilisés parmi les bronzes ont des teneurs en étain comprises entre 1 et 5 %. La même observation est faite à Suse : à la période V (-2300 / -1900), le bronze constitue 40 % des objets, auxquels s'ajoutent une part non négligeable d'objets en alliage à faible teneur (sur 118 objets, 47 sont des bronzes à plus de 5 % d'étain, et 20 renferment entre 1 et 5 % d'étain). Le phénomène reste cependant timide et limité puisque pour ce qui concerne la fin du 3e millénaire, on constate aussi que la totalité de l'aire d'influence de la civilisation de l'Indus (vallée de l'Indus et Balochistan), l'Est de l'Iran (Tepe Yahya, mais également le Plateau) et l'Asie centrale adoptent un schéma où la part du bronze est encore plus faible. Et il semble bien que la même situation est observée en Mésopotamie. Il est donc tout à fait clair que la civilisation de l'Indus n'a pas été la source du bronze des sumériens et des akkadiens, puisqu'elle disparaîtra avant que sa métallurgie ait eu le temps de basculer dans un usage généralisé du bronze.

En second lieu, dans l'aire géographique que nous avons examinée, aucun secteur ne peut se targuer d'avoir été un foyer à partir duquel la technologie du nouvel alliage aurait diffusé. On trouve bien quelques bronzes indubitablement très anciens (début du 3e, voire même fin du 4e millénaire), mais ils sont disséminés sur l'ensemble du territoire proche-oriental. Pour aller au-delà de ce constat, il faudrait mener une caractérisation typo-technologique fine des tous premiers objets en bronze, et tenter de vérifier s'ils ont été fabriqués localement à partir de métal importé, ou s'ils ont été manufacturés dans un « lointain ailleurs », qui pourrait alors justement correspondre au foyer précédemment évoqué. Il n'est peut-être pas si anodin de constater que les premiers bronzes de Nausharo sont essentiellement de

tous petits objets de parure, qui n'ont pas d'équivalents locaux (Figure 34). L'intérêt pour les premiers bronzes ne serait-il pas d'ordre esthétique : objets de couleur jaune pâle et très brillants, tout en étant très résistants à l'usure ? Le bronze se serait ainsi longtemps cantonné à la production de petits objets de luxe, acquis par le biais de circuits d'échange à très longue distance.

Figure 34 : espaceur de collier et perle. Les deux objets font partie des rares bronzes découverts à Naushаro (cf. Figure 24 pour le détail du contexte).

© MAI, J. Haquet.

Comment peut-on alors expliquer que les textes sumériens aient accordé une telle importance au bronze, le fameux « métal fort » ou *UDka.bar* cité dès le début du 3e millénaire, c'est-à-dire plus de 500 ans avant que l'alliage ne commence à se généraliser ? Et comment l'étain pourrait-il venir de l'Est, de la mythique Meluhha, par ailleurs réputée pour la qualité de ses précieuses marchandises, et qui semblait si bien correspondre à la zone d'influence de l'Indus ? Plusieurs pistes explicatives sont possibles, mais toutes requerront d'ouvrir à nouveau la discussion concernant la traduction de certains termes sumériens et akkadiens (cf. aussi ci-dessous). Quant à la question de l'origine de ces premiers bronzes, force est de constater que vu depuis le Balochistan et la vallée de l'Indus, le courant semble plutôt venir de l'Ouest.

5.2.5. Découverte d'un nouvel alliage : le cuivre au plomb

Nous ne détaillerons pas maintenant la relation entre le cuivre au plomb et la fonte à la cire perdue, cela fera l'objet d'un développement spécifique dans le troisième chapitre de cette première partie (p. 185 et suivantes). Nous soulignerons en revanche deux points. Le premier concerne la signature très caractéristique du spectre d'impuretés du cuivre au plomb composant les objets du Balochistan, avec

une triple association antimoine-bismuth-argent. Ces trois éléments, vraisemblablement apportés par le plomb ajouté, sont des marqueurs géochimiques à exploiter dans une recherche éventuelle de la provenance du plomb. Cette signature pourrait également étre intéressante à comparer à celle des objets en cuivre au plomb des autres zones géographiques du Proche-Orient ancien.

Le second point concerne la traduction des termes sumériens et akkadiens utilisés pour désigner le bronze, l'étain et le plomb. Il faut en effet savoir que ces traductions ont été âprement discutées depuis le XIXe siècle. Nous ne pouvons ni ne voulons entrer dans cette discussion, mais il nous semble utile de signaler que l'opinion qui a longtemps prévalu est que le mot *anâku* désignait le plomb, et non l'étain. La tendance ne s'est inversée qu'à partir du début des années 1960. La traduction sera tout d'abord mise à mal par H. Limet, qui fait observer que toutes les recettes d'alliage donnent invariablement comme composés *urudu* (cuivre) + *anâku* (étain), c'est à dire le bronze (Limet, 1960, p. 52). Par ailleurs, en 1965, B. Landsberger déconstruit point par point les arguments en faveur du mot « plomb », au bénéfice de l'étain (Landsberger, 1965). Enfin, en s'attelant au problème majeur de l'approvisionnement en étain des grandes civilisations méditerranéennes et orientales, J. Muhly pose comme base de discussion que le mot *anâku* ne pourrait avoir une telle profondeur historique s'il désignait un métal d'aussi faible valeur que le plomb (Muhly, 1973, pp. 242-244 et notes associées). Enfin c'est également à ce moment que le scénario faisant venir l'étain de *Meluhha*, c'est-à-dire l'Indus, commence à se construire. Mais la traduction du mot *anâku* = étain a de nouveau été contestée à partir du début des années 1980 sur la base de plusieurs textes assyriens, une position à laquelle se rallie P.R.S Moorey dans son ouvrage de 1994 (Moorey, 1994, pp. 295-296). Nous n'avons pas l'intention de contribuer à ce débat de philologues, ni de contester le fait que UD*ka.bar* et *anâku* puissent effectivement désigner le 'bronze' et l''étain'. Nous ferons seulement remarquer que les deux mots semblent particulièrement difficiles à traduire, et que tous les chercheurs s'étant penché sur le problème admettent que le sens des deux mots n'a pas nécessairement toujours été le même : *« Although 'tin' was its primary meaning, the possiblity that it was applied from time to time to 'lead' is further considered here »* (Moorey, 1994, p. 298, au sujet du sens du mot *anâku*).

Au Balochistan, on constate que le cuivre au plomb est un alliage qui a été synthétisé dès la fin de la première moitié du 4e millénaire, et qu'il a exclusivement servi à la fonte à la cire perdue. Nous verrons dans le troisième chapitre que cette technique de fonderie et cet alliage ont rapidement été adoptés dans toute l'aire géographique examinée, y compris la Mésopotamie. La question qui se pose alors est de savoir si UD*ka.bar* ne signifie pas plutôt « alliage de synthèse à base de cuivre », ou plus simplement dit «cuivre allié», ce qui nous rapproche d'ailleurs de sa traduction la plus littérale : « cuivre fort » (cf. p. 94). Pourrait-on envisager que pendant tout le 3e millénaire, UD*ka.bar* aurait plutôt avoir servi à désigner le cuivre au plomb, et non le bronze[16] ? La relation à *Meluhha* deviendrait alors beaucoup plus logique, puisque tout indique que le cuivre au plomb est originaire de l'Indus, au même titre que la fonte à la cire perdue. Le mot UD*ka.bar* ne serait devenu synonyme de « bronze » que beaucoup plus tardivement, dans le cours du 2e millénaire, c'est-à-dire au moment où le bronze supplante effectivement et définitivement tous les autres alliages à base de cuivre, y compris celui au plomb.

= UD*ka.bar* = *zabar* = cuivre allié ?

[16]Sans que l'usage du mot soit exclusif, c'est-à-dire que l'emploi de UD*ka.bar* aurait également permis aux sumériens de distinguer les premiers bronzes des objets faits à partir du cuivre arsénié ancestral.

Chapitre 2 : invention et adoption de la fonte à la cire perdue au Balochistan

Le second chapitre de cette première partie sera consacré à la présentation détaillée des résultats de l'étude technologique et archéométallurgique que nous avons menée sur quatre objets fabriqués à la cire perdue. Ces objets ont été choisis parmi l'exceptionnelle séquence que nous avons présentée dans le premier chapitre, qui rappelons-le, résume près de 4500 ans de métallurgie au Balochistan, dont 2500 ans de pratique de la fonte à la cire perdue. Le premier de ces objets est une rouelle issu d'un petit lot d'objets découverts à Mehrgarh, datés de la fin du Chalcolithique ancien (-4500 / -3600) et tous fabriqués à la cire perdue, ce qui ferait de ces objets les plus anciens fabriqués par cette technique. Le second objet fait partie du même lot que la rouelle ; très fragmentaire, il pourrait correspondre à l'un des premiers sceaux compartimentés fait en métal. Le troisième objet est daté du début du Chalcolithique récent de Shahi Tump (-3500 / -2900) ; il s'agit de l'extraordinaire « Poids aux Léopards », une balle ovoïde de cuivre et de plomb pesant plus de 15 kg et incrustée d'une mosaïque faite de fragments de coquillages. Le quatrième et dernier objet est une statuette de taureau qui date de la seconde période de l'Indus (-2300 / -2100) et provient de Nausharo ; ses dimensions modestes ne la rendent pas moins exceptionnelle, elle correspond en effet aux tous premiers exemples d'une nouvelle forme d'expression artistique, la statuaire métallique.

1. La rouelle de Mehrgarh (4500-3600 av. J.-C.)

La rouelle étudiée ici a été découverte à Mehrgarh sur le site MR2 (Figure 9), parmi un petit lot d'objets qui correspondent à des appliques ajourées. Nous ne reviendrons pas sur les différentes circonstances de découverte et sur la présentation générale de ces objets, déjà données dans le premier chapitre (cf. Chapitre 1 § 3.3.3 p. 62 et Figure 21) : toutes sont datables avec certitude de la deuxième partie du Chalcolithique ancien (fin de la période III, -4500 / -3600 av. J.-C.), sans qu'il soit possible de préciser davantage.

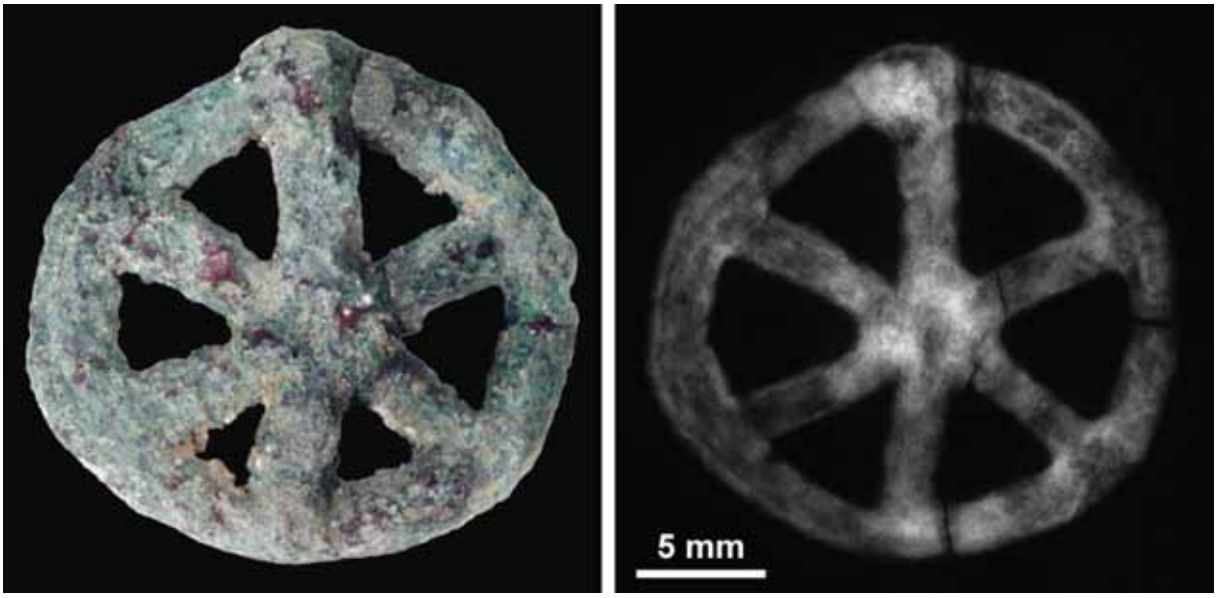


Figure 35 : L'amulette MR.85.03.00.01 / FZ25416 découverte sur le site MR2 de Mehrgarh, premier témoignage connu de fonte à la cire perdue (-4500 / -3600 av. J.-C.). À gauche : vue de la face supérieure de la rouelle. À droite : radiographie X de la rouelle. Le métal est totalement corrodé, toutefois une texture est visible par endroits, notamment dans certaines branches, laissant penser que certaines caractéristiques du matériau initial composant l'objet ont été conservées.

Photographie © D. Bagault, C2RMF, radiographie X © T. Borel, C2RMF.

La rouelle (MR.85.03.00.01 / FZ25416, Figure 35, à gauche) se place elle-même au sein d'une petite série d'objets analogues. Une autre rouelle d'aspect identique a été découverte sur le site MR2 (MR.90.02.00.01 / FZ25417, Figure 21e), quant aux fragments découverts dans la tombe H33 de la nécropole chalcolithique de Mehrgarh, ils correspondent possiblement à deux rouelles supplémentaires (MR.83.02.05.01 / FZ25415, Figure 21c). Certaines caractéristiques techniques de ces rouelles semblent particulièrement intéressantes à étudier, notamment la présence de jonctions bien visibles. L'examen radiographique montre cependant que le métal des rouelles est très fortement

corrodé. La présence partielle d'une très fine texture pour FZ25416 pourrait être l'indice possible d'une conservation un peu meilleure (Figure 35, à droite).

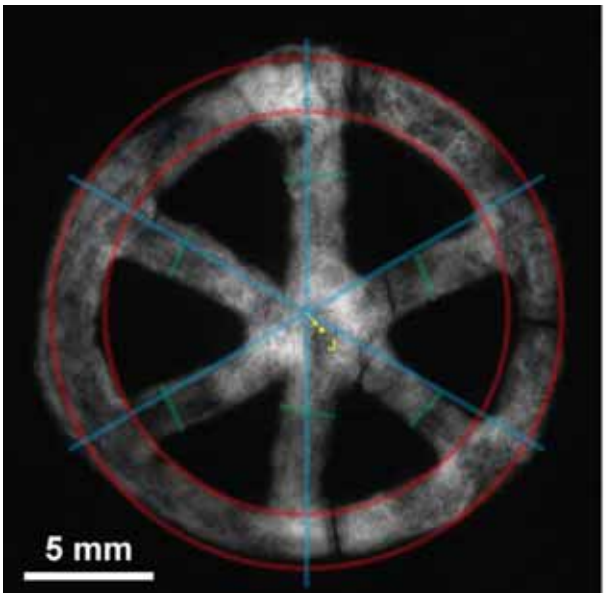
Les deux rouelles complètes sont donc visuellement identiques, hors contexte stratigraphique, et de caractérisation analytique très difficile au vu de leur très forte altération. Lorsque nous avons lancé la première étude de ces objets en 1998, il a par conséquent été décidé en concertation avec J.-F. Jarrige, J. Haquet et C. Jarrige de préparer une coupe métallographique de l'une des deux rouelles, afin de pouvoir exploiter le plus complètement possible les données que pouvaient recéler ces objets. FZ25416 a été choisie : donnant une meilleure image radiographique, elle semblait offrir plus de chances de pouvoir reconstituer son mode de fabrication.

1.1. Etude technologique

La forme globale et la présence de stigmates restés bien visibles permettent une interprétation relativement poussée de la technique de fabrication des deux rouelles complètes. Les informations technologiques que nous présentons à ce stade se basent uniquement sur les examens visuels et radiographiques.

1.1.1. Observations technologiques

Les rouelles sont à six rayons. Si l'on se focalise sur FZ25416, on observe en premier lieu que la forme de l'anneau n'est pas parfaitement circulaire, le diamètre moyen avoisine 20 mm (Figure 36). L'examen des rayons montre aussi que les rayons ne se rejoignent pas au centre géométrique de l'objet, qui apparaît un peu décalé (point noté J). De plus, certains rayons sont légèrement curvilignes (voir notamment le rayon vertical supérieur). Enfin, la distribution des rayons n'est pas très régulière, l'angle de 60° entre chaque rayon n'étant pas systématiquement respecté. Ces imperfections géométriques de forme et de construction contrastent avec la section des rayons et de l'anneau, qui est à chaque fois circulaire, et dont le diamètre moyen est partout identique : 2 mm. Les mêmes caractéristiques sont observables sur FZ25417 (Figure 21e).



Anneau :
diamètre moyen externe : 19.8 mm
diamètre moyen interne : 15.6 mm
section moyenne : (19.8-15.6)/2 = 2.1 mm
longueur déroulée : 56 mm

Rayons :
section moyenne : 2.0 ± 0.2 mm
longueur moyenne : 8 mm

Figure 36 : morphométrie de FZ25416. En rouge, diamètre moyen de l'anneau, en bleu position théorique des six rayons, en vert mesure de la section des rayons. Noter que le point de jonction J des rayons (en jaune) ne coincide pas avec le centre géométrique de l'objet.

Un examen du revers des rouelles indique que les six rayons reposent sur l'anneau, qui forme donc une sorte de support. Cet anneau-support et les rayons ne se trouvent donc pas dans le même plan, nous verrons ultérieurement que cette caractéristique a des implications techniques importantes (Figure 21e droite et Figure 37 gauche). Par ailleurs, la vue de face des rouelles indique que les six rayons semblent avoir été pressés les uns contre les autres au niveau de leur point de convergence, jusqu'à obtenir une jonction par juxtaposition (Figure 35 et Figure 21e gauche). La base de chaque rayon est quant à elle assemblée à l'anneau-support, et les jonctions correspondantes paraissent également avoir été effectuées en écrasant la tige du rayon jusqu'à ce qu'elle se soude (Figure 37 droite).

Figure 37 : détails de la rouelle FZ25417. À gauche : vue du revers montrant que les rayons reposent sur l'anneau-support, qui ne se trouve donc pas dans le même plan. À droite : vue de face montrant la soudure d'un rayon sur l'anneau-support.

1.1.2. L'hypothèse d'une fonte à la cire perdue

Les observations recueillies permettent déjà à ce stade de formuler l'hypothèse d'une fabrication par fonte à la cire perdue. Cette hypothèse est argumentée par les éléments suivants :

- l'objet a été mis en forme à partir d'un matériau très mou travaillé par déformation plastique de façon à former de petits *colombins*, de section circulaire de 2 mm de diamètre ;

- les colombins ainsi modelés à partir de ce matériau sont *facilement soudables* en les écrasant les uns contre les autres ;

- le métal, un cuivre ou alliage à base de cuivre, est un matériau trop dur pour être modelé de la sorte, par ailleurs il se soude au prix de techniques complexes (Azéma, 2013), qui ne sont pas envisageables ici ;

- la forme de l'objet de métal provient de la sculpture sur positif d'un objet fabriqué au préalable dans un autre matériau que le métal : le *modèle*. L'objet de métal est donc la reproduction par *moulage* de ce modèle. Par conséquent, le *moule* n'a pas été creusé à l'aide d'un outil (cas typique d'un moule en pierre ou en bois), il correspond à la prise d'une *empreinte* sur ce modèle ;

- il reste toutefois la possibilité de la prise d'empreinte du modèle dans un moule d'argile en plusieurs pièces (ou ouvert), à l'image de ce qui a été effectué pour fabriquer les moules de haches et de ciseaux d'Arisman (Figure 29). Ce mode opératoire très simple a de plus l'avantage de fournir un *moule permanent*, c'est-à-dire réutilisable. Dans un tel scénario, le modèle des rouelles aurait été façonné par assemblage de colombins d'argile, puis, après séchage et cuisson éventuelle, le modèle aurait été pressé dans une plaque d'argile molle pour en obtenir une empreinte. Ce scénario ne fonctionne pas. En effet, le principe même du moule permanent exige de pouvoir sortir le modèle sans casser le moule. Pour les rouelles de Mehrgarh, seul un plan de symétrie équatorial aurait pu servir de plan de joint, permettant la fabrication des objets en moule permanent (Figure 38). Ce plan de symétrie équatorial n'existe pas car les rayons reposent sur l'anneau-support et ne sont pas insérés dans l'anneau : si

le moule est découpé selon E1 ou selon E2, cela conduit à la production de *contre-dépouilles*[17], soit au niveau de l'anneau, soit au niveau des rayons. Et s'il est exact que les rouelles admettent un plan de symétrie médian (M), un moule de rouelle ne peut être construit selon ce plan, étant source de contre-dépouilles encore plus nombreuses. Le moule était donc nécessairement à usage unique, il a fallu le briser après la coulée pour libérer l'objet métallique ;

- puisque le moule ne peut être ouvert, c'est le modèle qui doit être éliminé afin de laisser place au métal. Cela est commodément réalisé si le matériau constituant le modèle possède un point de fusion très bas, il peut de cette façon être évacué sous forme liquide.

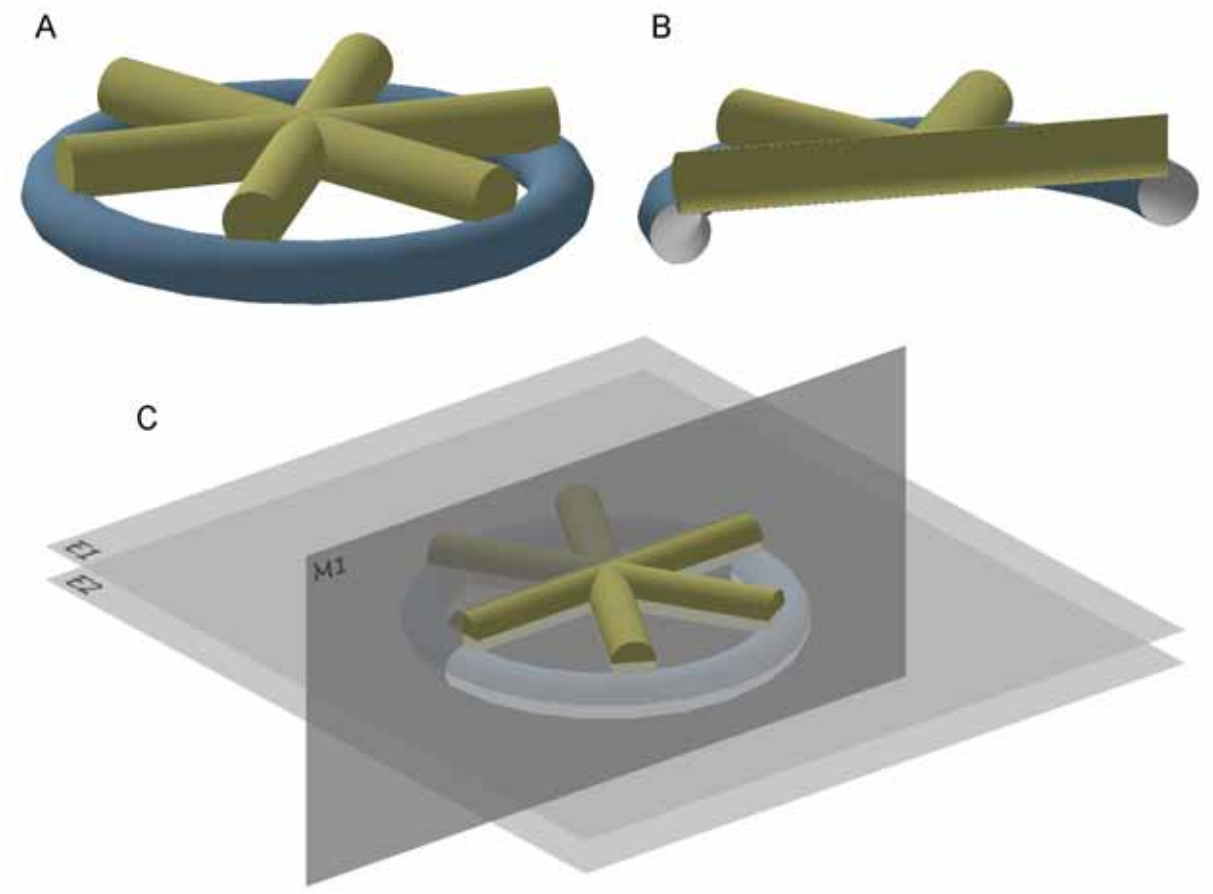


Figure 38 : A : la construction géométrique des rouelles est basée sur la fabrication d'un anneau-support (en bleu) sur lequel six rayons sont soudés (en jaune). B : vue en coupe selon le plan médian de symétrie, noter la section circulaire de diamètre identique des rayons et de l'anneau-support. C : E1 = plan équatorial des six rayons. E2 = plan équatorial de l'anneau-support. M = plan médian. Quel que soit le plan choisi, l'objet présente des contre-dépouilles qui ne permettent pas de sortir le modèle ou l'épreuve sans casser le moule.

[17] Zone où se présentera un blocage au moment du démoulage de la pièce (dépouille).

La cire d'abeille est un matériau qui répond à toutes les exigences de ce cahier des charges : aptitude au modelage, au soudage par pression à l'état pâteux, et bas point de fusion, d'où l'hypothèse de son utilisation pour la fabrication des modèles de rouelle[18]. Au-delà de ce cahier des charges, les imperfections géométriques que nous avons relevées ne sont explicables que dans le cas d'un matériau modelé. Ce dernier argument renforce encore plus l'hypothèse d'un matériau de type cire pour confectionner le modèle. Notons enfin que les défauts géométriques des rouelles posent question, car ils ne sont pas intrinsèques au matériau. Autrement dit, il aurait été possible d'assembler plus soigneusement les différents éléments de cire entre eux, ce qui aurait conduit à la fabrication de modèles moins grossiers que ce qui est ici observé. Nous aurons l'occasion de revenir sur ces imperfections dans la partie consacrée à l'interprétation de la fonction de ces objets (cf.§ 1.4.3 p. 141).

1.1.3. Proposition de chaîne opératoire

Fabrication du modèle en cire

L'ensemble de ces observations conduisent à proposer une chaîne opératoire de fabrication du modèle en cire basée sur le modelage d'un colombin de cire sectionné en sept morceaux, suivi de l'assemblage par soudage des différents morceaux entre eux (Figure 39) :

- A : modelage d'une boulette de cire de 10 mm de diamètre ;
- B-D : à partir de la boulette de cire, modelage d'un long colombin de section circulaire, de 2 mm de diamètre et de 120 à 150 mm de longueur ;
- E : découpe du colombin en sept fragments, six mesurant 8 à 10 mm de long, et un d'environ 60 mm ;

[18] D'autres matériaux que la cire sont envisageables, en particulier le bitume qui présente des propriétés analogues, et dont nous savons qu'il a été très anciennement utilisé au Proche-Orient ancien (Regert, 2014), y compris à Mehrgarh pour la réalisation de vanneries enduites (Jarrige*, et al.*, 2013). Nous n'avons pas trouvé la moindre attestation de l'utilisation de bitume pour la fabrication de modèles dans le cadre d'un procédé de type cire perdue. Il nous semble par ailleurs que le matériau se prête moins bien au modelage que la cire, du moins à température ambiante, et que d'autre part il est plus susceptible de laisser des résidus (minéraux et / ou organiques) très préjudiciables au moment de la coulée du métal.

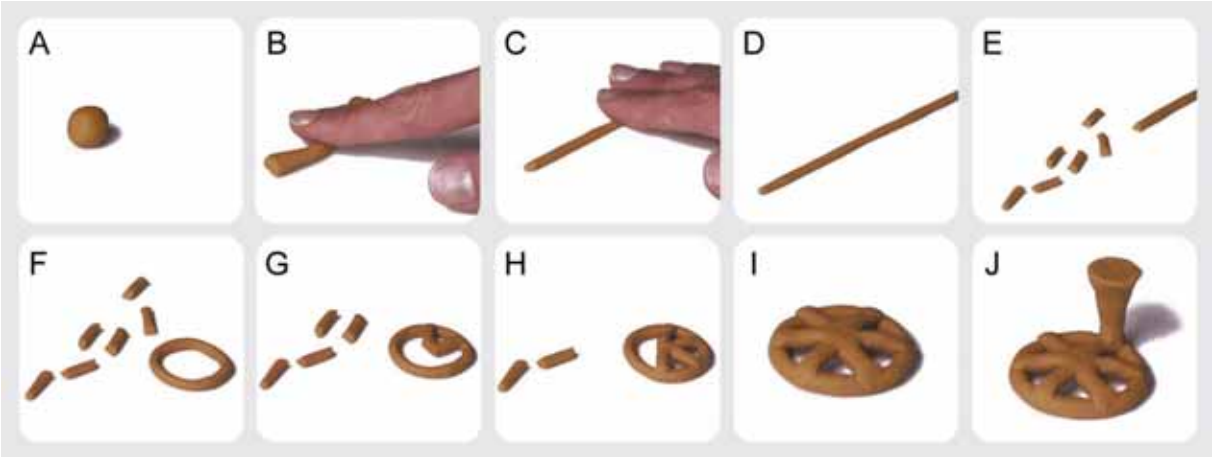


Figure 39 : proposition de chaîne opératoire du modèle en cire.

Images extraites du film "le mystère de la rouelle", © CNRS, R. Chabrier.

- F : réalisation de l'anneau support : le colombin de 60 mm est formé en cercle, la jonction est obtenue en pressant les deux extrémités l'une contre l'autre ;
- G-H : assemblage des rayons sur l'anneau : les six rayons sont d'une part soudés sur l'anneau support, et d'autre part soudés au centre en les écrasant les uns sur les autres ;
- I : modèle de cire terminé, vue de la face supérieure
- J : ajout du système d'alimentation en cire (canal d'amenée du métal et cône d'alimentation).

<u>Chaîne opératoire du moulage et de la coulée de l'amulette</u>

Les opérations décrites ici correspondent aux principales étapes de la fonte à la cire perdue d'un petit objet métallique, sans pouvoir véritablement entrer dans le déroulement précis de la chaîne opératoire. En effet, il n'y a pas à Mehrgarh de vestiges, ni de lieu, que l'on puisse associer avec certitude à la fabrication des amulettes métalliques. Quelques données permettent toutefois de dépasser le cadre d'une description purement générique des opérations qui ont eu lieu. En premier lieu, sur les rouelles elles-mêmes, on peut remonter à la position du canal d'alimentation qui se trouvait sur l'anneau et à l'aplomb d'un rayon (Figure 39J). C'est en tout cas ce que laisse supposer un surplus de matière à cet endroit bien visible sur les deux rouelles (Figure 21 et Figure 35). Aucun fragment de moule n'a été retrouvé sur la fouille, et il n'y a pas de reste de réfractaire encore adhérent sur

les objets, on ne peut donc pas décrire la préparation de la terre ayant servi à enrober les modèles de cire. Nous verrons par contre que la nouvelle étude archéométallurgique de l'objet permet de remonter à la composition élémentaire précise du métal qui a été coulé, un cuivre très pur, probablement d'origine native (cf. § 1.4.2 p. 139). Enfin, rien n'empêche de penser que les fragments de creuset découverts dans les niveaux chalcolithiques pourraient avoir servi à fabriquer les amulettes. Les caractéristiques de ces creusets sont en effet typiques des récipients céramiques utilisés pour fondre et couler le métal, et la composition du petit encroûtement cuivreux, bien que totalement corrodé, est compatible avec un tel cuivre (cf. Chapitre 1 § 3.3.1 p. 60). Une fabrication locale de ces amulettes, sur le site même de Mehrgarh, est donc envisageable, nous reviendrons sur ce point ultérieurement (cf. § 1.4.3 p. 141).

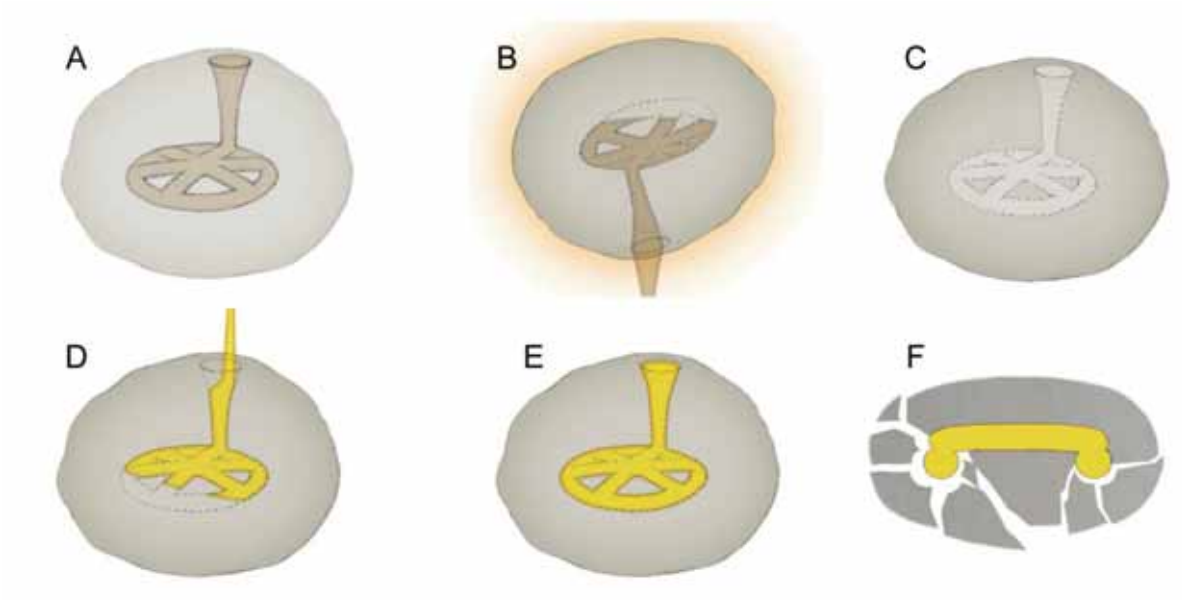


Figure 40 : proposition de chaîne opératoire pour le moulage et la coulée de l'amulette
Images extraites du film "le mystère de la rouelle", © CNRS, R. Chabrier.

Ces différents éléments nous permettent de proposer la chaîne opératoire suivante :

- A : la première étape du *moulage* consiste à enrober de terre le modèle en cire, l'ensemble est ensuite mis à sécher ;

- B : le moule est doucement chauffé en position renversée, afin d'évacuer la cire sous forme liquide. La chauffe est ensuite poursuivie à plus haute température

de façon à brûler les dernier résidus de cire et à cuire le moule, ce qui le rendra suffisamment solide pour résister à la pression du métal lors de la coulée ;

- C : le *moule de coulée* est obtenu, il abrite en son cœur une *empreinte*, qui correspond au négatif du modèle initial de cire ;
- D : le métal est coulé dans le moule, par l'intermédiaire du cône de coulée, il remplit le creux de l'empreinte ;
- E : *solidification* : le moule est laissé à refroidir, le métal se solidifie progressivement ;
- F : *décochage* : le moule est brisé ce qui permet de libérer l'objet métallique, une réplique exacte du modèle de cire est obtenue. Viendront ensuite les opérations de *finition* : découpe du canal de coulée et *polissage* pour mettre en valeur l'éclat métallique de l'objet.

1.2. Première étude archéométallurgique (1998-2002) : le mystère de l'amulette

1.2.1. Préparation de la coupe métallographique et protocole analytique

L'amulette FZ25416 a été enrobée dans un bloc de résine époxydique (résine EPOFIX de chez Struers). L'enrobage obtenu a d'abord été abrasé jusqu'à aboutir à une coupe dans le plan équatorial de l'objet. La surface de la coupe a ensuite été polie en sept étapes jusqu'au ¼ de µm (d'abord sur disques papiers au carbure de silicium, puis sur draps de polissage imprégnés de poudre diamantée). Les analyses effectuées sur la coupe métallographique de l'amulette comprennent une étude en microscopie optique à réflexion (images en champ clair et champ sombre, techniques respectivement abrégées BFOM et DFOM), une étude au microscope électronique à balayage (images en électrons rétrodiffusées MEB-BSE, et analyses élémentaires locales grâce au système de micro-analyse MEB-EDX), et une étude en microspectrométrie Raman (identification de la nature des produits de corrosion).

1.2.2. Résultats des analyses

L'observation de la coupe métallographique FZ25416 a définitivement prouvé que la rouelle était une pièce de fonderie. En effet, la fine texture que l'on pouvait deviner sur la radiographie X (Figure 35) correspond à une microstructure dendritique fossilisée par les produits de corrosion qui est typique d'un métal brut de fonte (Figure 41). Les dendrites fossiles sont très facilement repérables par contraste de couleur : soit un composé de couleur verte et d'aspect peu compact remplit la dendrite, soit elle est le lieu d'une porosité, elle apparaît alors en noir sur les images. Mais les dendrites ne sont pas la seule composante de la microstructure. Elles sont même relativement peu développées, on remarque notamment que les branches secondaires de chaque dendrite sont courtes et fines. Un large espace interdendritique est donc présent, entre les branches secondaires et autour de chaque dendrite. Cet espace interdendritique est intégralement constitué d'un matériau de couleur rouge.

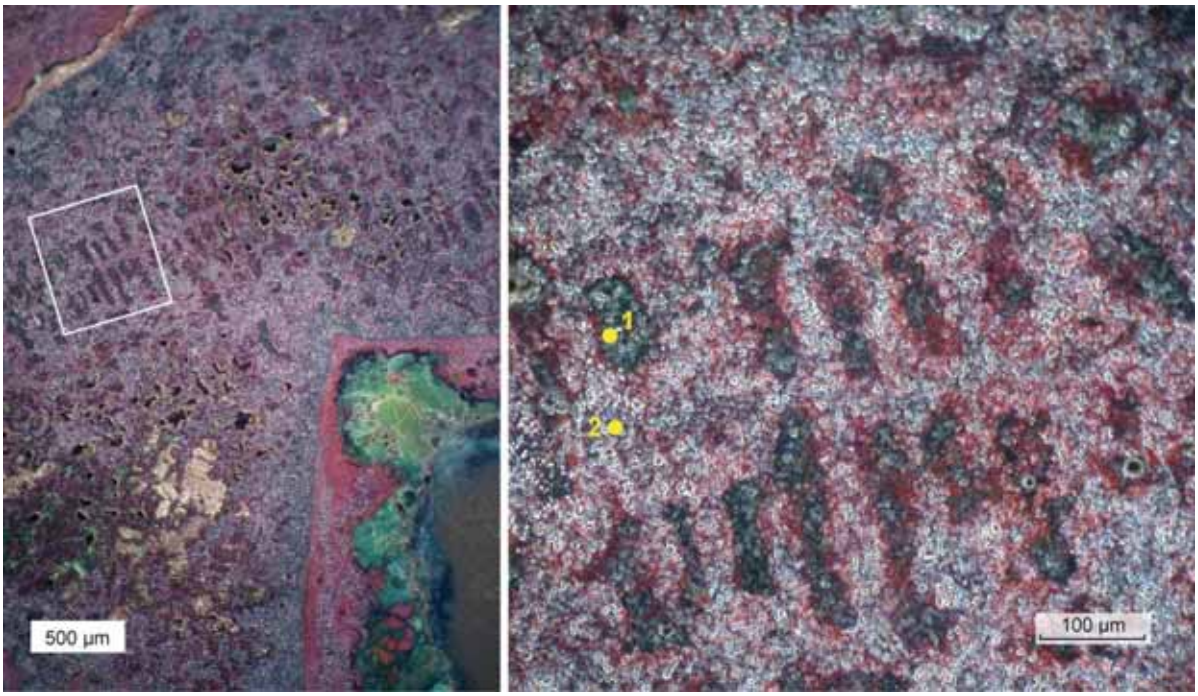


Figure 41 : détails de la coupe métallographique équatoriale de l'amulette. Au coeur de l'objet, deux matériaux principaux sont mis en évidence, le premier de couleur verte se trouve uniquement dans les dendrites, le second de couleur rouge occupe l'espace interdendritique. Gauche: image d'une zone de l'anneau-support où la microstructure dendritique fossile est particulièrement visible. Droite : détail de la zone encadrée en blanc dans l'image de gauche. Les points jaunes 1 et 2 correspondent à la localisation des deux micro-analyses Raman. Images DFOM.

Les images MEB-BSE confirment les premières observations effectuées en microscopie optique (Figure 42). Avec cette technique d'observation, les dendrites

apparaissent désormais en gris foncé et l'espace interdendritique en gris clair. Le contraste en MEB-BSE étant fonction du numéro atomique moyen, on peut en conclure que les dendrites sont composées d'un matériau moins dense que l'espace interdendritique. Vu à plus fort grandissement, les deux matériaux semblent homogènes, puisqu'on ne note pas de variation dans les nuances des deux gris. Les matériaux en question peuvent donc chacun correspondre à un composé bien défini. L'analyse élémentaire de ces deux matériaux, effectuée par MEB-EDX montre que le métal est effectivement complètement corrodé. Le matériau gris foncé formant les dendrites renferme du cuivre, du chlore et de l'oxygène. Le matériau qui remplit l'espace interdendritique ne contient que du cuivre et de l'oxygène, avec une composition de type Cu_2O (Tableau 6).

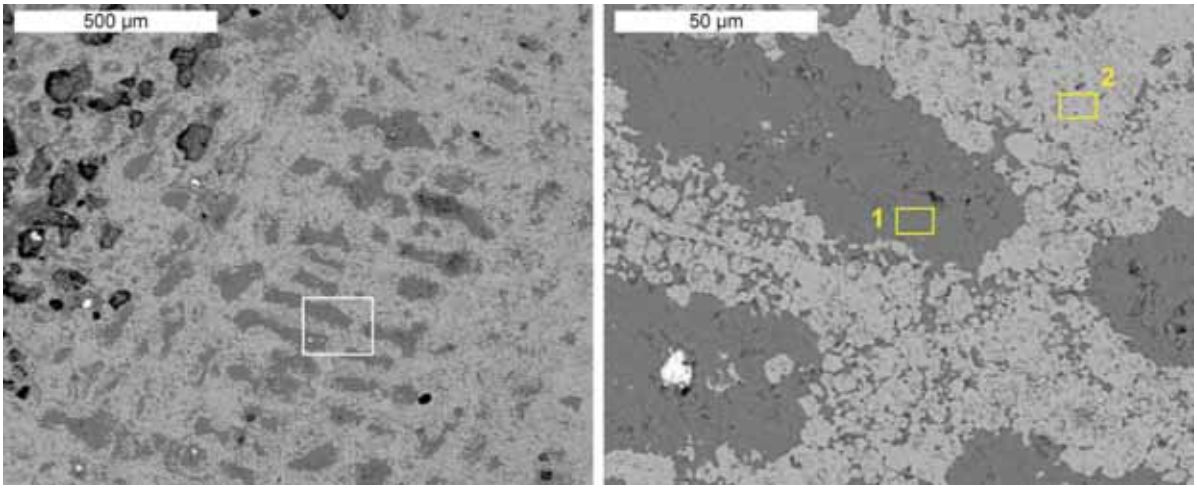


Figure 42 : Images MEB-BSE du même secteur que celui présenté à la Figure 41. Le contraste chimique différencie très clairement les dendrites (gris foncé) de l'espace interdendritique (gris clair). Droite: détail de la zone encadrée en blanc dans l'image de gauche. Les rectangles jaunes correspondent aux zones analysées par MEB-EDX.

	O (% massique)	Cl (% massique)	Cu (% massique)	O (% atomique)	Cl (% atomique)	Cu (% atomique)
Analyse 1 (dendrites)	19.3	19.2	61.1	43.9	19.8	35.1
Analyse 2 (interdendritique)	9.9	0.0	90.1	30.2	0.0	69.8

Tableau 6 : micro-analyse X (MEB) des deux matériaux composant la microstructure dendritique fossile de la rouelle. Résultats exprimés en pourcentage massique (à gauche) et en pourcentage atomique (à droite).

Deux analyses par microspectrométrie Raman ont été effectuées, l'une sur le matériau vert composant les dendrites, l'autre sur le matériau rouge de l'espace interdendritique (Figure 43). En comparant les spectres obtenus à une bibliothèque de références (Solard, 2002), il est confirmé que les deux matériaux ne sont pas des mélanges mais correspondent chacun à un composé. Le spectre du composé vert correspond à celui d'un hydroxychlorure de cuivre, la clinoatacamite

$Cu_2(OH)_3Cl$, ce qui est parfaitement en accord avec la couleur observée en microscopie optique et la composition élémentaire mesurée en MEB-EDX. Le composé rouge se superpose quant à lui aux spectres de référence de l'oxyde cuivreux Cu_2O, c'est-à-dire la cuprite. Ici également, ce résultat est en parfaite cohérence avec la couleur remarquée au microscope optique et avec les résultats MEB-EDX, qui ne détectaient que du cuivre et de l'oxygène.

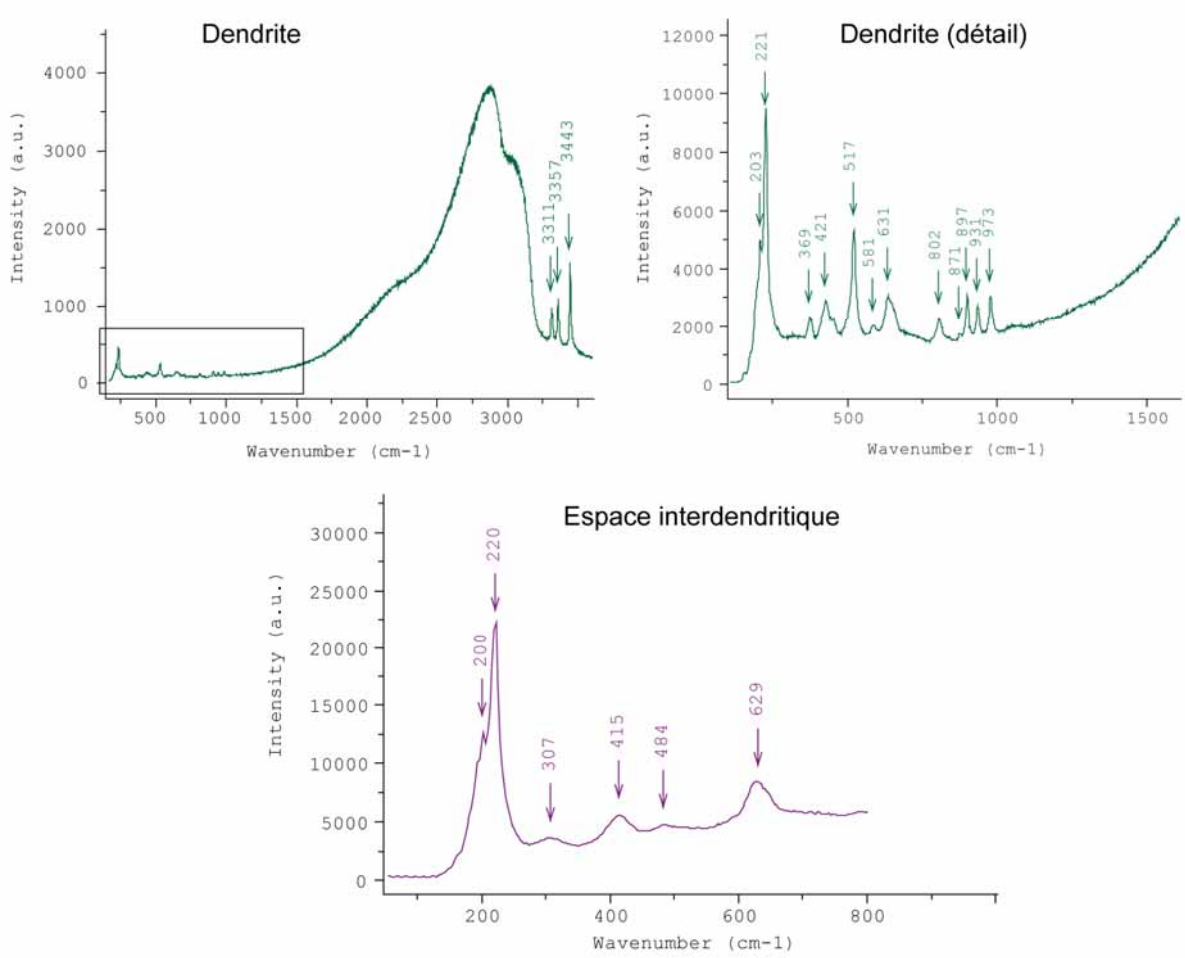


Figure 43 : analyse par microspectrométrie Raman de la rouelle. Le spectre Raman vert a été obtenu sur le composé de couleur verte présent dans les dendrites, le spectre violet est issu du composé rouge de l'espace interdendritique. Pour la localisation précise des deux points d'analyse, cf. Figure 41.

1.2.3. Les données du problème

La présence de microstructures métallurgiques fossilisées par les produits de corrosion n'est pas en soi une surprise. D'une part le phénomène est attesté depuis longtemps dans la littérature, et d'autre part l'examen radiographique de la rouelle laissait déjà entrevoir une certaine conservation de l'organisation originelle du matériau. On explique la formation de ces microstructures fossiles par un

mécanisme de pseudomorphose, les produits de corrosion venant prendre la place de tout ou partie des différentes phases composant l'objet métallique. Le phénomène est pour la première fois remarqué à la fin des années 1960 par R. J. Gettens sur des bronzes chinois à forte teneur en étain (cité par Bertholon, 2000, p. 39), et mis à profit par T. Chase comme critère d'authentification (Chase, 1994). Le mécanisme de corrosion en question a depuis été étudié et décrit en détail, il est notamment lié à la très grande stabilité chimique des oxydes d'étain (voir notamment Meeks, 1993; Piccardo *et al.*, 2007). En parallèle, de nouvelles formes de fossilisation des microstructures métalliques ont été mises en évidence, cette fois par le biais des composés du cuivre. Il a ainsi été montré que l'oxyde cuivreux Cu_2O (cuprite) est susceptible de remplacer par pseudomorphose une structure métallurgique préexistante. Dans un tel cas, l'orientation de la structure métallurgique est généralement préservée par les produits de corrosion, Cu_2O cristallisant par croissance épitaxiale (Scott, 1991, p. 43)[19].

Avec la rouelle de Mehrgarh, la structure caractéristique d'un objet brut de fonderie est mise évidence ; elle prend la forme de deux phases bien distinctes. La première phase correspond aux dendrites fossiles aujourd'hui constituées d'hydroxychlorures de cuivre (clinoatacamite). Les sols de Mehrgarh sont fortement chargés en sel, il n'y a donc rien d'étonnant à ce que des chlorures de cuivre se forment lors de la corrosion. La grande solubilité de ces composés explique probablement le caractère peu compact du matériau présent dans les dendrites et la formation des cavités souvent observées, qui correspondraient alors aux cas de redissolution complète de la clinoatacamite. La seconde phase comble le volume laissé vacant entre les dendrites. Ces espaces interdendritiques particulièrement larges sont intégralement constitués d'oxyde cuivreux (Cu_2O). Le phénomène est ici beaucoup plus surprenant, et pose un véritable problème. Le questionnement ne réside pas dans la présence de Cu_2O –nous y reviendrons ultérieurement, mais dans l'existence même de ces espaces. En effet, la présence d'espaces interdendritiques implique que le métal coulé était un alliage.

[19] L'épitaxie se définit par la croissance d'une couche dont l'orientation est régulière et contrôlée par un substrat cristallin. Dans le cas de la corrosion des métaux archéologiques, les réactions sont généralement de nature électrochimique et se passent en phase aqueuse. La croissance par épitaxie revient alors à la création d'une couche régulièrement orientée, qui se forme au cours de la réaction chimique entre le substrat métallique et les différentes substances contenues dans le milieu environnant.

Pour justifier cette affirmation, un bref retour sur les grandes étapes de la solidification des alliages biphasés est indispensable (Figure 44).

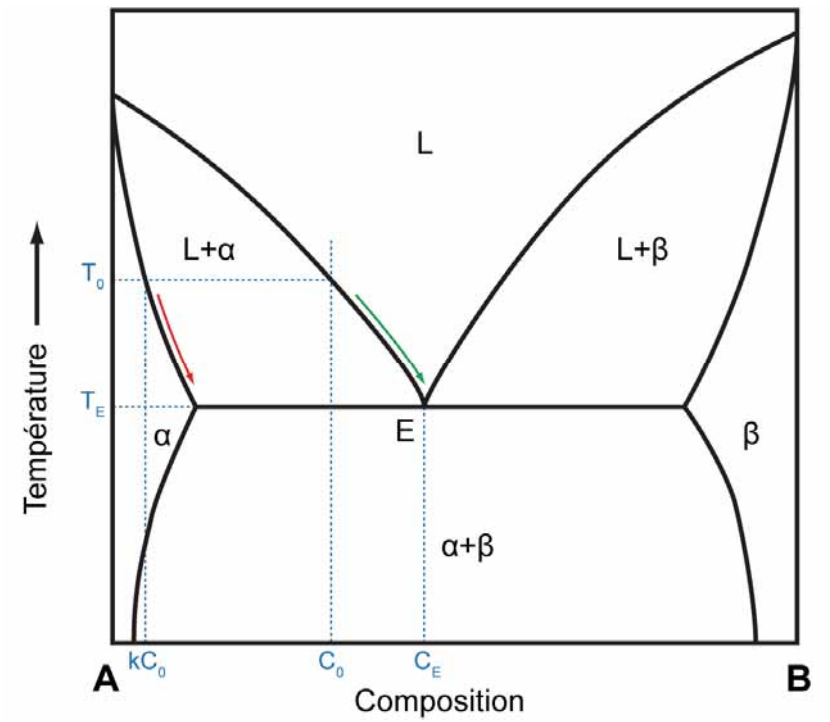


Figure 44 : diagramme de phase et chemin de solidification d'un alliage biphasé, exemple d'un alliage AB de type eutectique. Dans le cas présent, la solidification d'un liquide de composition C_0 est examinée. La flèche verte suit le *liquidus* et indique l'évolution de la composition chimique du métal liquide à mesure de la progression du refroidissement (verticale en C_0), tandis que la flèche rouge le long du *solidus* suit l'évolution de la composition de la phase solide α qui se forme.

Si l'on prend l'exemple classique du refroidissement d'un alliage AB de type eutectique, la solidification de l'alliage liquide de composition C_0 se produit en deux grandes étapes. Dans un premier temps, lorsque la température atteint la ligne du *liquidus*[20] (T_0), les premiers germes solides de phase α (riche en A) se forment. Point très important, ce premier solide n'a pas la composition chimique du liquide, mais la composition kC_0, définie par l'interception de T_0 avec la ligne du *solidus*. Le refroidissement se poursuit dans l'intervalle de température compris entre T_0 et T_E, et le métal se solidifie sous forme de dendrites, qui sont exclusivement composées de phase α. La cristallisation de la phase α consommant majoritairement A, la composition du liquide évolue (flèche verte), et devient de plus en plus riche en B. Le deuxième temps de la solidification survient lorsque la température T_E est atteinte, le liquide restant est alors à la composition C_E. À cette température, la réaction eutectique survient, dans laquelle tout le liquide restant se solidifie sous la

[20] *Liquidus* : température de début de solidification. *Solidus* : température de fin de solidification.

forme d'un mélange α+β où les deux phases sont finement imbriquées (eutectique). Ce mélange α+β solidifie dans le volume restant entre les dendrites, c'est donc lui qui occupe les espaces interdendritiques.

Par analogie, les dendrites fantômes de la rouelle de Mehrgarh sont facilement identifiables à la phase α que nous venons de décrire. Si le métal de la rouelle avait initialement été un cuivre pur, donc non allié, la croissance des dendrites se serait poursuivie jusqu'à la fin de la solidification, une microstructure monophasée se serait alors développée, elle aurait pris la forme de dendrites totalement imbriquées les unes dans les autres. Dans le cas présent, la croissance des dendrites a été interrompue, et une autre phase a solidifié dans les espaces restants. On comprend donc mieux pourquoi l'existence d'espaces interdendritiques implique nécessairement que le liquide de départ n'était pas un corps pur, mais un mélange. Pour la rouelle, une solidification proche de celle des alliages biphasés a donc eu lieu. Dans un premier temps, des dendrites de cuivre α se sont formées, et ont commencé à croître. Mais cette croissance a rapidement été interrompue, le liquide restant s'étant trop fortement appauvri en cuivre pour continuer à se solidifier sous forme de dendrites α. Cela a donc conduit au second temps de la solidification, au cours duquel une seconde phase enrichie de l'élément d'alliage a cristallisé dans les larges espaces interdendritiques que nous avons observés.

Cette première étude archéométallurgique bute donc sur une contradiction. La microstructure observée est le pseudomorphe de deux phases métalliques distinctes, d'une part des dendrites, et d'autre part de vastes espaces interdendritiques. Cette microstructure implique que le métal coulé était un alliage. Et pourtant les deux composés découverts sont uniquement issus de la corrosion du cuivre : un hydroxychlorure de cuivre $Cu_2(OH)_3Cl$ (clinoatacamite) dans les dendrites, un oxyde cuivreux Cu_2O (cuprite) dans les espaces interdendritiques. L'élément d'alliage devrait normalement se concentrer dans cette seconde phase. En analysant la rouelle, paradoxalement, nous n'avons pas trouvé la moindre trace des éléments d'alliage que nous avons répertoriés pour le Balochistan préhistorique : ni arsenic, ni plomb, ni étain. Quel était donc cet élément d'alliage ? Et comment pourrait-il avoir complètement disparu ? Cette question est longtemps restée sans réponse, elle a constitué le « mystère de l'amulette » (Chabrier, 2016).

Il aura fallu la mise au point d'une nouvelle technique d'imagerie, et sa première application à l'archéologie, pour apporter des éléments de réponse à ce très épineux problème analytique.

1.3. Seconde étude archéométallurgique (2013-2016) : fin du mystère de l'amulette

Le laboratoire IPANEMA (Institut photonique d'analyse non-destructive européen des matériaux anciens) a développé au début des années 2010 une technique d'imagerie spectrale de photoluminescence UV/visible (PL) applicable aux matériaux anciens sur la ligne DISCO du synchrotron SOLEIL (Thoury *et al.*, 2011). Entre 2013 et 2016, dans le cadre d'une thèse de la nouvelle université Paris-Saclay, cette technique d'imagerie synchrotron a été appliquée aux matériaux anciens semi-conducteurs, avec pour principal sujet l'étude des oxydes cuivreux dans les artefacts archéologiques corrodés (Séverin-Fabiani, 2016). Contacté dans ce cadre par L. Bertrand, directeur du laboratoire IPANEMA, j'ai proposé comme objets d'étude la rouelle FZ25416 et le fragment d'applique ajouré FZ25410, puisque profondément corrodés et composés en grande partie d'oxydes cuivreux. Ils étaient aussi et surtout au cœur des préoccupations de mon propre doctorat.

1.3.1. Premiers essais d'imagerie de photoluminescence UV/visible.

Les premiers essais sur la ligne DISCO ont été effectués début juin 2013, ils ont conduit à des résultats très encourageants (Figure 45). Les domaines d'émission du spectre visible (370-410 nm et 499-529 nm) n'apportent pas d'information supplémentaire à ce qui avait précédemment été observé en microscopie conventionnelle. En revanche, une luminescence intéressante est apparue dans le proche IR (850-1020 nm en émission), provenant de la matrice interdendritique, ainsi que de points fortement luminescents dans les dendrites (Séverin-Fabiani, 2013).

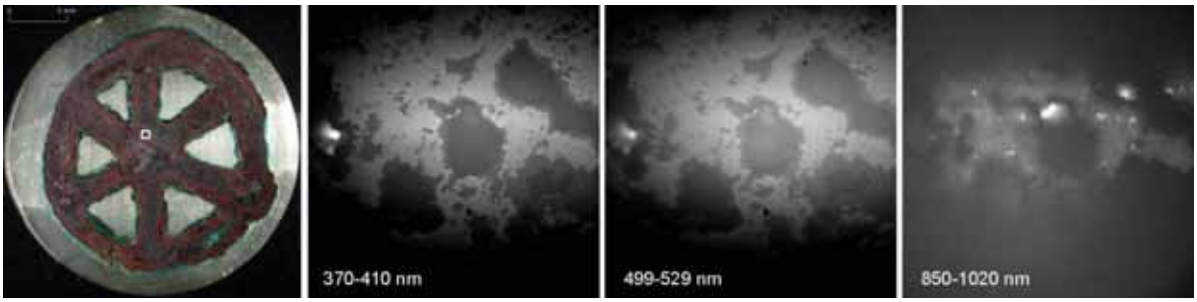


Figure 45 : premiers essais de photoluminescence (PL) sur la rouelle FZ25416, la zone testée est représentée par le carré blanc sur l'image de gauche (microscopie champ sombre). Les images PL ont été obtenues sous excitation UVC (275 nm), l'émission a été collectée dans trois gammes spectrales: 370-410 nm, 499-529 nm et 850-1020 nm. Un objectif à immersion 40x a été utilisé, la largeur d'une image PL vaut 330 µm.

Images PL © IPANEMA, T. Séverin-Fabiani, M. Thoury, L. Bertrand.

1.3.2. Etude par imagerie de photoluminescence UV/visible de grande dynamique spatiale

Sur la base des premiers essais PL effectués, deux propositions d'expériences sur DISCO/SOLEIL ont été soumises et retenues (juin-juillet et septembre-octobre 2014). C'est également à ce moment que l'équipe a été renforcée, pour s'adjoindre en particulier la collaboration de L. Robbiola du laboratoire TRACES (aspects corrosion). L'équipe pluridisciplinaire ainsi constituée a repris et amplifié la première étude archéométallurgique de la rouelle[21].

<u>Une microstructure spectaculaire apparaît dans l'espace interdendritique</u>

Les conditions PL ont tout d'abord été optimisées. Pour étudier l'émission de l'oxyde cuivreux dans le proche infrarouge, une excitation dans le visible est plus adaptée que dans l'UVC, nous avons utilisé à cette fin une lampe halogène équipée d'un filtre interférentiel 420-480 nm (Séverin-Fabiani, 2016, p. 191). Un signal PL beaucoup plus intense a alors été collecté, et des contrastes spectaculaires sont

[21] La sélection de l'échantillon et la préparation de la coupe métallographique ont été réalisées par Benoît Mille. Les observations en microscopie optique lumière blanche ont été conduites par Benoît Mille et Tatiana Séverin-Fabiani. Les observations et analyses MEB-EDS et EBSD ont été effectuées par Luc Robbiola et Claudie Josse au Centre de Microcaractérisation Raimond Castaing à Toulouse, auxquelles s'ajoute une étude MEB-EDS complémentaire par Patrice Lehuedé et Tatiana Séverin-Fabiani au C2RMF. Les analyses en photoluminescence sur la ligne DISCO du synchrotron SOLEIL ont été effectuées par Mathieu Thoury, Tatiana Séverin-Fabiani, Loïc Bertrand et Mathieu Réfrégiers. Les analyses en spectrométrie Raman sont le fruit de Mathieu Thoury et Luc Robbiola. L'interprétation archéométallurgique des données a été effectuée par Benoît Mille, l'interprétation des données de photoluminescence par Mathieu Thoury et Tatiana Séverin-Fabiani, l'interprétation des phénomènes de corrosion par Luc Robbiola. Les résultats de ces travaux nourrissent à la fois la thèse de doctorat de Tatiana Séverin-Fabiani et ma propre thèse. Par ailleurs, plusieurs communications et publications conjointes sont parues (en particulier Thoury et al., 2016).

apparus dans l'espace interdendritique (Figure 46). Une multitude de petits globules plus ou moins elliptiques et mesurant 1 à 4 µm de diamètre deviennent visibles. Ces globules sont exclusivement présents dans l'espace interdendritique, lui-même composé d'une matrice faiblement luminescente. Quant aux dendrites, elles ne luminescent pas. Cette myriade de petits globules était totalement insoupçonnable avec les techniques employées lors de la première étude (microscopie optique en champ clair et champ sombre, microspectrométrie Raman, images MEB en électrons secondaires ou rétrodiffusés, analyses MEB-EDS, cf. § 1.2 p. 112 et suivantes).

La suite de l'optimisation a concerné de nombreux paramètres de la chaîne optique (calibration du signal, protocole de traitement des images), afin de générer une image de très grande dynamique spatiale (Séverin-Fabiani, 2016, pp. 79-120). Cette image gigapixel de 7 mm de largeur et de 200 nm de résolution latérale a été reconstituée par le mosaïquage de 414 images acquises à l'objectif 100x ; elle englobe trois rayons, ce qui permet d'étudier la représentativité des microstructures révélées (Figure 47). On observe que les globules micrométriques fortement luminescents sont présents sur l'ensemble de l'échantillon, et il est confirmé qu'ils sont exclusivement localisés dans les espaces interdendritiques. Partant de cette image, il est désormais certain que la microstructure dendritique est continue et homogène. L'objet n'a pas été élaboré par assemblage de pièces métalliques séparées, il a été coulé en une seule pièce. Le scénario d'une fabrication par fonte à la cire perdue tel que précédemment proposé est donc définitivement établi (cf. § 1.1.3 p. 109).

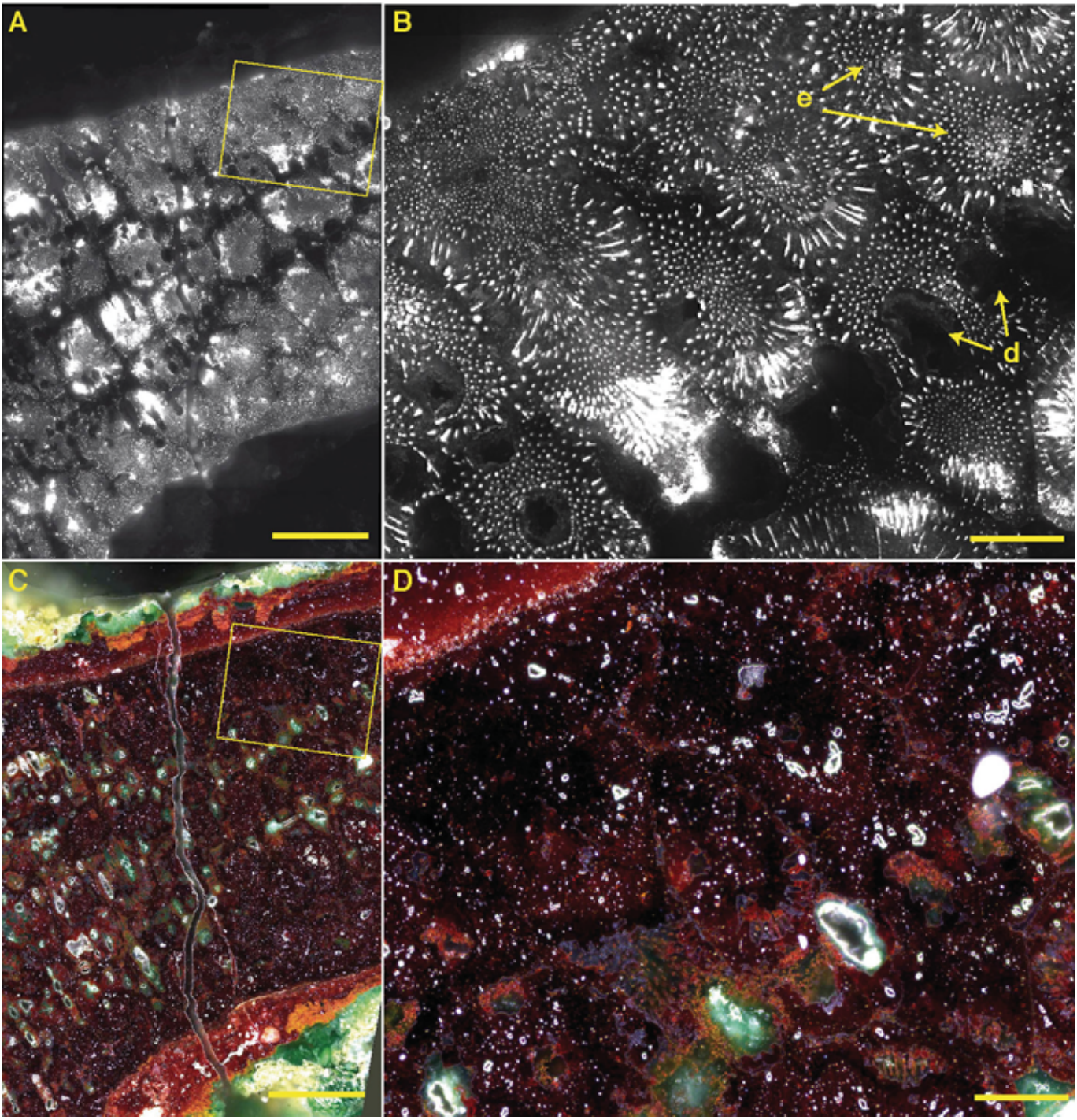


Figure 46 : Mise en évidence par PL d'une microstructure eutectique fossile dans l'espace interdendritique sous excitation 420–480 nm et émission 850–1020 nm. (A) Image PL à faible grandissement d'un rayon de la rouelle, objectif 40x, barre d'échelle 500µm. (B) Détail à haute résolution de l'image de gauche, objectif 100x, barre d'échelle 100 µm, taille de pixel projeté 153 nm. e : microstructure eutectique. d : dendrites. (C) et (D) Images correspondantes de (A) et (B), microscopie optique en champ sombre. La microstructure dendritique est beaucoup mieux appréhendée par (A) que par (C), la microstructure eutectique en (B) n'est pas visible en (D).

Images PL © IPANEMA T. Séverin-Fabiani, M. Thoury, L. Bertrand.

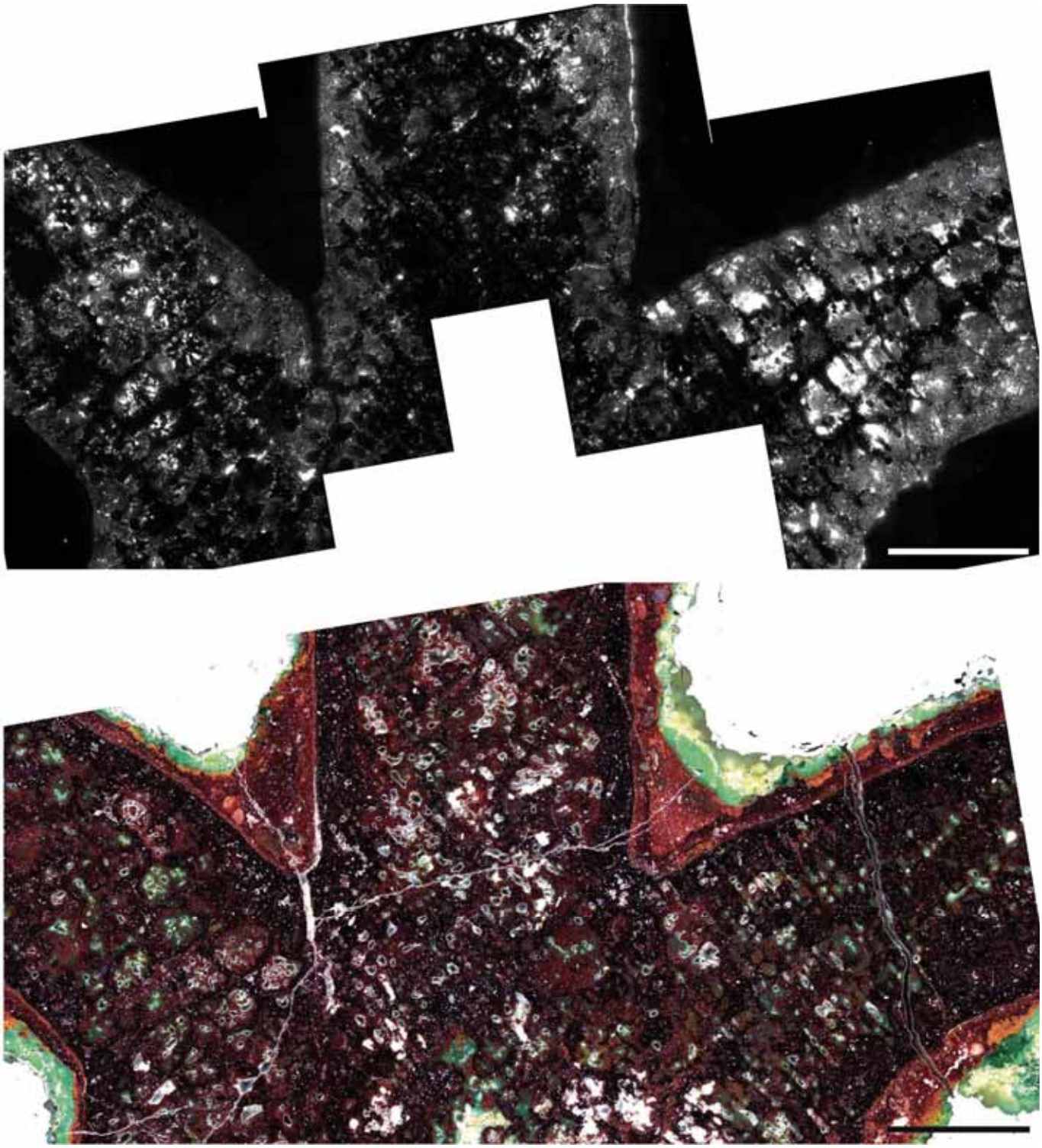


Figure 47 : En haut. Image PL de grande dynamique spatiale (mosaïque de 414 images à l'objectif x100). Conditions d'acquisition des images identiques à la Figure 46. En bas. Image correspondante de microscopie optique en champ sombre. Barres d'échelle : 1 mm. L'image PL montre que la microstructure eutectique en bâtonnets est présente dans la totalité des espaces interdendritiques.

Image PL © IPANEMA T. Séverin-Fabiani, M. Thoury, L. Bertrand.

La découverte d'un eutectique fossile

La microstructure révélée par la PL dans les espaces interdendritiques est bien connue des métallurgistes, elle est typique de la solidification d'un mélange eutectique. Une solidification eutectique se produit pour un mélange binaire, lorsque le diagramme de phase prend la forme que nous avons précédemment présentée (Figure 44). Au cours de la solidification, lorsque la composition du liquide atteint C_E, les deux phases α et β solidifient simultanément en un point invariant de température T_E à partir du liquide L selon la réaction eutectique :

$$L \rightarrow \alpha + \beta.$$

Si la croissance de l'eutectique se fait de façon coopérative, c'est-à-dire que les deux phases solides se développent ensemble, une microstructure très particulière en résulte, qui prend soit la forme de bâtonnets, soit la forme de feuillets, avec création d'un sous-type si la cristallisation de la phase β est facettée (Figure 48) :

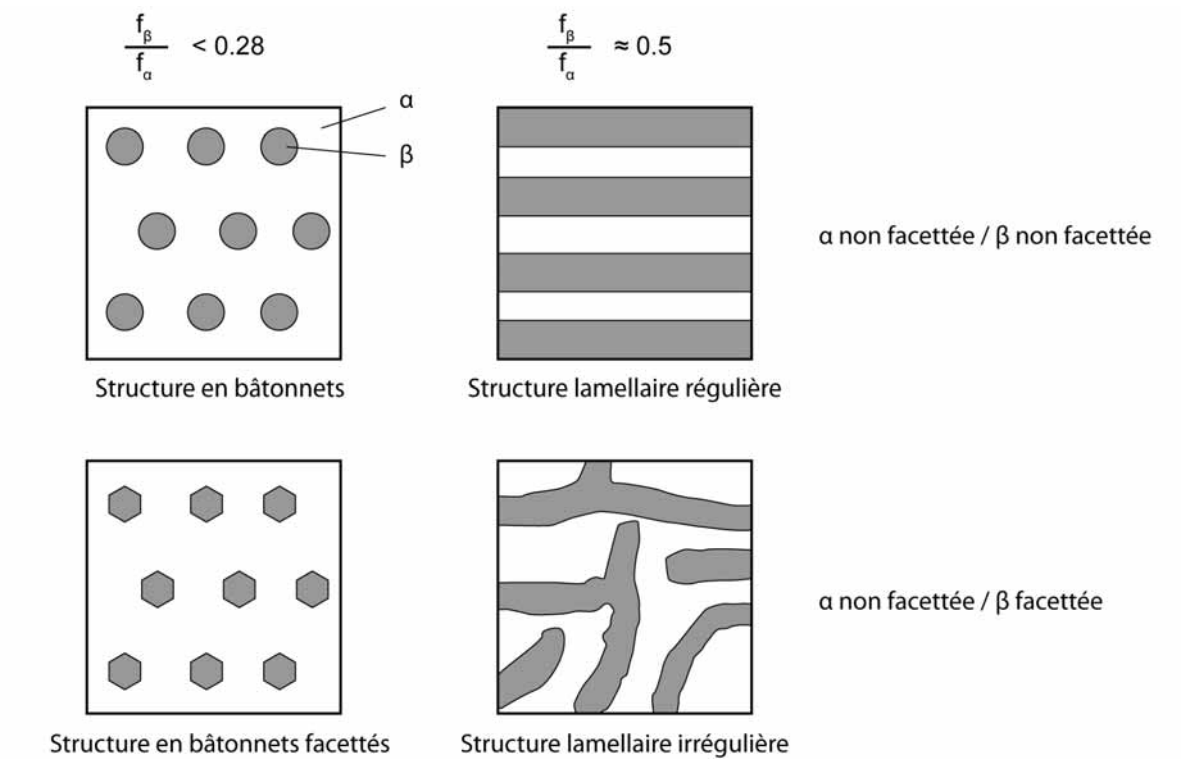


Figure 48 : solidification coopérative d'un mélange eutectique α + β, schémas des structures attendues (vue en coupe). La réaction eutectique se produit à une composition C_E fixée par le diagramme de phase. Si cela conduit à un déséquilibre de la fraction volumique des deux phases au profit de α, une structure de bâtonnets β se développe dans une matrice α; si les fractions volumiques des deux phases sont équivalentes, la structure est lamellaire.

Adapté d'après (Stefanescu & Ruxanda, 2004, fig. 39).

Dans le cas où les fractions volumiques f_α et f_β sont équivalentes, l'alliage se solidifie selon une structure lamellaire. En revanche ; si la faction volumique f_α est sensiblement inférieure à f_β (typiquement < 0.28), il en résultera une structure en bâtonnets (qualifiée aussi de fibreuse). Cette structure résulte de la tendance du système à minimiser son énergie interfaciale en sélectionnant la morphologie qui est associée à la plus petite interface, les bâtonnets ayant une surface interfaciale plus petite que les lamelles (Stefanescu & Ruxanda, 2004, pp. 184-186).

Pour la rouelle de Mehrgarh, le motif en bâtonnets visible grâce à la PL dans les espaces interdendritiques corrodés est donc la signature directe d'une croissance eutectique. Cela confirme bien que le métal initialement coulé était un alliage, autrement dit, que le « mystère de l'amulette » était fondé. Rappelons que si deux intensités de luminescence très différentes sont mises en évidence, elles émanent d'un seul et même composé, l'oxyde cuivreux Cu_2O, tout du moins si l'on s'appuie sur les résultats de la première étude (cf. § 1.2.2 p. 113). Rappelons aussi que les éléments chimiques attendus dans les alliages anciens à base de cuivre (arsenic, plomb, étain) sont ici totalement absents de la corrosion.

Quel pourrait donc être cet élément d'alliage ? Le seul système binaire qui possède un eutectique et qui permet de combiner toutes les données du problème est un alliage cuivre-oxygène Cu-Cu_2O. Les espaces interdendritiques correspondraient alors aux zones eutectiques qui étaient initialement composées de métal Cu^0 (phase α) et de Cu_2O en forme de bâtonnets (phase β). Cette structure résulterait de la solidification hypoeutectique du système binaire Cu^0-Cu_2O, dans lequel des dendrites Cu^0 ont dans un premier temps été formées, puis le mélange eutectique Cu^0-Cu_2O dans les espaces interdendritiques restant. Après l'abandon de l'objet, lorsque le métal s'est corrodé, le Cu^0 de l'eutectique se serait oxydé en Cu_2O, et le Cu_2O initial en bâtonnets aurait été préservé. Cela aurait conduit aux deux oxydes cuivreux observés aujourd'hui, que nous désignerons par la suite comme co-Cu_2O (corrosion) et eu-Cu_2O (eutectique). Cette fossilisation de la structure micrométrique de l'eutectique est d'autant plus extraordinaire qu'elle est généralisée à l'ensemble de la rouelle, et a été conservée pendant six millénaires (Figure 47) !

Test de l'hypothèse d'un alliage cuivre-oxygène Cu-Cu_2O

Deux arguments forts viennent à l'appui de l'hypothèse de la solidification d'un alliage cuivre-oxygène Cu-Cu_2O. Premièrement, en sondant l'oxyde cuivreux à différentes profondeurs grâce aux possibilités offertes par la PL, nous avons pu vérifier directement que la morphologie de eu-Cu_2O correspond bien à des bâtonnets (Figure 49). Deuxièmement, le phénomène mis en évidence, qui serait ici l'oxydation d'un cuivre pur pendant le temps de sa fusion, conduit à la formation d'oxyde cuivreux et est bien documenté pour les métallurgies anciennes, au point que nous l'avons même rencontré dans des scories cuivreuses préhispaniques .Il en résulte des morphologies très similaires à celles que nous avons mises en évidence pour la rouelle de Mehrgarh (Figure 50).

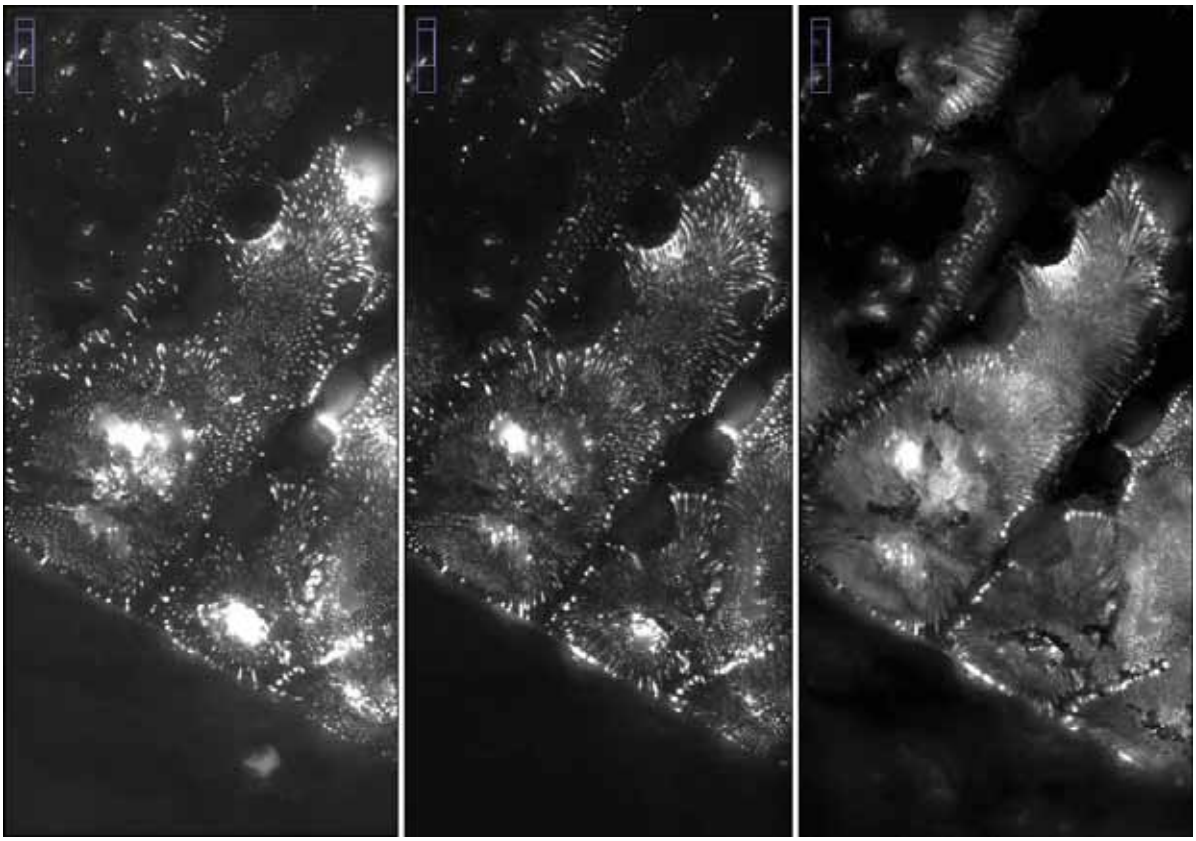


Figure 49 : images PL de l'oxyde cuivreux eutectique à 3 excitations différentes. Les trois images ont été collectées à l'émission 850-1020 nm et aux excitations, 420-480 nm (gauche), 510-560 (milieu) et 600-650 (droite). L'image PL de gauche provient de l'extrême surface et montre essentiellement l'eutectique sous forme de globules : l'excitation à 420-480 nm est en effet rapidement absorbée par l'oxyde cuivreux (de l'ordre de 0,1 µm). À 600-650 nm, la profondeur sondable dans l'oxyde cuivreux est beaucoup plus importante, environ une dizaine de millimètres. L'image PL qui en résulte (droite) montre que l'eutectique est sous forme de bâtonnets, dans le prolongement des globules identifiés à 420-480 nm. Détails, images et explications plus complètes dans (Séverin-Fabiani, 2016, pp. 195-199).

© IPANEMA T. Séverin-Fabiani, M. Thoury, L. Bertrand.

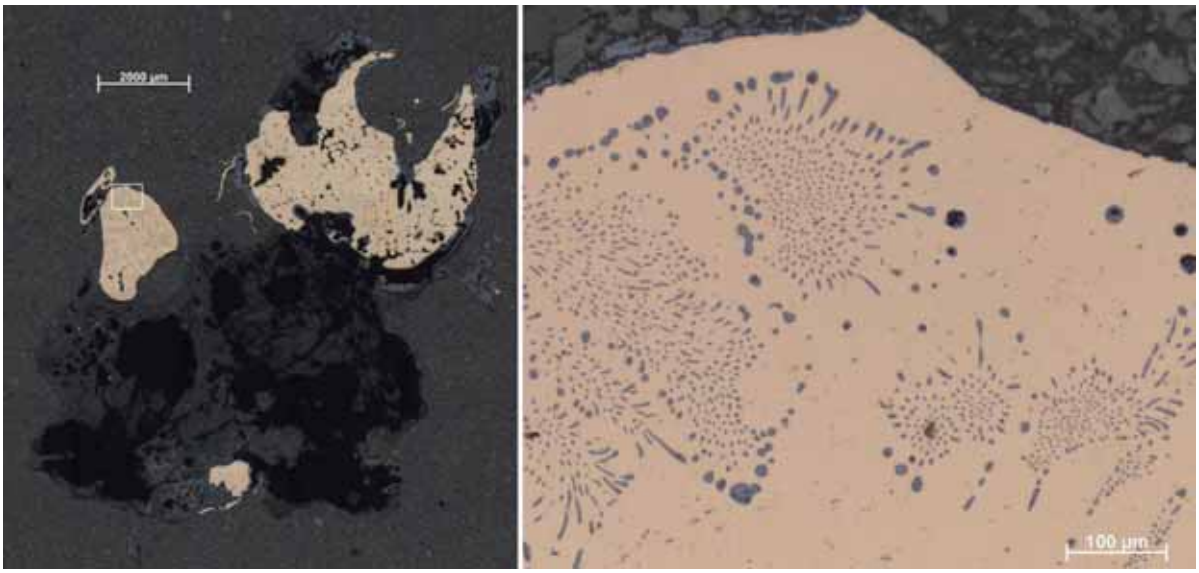


Figure 50 : coupe de deux globules de cuivre issus d'un four de métallurgie extractive d'époque préhispanique (X^e – XVe s. ap. J.-C.). Les deux globules de cuivre sont encore attachés à un fragment de scorie. Ils ont été découverts en janvier 2015 lors de la fouille du four H01 du site Ujina 10 à Collahuasi (Chili). Images de microscopie optique en fond clair. L'image de droite est un détail du plus petit globule de cuivre. L'atmosphère insuffisamment réductrice du four a provoqué une oxydation partielle du cuivre en Cu_2O, qui a cristallisé dans les espaces interdendritiques sous la forme d'un eutectique en bâtonnets dans Cu^0. La microstructure métallurgique observée dans ce globule est très similaire aux morphologies fossilisées par la corrosion de la rouelle de Mehrgarh.

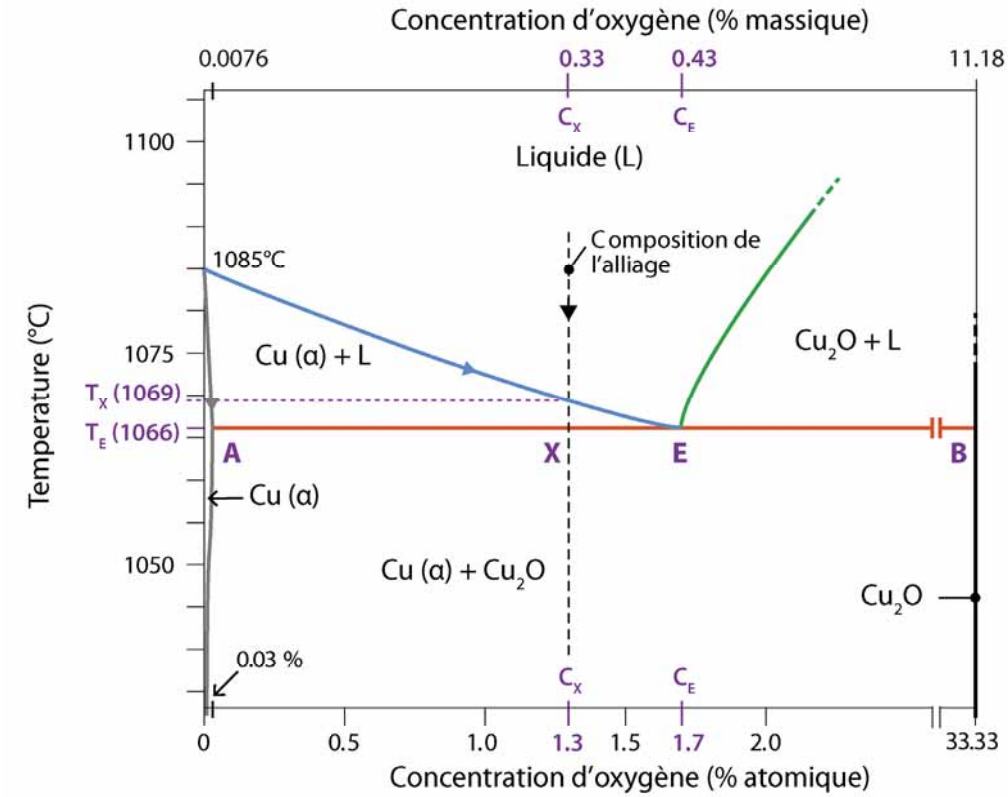


Figure 51 : diagramme de phase Cu-O dans la région de l'eutectique Cu-Cu_2O. Pour un alliage à 1.3 at% d'oxygène, la solidification est dite hypoeutectique: entre 1069°C et 1066°C, des dendrites Cu^0(α) commencent à se former. Le liquide restant s'enrichit en oxygène. À 1066°C, le liquide atteint la composition C_E (1.7 at% O), la croissance des dendrites est stoppée, le mélange eutectique solidifie sous la forme de bâtonnets de Cu_2O (β) dans une matrice Cu^0(α) saturée à 0.03 at% O.

Adapté de (Neumann et al., 1984)

Pour tester plus avant l'hypothèse d'un eutectique Cu-Cu_2O, les images PL de la rouelle ont été quantifiées par analyse d'image, dans le but de déterminer la fraction surfacique occupée par les bâtonnets au sein des espaces interdendritiques, et ainsi vérifier que le mélange correspond bien à la composition théorique C_E de l'eutectique Cu-Cu_2O telle qu'indiquée dans le diagramme de phase Cu-O (Figure 51). En complément, la même démarche a été appliquée pour mesurer le rapport surfacique dendrite / espace interdendritique, et ainsi reconstituer la composition initiale du mélange, c'est à dire la teneur globale en oxygène que le cuivre fondu avait absorbé. On supposera pour la suite des calculs que la distribution des phases est homogène dans le volume, et donc que les fractions surfaciques mesurées par analyse d'image sur les images PL peuvent être comparées aux fractions volumiques déduites du diagramme de phase Cu-O.

- Fraction volumique de Cu_2O dans les espaces interdendritiques

La fraction volumique théorique occupée par Cu_2O peut être calculée à partir du diagramme de phase, en appliquant la règle des moments :

$$f_{Cu_2O} = \frac{E - A}{B - E} \times \frac{\rho_{Cu}}{\rho_{Cu_2O}} = \frac{0.43 - 0.0076}{11.18 - 0.43} \times \frac{8.95}{6.11} = 0.058$$

La fraction surfacique occupée par eu-Cu2O est quant à elle mesurée expérimentalement par analyse d'image, en faisant la moyenne de la fraction luminescente sur six zones sans dendrites, c'est-à-dire uniquement occupées par le mélange eutectique (Séverin-Fabiani, 2016, pp. 206-207). On trouve :

$$f_{eu-Cu_2O} = 0.069 \pm 0.019$$

La mesure expérimentale montre donc que l'oxyde cuivreux occupe 6.9 ± 1.9 % du volume des espaces interdendritiques. Cette mesure est tout à fait cohérente avec la valeur attendue pour l'eutectique (5.8 %), cela confirme donc le bien-fondé de l'hypothèse d'un alliage cuivre-oxygène.

- Fraction volumique des espaces interdendritiques

Par analyse d'image, on détermine de la même façon la fraction surfacique occupée par les dendrites (Séverin-Fabiani, 2016, p. 207) :

$$f_{dendrites} = 0.34 \pm 0.10$$

Soit X, la teneur initiale du mélange en oxygène. La règle des moments nous permet de poser la relation suivante :

$$f_{dendrites} = \frac{E - X}{X - A} \times \frac{\rho_{Eutectique}}{\rho_{Cu}} \approx \frac{E - X}{X - A}$$

$car\ \rho_{Eutectique} \approx \rho_{Cu}$ *(Thoury et al., 2016, supplementary note 1)*

On en déduit :

$$X = \frac{E + f_{dendrites} \times A}{1 + f_{dendrites}}$$

$$X = \frac{0.43 + 0.34 \times 0.0076}{1 + 0.34} = 0.33 \pm 0.03\ wt\%\ (1.3 \pm 0.1\ at\%)$$

S'il se confirme que la microstructure observée correspond à la minéralisation d'un alliage Cu-O, la quantification par analyse d'image permet d'évaluer que le cuivre liquide avait incorporé 1.3 ± 0.1 at% d'oxygène. En reportant cette valeur sur le diagramme de phase, on peut également estimer que le début de la solidification s'est produit à 1069°C (Figure 51).

1.3.3. Caractérisations complémentaires de la rouelle

La mise en évidence par photoluminescence de deux variétés différentes d'oxydes cuivreux dans les espaces interdendritiques de la rouelle nous a conduits à engager une série d'analyses complémentaires, afin de vérifier et chercher à mieux comprendre ce résultat.

Microscopie électronique à balayage : recherche de la surface originelle de l'objet

La corrosion de la rouelle ne consiste pas uniquement en une fossilisation de la microstructure interne. Une partie des cations Cu^+ a migré en surface entraînant la formation de couches externes composées d'oxyde cuivreux Cu_2O et d'hydroxychlorure de cuivre $Cu_2(OH)_3Cl$, plus ou moins mêlés d'éléments issus du sol d'enfouissement (Figure 52).

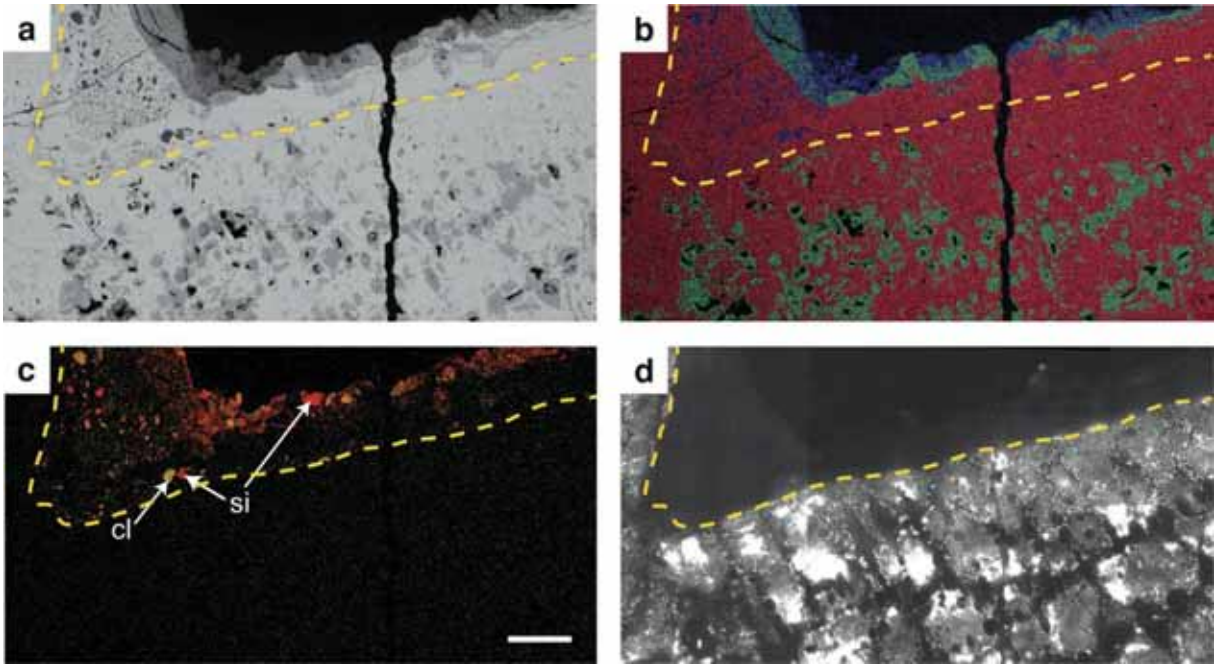


Figure 52 : mise en évidence de la surface d'origine de la rouelle FZ25416, détail de la base d'un rayon. (a) image MEB en électrons rétrodiffusés montrant le pseudomorphe de la microstructure métallurgique avec dendrites (gris) et espace interdendritique homogène (gris clair). La courbe en pointillée indique la limite de la surface d'origine. En noir, résine d'enrobage ; en gris foncé, éléments du sol ; en gris, hydroxychlorure de cuivre ; en gris clair : oxyde cuivreux. (b) cartographie MEB-EDS fausses couleurs RGB avec Cu (rouge), Cl (vert) et O (bleu). (c) cartographie MEB-EDS fausse couleur RG avec Si (rouge) et Al (vert), éléments du sol. (d) image de photoluminescence, excitation 420–480 nm et émission 850–1020 nm, eu-Cu_2O n'est plus présent au-delà de la surface d'origine de l'objet. Barre d'échelle : 300 µm.

© TRACES, L. Robbiola.

La surface d'origine de l'objet a constitué une barrière totalement infranchissable pour les composés du sol (Figure 52c) ; à l'inverse, le

pseudomorphe ne concerne que l'intérieur de l'objet (Figure 52d). L'interface que constitue la surface d'origine peut donc facilement et très précisément être retracée par la confrontation de ces deux images. La préservation de la surface d'origine et la transformation pseudomorphe sous contrôle épitaxial s'expliquent par le fait d'une corrosion lente et progressive. Une telle corrosion est caractéristique d'un sol d'enfouissement aéré, homogène et peu humide, avec des teneurs faibles en chlore. Dans un tel contexte, la croissance des couches de corrosion est typiquement de quelques micromètres par an (Shreir *et al.*, 1976, p. 4; Robbiola & Portier, 2006). La corrosion complète de l'amulette de Mehrgarh est donc l'aboutissement d'un long processus, au moins plusieurs siècles.

Microspectrométrie Raman : analyse de l'oxyde cuivreux dans les espaces interdendritiques

La microspectrométrie Raman permet d'étudier les caractéristiques vibrationnelles d'un composé et opère à une échelle comparable à celle de la PL (submicrométrique). Dans les conditions adéquates, un composé émet un spectre Raman très caractéristique, cette technique est donc souvent mise à profit pour différencier plusieurs variantes d'un même matériau sur la base de différences fines du mode de vibration d'une ou plusieurs liaisons (Barbillat *et al.*, 1999). Pour compléter les analyses Raman précédemment effectuées (cf. § 1.2.2 p. 113), une nouvelle caractérisation a été entreprise. Les analyses ont été uniquement focalisées sur l'oxyde cuivreux des espaces interdendritiques, avec pour objectif d'essayer de différencier par une cartographie Raman les deux types de cuprite mises en évidence par PL, eu-Cu_2O et co-Cu_2O (Figure 53). Dans les conditions testées (excitation par un laser λ=532 nm, puissance de 2mW, à l'objectif 100), aucune variation du signal Raman n'a été détectée. Quelle que soit la zone, le spectre collecté est invariablement celui d'un oxyde cuivreux sans réelle particularité. La cartographie Raman confirme bien que les espaces interdendritiques sont intégralement constitués d'oxyde cuivreux Cu2O, mais n'est pas en mesure de déceler de contraste permettant de visualiser la morphologie de l'eutectique en bâtonnets.

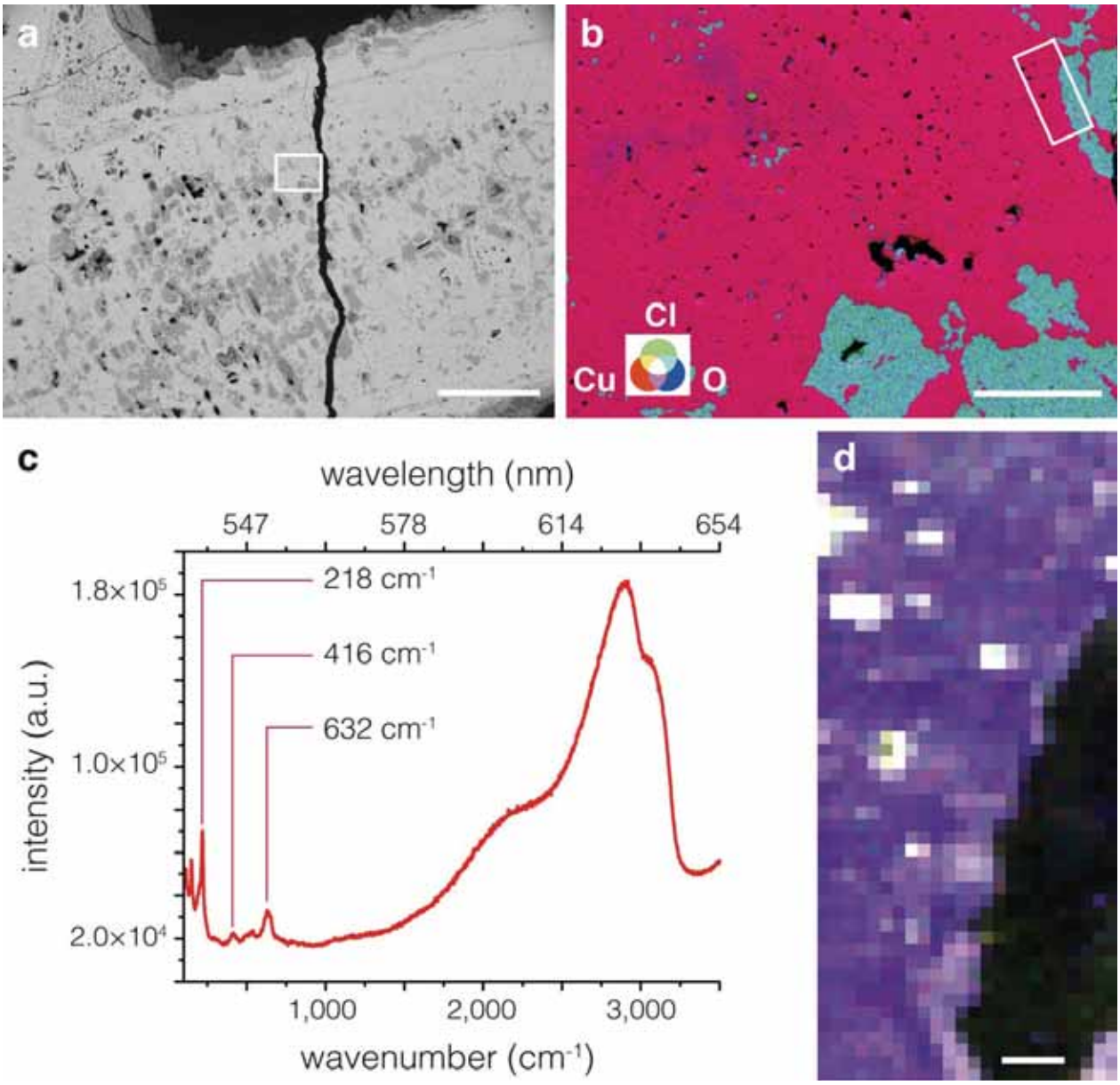


Figure 53 : cartographie Raman du Cu_2O dans les espaces interdendritiques. (a) image MEB en électrons rétrodiffusés, dendrites en gris, espaces interdendritiques en gris clair. Barre d'échelle : 300 µm. (b) cartographie MEB fausses couleurs RGB avec Cu (rouge), Cl (vert) et O (bleu) de la zone encadrée sur l'image a. Le cuivre et l'oxygène sont les seuls éléments majeurs présents dans les espaces interdendritiques, le chlore ne se trouve que dans les dendrites. Barre d'échelle : 30 µm. (c,d) microspectrométrie Raman du Cu_2O dans les espaces interdendritiques. (c) spectre Raman typique. Le spectre résulte de la moyenne de 3 zones de 4 pixels. (d) cartographie de la zone encadrée sur l'image b, image fausses couleurs RGB des bandes vibrationnelles Raman de Cu_2O : 632 cm^{-1} (rouge), 416 cm^{-1} (vert), 218 cm^{-1} (bleu). La cartographie Raman ne montre pas de variation de couleur, les deux variétés de Cu_2O ne se différencient pas par leurs caractéristiques vibrationnelles. Barre d'échelle, 4 µm.

© IPANEMA, M. Thoury

Diffraction électronique rétrodiffusée (EBSD) : orientation locale de l'oxyde cuivreux dans les espaces interdendritiques

La diffraction électronique rétrodiffusée (EBSD) est une technique d'identification des phases cristallines et de détermination des variations d'orientation cristalline, qui opère à l'échelle submicrométrique. Les mesures d'EBSD ont été menées sur un appareil JSM 7100F équipé d'un détecteur FSD (Forward Scatter Detector) Oxford AztecHKL et NordlysNano au Centre de Microcaractérisation Raimond Castaing (Toulouse) ; les cartes ont été réalisées à 20 kV avec une résolution spatiale de 744 nm (Figure 54).

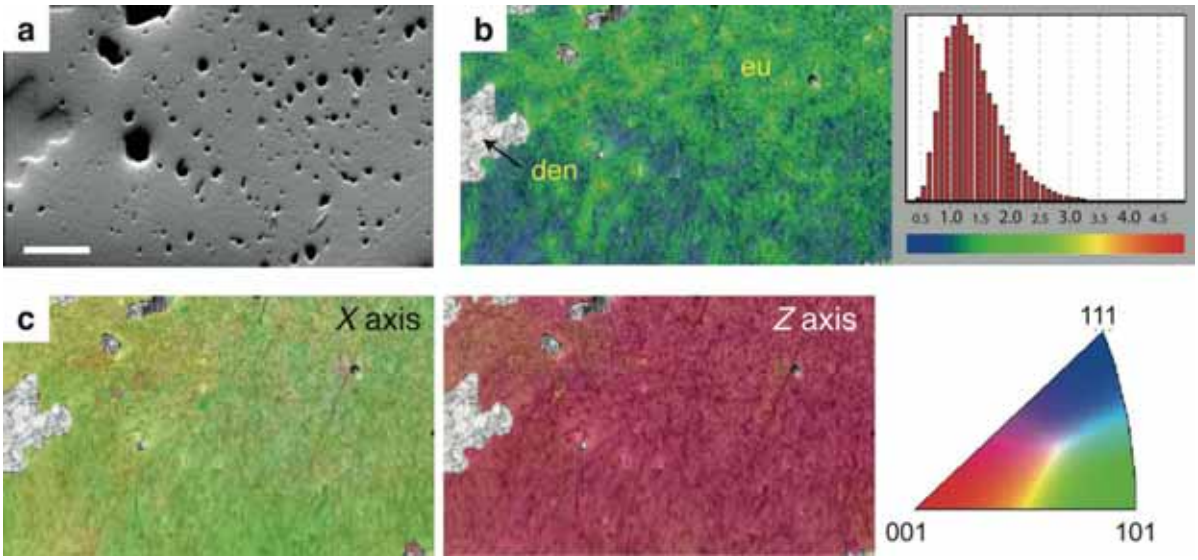


Figure 54 : cartographie d'orientation cristalline du Cu_2O dans les espaces interdendritiques. (a) Image topographique en électrons rétrodiffusés. (b) Carte EBSD de désorientation d'angle du Cu_2O dans les espaces interdendritiques (=eu, apparaissant de vert à bleu), et histogramme associé. On identifie également la clinoatacamite dans les dendrites (=den, apparaissant en gris). (c) Figure de pôles inverses (IFP) pour les axes X et Z, et table RGB associée. Pour toutes les images, barre d'échelle : 20 µm.

© Centre de Microcaractérisation Raimond Castaing, C. Josse.

Les analyses EBSD livrent un premier résultat à l'appui des études précédentes : seul l'oxyde cuivreux Cu_2O est présent dans les espaces interdendritiques. Mais l'étude de l'orientation des deux oxydes cuivreux précédemment mis en évidence par PL aboutit aussi et surtout à un résultat étonnant. Il apparaît que eu-Cu_2O et co-Cu_2O ont une orientation uniforme : la carte EBSD de désorientation d'angle indique que la désorientation de Cu_2O est très faible, inférieure à 3,5° (Figure 54b) ; la figure de pôles inverses pour les axes X et Z établit elle aussi que l'orientation cristallographique du Cu_2O est très homogène (Figure 54c). Cette orientation cristalline uniforme du Cu_2O dans les espaces

interdendritiques explique que la diffraction électronique rétrodiffusée ne soit pas en mesure de différencier eu-Cu_2O et co-Cu_2O.

Les analyses EBSD prouvent donc qu'il y a une grande homogénéité d'orientation des deux cuprites. La régularité d'orientation de co-Cu_2O montre que ce composé s'est bien formé par épitaxie sur Cu^0 au moment de la corrosion du métal dans le sol, ainsi que cela est documenté dans le cas de la formation de pseudomorphes de Cu par Cu_2O (cf. § 1.2.3, p. 116). Mais cela montre également que lors de la solidification du mélange eutectique, une relation d'épitaxie analogue a existé entre Cu^0 et eu-Cu_2O, du fait du mode de croissance coopératif de l'eutectique Cu-Cu_2O (cf. § 1.3.2 p. 124), et de la compatibilité structurale des deux phases[22]. Au moment de la solidification de l'eutectique dans les espaces interdendritiques, il y avait donc eu-Cu^0 // eu-Cu_2O. Après corrosion complète du cuivre métallique, l'état final est maintenant co-Cu_2O // eu-Cu_2O.

Microfluorescence de rayons X synchrotron

Une zone d'un rayon de l'amulette a été analysée en imagerie de balayage de microfluorescence de rayons X sur la ligne DIFFABS du synchrotron SOLEIL. L'analyse ne révèle aucune trace d'un éventuel élément d'alliage. Les produits de corrosion internes sont uniquement constitués de cuivre, des traces d'argent et de mercure sont toutefois détectées. Du calcium et du fer sont mis en évidence dans la couche externe de corrosion (Séverin-Fabiani, 2016, p. 187 & fig. 7.5 p. 188).

1.3.4. Synthèse des résultats de la nouvelle étude archéométallurgique

De nombreuses recherches ont été consacrées à la détermination des propriétés de l'oxyde cuivreux Cu_2O. Ce composé est en effet semi-conducteur, il est d'ailleurs le premier à avoir été utilisé en électronique, et continue à être potentiellement porteur de très nombreuses nouvelles applications, dont en particulier l'énergie photovoltaïque. Les études fondamentales en question s'accordent toutes sur l'existence de formes non-stœchiométriques de l'oxyde

[22] Structure cristalline du cuivre Cu^0 : cubique à faces centrées, maille a = 382 pm ; structure cristalline de l'oxyde cuivreux Cu_2O : cubique, maille a = 427 pm. Pour l'oxyde cuivreux, les atomes de cuivre s'arrangent dans un sous-réseau cubique à faces centrées, et les atomes d'oxygène dans un sous-réseau cubique centré (Meyer *et al.*, 2013).

cuivreux de type $Cu_{2-x}O$, du fait de lacunes V_{Cu} dans le sous-réseau cristallin du cuivre (Meyer*, et al.*, 2013). Il a d'autre part été montré que le taux de lacunes V_{Cu} augmente avec la température de formation de l'oxyde cuivreux, pour atteindre 0.02 at% à 1000°C (Yoshimura *et al.*, 1976). Les propriétés spectroscopiques de l'oxyde cuivreux Cu_2O dépendent fortement des défauts de ce composé, et en particulier des lacunes de cuivre V_{Cu}. Le spectre d'émission de photoluminescence qui en résulte est connu, il est composé de l'émission de bords de bandes entre 600 et 650 nm, et de bandes associées aux défauts, dont une émission liée aux lacunes de cuivre V_{Cu} centrée à 910 nm (Solache-Carranco *et al.*, 2009, pp. 1485-1486; Séverin-Fabiani, 2016, p. 65).

Grâce aux propriétés spectroscopiques particulières de Cu_2O, le « mystère de la rouelle » a été résolu. Le signal PL collecté dans les espaces interdendritiques résulte principalement de la présence d'une microstructure spectaculaire, exceptionnellement bien fossilisée par pseudomorphose, et qui reste invisible avec toutes les autres méthodes analytiques utilisées (microscopie optique BF et DF, images MEB-BSE et analyses MEB-EDX, Raman, EBSD, microfluorescence X). En effet, une structure en bâtonnets faits de Cu_2O émet intensément dans le proche infrarouge, au sein d'une matrice de Cu_2O qui, quant à elle, répond beaucoup plus faiblement (Figure 46). Cette morphologie en bâtonnets est la signature directe de la solidification d'un mélange eutectique. Tous les résultats concordent pour montrer que ces zones interdendritiques étaient initialement composées d'une matrice de Cu^0 et de bâtonnets de Cu_2O, et issus de la solidification hypoeutectique du système binaire Cu^0-Cu_2O (Figure 51). Deux oxydes cuivreux distincts Cu_2O cohabitent donc dans la rouelle, nous les avons qualifiés de eu-Cu_2O (issu de la solidification du mélange eutectique), et co-Cu_2O (issu de la corrosion à température ambiante). Les défauts cristallins des deux oxydes cuivreux diffèrent fortement, ce qui a permis de visualiser l'extraordinaire structure métallographique fossile, vieille de 6000 ans. Le signal PL associé à eu-Cu_2O est dominé par une émission liée à la forte densité de lacunes de cuivre V_{Cu} à 920 nm, tandis que le bord de bande excitonique émettant normalement à 600-650 nm est très fortement atténué. Pour co-Cu_2O, une densité de V_{Cu} beaucoup plus faible explique que le signal PL de la région autour de 920 nm soit beaucoup moins intense.

1.4. La rouelle de Mehrgarh à l'origine de l'invention de la fonte à la cire perdue ?

1.4.1. Reconstitution de l'histoire matérielle de la rouelle

Nous ne reprendrons pas ici le détail de la chaîne opératoire de fabrication du modèle en cire et du moule, nous invitons pour cela le lecteur à se reporter aux conclusions de l'étude technologique (cf. § 1.1.3 p. 109). Ce paragraphe a ici pour objectif d'intégrer les grandes étapes de cette chaîne opératoire dans une histoire matérielle plus complète de l'objet. Grâce aux résultats obtenus par spectrométrie d'émission de photoluminescence, nous sommes en effet désormais en mesure de reconstituer très précisément la composition élémentaire initiale du métal (malgré sa minéralisation complète) et les conditions de la coulée. Nous pouvons également décrire de façon beaucoup plus précise l'altération de l'objet suite à son abandon dans le sol, et donc aller au-delà de la seule description des phases de fabrication de la rouelle (Figure 55) :

- (a). Le modèle est fabriqué dans un matériau facile à modeler et assembler, et qui fond à basse température, tel que la cire (voir aussi Figure 39).

- (b)+(e,f). Le modèle en cire est moulé avec une terre argileuse. Le moule est chauffé pour évacuer la cire, puis cuit (voir Figure 40). En parallèle, un cuivre de haute pureté est fondu dans un creuset, à une température supérieure à 1085°C. Ce cuivre n'a pas été suffisamment protégé de l'oxydation au cours de sa fusion, il a intégré environ 1.3 at% d'oxygène (≈0.33 wt%). Le métal liquide est versé dans le moule et remplit l'empreinte, l'ensemble est laissé à refroidir. À 1069°C, les premiers cristaux de cuivre solide se forment, ils constitueront le cœur des dendrites (den-Cu^0), leur teneur en oxygène vaut environ 0.02 at% (voir le diagramme de la Figure 51). La température diminue, les dendrites grossissent, s'allongent, et se ramifient, den-Cu^0 incorpore de plus en plus d'oxygène (il y donc un gradient croissant d'oxygène entre le cœur et la périphérie des dendrites). À 1066°C, la croissance dendritique est stoppée, le cuivre solide qui se forme est en effet saturé en oxygène (0.03 at%). Pour accommoder l'oxygène contenu en excès dans le liquide restant (1.7 at% à cette température), un nouveau mode de solidification dit eutectique se produit

dans les espaces restants entre les dendrites. En même temps que de nouveaux cristaux de cuivre se forment (eu-Cu0 saturé à 0.03 at% O), de longs bâtonnets d'oxyde cuivreux eu-Cu2O se développent, ils sont littéralement insérés au sein de ces nouveaux cristaux. À noter que la solidification du mélange eutectique s'effectue à température constante (1066°C).

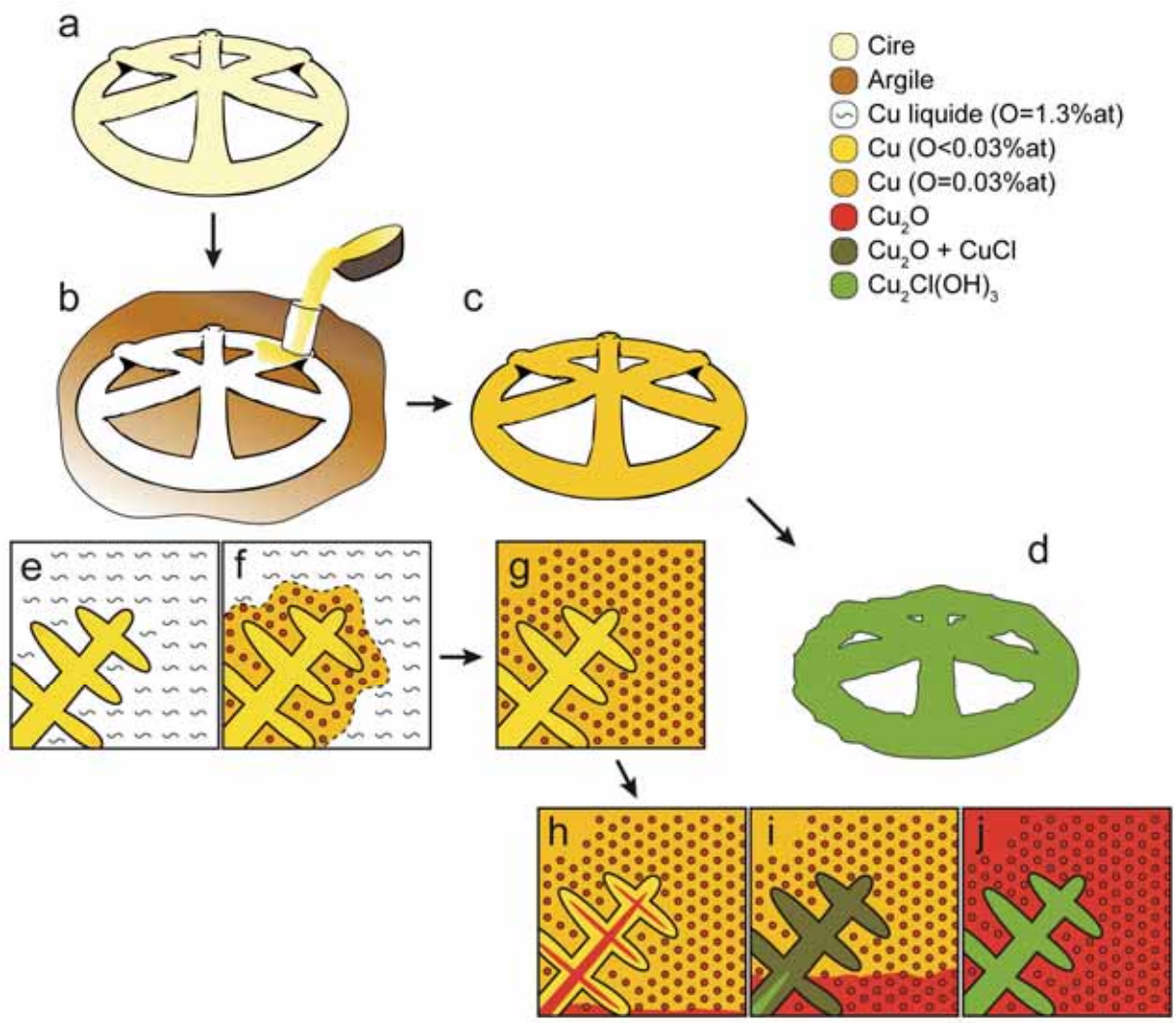


Figure 55 : principales étapes de l'histoire matérielle de la rouelle FZ25416, schémas à macro-échelle (a-d) et à micro-échelle (e-j). (a) Fabrication du modèle en cire. (b) Coulée du métal dans le moule d'argile. (c) Objet fini (d) Etat corrodé de l'objet à l'issue de son enfouissement. (e) Début de solidification (1069°C>T>1066°C) : croissance dendritique du cuivre (O<0.03 at%). (f) Solidification de l'eutectique Cu-Cu_2O à 1066°C (g) Structure métallurgique hypoeutectique finale : dendrites de cuivre à faible teneur en oxygène (den-Cu^0), entourées du mélange eutectique composé d'une matrice de cuivre saturé à 0.03 at% d'oxygène (eu-Cu^0) et de bâtonnets d'oxyde cuivreux (eu-Cu_2O). (h) Début de la corrosion. Oxydation de den-Cu^0 en Cu_2O. (i) Enrichissement des dendrites en Cl^- pour former un mélange de Cu_2O et de CuCl. (j) Microstructure finale, phase ultime de la corrosion et pseudomorphe de la microstructure métallurgique. Formation de $Cu_2Cl(OH)_3$ dans les dendrites et oxydation complète de eu-Cu^0 en co-Cu_2O dans les espaces interdendritiques, eu-Cu_2O n'est pas affecté par l'altération.

Adapté d'après (Thoury, et al., 2016, Figure 4).

- (c)+(g). Le métal désormais totalement solidifié continue de refroidir (1066°→ambiante), le moule d'argile est alors brisé afin de pouvoir extraire l'objet métallique, une réplique fidèle du modèle initial en cire est obtenue. Après quelques opérations de finition (découpe du canal d'alimentation, polissage), l'objet est mis en utilisation.

- (d)+(h,i,j). L'abandon de l'objet provoque son enfouissement dans le sol, le séjour durera environ 6000 ans. La corrosion est amorcée à partir de la surface, elle résulte de l'oxydation du cuivre en présence d'eau, provoquant l'altération du cuivre Cu^0 en oxyde cuivreux Cu_2O[23]. Le système chimique étant biphasé, deux processus distincts de corrosion se mettent en place : celui des dendrites composées de cuivre non saturé en oxygène (den-Cu^0), et celui du mélange eutectique eu-Cu^0 - eu-Cu_2O. Du fait de la différence de composition entre les dendrites et le mélange eutectique, un couplage galvanique est amorcé entre les deux phases. Le potentiel électrochimique de den-Cu^0 est en effet plus faible que celui du mélange eutectique, par la présence de eu-Cu_2O, plus noble et dispersé dans l'espace interdendritique (h). Ceci se traduit par une corrosion plus rapide au niveau des dendrites, avec diffusion d'anions O_2^- et Cl^- issus de l'environnement jusqu'au cuivre dendritique, provoquant la formation d'un mélange de Cu_2O et de composés chlorurés de type CuCl (i). Les dendrites étant désormais corrodées, la différence de potentiel entre dendrites et eutectique diminue, le cuivre eu-Cu^0 de l'espace eutectique se corrode à son tour progressivement pour former l'oxyde cuivreux co-Cu_2O. Le potentiel de l'ensemble du système se rapproche désormais de celui du Cu_2O. Cependant, les dendrites, initialement plus réactives, subissent une ultime transformation en raison de leur forte teneur en chlorures et du pH acide. Les espèces les plus stables ne sont plus Cu_2O et CuCl, mais la clinoatacamite $Cu_2(OH)_3Cl$. Le système atteint progressivement un état quasi-stationnaire avec l'environnement lorsque tout le cuivre a été oxydé (h). Le eu-Cu_2O n'est donc pas affecté par le processus de corrosion. À l'état final, il y a une fossilisation de la structure interne de l'amulette, avec des dendrites composées de $Cu_2(OH)_3Cl$ et un espace interdendritique formé par un mélange de deux types de Cu_2O :

[23] Les lignes ci-dessous résument le mécanisme de corrosion tel que proposé par L. Robbiola et T. Séverin-Fabiani dans (Séverin-Fabiani, 2016, pp. 200-204).

un oxyde formé initialement à haute température suite à la fusion du cuivre métallique et un oxyde issu de la corrosion du cuivre. Cette microstructure pseudomorphe submicrométrique observable à l'échelle de l'ensemble de l'objet a été conservée pendant près de six millénaires. Il est à noter qu'une partie des cations Cu^+ a migré en surface durant l'ensemble du processus de corrosion interne. Cette migration a conduit à la formation de la couche externe, emprisonnant les composés du sol mis en évidence par l'analyse MEB-EDX (Figure 52).

1.4.2. Le choix surprenant d'un cuivre très pur

L'étude approfondie de la rouelle ne révèle aucun élément d'alliage. La composition chimique des espaces interdendritiques est extrêmement homogène, les seuls éléments aujourd'hui détectés en concentration significative sont le cuivre et l'oxygène, ce qui indique qu'un cuivre très pur a été initialement utilisé. Les mesures de MEB-EDX et de microfluorescence de rayons X synchrotron ne détectent que de faibles traces d'Au, Hg et Ag associées à ce cuivre.

Ces éléments sont les impuretés typiquement rencontrées pour les cuivres natifs (Pernicka*, et al.*, 1997). La formation d'oxyde cuivreux au cours de la solidification est d'ailleurs une preuve supplémentaire de l'emploi d'un cuivre de haute pureté : si le cuivre avait été allié à l'arsenic, au plomb, voire même à l'étain, l'eutectique ne se serait pas formé, car le cuivre liquide aurait été protégé de l'oxydation grâce à la plus grande affinité de l'oxygène pour As, Pb ou Sn (Azakami & Yazawa, 1976).

Le choix d'utiliser un cuivre de haute pureté (probablement natif) pour couler la rouelle FZ25416 de Mehrgarh est étonnant. Rappelons que la rouelle provient d'un contexte du Chalcolithique ancien daté entre 4500 et 3600 av. J.-C. À cette période, on sait déjà réduire les minerais de cuivre pour produire du cuivre arsénié (cf. Chapitre 1 § 5.1.2 Chalcolithique : métallurgie extractive, fonderie et alliages p. 83). Pour la fonte à la cire perdue, recourir au cuivre arsénié aurait été beaucoup plus adapté qu'utiliser un cuivre de haute pureté. En effet, dans les conditions d'une fonte de précision à la cire perdue (petit objet coulé dans un moule fait d'argile cuite), la coulabilité du cuivre pur est nettement moins bonne que celle des alliages

à long intervalle de solidification tels que cuivre arsénié, cuivre au plomb ou bronze (cf. Chapitre 10 § 2.5 p. 438 et Chapitre 11 p. 443). De plus, l'oxyde cuivreux Cu_2O qui s'est formé en surface de l'objet a dû entraîner un mouillage excessif du moule, provoquant le collage du moule et du métal, avec les conséquences que cela implique : démoulage difficile, longues finitions pour reprendre et éliminer la « peau de coulée ».

Dans ce contexte, comment expliquer le choix surprenant d'un cuivre de haute pureté ? Cela pourrait éventuellement participer d'une volonté de nouveauté, de cette recherche par essais / erreurs qui caractérise non seulement la démarche inventive entourant la fabrication de ce petit lot d'objets fabriqués à la cire perdue, mais qui marque aussi l'intégralité de la période chalcolithique à Mehrgarh, où de très nombreuses innovations dans le domaine des arts du feu ont déjà été décrites (pour la métallurgie, hormis la cire perdue, on retiendra la mise au point de tous les alliages qui seront ensuite employés pendant les périodes de l'Indus).

Mais une autre interprétation est possible, elle conduit à envisager qu'une valeur particulière a été attribuée à ce cuivre de haute pureté. Tel pourrait être le cas si le cuivre choisi était d'origine native. Il faut ici se rappeler que le cuivre natif constitue le métal ancestral, celui de la première métallurgie néolithique déjà remarquablement illustrée à Mehrgarh (cf. les perles du Néolithique acéramique décrites au Chapitre 1 § 3.1 p. 43). On peut alors tout à fait imaginer que le métal utilisé lors de la fabrication de la rouelle a été choisi non pas pour ses qualités métallurgiques intrinsèques : on pourrait par exemple lui avoir attribué une valeur apotropaïque. En choisissant un cuivre natif de haute pureté plutôt que le cuivre arsénié usuel, le fondeur aurait en réalité cherché un métal capable de protéger le possesseur d'un petit objet à haute valeur symbolique ou religieuse.

Quoi qu'il en soit, le choix d'associer fonte à la cire perdue et cuivre de haute pureté se révéla être une impasse technique : la température de fusion du cuivre non allié est très élevée, l'intervalle de solidification est nul ou quasi-nul ne laissant que très peu de temps au métal pour remplir le moule, les conditions d'une bonne coulabilité sont donc très difficiles à réunir[24]. De plus, le métal a inévitablement

[24] Pour une liste des paramètres influençant la coulabilité, cf. Tableau 14 p. 389.

tendance à s'oxyder pendant la fusion. Une composition d'alliage plus adaptée était donc nécessaire. Cette seconde invention était un préalable indispensable à l'adoption définitive de la fonte à la cire perdue, non seulement pour que son usage se diffuse largement et durablement, mais aussi pour que le plein potentiel de la technique soit exploité. Nous allons voir que cette seconde phase du processus ne se fit sans doute pas longtemps attendre, puisqu'un autre objet provenant lui aussi des niveaux du Chalcolithique ancien de Mehrgarh a justement été élaboré avec un cuivre très fortement allié au plomb (cf. § 2 p. 150). Non seulement ce cuivre au plomb a ensuite été utilisé à l'échelle du Proche-Orient jusqu'à la fin du 3e millénaire, mais il s'avère qu'il était de plus spécifiquement dédié à la fonte à la cire perdue (cf. suite du Chapitre 2 et Chapitre 3 p. 185).

1.4.3. Pourquoi la cire perdue ?

La rouelle de Mehrgarh est un extraordinaire témoignage des premières tentatives de fabrication par fonte à la cire perdue. Cette innovation majeure n'a pas remplacé la fonte en moule permanent, mais a engendré une nouvelle lignée d'objets métalliques, dont les formes ne peuvent être obtenues que par cette méthode (Roux *et al.*, 2013). La fonte à la cire perdue a ensuite rencontré un formidable succès, jamais démenti depuis son invention, et sur lequel nous allons largement revenir dans la suite de ce travail. Toutefois, avant d'étudier plus avant les nombreux développements que la technique a connus, interrogeons-nous sur un point essentiel : pourquoi a-t-on inventé la fonte à la cire perdue ?

Il est très significatif de constater que la créativité offerte par la technique n'a pas réellement été mise à profit pour fabriquer la rouelle. L'objet en question est pratiquement plat, et une forme très similaire aurait sans doute été fabriquée plus facilement en utilisant un moule permanent. L'apparition de la technique de la cire perdue aurait donc été déclenchée par d'autres facteurs que la possibilité de couler des formes complexes. Pour l'Amérique préhispanique, des travaux récents ont par exemple proposé que la fonte à la cire perdue a été adoptée en raison de l'importance accordée à la cire d'abeille, et non pour un besoin technique (Martinon-Torres & Uribe-Villegas, 2015). Rien ne permet de tester ici cette idée. Bien sûr, la cire d'abeille est utilisée dans le monde oriental, et même bien avant le 5e millénaire (Roffet-Salque *et al.*, 2015). Mais nous ne sommes même pas sûrs que ce qui est

examiné ici résulte bien d'une « cire perdue ». Un matériau tel que le bitume aurait également fait l'affaire, d'autant que cette ressource existe dans la région, et que le bitume a servi à enduire des paniers dès le Néolithique acéramique à Mehrgarh. La question du matériau du modèle ne peut donc être véritablement débattue ici. Cependant, une autre motivation peut être invoquée dans le cas des objets de Mehrgarh. Il nous semble que la technique peut avoir été mise au point pour l'une de ses principales qualités intrinsèques : sa capacité à reproduire un modèle. L'examen de cette hypothèse va nous conduire vers d'autres interrogations : quel a été le cheminement conduisant à cette invention ? Quelle était la fonction de cette série d'objets très particuliers ? Qui était chargé de les fabriquer ?

La piste d'un transfert terre-métal

Les modèles des objets fondus à la cire perdue ont été fabriqués en modelant et en assemblant de petits colombins de cire (ou matériau équivalent). Ce mode de façonnage se retrouve à Mehrgarh et Nausharo pour des petits objets faits d'un autre matériau, l'argile (cuite ou non) : fabrication de perles et de pendentifs (Figure 56), et ornementation de figurines anthropomorphes ou zoomorphes (Figure 57).

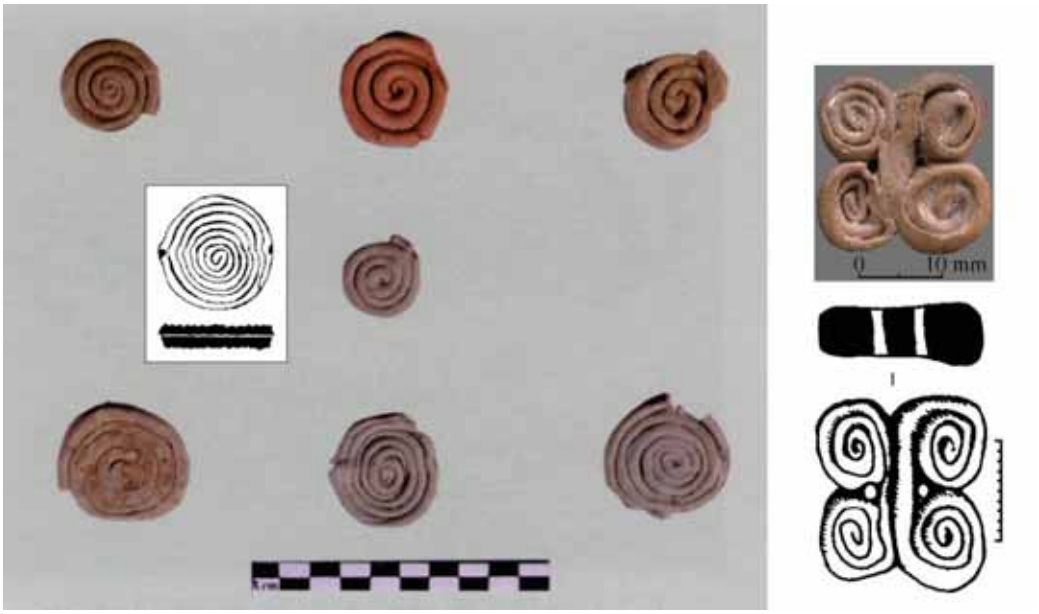


Figure 56 : parures en spirale faites de terre cuite. Image de gauche et dessin en médaillon : perles faites d'un colombin d'argile enroulé sur lui-même. Noter que les perles sont perforées dans leur épaisseur. Objets découverts à Mehrgarh, périodes IV-V et VI-VII. Image et dessin de droite : pendentif à quatre spirales découvert à Nausharo (périodes de l'Indus).

D'après (Barthélemy de Saizieu, 2003, XVIII-23 et 12-1), et (Barthélemy de Saizieu, in prep.).

La base du savoir-faire est exactement la même pour l'argile et pour la cire : la ductilité de ces matériaux est mise à profit pour modeler de fins colombins, qui sont ensuite découpés à la bonne longueur puis assemblés par pression / juxtaposition. Le soudage entre colombins est facilité dans le cas de l'argile en humidifiant la zone de l'assemblage, et dans le cas de la cire par une très légère chauffe.

Pourrait-on voir l'invention de la fonte à la cire perdue comme la volonté de pérenniser de petits objets jusqu'alors fabriqués en argile modelée ? Dans un tel cas, en travaillant simplement la cire à la place de l'argile, les individus chargés de fabriquer des objets dont la durée de vie devait être très limitée, devenaient capables de fabriquer les mêmes objets, mais faits de métal, donc beaucoup plus résistants et de plus grande valeur.

Plus de 14000 objets de parure ont été dénombrés à Mehrgarh, dont seulement 197 faits de terre cuite, soit 1.4 % (Barthélemy de Saizieu, 2003, pp. 14 et 67). On peut donc affirmer que la terre cuite n'est pas un matériau très prisé pour la réalisation de parures. Il est donc peu probable que des parures de terre cuite aient inspiré un transfert terre-cire, d'autant plus que toutes les parures référencées comme étant faites à partir d'un colombin de terre sont postérieures aux rouelles (Figure 56).

La fonte à la cire perdue pour fabriquer des objets magico-religieux ?

Les premiers petits objets faits à la cire perdue retrouvés à MR2 pourraient-ils avoir une fonction rituelle ? La question n'est pas simple à traiter : ce n'est parce que l'utilisation de ces petits objets nous échappe qu'ils ont nécessairement une fonction magico-religieuse. De telles situations sont courantes en archéologie, et la charge symbolique des objets « mystérieux » est toujours très délicate à évaluer (Perlès, 2001, p. 256). À l'exception du lot FZ25410-12, qui correspond vraisemblablement aux restes d'un sceau compartimenté, les cires perdues découvertes dans les niveaux du Chalcolithique ancien de Mehrgarh (MR2, période III) peuvent toutes être décrites comme des appliques ajourées. Les seuls objets archéologiquement complets sont les deux rouelles à six rayons FZ25416 et FZ25417 (Figure 21). Cette forme en rouelle n'est pas neutre. Il ne s'agit pas *a*

priori de la représentation d'une roue au sens propre. Les sites de la vallée de l'Indus ont en effet livré de nombreux exemples de roues miniatures en terre cuite, seules ou en situation au sein de maquettes de chars et chariots : les roues en question ne possèdent jamais de rayons, elles sont toujours pleines (Kenoyer, 2004). Une évocation de l'astre solaire correspondrait donc beaucoup mieux aux rouelles à six rayons de Mehrgarh.

Figure 57 : en haut et de gauche à droite, évolution stylistique des figurines féminines de Mehrgarh, période I (3 figurines), periode IV, période VI et période VIIB. En bas à gauche, figurine féminine percée de part en part, en argile partiellement cuite (n° MR98034005, période I niveau 8); au milieu, vue rapprochée de la tombe 258-1999 (période I, niveau 9) montrant l'inhumée tenant devant son visage et entre ses mains jointes une figurine féminine; à droite, mobilier funéraire de la tombe, remarquer la figurine elle aussi percée de part en part.

D'après (Jarrige, 2006, figs 6, 14; Jarrige, et al., 2013, figs 260, 300, 301).

Par ailleurs, avec les figurines, la présence d'objets magico-religieux est déjà attestée à Mehrgarh (Figure 57). Point important pour ce qui nous intéresse ici, le matériau utilisé pour la fabrication de ces objets est l'argile, modelée sous la forme d'un corps orné de colombins représentant cheveux, colliers, ceintures et dans quelques cas un serpent grimpant le long du corps (Jarrige, 2006, p. 158). Les figurines sont présentes du début à la fin de la séquence de Mehrgarh (du 8e au milieu du 3e millénaire), en particulier sous la forme de statuettes féminines

représentées assises (Figure 57, haut). Découvertes par milliers, elles sont une composante essentielle du mobilier archéologique du Néolithique et du Chalcolithique de la zone Kachi-Bolan. À Mehrgarh, la quasi-totalité des figurines ont été mises au rebut après avoir été utilisées. Elles sont systématiquement retrouvées en contexte non valorisé, souvent au sein de fosses de rejet ou dans les couches de remblais, parfois dans les niveaux de sol, mais sans association particulière. Il existe toutefois une exception notable, puisqu'une figurine assise a été découverte dans la tombe néolithique 258-1999, l'inhumée la tenait devant son visage, entre ses mains jointes (Figure 57, bas).

C. Jarrige a récemment montré que la plupart des figurines de la période I sont transpercées par de nombreux trous, *via* des brindilles qui ont été enfoncées de part en part du corps alors que l'argile était encore fraîche (Jarrige*, et al.*, 2013, p. 130) ; la figurine découverte dans la tombe 258-1999 comporte elle aussi ces perforations (Figure 57, bas). Ces éléments ne donnent pas la preuve d'un culte, mais suggèrent une fonction temporaire liée aux rituels religieux et à la magie par envoûtement. La symbolique du serpent peut indiquer un désir de contrôler les forces cachées de la nature, les trous percés à travers l'argile pourraient témoigner d'une tentative de traitement magique d'une douleur, ou de la volonté de nuire à quelqu'un en maltraitant son image (Jarrige, 2006, p. 161). L'association de la figurine et de la jeune femme inhumée dans la tombe 258-1999 soutient égalementl'hypothèse que certaines figurines ont été utilisées lors de rituels magico-religieux.

Il n'existe pas d'équivalent en terre crue ou cuite aux appliques métalliques ajourées du Chalcolithique ancien de Mehrgarh. La forme qui s'en rapproche le plus est le sceau compartimenté, dont on connait de nombreux exemplaires en terre cuite à Mehrgarh et Nausharo, mais ils sont plus tardifs (Chalcolithique récent et périodes de l'Indus). Des petites balles, parfois en pierre ornée de décors peints, souvent en argile cuite décorée d'incisions, ont été retrouvées depuis les plus anciennes phases d'occupation du site jusqu'à la fin de la période de l'Indus (Jarrige*, et al.*, 1995, figs. 4.19a, 6.15c, 7.14b, 7.32c, 9.9b, 10.25a, 11.18a). Certaines de ces petites balles pourraient correspondre à des amulettes, mais leur forme très ubiquiste laisse ouverte de nombreuses autres fonctions (*calculi*,

éléments de hochet, balles de fronde, …). La forme des rouelles est en revanche éminemment symbolique, tout comme il est indéniable que certaines figurines faites à partir d'argile modelée ont été utilisées dans le cadre de rituels magico-religieux. Si les appliques ajourées ont préexisté en terre, leur trop grande fragilité pourrait facilement expliquer qu'aucune ne nous soit parvenue.

Plusieurs arguments convergent donc, qui permettent selon nous de proposer que la fonction des appliques ajourées faites à la cire perdue découvertes à Mehrgarh pourrait être de nature magico-religieuse, peut-être des amulettes en lien avec un culte solaire : un cuivre de haute pureté pour ses qualités apotropaïques, la forme particulière donnée aux objets, une technique de façonnage analogue à celle des figurines en terre, et enfin un statut particulier puisque deux rouelles fragmentaires ont été découvertes en contexte funéraire (Figure 21c et Figure 22 bas). Un argument supplémentaire vient renforcer l'hypothèse d'une fonction d'amulette, il est en lien direct avec la technique de la fonte à la cire perdue. Pour le présenter, il nous faut revenir sur certaines des caractéristiques technologiques précédemment mises en évidence pour les rouelles.

Qui a modelé les rouelles de Mehrgarh ?

Un travail hautement spécialisé est nécessaire pour transformer les rouelles de cire en rouelles de métal : préparation d'une terre réfractaire, fabrication d'un moule et du système d'alimentation associé, maîtrise de la cuisson du moule, fabrication des creusets et du four de fonderie, choix et préparation du combustible, obtention et maintien d'une haute température par le biais d'une ventilation forcée, fusion puis coulée du métal. La capacité à mener ce travail est le fruit d'une succession pluriséculaire d'innovations dans le domaine de la métallurgie. Il en résulte que pour l'artisan de cette époque (nous l'appellerons métallurgiste), la transmission de ces savoir-faire nécessitait un long apprentissage. Dans le contexte du Chalcolithique ancien, il faut souligner que ce bagage métallurgique incluait déjà la capacité à concevoir des moules permanents très performants (cf. Chapitre 1 § 5.1.2 p. 85). Un seul de ces moules aurait permis de facilement fabriquer une grande série de rouelles à six branches de géométrie parfaitement régulière. Il suffisait à l'artisan de creuser une empreinte de rouelle dans un moule en pierre, ou

d'imprimer un modèle préexistant dans un bloc d'argile. Dans tous les cas, la fabrication des rouelles a donc nécessité l'intervention d'un artisan spécialisé. Mais alors pourquoi employer la cire perdue, puisque ce métallurgiste maîtrisait une autre technique de fonderie, et que celle-ci était par bien des aspects beaucoup plus performante ?

En revanche, on peut également affirmer que le façonnage d'un modèle de rouelle fait en cire entre en opposition totale avec le travail hautement qualifié du fondeur. Cela constitue en effet tout l'inverse d'un travail spécialisé. Pour mieux tester cette idée, nous avons constitué un panel de dix expérimentateurs totalement novices en matière de façonnage, âgés de 4 à 46 ans, et nous leur avons demandé de fabriquer une rouelle en pâte à modeler selon la chaîne opératoire que nous avons précédemment proposée (Figure 39). L'expérience a montré que le façonnage d'une rouelle en pâte à modeler est très aisément réalisable dès l'âge de 10 ans (Figure 58).

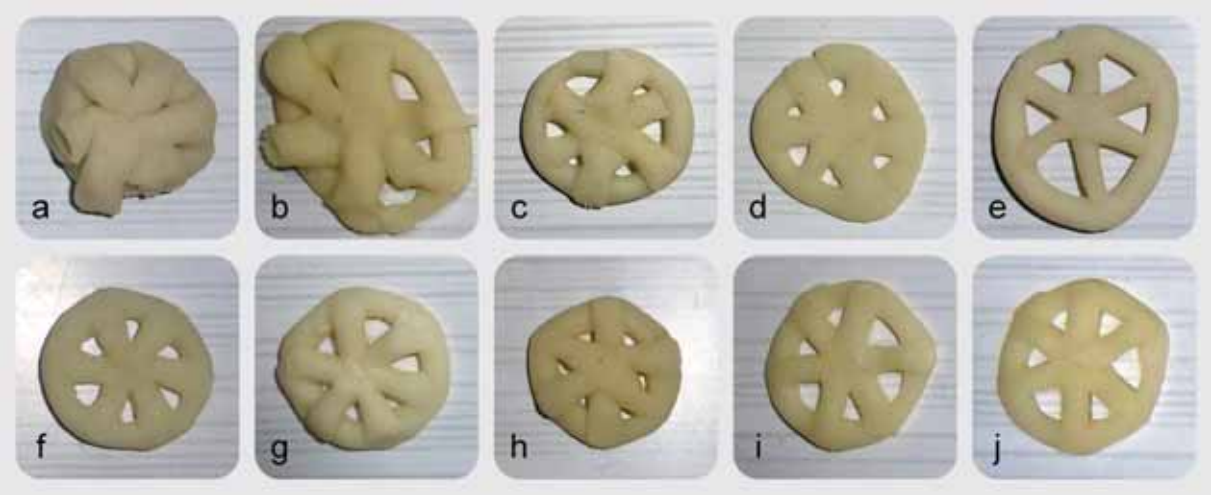


Figure 58 : essais de réalisation de modèles de rouelle à partir de pâte à modeler. Les expérimentateurs n'avaient aucune habileté acquise au préalable. Les consignes ont été transmises par le biais d'une démonstration selon la chaîne opératoire présentée à la Figure 39. L'expérimentateur devait d'abord préparer un colombin de section circulaire (diamètre demandé 2 à 3 mm). Un gabarit préparé à l'avance permettait à l'expérimentateur de facilement découper le colombin aux bonnes longueurs (64 mm pour l'anneau, 9 mm pour les rayons). (a) Anaïs M., 4 ans ; (b) Antoine B., 6 ans ; (c) Simon M., 10 ans ; (d) Mathieu M., 12 ans ; (e) Aurore M., 15 ans ; (f) Antoine M., 19 ans ; (g) Claire D., 31 ans ; (h) Emmanuel M., 34 ans ; (i) Anne B., 40 ans ; (j) Benoît M., 46 ans.

La principale difficulté réside dans la minutie nécessaire à la manipulation et à l'assemblage de petits éléments. On notera à ce sujet que plusieurs expérimentateurs ont produit dès leur première réalisation un modèle de rouelle nettement plus réussi que les deux rouelles archéologiques. Parmi les particularités

technologiques des rouelles archéologiques, nous avions en effet souligné leurs imperfections géométriques : anneau non parfaitement circulaire, rayons qui ne se rejoignent pas au centre géométrique de l'objet, rayons non rectilignes, distribution angulaire irrégulière des rayons (Figure 36). Certaines rouelles en pâte à modeler comportent les mêmes défauts, mais le fait n'est pas une généralité.

L'analyse de la chaîne opératoire de fabrication des rouelles met donc en évidence une extraordinaire opposition d'habiletés. D'un côté, le façonnage du modèle en cire est un travail qui ne demande aucun savoir-faire préalable, à tel point que cela pourrait même être celui d'un enfant âgé de 10 ans (voire même un peu moins). De l'autre côté, seul un artisan spécialiste des arts du feu est en mesure d'avoir converti les modèles de cire en objets de métal.

Grâce à l'invention de la fonte à la cire perdue, l'individu précédemment chargé de fabriquer une amulette en argile serait devenu capable de produire le même objet en métal, sans modifier la manière traditionnelle selon laquelle de tels objets devaient être façonnés. Pour cela, il lui a suffi de modeler de la cire en lieu et place de l'argile. Avec les rouelles de Mehrgarh, le métallurgiste a donc inventé une technique en mesure de fabriquer un objet durable et de plus grande valeur, sans qu'il intervienne dans le façonnage du modèle original. Ce dernier argument pourrait renforcer le caractère symbolique des appliques ajourées : il semble que le métallurgiste n'avait pas le droit de les créer. Cela implique-t-il que l'individu qui modelait une amulette était investi de pouvoirs magico-religieux, à l'image de ces personnages du Néolithique qui fabriquaient puis torturaient des figurines d'argile ? Peut-être pas, une telle amulette pourrait aussi être l'œuvre d'un enfant, par exemple fabriquée dans le cadre d'un rite de passage où le culte du soleil devait avoir une certaine importance.

À l'inverse des métaux néolithiques pour lesquels nous avons proposé un mode d'acquisition à longue distance d'objets déjà manufacturés, les caractéristiques de ces amulettes, en particulier le fait que l'utilisateur de l'objet est sans doute celui qui a façonné le modèle de cire, impliquent que les objets ont été fabriqués sur place, à Mehrgarh. Un tel scénario n'est pas démenti par les découvertes archéologiques, puisqu'une production métallurgique artisanale est

attestée sur le site de Mehrgarh à cette période (cf. Chapitre 1 § 3.3.1 p. 60 présentant les fragments de creuset du site MR2).

On notera enfin que le moteur de l'invention de la fonte à la cire perdue serait ici de permettre que d'importantes créations d'individus non-métallurgistes puissent maintenant être produites en métal. Il y aurait donc d'un côté la personne chargée de créer le modèle, et de l'autre le métallurgiste dont le rôle serait de convertir le modèle en métal. On remarquera que cette forme de division des tâches, qui pourrait donc justifier de l'invention de la fonte à la cire perdue à Mehrgarh, est aujourd'hui encore la base du fonctionnement d'une fonderie d'art : le sculpteur crée un modèle, le fondeur se charge de le changer en métal.

2. Le fragment de sceau compartimenté de Mehrgarh (4500-3600 av. J.-C.)

2.1. Présentation de l'objet

Trois fragments métalliques très corrodés ont été découverts ensemble sur le site MR2 de Mehrgarh, ils appartenaient probablement à un objet unique (MR.81.2X.106.01 / FZ25410, MR.81.2X.106.02 / FZ25412, MR.81.2X.106.03 / FZ25411). Ces fragments s'intègrent dans le même petit lot d'appliques ajourées que la rouelle. Ils se rattachent à la période III, et sont datés par le contexte stratigraphique -4500 / -3600 av. J.-C. (cf. Chapitre 1 § 3.3.3 p. 62, Figure 21 et Figure 22). La forme initiale de l'objet n'est pas reconstituable. Toutefois, le fragment FZ25410 permet de reconnaître une tige qui se connectait sur la périphérie de l'objet (Figure 59a). La section de cette tige n'est pas circulaire ou ovale, comme dans le cas des autres amulettes (rouelles et applique en P), mais trapézoïdale à rebords (Figure 59b), ce qui évoque la forme de certains sceaux compartimentés des périodes postérieures. Cet objet pourrait donc correspondre au plus ancien sceau compartimenté métallique connu à Mehrgarh.

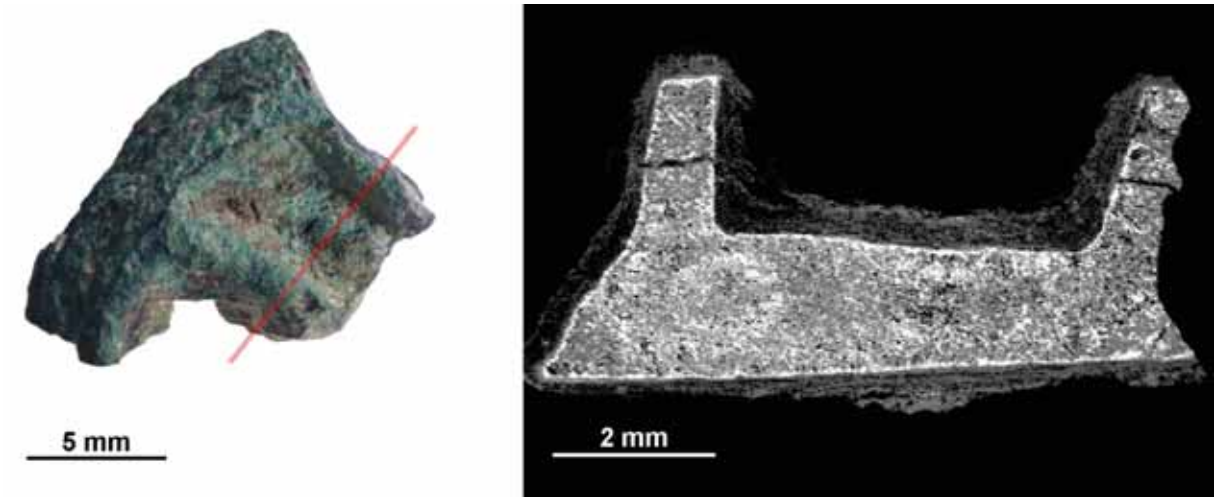


Figure 59 : a : fragment MR.81.2X.106.01 / FZ25410, possible fragment d'un sceau compartimenté, le trait rouge indique l'emplacement de la coupe ; b : vue d'ensemble de la coupe transversale de la tige au MEB-BSE après enrobage dans un plot de résine epoxy et polissage jusqu'au ¼ µm.

La fonte à la cire perdue est la technique de mise en forme la plus probable pour cet objet. La cire perdue donne en effet la possibilité d'obtenir très simplement les bords en relief que l'on observe sur la tige centrale, et de connecter ensuite cette tige à d'autres éléments. D'autres techniques sont envisageables, mais le façonnage d'un modèle en cire constitue ici la meilleure option, permettant de produire le plus facilement un tel objet par moulage. À l'appui de cette proposition, nous montrerons par d'autres exemples que la fonte à la cire perdue est à la base de la fabrication de tous les sceaux compartimentés métalliques des périodes postérieures (cf. Chapitre 3 § 2191). Nous allons aussi et surtout voir que cet objet est le plus ancien témoin de l'utilisation d'un alliage spécifiquement développé pour la fabrication à la cire perdue.

2.2. Etude archéométallurgique

Une coupe métallographique a été préparée à partir du fragment FZ25410 afin d'obtenir une section transversale de la tige trapézoïdale (Figure 60) [25]. Comme pour la rouelle, une microstructure dendritique biphasée est parfaitement identifiable. Le métal est une fois de plus profondément corrodé, toutefois l'une des deux phases est partiellement conservée sous forme métallique (phase jaune clair des images en microscopie optique de la Figure 60). L'analyse élémentaire MEB-EDX révèle que cette phase métallique correspond à du cuivre, les autres composés déterminés sur la coupe correspondent à des produits de corrosion du plomb et du cuivre (Tableau 7) :

- La phase métallique jaune clair (gris clair en MEB-BSE) est composée de cuivre métallique faiblement chargé en arsenic (entre 1 et 2 wt%). Ce cuivre s'est solidifié le premier sous la forme de dendrites qui occupaient la majeure partie de l'espace.

[25] Une étude analytique plus détaillée est consultable dans (Séverin-Fabiani, 2016, pp. 155-165) incluant notamment les résultats de l'imagerie de photoluminescence. Nous limitons volontairement la présentation aux données issues de l'étude que nous avons effectuée en microscopie optique, MEB-BSE et MEB-EDS. Ces résultats suffisent à la reconstitution du procédé de fabrication. Les résultats de photoluminescence améliorent quant à eux la compréhension fine du processus d'altération, notamment dans la zone d'interface entre les deux phases, mais demanderont des analyses complémentaires pour une interprétation complète (diffraction X, Raman, microfluorescence X synchrotron).

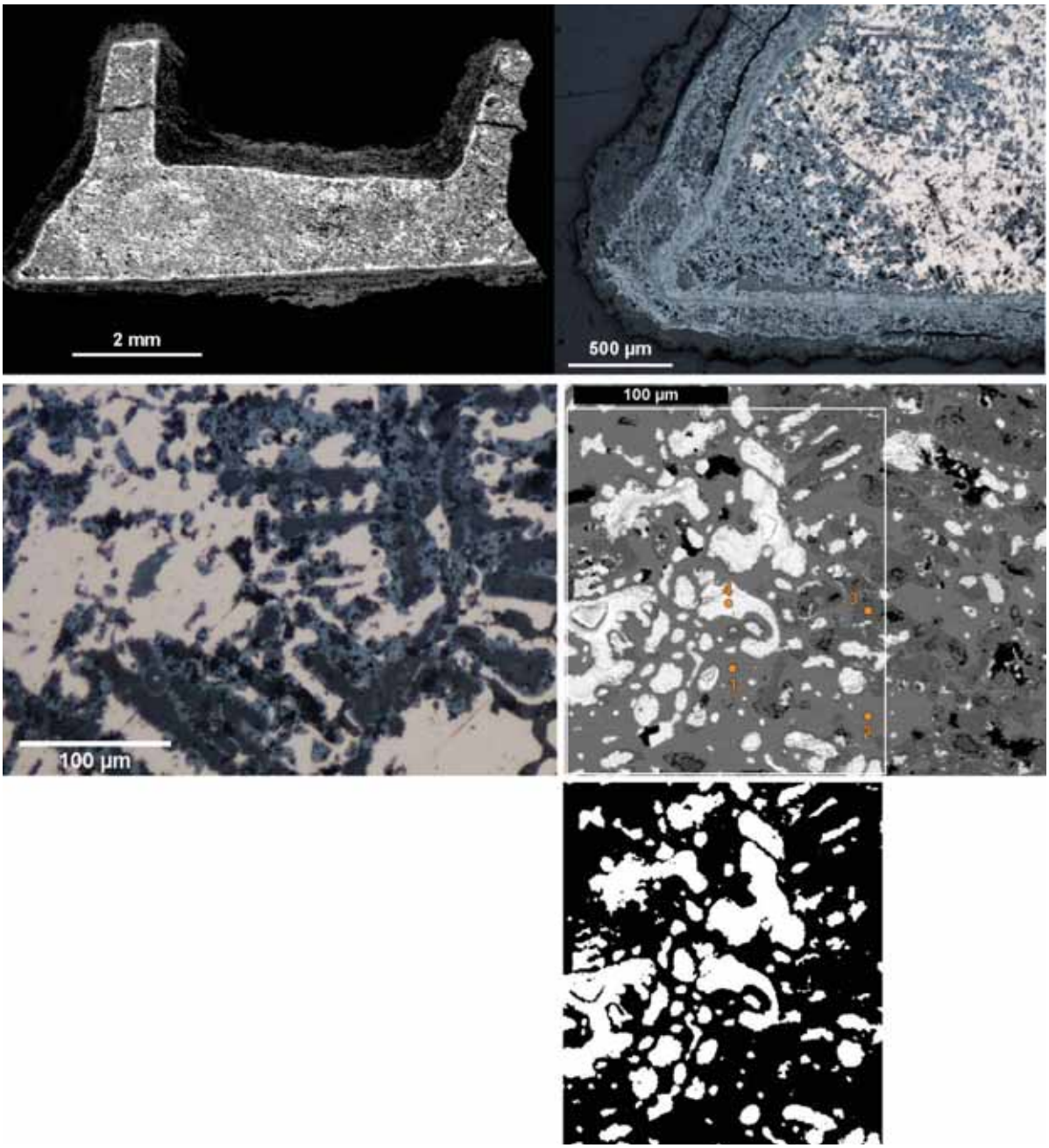


Figure 60 : en haut, vue d'ensemble de la coupe transversale de FZ25410 en MEB-BSE et détail de l'angle inférieur gauche en microscopie optique champ clair (BFOM). Remarquer que le métal est partiellement conservé. Au milieu, détails de zones où le cuivre métallique est conservé, à gauche, BFOM, à droite MEB-BSE. En jaune clair / gris clair (MEB) : dendrites de cuivre métallique. En bleu foncé / blanc (MEB) : phase corrodée très riche en plomb dans l'espace interdendritique. En bleu clair / gris foncé (MEB) : oxyde cuivreux Cu_2O comblant une partie de l'espace interdendritique. En bas : seuillage binaire de l'image MEB dans la zone la moins fortement affectée par la corrosion pour estimer les fractions surfaciques occupées par le cuivre (en noir) et le plomb (en blanc).

	O	Cl	Cu	As	Pb
Analyse 1 (dendrites Cu)	1.1	< 0.2	**96.4**	**1.8**	< 0.5
Analyse 2 (dendrites Cu)	1.2	< 0.2	**97.8**	**1.0**	< 0.6
Analyse 3 (oxyde cuivreux)	**9.2**	0.2	**90.6**	< 1.0	< 0.6
Analyse 4 (plomb altéré)	**3.6**	**17.4**	11.2	< 1.0	**65.3**
Analyse globale de la zone	**4.4**	**2.8**	**73.3**	**1.6**	**17.1**

Tableau 7 : analyse MEB-EDX de la phase cuivreuse préservée et de la phase plombeuse corrodée, résultats exprimés en pourcentage massique ; les points analysés sont reportés sur l'image MEB.

- Un composé bleu foncé (blanc en MEB-BSE), très riche en plomb (65 wt%), contenant aussi du chlore (17 wt%), du cuivre (11 wt%) et de l'oxygène (4 wt%). Ce composé occupe le cœur des espaces interdendritiques. Nous n'avons pas cherché à déterminer ce composé en microdiffraction X ou spectrométrie Raman. Les résultats de l'analyse MEB orientent vers deux hypothèses, soit un mélange submicrométrique associant hydroxychlorure de plomb et oxyde de cuivre (par exemple laurionite ou paralaurionite PbCl(OH) et oxyde cuivreux Cu2O), soit un hydroxychlorure mixte de cuivre et de plomb. Dans ce dernier cas le composé dont la composition est la plus approchante de notre analyse est la pseudoboléite $Pb_5Cu_4Cl_{10}(OH)_8.2(H_2O)$[26].

- Un composé bleu clair (gris foncé en MEB-BSE) renfermant 91 wt% de cuivre et 9wt% d'oxygène, ce qui correspond à la composition de l'oxyde cuivreux Cu_2O. L'oxyde cuivreux est présent dans les zones où les dendrites de cuivre se sont oxydées, cela est bien visible au niveau de l'angle inférieur gauche de la tige vue en coupe (Figure 60, haut). Mais l'oxyde cuivreux se loge également dans tous les espaces laissés vacants, comme le montre clairement la Figure 60 (milieu), où l'oxyde cuivreux s'est infiltré en périphérie des espaces interdendritiques autrefois occupés par le plomb.

Malgré un état d'altération avancé, les différents composés identifiés et la microstructure biphasée désignent sans équivoque l'utilisation d'un alliage binaire, le cuivre au plomb. Etant donné que la solubilité du plomb dans le cuivre est quasiment nulle (et réciproquement, voir Figure 146 p. 382 pour le diagramme de phase Cu-Pb), le système biphasé en question se résumait à des dendrites de cuivre (avec 1 à 2 wt% d'arsenic) d'un côté, et à un espace interdendritique constitué de plomb de l'autre. L'altération a été amorcée par une corrosion du plomb fortement activée par un milieu riche en chlorures. Puis le cuivre a commencé lui aussi à s'oxyder. La formation de couches de corrosion sur l'objet a conduit à une passivation de plus en plus importante de la surface, au point qu'un état stationnaire a finalement été atteint. Cet état stationnaire est celui dans lequel

[26] Cf. http://www.webmineral.com/data/Pseudoboleite.shtml : Pb 59 wt%, Cl 20 wt%, Cu 14 wt%, O 7 wt%, H 0.4wt%.

nous avons étudié l'objet : il ne reste plus de plomb métallique, de larges plages de cuivre métallique sont encore présentes au cœur de l'objet.

La teneur initiale en plomb a été estimée par analyse d'image. Les fractions volumiques initialement occupées par le plomb (V_{Pb}) et par le cuivre (V_{Cu}) ont été estimées en mesurant l'aire respective occupée par les deux phases dans trois zones où la microstructure nous a semblé correctement conservée (voir Figure 60, bas pour visualiser une de ces zones). Nous avons ensuite supposé que la distribution des phases est homogène dans le volume, et donc que les fractions surfaciques mesurées par analyse d'image sur les images sont équivalentes aux fractions volumiques. On obtient :

$$V_{Pb} = 0.31 \pm 0.05 \text{ et } V_{Cu} = 0.69 \pm 0.05$$

Il suffit ensuite de convertir la fraction volumique V_{Pb} en fraction massique M_{Pb} pour déduire la teneur initiale en plomb de l'alliage :

$$M_{Pb} = \frac{\rho_{Pb} V_{Pb}}{\rho_{Pb} V_{Pb} + \rho_{Cu} V_{Cu}}$$

$$(avec\ \rho_{Cu} = 8.92\ g.cm^{-3}\ et\ \rho_{Pb} = 11.35\ g.cm^{-3})$$

$$M_{Pb} = \frac{11.35x0.31}{11.35x0.31 + 8.92x0.69} = 0.36\ \pm 0.05$$

L'alliage renfermait donc initialement 31 à 41 wt% de plomb, auquel s'ajoutait 1 à 2 wt d'arsenic.

2.3. L'invention du cuivre au plomb

Lors de l'étude de la rouelle, nous avons souligné que l'utilisation d'un cuivre natif de haute pureté pour la coulée à la cire perdue était étonnante, au vu de la mauvaise coulabilité d'un tel métal pour des objets de très petite taille et pour la reproduction fidèle de détails en relief. L'étude de ce fragment montre d'une part que cet obstacle au développement de la fonte à la cire perdue a rapidement été contourné, mais aussi et surtout que le contrôle de la composition du métal constituait un autre pan de la démarche innovante des métallurgistes qui ont

fabriqué ce premier lot d'objets faits à la cire perdue. Il est en effet ici bien tentant de proposer l'idée d'une progression basée sur une méthode de type essai-erreur.

Rappelons qu'à la période du Chalcolithique ancien, l'usage du métal au Balochistan est devenu courant, et que de gros outils sont fabriqués en moule permanent à partir d'un cuivre non allié dont l'origine est vraisemblablement régionale (cf. Chapitre 1, § 4.3 p. 75, § 4.4 p. 78 et § 5.2.1 p. 88). Ce métal ne présentant pas les qualités de coulabilité requises, un autre cuivre aurait tout d'abord été testé afin notamment de fabriquer les rouelles. Ce cuivre de haute pureté, probablement natif, aurait été choisi pour la très grande valeur qui lui était associée, symbolisant en particulier la métallurgie néolithique ancestrale des petits objets de parure (cf. Chapitre 1, § 3.1 p. 43). Loin de résoudre les problèmes de coulabilité, le cuivre de haute pureté ne s'est pas révélé une solution satisfaisante. Une seconde invention fondamentale serait alors intervenue, l'élaboration d'un alliage de cuivre fortement allié au plomb, qui s'est lui révélé en mesure de reproduire les plus fins détails d'un modèle en cire grâce à ses propriété de coulabilité améliorées (cf. troisième partie).

Il faut bien prendre la mesure de l'importance de cette seconde invention. Pour la première fois, un *alliage de synthèse* est préparé à partir du mélange pondéral ou en volume de deux métaux, un métal de base (le cuivre) et un métal d'addition (le plomb)[27]. Cette technique qui est celle de la recette d'alliage n'a pas changé depuis l'invention du cuivre au plomb, elle constitue toujours aujourd'hui la pratique quotidienne du fondeur. L'avantage procuré est immense : à l'aide d'une balance ou d'un dispositif simple d'évaluation des volumes, il devient possible de précisément contrôler la composition d'un alliage en dosant les différents composés préparés préalablement à la fusion. Cette notion d'alliage était certes déjà au cœur des préoccupations des métallurgistes du Chalcolithique ancien, puisqu'il s'avère que c'est également à cette période que certains objets ont été fabriqués à partir de

[27] Au Proche-Orient ancien, les plus anciens objets connus en plomb sont datés du 6e millénaire et proviennent de Yarim Tepe et Tell Arpachiyah en Irak (Weeks, 2012, p. 302). Dans le cours du 4e millénaire, le plomb métallique devient d'usage fréquent. Il est sans doute déjà à cette période un sous-produit de la métallurgie de l'argent (qui est extrait par coupellation des minerais de plomb argentifère). Au Balochistan, quelques objets en plomb ont été découverts, dont notamment un petit anneau NS.87.01.11.108 provenant des niveaux ID de Nausharo (fin du Chalcolithique récent, 2600-2500 av. J.-C.). De nombreux petits blocs de galène (sulfure de plomb) ont également été retrouvés en dépôt funéraire à Shahi-Tump et Miri Qalat dès la période II (fin du Chalcolithique ancien, -4000 / -3400 BC, Besenval, 2005, p. 3).

cuivre arsénié. On sait que cet alliage améliore notablement les propriétés mécaniques du métal, et que son usage a été volontairement recherché. Rappelons cependant que l'arsenic n'était pas isolé en tant que tel, et que le cuivre arsénié était préparé par sélection de minerais de cuivre riches en arsenic, rendant impossible un contrôle précis et *a priori* de la composition. Le cuivre arsénié est donc un *alliage naturel* : il était sans doute plus perçu comme une qualité de cuivre particulière, en mesure de grandement améliorer les propriétés mécaniques des armes et des outils, sans que l'on puisse facilement prédire à l'avance le résultat obtenu. Le cuivre au plomb est quant à lui le tout premier *alliage de synthèse à base de cuivre* fabriqué par l'homme. Dans le cas de cet objet, il a simplement été préparé en mélangeant l'équivalent en masse de 4 parts de plomb pour 6 parts de cuivre non allié.

Le cuivre au plomb n'a pas d'intérêt pour les armes et les outils, sa formulation est en revanche particulièrement adaptée à la fonderie de précision, et nous allons maintenant voir qu'il a été exclusivement réservé à la fabrication d'objets par fonte à la cire perdue.

3. Le Poids aux Léopards de Shahi Tump (3400-3000 av. J.-C.)[28]

3.1. Contexte de découverte et présentation de l'objet

Les fouilles du cimetière du chantier II de Shahi-Tump (Kech-Makran, Pakistan, période IIIA) par la MAFM ont révélé dans chaque sépulture la présence d'un ou plusieurs objets de prestige : poterie fine à décor peint (dite de la culture du cimetière de Shahi-Tump, Didier & Mutin, 2013, p. 466), sceaux compartimentés en cuivre au plomb et miroirs en cuivre arsénié (cf. Chapitre 1 § 4.3 p. 75 et annexe A), perles en grenat, en coquillage marin, en stéatite chauffée, en cornaline (Besenval, 1997, 2000). Au cours de la campagne 1998, un objet exceptionnel a été découvert dans la tombe UF402, le « Poids aux Léopards » (2/98/II/402/PO644 / FZ25676). L'objet est absolument unique, il est aussi totalement inattendu dans cette région des confins indo-iraniens. Il prend la forme d'un poids ansé décoré d'une frise animalière (Figure 61 et Figure 62).

Figure 61 : le « Poids aux Léopards » de Shahi-Tump, tombe UF402 du cimetière de la période IIIA. © *MAFM, R. Besenval.*

[28] Cette partie est une version traduite et actualisée de (Mille *et al.*, 2005).

Figure 62 : vue d'ensemble du « Poids aux Léopards » (2/98/II/402/PO644 / FZ25676).
© MAFM, R. Besenval.

La sépulture UF402 est celle d'un homme adulte âgé orientée ouest-est. Le Poids aux Léopards fait partie d'un dépôt funéraire qui comprenait également des restes de tissu, treize vases en terre cuite, une vertèbre de requin et des coquillages (comm. personnelle A. Didier). La tombe a été attribuée au niveau IV du cimetière, lui-même daté de la période IIIA. La chronologie de la période IIIA

(-3400/-2800 av. J.-C., Figure 8) a été récemment subdivisée en deux phases grâce aux études céramologiques de Benjamin Mutin. Les tombes fouillées à Shahi-Tump par la MAFM, dont celle du poids, se rattachent par leur céramique à la première phase de cette période, datée de la seconde moitié du 4e millénaire (-3400/–3000). La phase la plus récente (-3000/-2800) est également bien présente à Sahi-Tump, mais est surtout documentée par les travaux de A. Stein effectués dans les années 1920 (Mutin, 2007; Didier & Mutin, 2013).

Le Poids aux Léopards est une boule ovoïde tronquée à la base et au sommet (16,7 cm de hauteur, 13,5 cm de diamètre maximum). Le Poids comporte une petite base plate (6 cm de diamètre) et une anse sur le dessus. Il pèse plus de 15 kg ! La panse de l'objet est décorée d'une frise de deux groupes d'animaux composés chacun d'un léopard poursuivant une chèvre sauvage (Figure 63 et Figure 64). Les deux scènes sont séparées par quatre petites figures stylisées, que nous identifions comme des abeilles : l'iconographie de l'objet serait alors en résonnance de sa technique de fabrication (Figure 65)[29] ! Le décor totalise donc huit animaux, deux léopards, deux chèvres sauvages et quatre abeilles. Chaque animal a été figuré en disposant une mosaïque de fragments de coquillages dans les zones ajourées de l'enveloppe de cuivre. Les coquillages ont été découpés selon trois formes : les pastilles rondes, les plaquettes triangulaires et les plaquettes trapézoïdales. Ces coquillages sont d'origine marine et d'au moins deux sortes, un coquillage de couleur orange-rouge pour représenter les yeux et la bouche des léopards, un coquillage blanc pour le reste du décor (d'après un examen sans identification spécifique effectué par J. Desse).

[29] Dans la publication initiale, j'avais proposé des représentations de mouches suite à une suggestion de Pierre Amiet : « these two hunting scenes are separated by four small stylised flies » (Mille*, et al.*, 2005). Mais la forme pourrait tout aussi bien correspondre à une abeille, d'autant que l'on sait que cet insecte jouissait déjà d'une haute considération : l'abeille (*Apis Mellifera*) était en effet indispensable aux sociétés protohistoriques anciennes, tant pour la pollinisation des cultures, que pour la production de miel et de cire. On connaît d'ailleurs un autre motif d'abeilles sur un bol en céramique de Shahi-Tump pour la période IIIB(-2800/-2600, voir Didier, 2013, fig. 69 n°11). Etant donné l'importance de la cire pour la fabrication de cet objet, je propose désormais une interprétation d'abeilles. Ces abeilles souligneraient par leur valeur de métaphore que le Poids aux Léopards a été fabriqué par fonte à la cire perdue.

Figure 63 : la chèvre sauvage attaquée part le léopard, détail du décor. Remarquer que le plomb affleure tout autour des fragments de coquillage.

© C2RMF, D. Bagault.

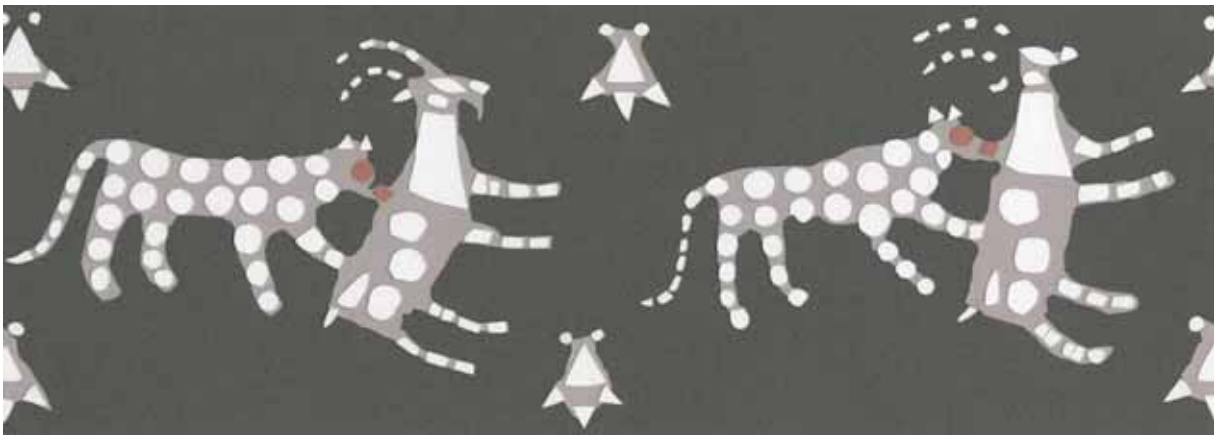


Figure 64: relevé en déroulé du décor de coquillages (en blanc et en rouge), incrustés dans le plomb (en gris clair).

© MAI, G. Quivron.

Figure 65 : à gauche, détail de l'une des quatre abeilles du Poids aux Léopards. L'animal a été figuré à partir de coquillages, quatre fragments triangulaires pour le corps et les ailes, deux petites pastilles rondes pour les yeux; à droite, photographie d'une abeille (*Apis Mellifera*) vue de dessus.

À gauche, © C2RMF, D. Bagault ; à droite, © Josh Hillman, www.floridanature.org

Après sa découverte, le Poids aux Léopards a été temporairement exporté en France pour être restauré à l'IRRAP (Institut de Recherches et de Restauration Archéologiques et Paléometallurgiques) par Régis Bertholon (Bertholon, 1999), et pour être étudié au Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France sous le numéro FZ25676. Le Poids aux Léopards est ensuite retourné au Pakistan, il est aujourd'hui exposé au Musée National d'Archéologie de Karachi.

Nous présenterons ici les informations issues de nos observations, de l'étude de la structure interne et de la nature des métaux utilisés. À partir de ces données, nous tenterons d'appréhender les techniques métallurgiques mises en œuvre pour la fabrication de cet objet extraordinaire.

3.2. Protocole de l'étude archéométallurgique

3.2.1. Structure interne

Un tel objet est nécessairement complexe ; il convient donc en premier lieu d'en comprendre la structure interne. Les techniques conventionnelles de radiographie X du C2RMF (HT=420 kV) s'étant révélées impuissantes face à une telle masse métallique, nous avons réalisé des coupes tomodensitométriques de l'objet grâce au Tomographe à Haute Energie du CEA LETI/DSIS à Grenoble (Emax = 8 MeV, Emoy = 3 MeV). Le faisceau de photons de freinage de haute énergie est produit à partir d'un accélérateur linéaire d'électrons associé à une cible de tungstène. Le Poids aux Léopards a été déplacé (translation et rotation) devant ce faisceau, et l'atténuation du flux de photons traversant l'objet a été mesurée par l'intermédiaire d'une barrette de détecteurs CdTe disposés autour de l'objet. Les coupes tomodensitométriques ont ensuite été obtenues par une reconstruction informatique combinant l'ensemble des signaux reçus par les détecteurs (Rizo *et al.*, 2000).

3.2.2. Analyse élémentaire des métaux

Les analyses ont été effectuées par spectrométrie d'émission atomique par torche à plasma à couplage inductif (ICP-AES) selon le protocole précédemment présenté (cf. Chapitre 1 § 2 p. 38). Deux prélèvements par micro-forage ont été réalisés, le premier dans le métal de remplissage (n° analyse FZ25676-1), le second dans l'anneau de suspension (n° analyse FZ25676-2).

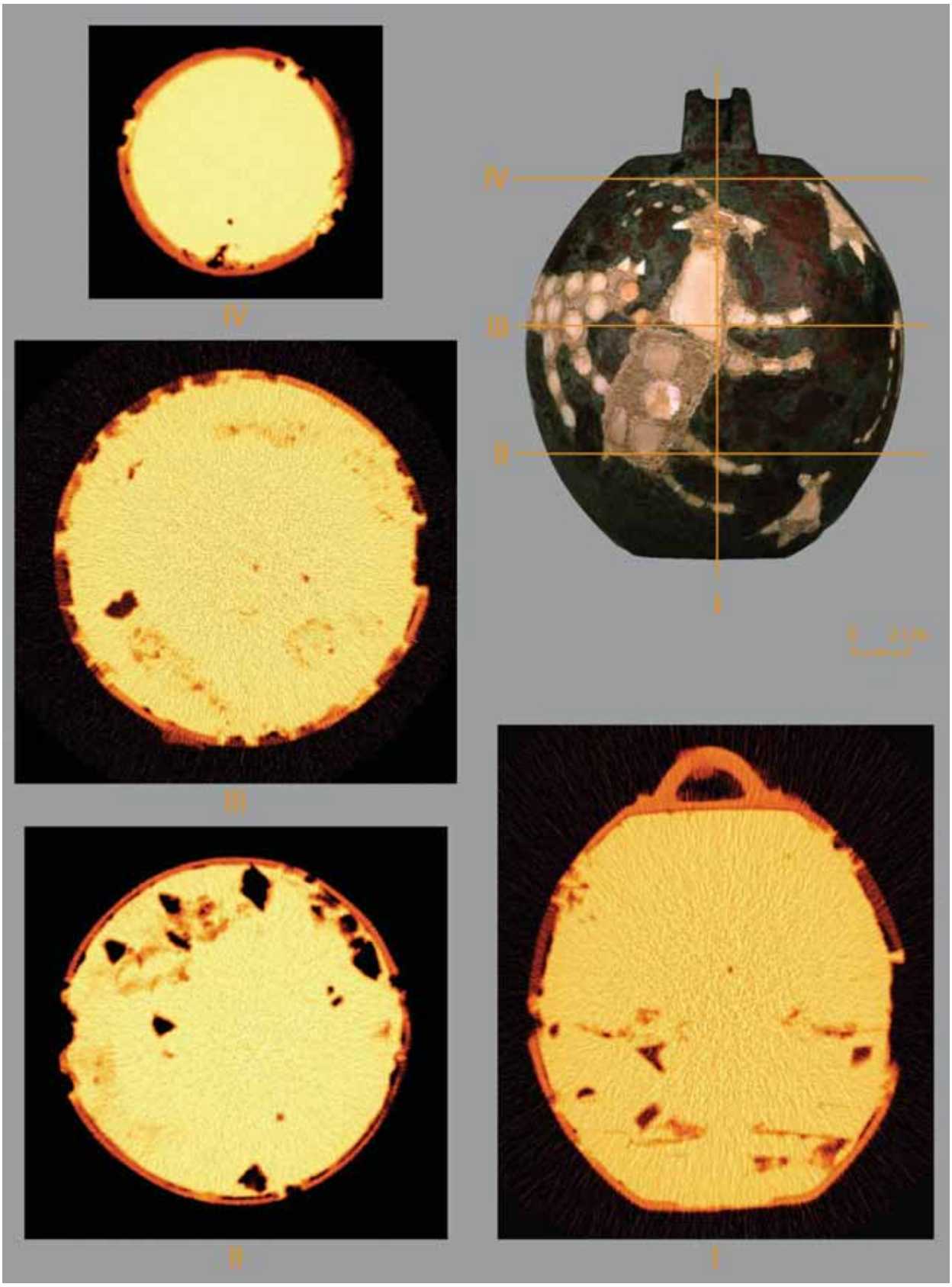


Figure 66 : coupes densitométriques du Poids aux Léopards obtenues par tomographie à haute énergie. La localisation des quatre plans de coupe est reportée sur la photographie. Le coefficient d'atténuation est ici principalement fonction de la densité des matériaux. Le plomb apparaît ainsi en jaune, l'enveloppe de cuivre au plomb en orange, les fragments de coquillage en orange foncé.

© CEA-LETI (V. Moulin) pour les tomographies et C2RMF (D. Bagault) pour la photographie.

3.3. Résultats de l'étude archéométallurgique

Quatre images densitométriques ont été obtenues, trois coupes transversales et une coupe longitudinale (Figure 66 et Tableau 8). Ces coupes révèlent que le Poids aux Léopards est constitué à partir de trois matériaux de couleur très différente sur les images tomographiques : une « enveloppe » orange, un « remplissage » jaune, tandis que les coquillages apparaissent orange foncé strié.

Couleur	Zone	Valeur densitométrique
Jaune	Remplissage de plomb	39.0 ± 2.3
Orange	Enveloppe de cuivre au plomb	21.5 ± 2.2
Orange foncé	Fragments de coquillage	8.9 ± 2.7
Noir orangé	Inclusions dans le plomb	6.5 ± 1.7
Noir	Air	0.0 ± 1.1

Tableau 8 : résultats des mesures densitométriques effectuées sur les images tomographiques (unités arbitraires).

3.3.1. L'enveloppe de cuivre au plomb

L'analyse élémentaire par ICP-AES indique que l'enveloppe externe est faite de cuivre au plomb renfermant 12 wt% de plomb, ainsi qu'un fort pourcentage d'arsenic (3.5 wt%). Pour le spectre d'impuretés, on retrouve les caractéristiques déjà signalées pour le cuivre au plomb (Chapitre 1 § 4.4, p. 79), avec en particulier de fortes teneurs en antimoine (13 000 ppm), en argent (1 100 ppm) et bismuth (350 ppm), qui ont vraisemblablement été apportées *via* l'ajout de plomb. Dans cette hypothèse, le cuivre serait quant à lui principalement marqué par le nickel (3300 ppm), outre l'arsenic déjà cité. Les résultats complets de ces analyses sont reportés dans l'annexe A (FZ25676-1).

La coupe longitudinale donne de précieux détails sur le système de suspension : il n'y a clairement aucun assemblage entre l'anse et la coque ovoïde , on peut donc en conclure que ces deux parties sont une seule et même pièce de fonderie. La coque de cuivre au plomb est remarquablement fine et constante (3 mm). Une ouverture existe au niveau du fond de l'objet (plus grande dimension : 36 mm). Cette forme est globalement circulaire, mais comporte deux languettes en léger relief et placées de façon diamétralement opposées, qui pourraient

correspondre aux restes coupés de deux canaux d'alimentation par où le métal a été coulé (Figure 67).

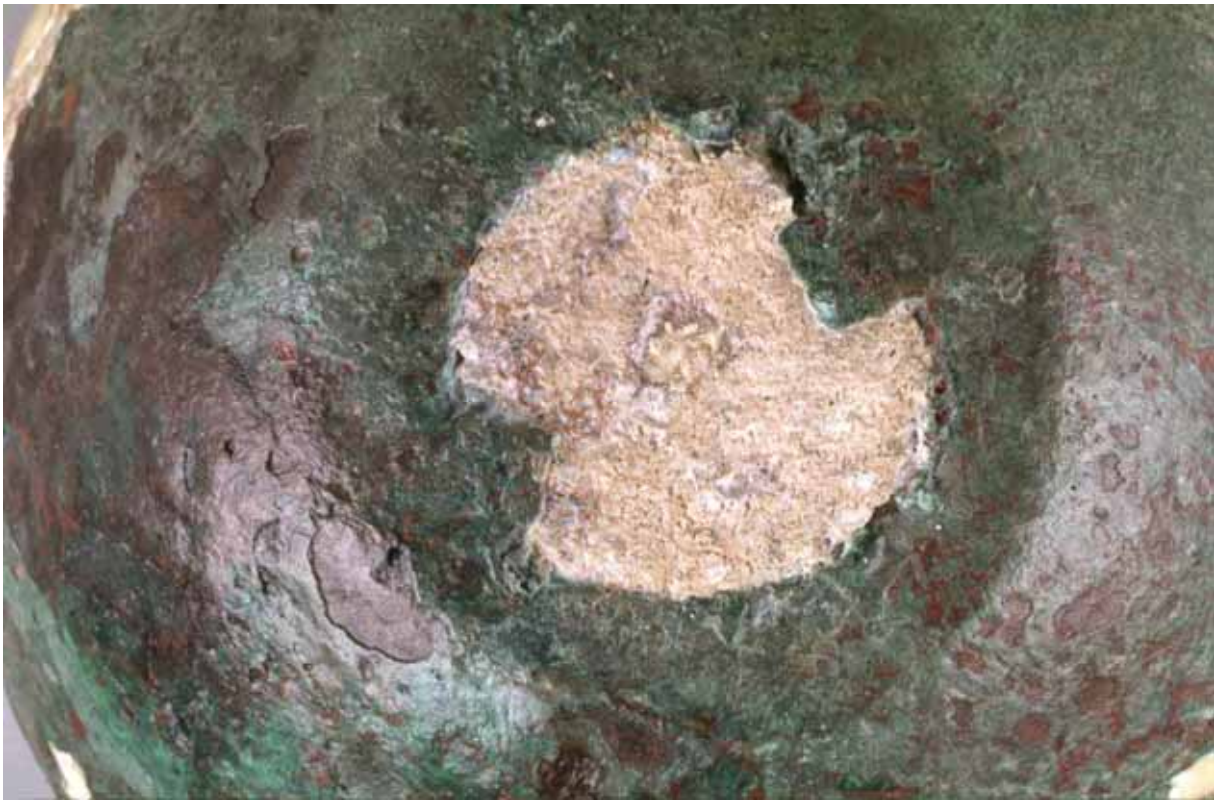


Figure 67 : détail du dessous du Poids aux Léopards : ouverture dans la coque de cuivre au plomb utilisée pour le remplissage par le plomb (en blanc). Remarquer les deux excroissances en périphérie de l'ouverture, qui pourraient correspondre aux restes des canaux de coulée de la coque de cuivre au plomb.

© C2RMF, D. Bagault

3.3.2. Le remplissage de plomb

L'enveloppe de cuivre au plomb a été remplie avec du plomb pratiquement pur (> 99.5 wt%, annexe A, FZ25676-2). Une estimation grossière du volume de la cavité donne environ 1.2 litre, ce qui signifie qu'environ 13.5 kg de plomb ont été coulés dans la coque de cuivre au plomb. La coupe longitudinale ainsi que les coupes transversales montrent des formes anguleuses de taille centimétrique, concentrées dans la partie basse du remplissage de plomb (Figure 66). Les mesures densitométriques sur les images indiquent un matériau plus dense que l'air dans ces zones (Tableau 8), correspondant probablement à un matériau de faible densité piégé dans le plomb. Ce résultat est cohérent avec la morphologie angulaire des inclusions : des porosités dues aux gaz ou des défauts dus au retrait de solidification auraient conduit à des formes plus sphériques. De surcroît, ces

inclusions semblent organisées selon deux niveaux sub-horizontaux, bien visibles sur la coupe longitudinale. Nous interprétons ces niveaux comme des indications d'une coulée de plomb qui se serait déroulée en plusieurs étapes : les inclusions pourraient correspondre à des cendres ou de petits fragments de charbon de bois involontairement piégés entre les coulées successives. On notera que le contact entre l'enveloppe de cuivre au plomb et le remplissage de plomb est parfait, à l'exception de la partie basse. Cela pourrait être dû au retrait du plomb au cours de la solidification de la dernière coulée.

3.3.3. Le décor de coquillages incrustés

Les coupes tomodensitométriques donnent également d'importantes informations au sujet des incrustations de coquillage marin. Les fragments de coquillage sont directement incrustés dans le plomb, comme le montre par exemple la section transversale intermédiaire (Figure 66, III). Dans les zones ajourées de la coque de cuivre, le plomb remplit complètement l'espace compris entre le cuivre et le coquillage ; le matériau blanc visible en surface ne correspond pas au reste d'un adhésif, comme cela avait été supposé au moment de la découverte de l'objet. En réalité, il s'agit tout simplement du produit de la corrosion du plomb, identifié comme de l'hydrocérusite $Pb_3(CO_3)_2(OH)_2$ par diffraction X (Figure 63). Les vues tomographiques montrent qu'un petit espace est fréquemment présent entre le plomb et le revers des fragments de coquillage. Une observation rapprochée de ces zones a été possible pendant la restauration de l'objet, car certaines incrustations de coquillage étaient détachées (Figure 68) : nous avons ainsi pu mettre en évidence que des petits trous de section rectangulaire (1x2 à 1x3 mm) disparaissent dans le plomb derrière chaque fragment de coquillage. Le procédé d'incrustation sera discuté de façon plus détaillée dans la partie suivante.

Figure 68 : photographie de détail en cours de restauration d'un fragment de coquillage détaché. De petits trous rectangulaires disparaissent dans le plomb à l'arrière des fragments de coquillage.

© IRRAP, R. Bertholon

3.4. Chaîne opératoire de fabrication du Poids aux Léopards

Avec les amulettes en forme de rouelle de Mehrgarh, nous avons vu que la fonte à la cire perdue est attestée au Balochistan dès la fin du 5e ou le début du 4e millénaire av. J.-C. (cf. § 1p. 104). Avec le fragment de sceau compartimenté également découvert dans les niveaux du Chalcolithique ancien de Mehrgarh, nous avons pu montrer que cette découverte de la cire perdue s'est accompagnée de la mise au point du premier alliage de synthèse connu, le cuivre au plomb (cf. § 2 p. 150). Le Poids aux Léopards est plus jeune que les objets de Mehrgarh, sans doute au moins un millénaire, mais correspond aussi à la mise en œuvre de procédés de fonderie beaucoup plus complexes, qui démontrent que la technique a entretemps connu de nouveaux développements et innovations. Sur la base des données présentées ci-dessus, nous proposons dans ce qui suit une restitution des différentes étapes de la fabrication de cet objet.

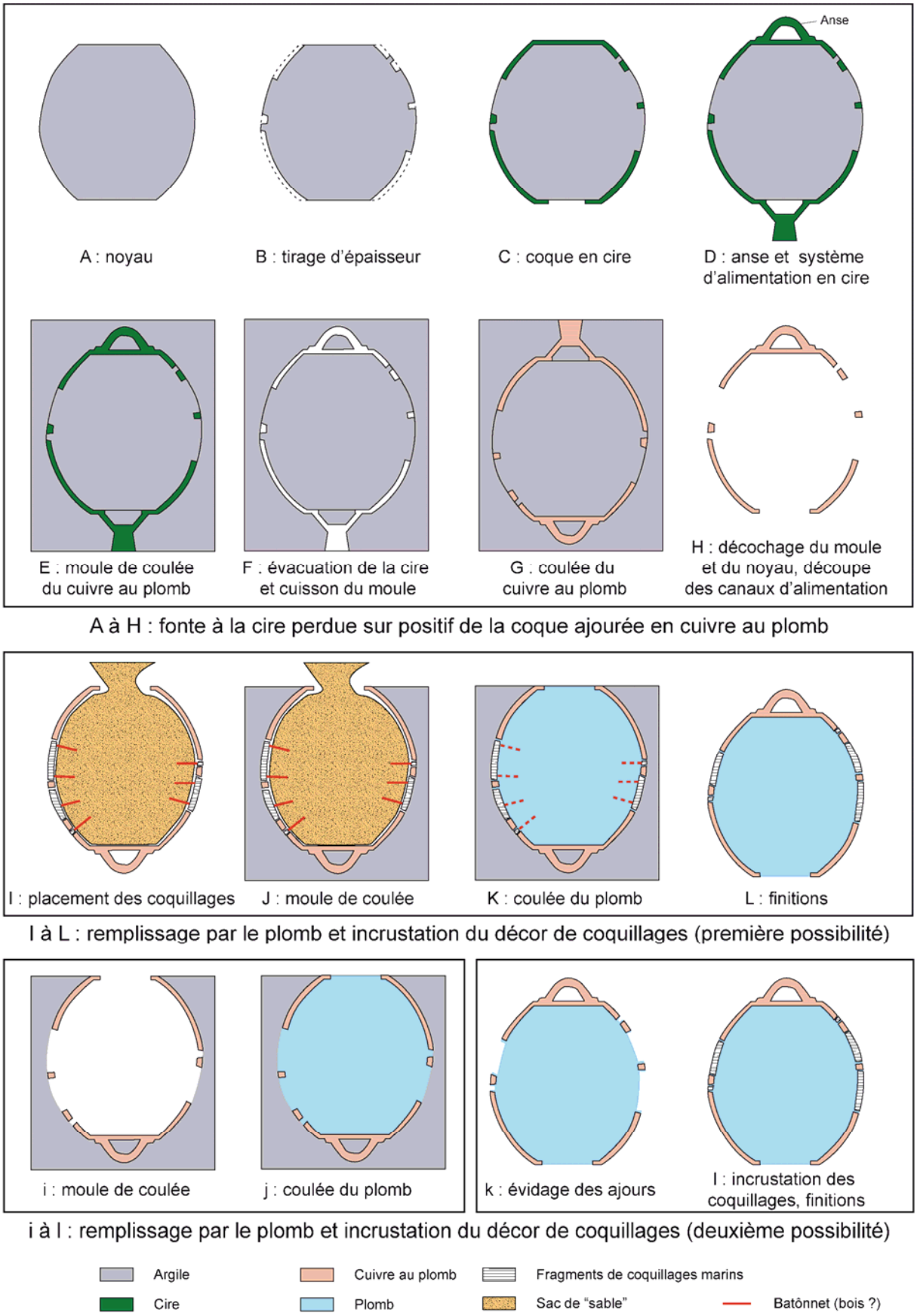


Figure 69 : proposition de chaîne opératoire de fabrication du Poids aux Léopards : fonte à la cire perdue de la coque de cuivre au plomb (A à H), remplissage de plomb et incrustation des coquillages (deux possibilités : I à L ou i à l).

Pour la coque de cuivre au plomb, le même type d'alliage a été utilisé que pour le sceau compartimenté de Mehrgarh, mais la quantité de métal fondu est beaucoup plus importante : environ 2 kg pour la coque de cuivre, moins de 10 g pour le sceau. Comme pour les objets précédemment présentés, un procédé de type fonte à la cire perdue est l'hypothèse la plus plausible. Les deux premiers arguments à l'appui de cette hypothèse sont : (i) l'absence de tout système de jonction pour assembler l'anse de suspension sur la coque, (ii) les motifs ajourés de la coque ; la paroi métallique est en effet suffisamment épaisse pour être très difficile à découper. Il est donc plus que probable que les zones ajourées ont été préparées avant la coulée. Par ailleurs, la coque de cuivre est une pièce creuse, ce qui a nécessité une étape de moulage complexe, requérant la réalisation d'un noyau. La seule façon d'obtenir une forme creuse, ajourée, et coulée avec une anse est de recourir à un procédé de fonte à la cire perdue. Le remplissage par le plomb est nécessairement une étape distincte, qui a nécessité la fabrication d'un autre moule que celui utilisé pour la coulée de la coque de cuivre au plomb. L'incrustation des coquillages sera la troisième étape discutée ici ; nous proposerons deux possibilités : la première s'effectue pendant la coulée du plomb, la seconde intervient au cours d'une phase distincte.

3.4.1. Coulée de la coque de cuivre au plomb (Figure 69, A à H)

En premier lieu, de la terre est modelée de façon à obtenir une forme de tonneau qui correspondra au noyau, les ornementations animales sont dessinées sur la surface (A). Le noyau est gratté partout pour retirer une couche d'argile de 3 mm d'épaisseur, à l'exception des zones où la coque sera ajourée (B). De la cire est ensuite appliquée à la place de l'argile précédemment retirée (C). Le système de suspension est directement modelé dans la cire et soudé au sommet de la coque de cire, ainsi que le système d'alimentation lui aussi en cire, il comportait au moins deux canaux d'alimentation (D). Une terre réfractaire est ensuite pressée sur la face externe de la cire afin de constituer le moule de coulée de la coque (E). L'ensemble cire+noyau est alors séché, puis très progressivement chauffé afin de complètement évacuer la cire, puis le moule est cuit à haute température afin de le rendre plus résistant (F). Le fondeur élabore en parallèle son alliage en fondant du cuivre et du plomb dans un creuset. L'alliage obtenu est ensuite versé dans le

moule préalablement retourné (G). Une fois l'ensemble refroidi, le moule et le noyau sont brisés ce qui permet de libérer la coque de cuivre au plomb, exacte réplique de la coque précédemment préparée en cire. Les canaux d'alimentation sont coupés (H).

3.4.2. Remplissage par le plomb, incrustation des coquillages (Figure 69, I à L et i à l)

La première possibilité pour le remplissage par le plomb et l'incrustation des coquillages prend en compte les petits trous rectangulaires mis en évidence au revers des fragments de coquillage. Dans cette hypothèse, les coquillages sont placés avant la coulée de plomb. Cela implique de les maintenir en place dans les ouvertures depuis l'intérieur jusqu'à ce qu'un deuxième moule externe soit construit. Ceci est aisément réalisable si, par exemple, quelques petits bâtonnets de bois ont été collés au revers des fragments de coquillage, puis piqués au travers d'un sac rempli d'un matériau tel que le sable (I). On presse ensuite de la terre tout autour de l'objet de façon à réaliser un second moule de coulée qui a aussi pour fonction de tenir les coquillages par l'extérieur (J). Le sac de sable peut alors être enlevé et remplacé par la coulée de plomb (K). Les dernières opérations comprennent le bris du second moule et la finition de l'objet (L).

Une alternative pourrait être de couler le plomb en premier (i, j), et de sertir ensuite les fragments de coquillage dans le plomb par un travail à froid (k, l). Cette hypothèse ne permet pas d'expliquer la présence des petits trous rectangulaires observés dans le plomb sous chaque coquillage.

3.5. Le Poids aux Léopards dans son contexte supra-régional

La découverte du Poids aux Léopards à Shahi-Tump place la culture du cimetière de Shahi-Tump, et le Makran, dans un phénomène culturel supra-régional qui reste pour l'heure impossible à interpréter : des objets du même type, mais généralement en pierre, sont régulièrement trouvés au sein de contextes datant des 4e et 3e millénaires. Il s'agit des pierres et des colonnettes à gorge, des pierres, plaques et disques ansés dont le contexte, quand il est connu, est, soit funéraire, soit associé à un bâtiment d'importance. Leur forme a évolué, mais deux

caractéristiques restent constantes : leur poids important, et la nécessité d'une poignée ou d'une anse de suspension (Figure 70). Ces objets sont répartis dans toute la région indo-iranienne: sud de l'Asie centrale, Iran, Afghanistan et Balochistan (Besenval, 1987, fig. 10 et 11 p. 454; Besenval & Isakov, 1989, fig. 30 p. 17; Perrot & Madjidzadeh, 2005, fig. 3 p. 126 et pl. 11 p. 128; Luneau, 2014, fig. 1 p. 151).

Figure 70 : a : objets en pierre des 4e et 3e millénaires découverts sur le site de Sarazm (Tadjikistan) dont un ensemble conséquent de poids ansés et de pierres à gorge; b : poids ansé aux palmiers, chlorite, Golfe Persique ou Est de l'Iran, deuxième moitié du 3e millénaire, Metropolitan Museum of Art, New York, inv. 1989.281.40; c : poids ansé aux serpents affrontés découvert à Soch (Ouzbékistan), chlorite ou stéatite, deuxième moitié du 3e millénaire, musée historique d'Ouzbékistan, Tashkent ; d : poids ansé en forme de taureau, plomb (cuivre au plomb ?), L. 32.4 cm, P. 10.43 kg ; Ouest de l'Asie Centrale, fin du 3e ou début du 3e millénaire, musée de Miho (Japon), inv. SF4.005

D'après (Besenval, 1987, fig. 10) et (Aruz, 2003, cat. 225b p. 329, cat. 236 p. 339 & cat. 255 p. 363)

La masse importante du Poids aux Léopards et son dispositif de suspension le rattache donc à un ensemble d'objets dont l'interprétation reste problématique

("poids", "haltères", ...) et que l'on trouve dans les cultures protohistoriques des confins indo-iraniens durant les 4ème et 3ème millénaires av. J.-C. Le Poids aux Léopards demeure cependant un exemple unique de par sa forme, ses matériaux et son décor. Le prestige conféré par la propriété d'un objet aussi précieux et sophistiqué rejaillissait sans nul doute sur son propriétaire.

L'étude archéométallurgique met en lumière la remarquable habileté des fondeurs en charge de la conception et de la fabrication du Poids aux Léopards. Notre proposition de chaîne opératoire souligne la complexité de cette élaboration, puisqu'elle comportait de multiples étapes. Une fois de plus, nos résultats mettent en évidence l'étonnante capacité de ces artisans à trouver des solutions techniques innovantes. La performance la plus extraordinaire est certainement la coulée à la cire perdue de la coque de cuivre ajourée. Cet objet constitue l'une des plus anciennes fontes à la cire perdue sur noyau. Cette innovation est fondamentale, elle permet d'obtenir un objet métallique creux. Les avantages sont multiples, et comprennent entre autres une très importante économie de métal et l'obtention d'épaisseurs métalliques uniformes, avec pour corollaire une vitesse de solidification équivalente en tout point qui limite la formation de défauts de fonderie. Selon des modalités assez particulières et sur lesquelles nous allons revenir, le Poids aux Léopards constitue ainsi la première application du procédé de fonte en creux sur positif pour la réalisation de grands objets (cf. Introduction § 1 p. 24). Ce procédé ouvre la voie à la réalisation par fonte à la cire perdue d'objets de dimensions nettement plus importantes que la fonte pleine.

Les modalités d'application du procédé en creux sur positif sont ici assez particulières car l'utilisation d'un noyau est facilitée par les contacts multiples entre le moule de coulée et le noyau, au niveau des zones ajourées et de l'ouverture du fond de la coque. Au sens strict, il ne s'agit donc pas d'une véritable fonte sur noyau, puisqu'il existait de nombreuses communications entre l'intérieur et l'extérieur de l'objet. Mais cette manière de procéder est très astucieuse : elle permet de facilement maintenir le noyau en position pendant la coulée du métal. Il ne faut en effet pas oublier qu'une fois la cire évacuée du moule, le noyau peut bouger librement dans le moule s'il n'est pas maintenu. La véritable pièce creuse sur noyau devra quant à elle attendre la mise au point des armatures métalliques

et/ou des clous distanciateurs, une technique vraisemblablement au point au Balochistan dès les périodes de la civilisation de l'Indus, ainsi que nous allons le voir avec l'étude de la statuette de taureau de Nausharo (cf. § 4 p. 174)[30].

La coque du Poids aux Léopards est constituée à partir de cuivre au plomb, un alliage inventé et réservé à la fonte à la cire perdue, dont l'utilisation permettait de diminuer la température de coulée tout en améliorant fortement la coulabilité du métal (cf. § 2 p. 150, ainsi que le Chapitre 3 et l'ensemble de la troisième partie). Pour ce qui concerne le remplissage de la cavité interne, il n'a pas dû être simple de procéder à la fonte d'une telle quantité de plomb en une seule fois (13.5 kg). Les coulées successives pourraient avoir été la solution trouvée par les fondeurs. Les lignes sub-horizontales que nous avons mises en évidence dans le plomb correspondraient alors aux limites des deux dernières coulées, ce qui représente approximativement la moitié du volume interne. Si l'on considère que des volumes équivalents ont a chaque fois été versés, cela orienterait vers un remplissage en quatre coulées d'environ 3.5 kg de plomb. Enfin, l'utilisation de coquillages à des fins décoratives sur un objet métallique est absolument unique. Quel que soit le processus d'incrustation, c'est un autre signe de la très haute capacité d'adaptation de ces artisans. C'est par le biais de cette mosaïque figurant une scène de chasse que le Poids aux Léopards devient un objet véritablement extraordinaire, et donc de très haute valeur.

La provenance de cet objet offre d'intéressantes perspectives de recherche. La ou les source(s) du plomb pourraient être recherchées au moyen d'analyses isotopiques, et le spectre d'impuretés du cuivre pourrait être étudié plus en détail. Mais il convient déjà de noter à ce stade que l'artisanat sur coquillages marins était une spécificité des sites protohistoriques du Makran, avec en particulier la fabrication de perles et de bracelets (Besenval, 2000, 2005; Desse & Desse-Berset, 2005). Par conséquent, s'il s'avère que le Poids aux Léopards n'a pas été fabriqué au Makran, il n'en reste pas moins que la mosaïque ornementale de coquillages a été spécifiquement conçue par le fondeur à destination de la communauté protohistorique locale.

[30] Voir aussi l'iIntroduction § 1 p. 23, discussions plus détaillée sur les dispositifs de maintien des noyaux dans la deuxième partie.

4. La statuette de taureau de Nausharo (2300-2100 av. J.-C.)

4.1. Présentation de la statuette

Le dernier objet que nous étudierons dans ce chapitre est une statuette de taureau (NS.90.09.00.12 / FZ24429) découverte en 1990 sur le site de Nausharo (annexe B). Elle provient de la fouille du secteur 9 (tépé nord), zone constituée d'un ensemble de petites unités d'habitation de la seconde période de l'Indus (période III de Nausharo, -2300/-2100, Jarrige, 1996, p. 859). La statuette est malheureusement fragmentaire et fragmentée, elle est néanmoins exceptionnelle puisqu'elle constitue le seul exemple référencé de statuaire métallique du Balochistan protohistorique. À notre connaissance, c'est également la seule statuette fondue en creux pour l'ensemble des sites de la civilisation de l'Indus (Figure 71).

À Mehrgarh et Nausharo, les statuettes humaines sont beaucoup plus nombreuses que les statuettes animales, au moins pour ce qui concerne les figurines en terre (crue ou cuite). Parmi les représentations animales, les bovidés sont néanmoins les plus fréquents (Jarrige, 1996, p. 864; Jarrige, 2006, p. 157). On sait par ailleurs que les taureaux de l'Indus sont représentés avec une bosse plus ou moins prononcée, qui refléterait la présence de différentes races locales de bovins (Kenoyer, 2004, p. 7). On connait ainsi à Nausharo à la période ID de splendides décors peints sur céramique représentant un zébu à bosse proéminente (Jarrige, 1996, fig. 15). On rappellera enfin que les plus anciens témoignages de domestication du zébu proviennent de Mehrgarh, dès le Néolithique acéramique (Jarrige*, et al.*, 2013, p. 113).

Le bovidé FZ24429 pourrait correspondre à une statuette isolée, ou faire partie d'un groupe statuaire. Nous pensons tout particulièrement aux représentations de chars à deux bœufs conduits par un conducteur assis, dont on connaît de nombreux exemples en terre cuite à Harappa et Mohenjo-Daro (Kenoyer, 2004, fig. 16-12). Trois exemplaires sont aussi connus en métal, mais à chaque fois, le char a seul subsisté, pas les bovidés ; deux proviennent de Chanhu-

Daro, un de Harappa (Kenoyer, 2004, p. 9 et fig. 16-15 à 16-17). Le seul char à bœufs complet fait en métal appartient au dépôt de Daimabad (Maharashtra, Inde). ; à noter également dans le même dépôt un taureau de 30 cm de hauteur transporté sur un chariot à quatre roues (Dhavalikar, 1982) ! Nous reviendrons sur les chars miniatures de l'Indus et le dépôt de Daimabad, la plupart des spécialistes considèrent ce dernier comme étant post-harappéen (cf. Chapitre 3 § 2 p. 191).

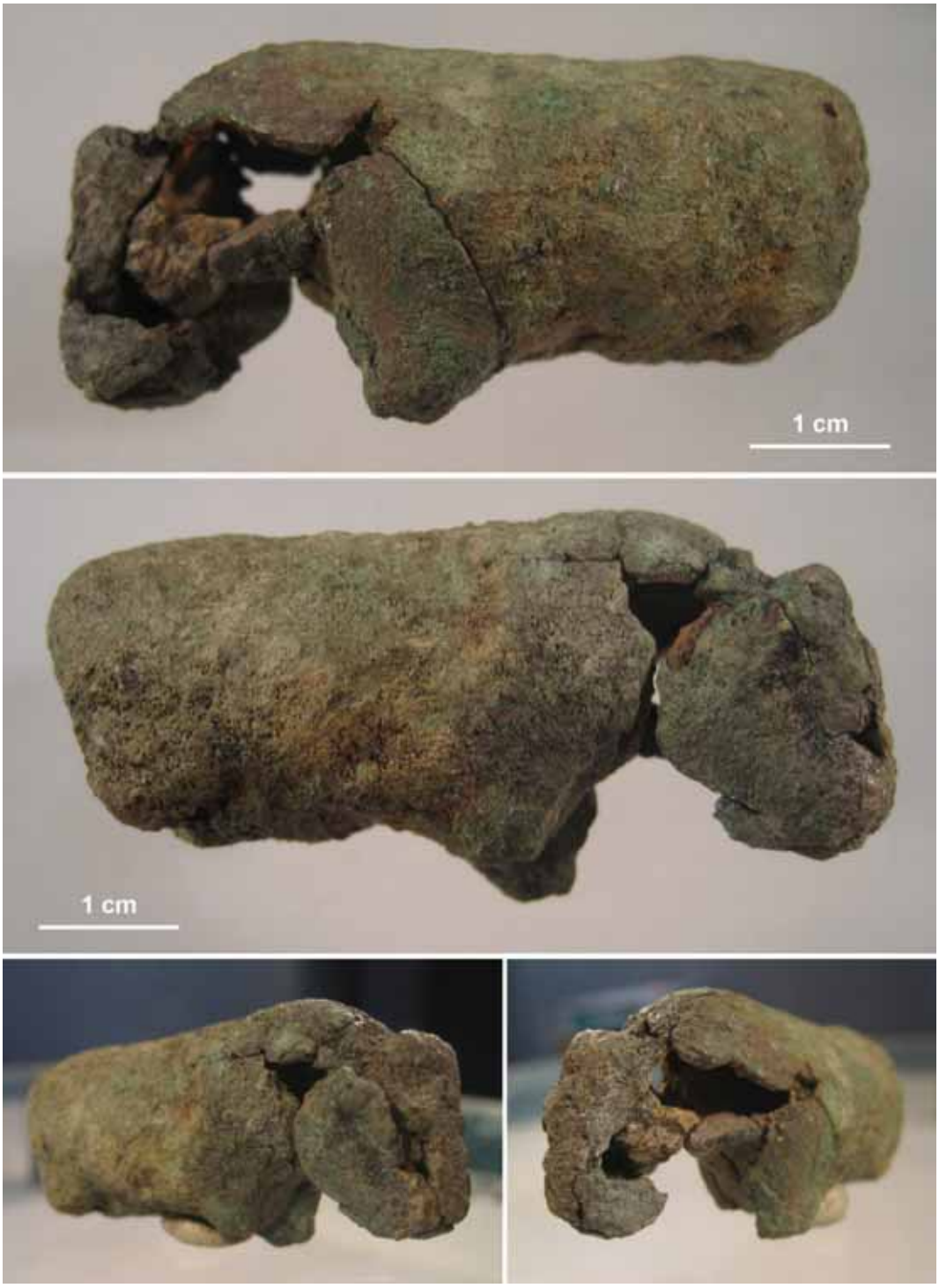


Figure 71 : statuette de taureau découverte à Nausharo (NS.90.09.00.12 / FZ24429)

4.2. Etude technologique et archéométallurgique

La statuette est malheureusement très fragmentaire : les quatre pattes et les cornes sont manquantes, l'objet est fracturé en de multiples morceaux dans la région du cou (recollé), on remarque d'ailleurs l'absence de quelques petits fragments dans cette zone ainsi que de l'ensemble de la joue gauche. Malgré l'état lacunaire, il s'agit sans le moindre doute d'un taureau, ou tout du moins d'un bovidé. La tête large, le corps massif, et surtout la présence d'une bosse (ici peu prononcée) permettent une identification certaine de l'animal (Figure 71).

Dans son état actuel, le taureau de Nausharo mesure 62 mm de longueur, 30 mm de hauteur, et 26 mm de largeur, il pèse 81 g. Le corps et la tête de la statuette sont creux. La cavité interne de la statuette de taureau était totalement fermée, au contraire du Poids aux Léopards, où des communications existaient entre l'intérieur et l'extérieur de la coque de cuivre par le biais des différentes ouvertures (cf. § 3.5 p. 172). Les lacunes permettent aujourd'hui d'observer l'intérieur du taureau et de mesurer l'épaisseur des parois métalliques (Figure 72).

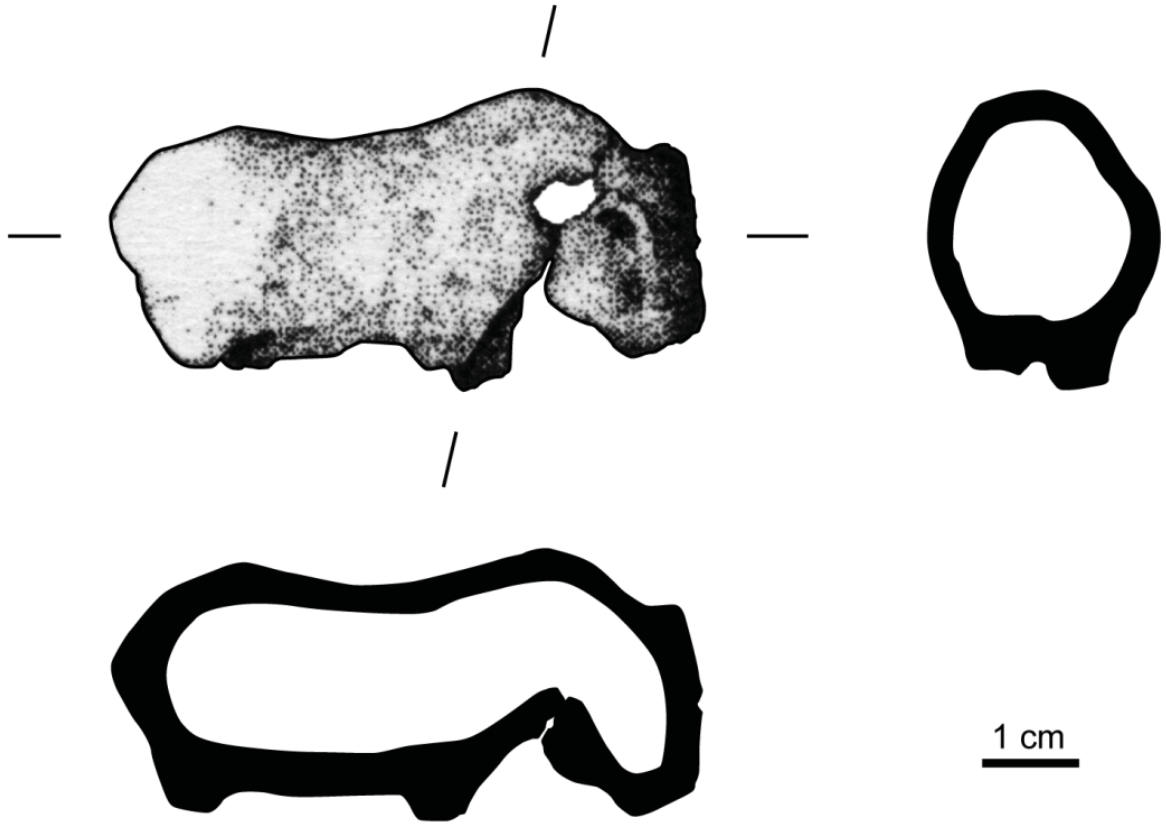


Figure 72 : dessin de la statuette vue de profil, coupes longitudinale et transversale (train avant).
D'après dessins de P. Steensma (MAI).

Les parois sont remarquablement régulières et minces pour un objet aussi ancien, 3 à 4 mm pour la partie centrale du corps, 4 à 5 mm pour l'arrière-train et la tête. En revanche, les détails anatomiques en relief sont en surépaisseur : départ des cornes et des pattes, mâchoire inférieure. Ainsi, le contour de la cavité intérieure n'épouse pas rigoureusement le contour externe de l'objet dans les zones de géométrie complexe. Les volumes de la cavité interne ne sont en effet qu'une ébauche très simplifiée de la forme finale de la statuette (Figure 72). Cette particularité est très caractéristique du procédé de fonte à la cire perdue en creux et sur positif (cf. Introduction § 1 p. 24). La première étape a tout d'abord consisté à façonner un noyau. L'artisan a ensuite modelé directement l'objet en appliquant une couche de cire sur le noyau, puis achevé en ajoutant tous les détails en relief.

Figure 73 : détail de la tête montrant le noyau partiellement conservé. Remarquer les porosités tubulaires, empreintes des fibres végétales ou animales ajoutées lors de la préparation de la terre.

Le noyau en terre est encore partiellement présent dans la statuette (Figure 73). Nous avons pu en faire une observation rapprochée, à la loupe binoculaire.

L'aspect est semblable à la terre des creusets de la période chalcolithique de Mehrgarh, à savoir une argile fortement dégraissée par l'ajout de fibres végétales ou animales. Cette préparation réfractaire est spécifiquement adaptée aux besoins de la fonderie : les fibres assurent une bonne résistance à la fissuration pendant le séchage du moule ou du noyau ; brûlées lors de la cuisson, elles créent une forte porosité qui limite le risque d'éclatement du moule lors de la coulée en permettant la dissipation des gaz au travers des parois de terre réfractaire. Cette pratique, qui consiste à ajouter des fibres végétales (ou animales) dans la terre à moule (ou à noyau) est encore en usage dans les fonderies artisanales traditionnelles pratiquant la cire perdue (Armbruster, 1993, p. 157).

Puisque le noyau était totalement isolé de l'extérieur, le problème de son maintien pendant la coulée s'est nécessairement posé au fondeur. Nous avons déjà eu plusieurs fois l'occasion d'aborder ce point, mais rappelons qu'une fois la cire évacuée, le noyau bougera librement dans le moule s'il n'est pas tenu en place. Le noyau étant de surcroît beaucoup moins dense que le métal (~2 *vs* ~9), une forte poussée d'Archimède plaquera le noyau contre la paroi supérieure du moule, provoquant au mieux un important défaut de fonderie. En sus de la solution précédemment présentée pour le Poids aux Léopards (qui ne peut s'appliquer ici car la cavité interne est totalement fermée, cf. § 3.5 p. 172), deux techniques de maintien de noyau sont généralement observées pour les fontes à la cire perdue en creux. La première est très fréquemment mise en évidence sur les grandes statues en bronze de l'Antiquité. L'opération est effectuée lorsque l'ensemble cire-noyau est achevé, juste avant l'enrobage par le moule de coulée : des pointes sont fichées tout autour de l'objet, qui traversent la paroi de cire et viennent s'enfoncer dans le noyau. Bien entendu, on prend soin de laisser fortement dépasser la tête de ces pointes de façon à ce qu'elles soient prise dans le moule de coulée une fois la cire enrobée ; c'est la technique des clous distanciateurs (cf. Chapitre 4 § 3.3.3 p. 243 et Chapitre 6 § 3.3 p. 341). Une autre possibilité est de prévoir une armature métallique dès le début de la fabrication, autour de laquelle on construit le noyau. Ici également, les extrémités de l'armature dépassent nettement de la cire pour que le maintien du noyau puisse ensuite être réalisé par l'intermédiaire du moule de coulée. Cette deuxième technique a surtout été utilisée pour la fabrication de la

grande statuaire Renaissance et Moderne, mais elle est également documentée pour certains « moyens bronzes » de l'Antiquité (cf. par exemple p. 227 et 241).

Malgré un examen très attentif de la statuette de taureau de Mehrgarh (incluant une radiographie X), nous n'avons pas été en mesure de déterminer la technique avec laquelle le noyau a été maintenu en place pendant la coulée. Il est cependant certain qu'un tel système a été mis en place, sans que nous soyons en mesure de privilégier une hypothèse plutôt que l'autre (clous distanciateurs ou armature). De deux choses l'une, soit le système de maintien de noyau a été retiré par le fondeur et les trous correspondants soigneusement rebouchés, soit les parties manquantes du taureau correspondent aux zones où le système de maintien en question avait été installé. De nouveaux examens aux rayons X avec des paramètres d'acquisition optimisés à la recherche de discrètes variations d'épaisseur (les bouchages ont peu de chance de faire exactement la même épaisseur que la paroi), permettraient peut-être de lever cette indétermination.

La caractérisation de la composition élémentaire de l'objet a été difficile en raison de la corrosion importante de l'objet. Trois tentatives de prélèvement ont été effectuées par micro-forage au moyen d'un foret de 1 mm de diamètre au niveau de l'arrière-train (FZ24429 a, b et c). Dans les trois cas, la corrosion se mêlait aux copeaux métalliques. Un examen à la loupe binoculaire a cependant montré que les gros copeaux blancs du premier prélèvement conservaient leur éclat métallique, ce qui n'était pas le cas des deux autres prélèvements où les copeaux prenaient un aspect terne et jaunâtre, signe d'une corrosion intergranulaire très prononcée. Nous avons donc choisi le prélèvement FZ24429a pour réaliser l'analyse élémentaire du métal par ICP-AES, en ne conservant que les copeaux d'aspect métallique, et après les avoir « dépoussiérés » par un lavage à l'acétone dans une cuve à ultrasons.

L'analyse du prélèvement FZ24429a révèle cette fois encore l'usage d'un cuivre au plomb (annexe A). La teneur en plomb ajouté est très importante (43 ± 4 wt% d'après l'analyse ICP-AES). Nous ne sommes certes pas à l'abri d'avoir prélevé dans une zone où le plomb se serait fortement ségrégé, auquel cas la mesure effectuée serait surévaluée. On notera toutefois que le volume d'échantillon prélevé (8 à 10 mm^3) est normalement suffisamment important pour

ne pas être trop fortement impacté par un phénomène de ségrégation. Soulignons par ailleurs que si la teneur en plomb du taureau de Nausharo est beaucoup plus élevée que celle du Poids aux Léopards (12 wt%), elle n'est finalement pas très différente de la proposition que nous avons faite pour le sceau compartimenté FZ25410 de Mehrgarh (36 ± 5 wt%). En ce qui concerne les impuretés de ce métal, le cortège est un peu différent de ce que nous avions jusqu'alors mis en évidence. Pour les objets du Chalcolithique ancien et récent, nous avions en effet souligné que l'ajout de plomb apportait vraisemblablement de l'argent, du bismuth et de l'antimoine (Chapitre 1 § 4.4, p. 79). Les teneurs en ces trois éléments sont ici particulièrement faibles (respectivement 70, 60 et 8 ppm) ; la provenance du plomb ajouté dans l'alliage est donc différente pour cet objet daté de la deuxième période de l'Indus. La teneur en arsenic est elle aussi assez faible (0.2 %). Le taureau n'a donc pas été coulé à partir du cuivre arsénié « usuel » dans lequel on aurait ajouté du plomb. En plus de l'arsenic, les impuretés les plus caractéristiques de ce cuivre sont le cobalt, le fer, le nickel, et le soufre (respectivement 46, 360, 570 et 980 ppm). Ce type de composition évoque des minéralisations cuprifères sulfurées de type chalcopyrite. On notera également que ces quatre éléments sont justement ceux dont la teneur a tendance à augmenter au cours des périodes de l'Indus pour le cuivre arsénié de la zone Kachi-Bolan (Figure 32 p. 92).

5. Conclusion : 2500 ans de pratique de fonte à la cire perdue au Balochistan

Nous avons présenté dans ce chapitre les résultats de l'étude détaillée de quatre objets fabriqués par fonte à la cire perdue. Dans les quatre cas, la reconstruction des techniques de fabrication et la détermination de la composition originelle des matériaux constitutifs de ces objets ont relevé de la prouesse analytique étant donné leur très forte altération et/ou la complexité de leur structure interne. Cela a notamment nécessité le recours à des techniques de caractérisation avancées sur grand instrument, telle que l'imagerie de photoluminescence UV/visible de grande dynamique spatiale sur DISCO/SOLEIL, seule technique en mesure de mettre en évidence l'existence de deux variétés d'oxyde cuivreux au sein de la rouelle de Mehrgarh ; ou la tomographie X à haute énergie au CEA LETI/DSIS, unique moyen d'obtenir des vues en coupe du Poids aux Léopards.

Les exemples que nous avons choisis résument à leur façon près de 2500 ans de pratique de la fonte à la cire perdue au Balochistan. Bien sûr, cette histoire des techniques de la fonte à la cire perdue est très incomplète et parcellaire, quatre objets ! On ne sait rien par exemple des développements que la technique a connue et qui ont permis de passer des premières amulettes de Mehrgarh (Chalcolithique ancien, -4500 / -3600) au Poids aux Léopards de Shahi-Tump (Chalcolithique récent, -3400 / -3000). Les données présentées dans ce chapitre permettent néanmoins d'affirmer que la technique a connu un développement extrêmement précoce au Balochistan, que la tradition artisanale de fonte à la cire perdue née à Mehrgarh s'y est durablement établie, et qu'elle a été ponctuée de quelques innovations majeures.

Les amulettes découvertes dans les niveaux du Chalcolithique ancien de Mehrgarh figurent parmi les plus anciens objets connus fabriqués à la cire perdue. L'intervalle de datation fourni par le contexte archéologique est très long (-4500 / -3600). Selon l'hypothèse retenue pour leur date de fabrication, les objets de Mehrgarh pourraient même être considérés comme les plus anciens témoignages de cette technique (cf. Chapitre 3 § 4 p. 205 pour une discussion sur ce point). À Mehrgarh, le moteur de l'invention de la fonte à la cire perdue semble lié à l'une des

particularités offerte par la technique : par le biais du façonnage d'un modèle en cire, des créations importantes d'individus non métallurgistes pouvaient désormais être produites en métal. Nous avons en effet mis en évidence une extraordinaire opposition d'habiletés entre le façonnage des rouelles de cire (qui ne demande aucun savoir-faire préalable), et la conversion de ces modèles de cire en métal. Cette dernière tâche ne peut avoir été réalisée que par un métallurgiste hautement qualifié : préparation de terres réfractaires, complexes méthodes de moulage, conduite d'un foyer à haute température, coulée du métal. Nous en déduisons que le métallurgiste a inventé à Mehrgarh une technique en mesure de fabriquer un objet durable et de valeur, sans être intervenu dans la fabrication du modèle original. L'invention prend toute sa signification si l'on considère que les rouelles de Mehrgarh sont des « amulettes », et que seule la personne en charge de lui donner sa forme était en mesure de lui faire acquérir sa fonction magique ou religieuse.

La technique était toutefois encore tâtonnante, il restait notamment à améliorer les propriétés de coulabilité du métal, afin que les détails modelés de ces tout petits objets soient rendus avec une plus grande fidélité. Le premier choix effectué s'est révélé être une impasse : un cuivre de plus haute pureté que le cuivre « usuel » n'améliore pas la coulabilité du métal ; plus sensible à l'oxydation, il est très difficile de ne pas altérer ses qualités en le maintenant à haute température, surtout en petites quantités. L'amélioration de la coulabilité a été obtenue grâce à une seconde invention majeure, l'alliage de synthèse. Le fragment de sceau compartimenté que nous avons analysé, lui aussi découvert dans les niveaux du Chalcolithique ancien de Mehrgarh, est le plus ancien témoignage connu d'objet fabriqué à partir d'un tel alliage. Le principe ici n'est plus celui de l'alliage naturel, c'est-à-dire directement obtenu par réduction de minerais de cuivre naturellement alliés (cas du cuivre arsénié), mais de mélanger dans le creuset et selon des proportions choisies deux métaux différents. L'alliage de synthèse ici en question est le cuivre au plomb. Nous avons montré dans le premier chapitre que la recette de cet alliage repose sur l'ajout de très importantes proportions de plomb dans l'alliage (généralement autour de 20 %, cf. Tableau 4 p. 74, voir aussi Chapitre 3 § 1p. 186). Le cuivre au plomb, inventé au Balochistan pour la fonte à la cire perdue, est resté strictement réservé à cet usage sur l'ensemble de la séquence que nous avons étudiée, c'est-à-dire de -4500 à -1900 av. J.-C.

Le Poids aux Léopards inaugure la réalisation d'objets composites. Non seulement basé sur la technique de la fonte à la cire perdue pour la réalisation de la coque de cuivre au plomb, l'objet a ensuite été complété par l'ajout d'autres matériaux : un remplissage de plomb pour lui donner sa fonction de poids, l'incrustation d'un décor de coquillages pour lui conférer une très haute valeur esthétique et symbolique. Le Poids aux Léopards ouvre aussi et surtout la voie de la « grande fonderie ». La volonté d'obtenir de grands objets implique la mobilisation d'importantes quantités de métal (ici plus de 15 kg, dont environ 2 kg de cuivre au plomb pour la réalisation de la coque externe). Il faut pour cela savoir fondre ce métal, cela implique nécessairement l'adaptation du four de fonderie afin qu'il puisse accueillir un creuset de plus grand volume (coulée de la rouelle = moins de 1 cm^3 de métal ; coulées du Poids aux Léopards = près de 250 cm^3 de cuivre au plomb et 4 x 300 cm^3 de plomb). Nous avons aussi beaucoup insisté sur le fait que la coque de cuivre au plomb est exceptionnelle, car témoignant d'une innovation importante, la fonte à la cire perdue sur noyau, c'est-à-dire un procédé qui permet d'obtenir un objet métallique creux. Cette innovation participe de la recherche de procédés permettant de fabriquer des objets métalliques plus grands, tout en maintenant la quantité de métal à couler dans les limites du raisonnable. L'autre intérêt d'un objet creux est que toutes ses parties sont d'égale épaisseur, ce qui limite la survenue de défauts de fonderie puisque la solidification a lieu partout à la même vitesse.

Le quatrième et dernier objet, la statuette de taureau de Nausharo, est daté de la seconde période de l'Indus (-2300 / -2100). À l'échelle de l'ensemble du Balochistan protohistorique, cet objet est l'unique représentant d'une nouvelle forme d'expression artistique, la statuaire de métal. Nous en verrons d'autres exemples dans le troisième chapitre, ce qui nous donnera l'occasion de constater que le Balochistan ne semble pas particulièrement précoce ou prolifique en ce domaine. Il n'en reste pas moins que la statuette de taureau de Nausharo démontre une fois de plus le très haut niveau de savoir-faire des métallurgistes du Balochistan. Si la taille de l'objet est somme toute assez modeste, puisque le taureau ne pouvait dépasser huit centimètres de longueur dans son état originel, il n'en reste pas moins que la statuette a été coulée en creux sur noyau selon la technique du procédé de fonte à la cire perdue sur positif. À notre connaissance, il s'agit de la seule statuette fondue

en creux pour l'ensemble des sites de la civilisation de l'Indus (cf. Chapitre 3 § 1 p. 186 et suivantes pour d'autres exemples de statuaire métallique de l'Indus).

Nous avons donc montré dans ce chapitre que la fonte à la cire perdue est une invention en rupture des techniques précédentes : elle n'est pas une amélioration du procédé de fonte en moule permanent, d'ailleurs, elle ne s'y substitue pas. Elle permet de générer une nouvelle lignée d'objets en métal qui ne peuvent être créés autrement que par cette technique. Il en va de même pour le cuivre au plomb : son élaboration est sans lien direct avec les techniques métallurgiques antérieures, mais sa mise au point a assuré le succès de la fonte à la cire perdue. Forte de son succès au Balochistan, la tradition de fonte à la cire perdue née à Mehrgarh a-t-elle été adoptée ailleurs ? Ce sera le sujet du troisième et dernier chapitre de cette première partie.

Chapitre 3 : diffusion de la fonte à la cire perdue depuis le Balochistan vers le Proche-Orient dans le cours des 4e et 3e millénaires

Les deux premiers chapitres ont non seulement démontré que la fonte à la cire perdue a connu un développement extrêmement précoce au Balochistan, mais aussi que la tradition artisanale née à Mehrgarh s'y est durablement installée et développée. Nous avons également établi que pour ces périodes qui précèdent l'utilisation du bronze, un alliage de cuivre à fort ajout de plomb était exclusivement réservé à la fabrication par fonte à la cire perdue.

Le cadre chronologique de ce chapitre sera celui des 4e et 3e millénaires ; le territoire exploré sera vaste, couvrant une grande partie du Proche-Orient ancien : zone d'influence de l'Indus, Iran, Mésopotamie, Bactriane et Margiane (ou BMAC : Bactria and Margiana Archaeological Complex). Nous partirons d'un postulat[31] : l'influence de la tradition technique de Mehrgarh est reconnue si un objet fabriqué à la cire perdue est coulé à partir de cuivre au plomb. La démarche adoptée pour ce chapitre ne sera pas celle d'une enquête approfondie et exhaustive, les données publiées ne le permettent pas. Quant à la réalisation d'un programme de recherche complet sur le sujet, ce n'est pas un objectif atteignable ici, d'autant plus que nombre des objets sont malheureusement inaccessibles ou perdus à jamais (une grande partie du corpus à étudier se trouve en Irak, Iran, Afghanistan et Pakistan).

Pour tester ce postulat, nous avons constitué une base de travail à partir d'objets métalliques dont la composition élémentaire a été déterminée et publiée, et dont la forme indique qu'ils ne peuvent avoir été fabriqués autrement que par fonte à la cire perdue : sceaux compartimentés d'une part, représentations anthropomorphes ou zoomorphes (statuettes, statues, épingles, clous de fondation)

[31] Dans l'acception mathématique du terme : principe non démontré mais sans doute légitime, car semblant intuitivement non contestable.

d'autre part. À quelques rares exceptions, les études que nous avons utilisées ne comprenaient pas d'approche technologique ; tout au plus signale-t-on parfois que les objets ont été fabriqués « à la cire perdue ». Par conséquent, nous ne pourrons ni ne chercherons à entrer dans les détails, comme par exemple discuter la façon de travailler la cire, si l'objet est creux ou plein, etc. Nous prêterons toutefois une attention particulière à la question de la grande statuaire.

Les deux premières parties seront consacrées à cette recherche d'une éventuelle influence de la tradition technique de fonte à la cire perdue de Mehrgarh. Dans la troisième partie, nous discuterons du rôle joué par la cire perdue dans la survenue d'un événement primordial, l'apparition de la grande statuaire métallique dans le cours du 3e millénaire en Mésopotamie et en Égypte. Enfin, dans une quatrième partie, nous présenterons succinctement deux autres foyers très précoces de fonte à la cire perdue, l'un au Levant sud (Nahal Mishmar) et l'autre en Bulgarie (Varna). Nous constaterons alors qu'ils n'ont *a priori* pas de relation avec la tradition qui s'est développée à partir de Mehrgarh.

1. Diffusion de la fonte à la cire perdue au sein de la zone Indus

1.1. Cuivre au plomb et cire perdue au Balochistan : une relation quasi-bijective

Nous avons vu dans les deux premiers chapitres que le développement des techniques de fonte à la cire perdue peut être suivi au travers de quelques objets tout à fait exceptionnels découverts sur les sites de Mehrgarh, Nausharo et Shahi-Tump : invention de la technique et mise au point du cuivre au plomb pendant le Chalcolithique ancien (-4500 / -3600), avènement de la fonte en creux dès le Chalcolithique récent (-3400 / -3000), apparition de la statuaire métallique en creux dès la seconde période de l'Indus (-2300 / -2100).

Nous débuterons ce chapitre en présentant les données qui justifient le postulat que nous avons énoncé en introduction (Figure 74).

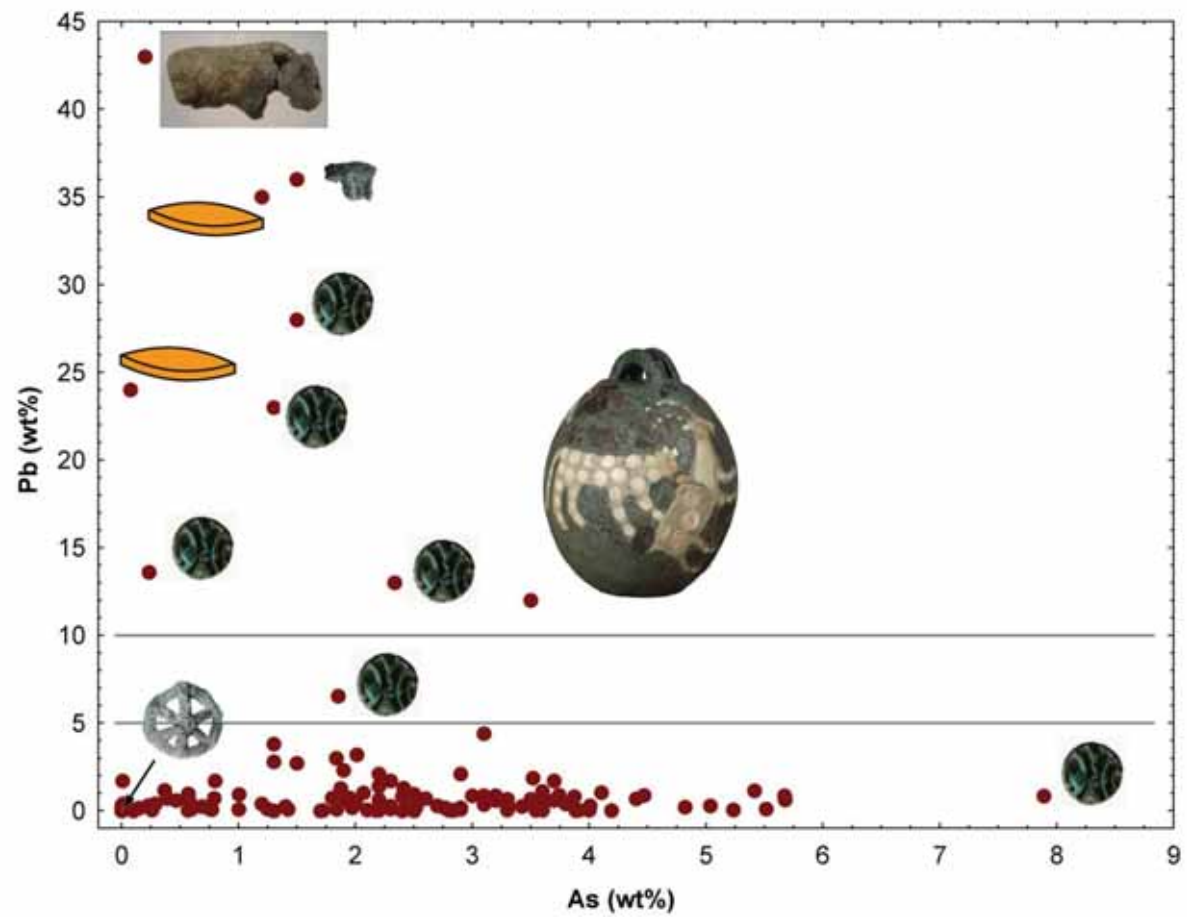


Figure 74 : variation de la teneur en plomb en fonction de l'arsenic pur les objets métalliques du Balochistan (sites de Mehrgarh, Nausharo et Shahi-Tump au Pakistan, site de Mundigak en Afghanistan). Les neuf objets fabriqués par fonte à la cire perdue sont signalés par une photographie ; les deux petits lingots en forme de saumon sont quant à eux représentés par un pictogramme.

Au total, 156 objets cuivreux[32] ont été analysés pour l'ensemble du Balochistan : neuf sont élaborés à partir d'un alliage contenant plus de 10 % de plomb, ils correspondent à la définition stricte du cuivre au plomb telle que nous l'avons précédemment proposée (Tableau 3, p. 72). On notera que si l'on assouplit cette définition en plaçant le seuil à 5 % de plomb, un dixième objet s'intègre au groupe. Il est indubitablement fondu à la cire perdue (sceau compartimenté), par ailleurs une teneur supérieure à 5 % de plomb résulte nécessairement d'un ajout.

Cet objet, ainsi que d'autres rencontrés lors de notre compilation de résultats d'analyse pour les différentes zones du Proche-Orient ancien (cf. ci-après), nous conduisent à adapter notre définition initiale du cuivre au plomb. Afin de ne pas

[32] 154 objets dans le chapitre 1 selon des méthodes conventionnelles, auxquelles s'ajoutent les analyses de la rouelle et du fragment de sceau compartimenté dont la composition a été déterminée malgré leur très forte minéralisation grâce aux études effectuées dans le chapitre 2.

écarter des objets qui se trouveraient légèrement en marge, et uniquement dans le cadre de cette enquête, nous considèrerons qu'un objet est en cuivre au plomb s'il renferme au moins 5 % de plomb. Les autres critères restent inchangés (cf. Tableau 3) : de l'arsenic peut rentrer dans cette composition, nous estimons dans ce cas que le fondeur a élaboré son cuivre au plomb à partir de cuivre arsénié, il ne doit pas y avoir d'étain. Selon cette nouvelle définition, il y a donc dix objets en cuivre au plomb au Balochistan.

Par ailleurs, sans tenir compte de la composition mais en se basant sur les caractéristiques morphologiques des objets, on reconnait dix objets fabriqués par fonte à la cire perdue parmi les 156 objets : l'amulette en forme de rouelle, le Poids aux Léopards, la statuette de taureau, et sept sceaux compartimentés (signalés par des photographies sur la Figure 74). Parmi ces dix objets, huit sont en cuivre au plomb. La neuvième cire perdue correspond à la rouelle, elle est faite d'un cuivre très pur ; la dixième (sceau compartimenté) est un cuivre à l'arsenic. Il reste alors deux objets en cuivre au plomb, qui ne sont pas fabriqués par fonte à la cire perdue, ils correspondent à deux petits lingots en forme de saumon découverts sur le site de Mundigak.

Si l'on considère que la composition de la rouelle est atypique dans le sens où cet objet relève plus d'une phase de mise au point des techniques, il résulte qu'au Balochistan, huit objets sur les neuf cire perdues sont en cuivre au plomb selon la tradition de Mehrgarh. Les petits lingots de Mundigak pourraient quant à eux relever d'un stock de métal prêt à être employé pour une fabrication à la cire perdue ; nous présenterons quelques vestiges découverts en Asie Centrale qui soutiennent cette hypothèse (cf. § 2 p. 191). On retiendra donc que pour le Balochistan, la relation unissant la cire perdue et le cuivre au plomb est quasiment bijective : pratiquement toutes les fontes à la cire perdue sont en cuivres au plomb (8/9), pratiquement tous les cuivres au plomb sont des fontes à la cire perdue (8/10).

1.2. Données très lacunaires dans la zone Indus

La relation cire perdue – cuivre au plomb ne peut malheureusement être testée pour les sites de la vallée de l'Indus proprement dite. Quelques petits objets sont signalés comme étant fabriqués à la cire perdue, et ils témoignent effectivement de la production d'une petite statuaire de remarquable qualité pendant les périodes de l'Indus (Figure 75) ; ils n'ont jamais été analysés. J. Kenoyer et H. Miller ont rassemblé et filtré les analyses anciennes d'objets métalliques découverts sur les sites de la vallée de l'Indus (Kenoyer & Miller, 1999). On ne trouve pas un seul cuivre au plomb sur les 128 analyses publiées, il faut dire aussi que les objets en question sont surtout des armes et des outils. On ne sait donc pas si le cuivre au plomb était utilisé pour la fonte à la cire perdue, mais on sait au moins qu'il n'avait pas d'autres usages (fonte en moule permanent par exemple). On notera enfin que le taureau de Nausharo reste pour l'heure la seule fonte en creux identifiée (cf. Chapitre 2 § 4 p. 174).

Figure 75 : à gauche, porteuse d'offrande dite « danseuse » de Mohenjo-Daro (Pakistan), périodes de l'Indus (-2600 / -1900), h : 10.5 cm, Musée national de New Delhi, inv. 5721/195 ; à droite, chars miniatures découverts à Chanhu Daro (Pakistan) (1 et 2, réserves du musée national de New Delhi) et à Harappa (Pakistan), Musée national de New Delhi.

Mohenjo-Daro d'après (Shiba, 2015, p. 1) ; Chanhu Daro d'après (Mackay, 1943, pl. LVIII) ; Harappa : photographie A. Didier ; pour une étude approfondie des représentations de char dans l'Indus, voir (Kenoyer, 2004).

Figure 76 : Dépôt de Daimabad (Inde), de gauche à droite : buffle (l. 25 cm), rhinocéros (l. 25 cm), char (l. totale 45 cm), période post-Indus (?), début du 2e millénaire av. J.-C. (?), Musée Chhatrapati Shivaji Maharaj Vastu Sangrahalaya de Mumbai.

Photographies A. Didier.

Nous ne pouvons discuter de la question de la fonte à la cire perdue dans la zone d'influence de l'Indus sans évoquer les découvertes faites à Daimabad (Maharashtra, Inde, Figure 76). Les quatre objets sont connus depuis 1977, ils sont issus d'un même dépôt découvert fortuitement quelques années auparavant. Le dépôt comprend un char conduit par un homme et tiré par deux bœufs, et trois grands animaux montant chacun une plate-forme à quatre roues : un buffle, un rhinocéros et un éléphant (Dhavalikar, 1982, pp. 362-363). Les objets ont été étudiés et sommairement publiés par D. P. Agrawal, qui signale que le métal ne contenait pas de plomb mais beaucoup d'arsenic (sans indication de teneurs chiffrées) ; il reporte également que les objets sont très lourds, l'un d'entre eux atteignant 29 kg (Agrawal, 2000, pp. 91-93). La découverte n'est pas datée et indatable stylistiquement. En raison du caractère très spectaculaire des objets et de l'alliage à l'arsenic, D.P. Agrawal rejette la possibilité d'une attribution aux périodes de l'Indus et propose une datation dans le cours du second millénaire avant notre ère[33]. J. Kenoyer et M.K. Dhavalikar nuancent le propos, faisant remarquer que le type de char et la paire de bœufs à bosse proéminente sont une expression régionale courante dans l'Indus (Dhavalikar, 1982; Kenoyer, 2004).

Une étude plus approfondie de ces objets serait donc souhaitable. Nous pouvons néanmoins déjà conclure que pour la problématique que nous traitons ici, les objets de Daimabad ne se rattachent pas à la tradition de Mehrgarh, puisqu'ils sont fabriqués à partir d'un alliage à l'arsenic, et non d'un cuivre au plomb.

[33] Sans justification aucune, il déclare que pour appartenir aux périodes de l'Indus, les objets de Daimabad se devraient d'être en bronze au plomb. Un tel alliage n'a jamais été mis en évidence aux périodes de l'Indus ; ce qui n'est bien sûr pas le cas des cuivres à l'arsenic, cf. première partie.

2. Diffusion de la cire perdue vers la zone iranienne, mésopotamienne et en Asie Centrale

Au Proche-Orient ancien, les développements les plus spectaculaires de la fonte à la cire perdue pendant les 4e et 3e millénaires sont incontestablement à mettre au crédit de la zone mésopotamienne, ainsi que nous pourrons le constater dans la troisième partie de ce chapitre. Compte tenu de l'importance primordiale de cette production, on a cru jusqu'au début des années 1980 que l'origine de la cire perdue se situait en Mésopotamie, le plus ancien objet identifié était alors une petite statuette de bélier en argent surmontant un sceau-cylindre en magnésite blanche daté de l'Uruk récent (-3500 / -3100, Ashmoleum Museum, Oxford, Hamilton, 1967; Hunt, 1980, Figure 1). On savait aussi qu'une série très homogène d'épingles à tête figurative humaine ou zoomorphe fabriquées à la cire perdue avait été découverte à Suse (Iran) et datait approximativement de la même période (fin de l'Uruk récent et début de la période proto-élamite, Tallon, 1987, pp. 238-241). La découverte d'objets nettement plus anciens à Nahal Mishmar au Levant sud (cf. § 4 p. 205), et à Mehrgarh au Balochistan (cf. chapitres 1 et 2) ont remis en question ce schéma (Davey, 2009, p. 147).

Dans la mesure où la tradition de Mehrgarh est facilement identifiable par l'usage du cuivre à fort ajout de plomb, une simple analyse de composition devrait pouvoir mesurer cette influence[34]. Afin de réexaminer la situation de la Mésopotamie, de l'Iran et de l'Asie Centrale vis-à-vis de l'adoption de la fonte à la cire perdue, nous avons rassemblé un ensemble d'objets analysés aussi représentatif que possible de la problématique que nous souhaitions traiter (Figure 77 ; Figure 78 et Tableau 9)[35].

[34] Il faut souligner qu'un travail analogue pourrait être mené au sujet de la tradition de Nahal Mishmar, puisqu'elle est elle aussi marquée par des compositions d'alliage très singulères (cuivres fortement alliés à l'arsenic et à l'antimoine, jusque 20 % ; cf. § 4 p. 205).

[35] Les résultats complets des analyses d'objets que nous avons choisis sont reportés dans l'annexe F.

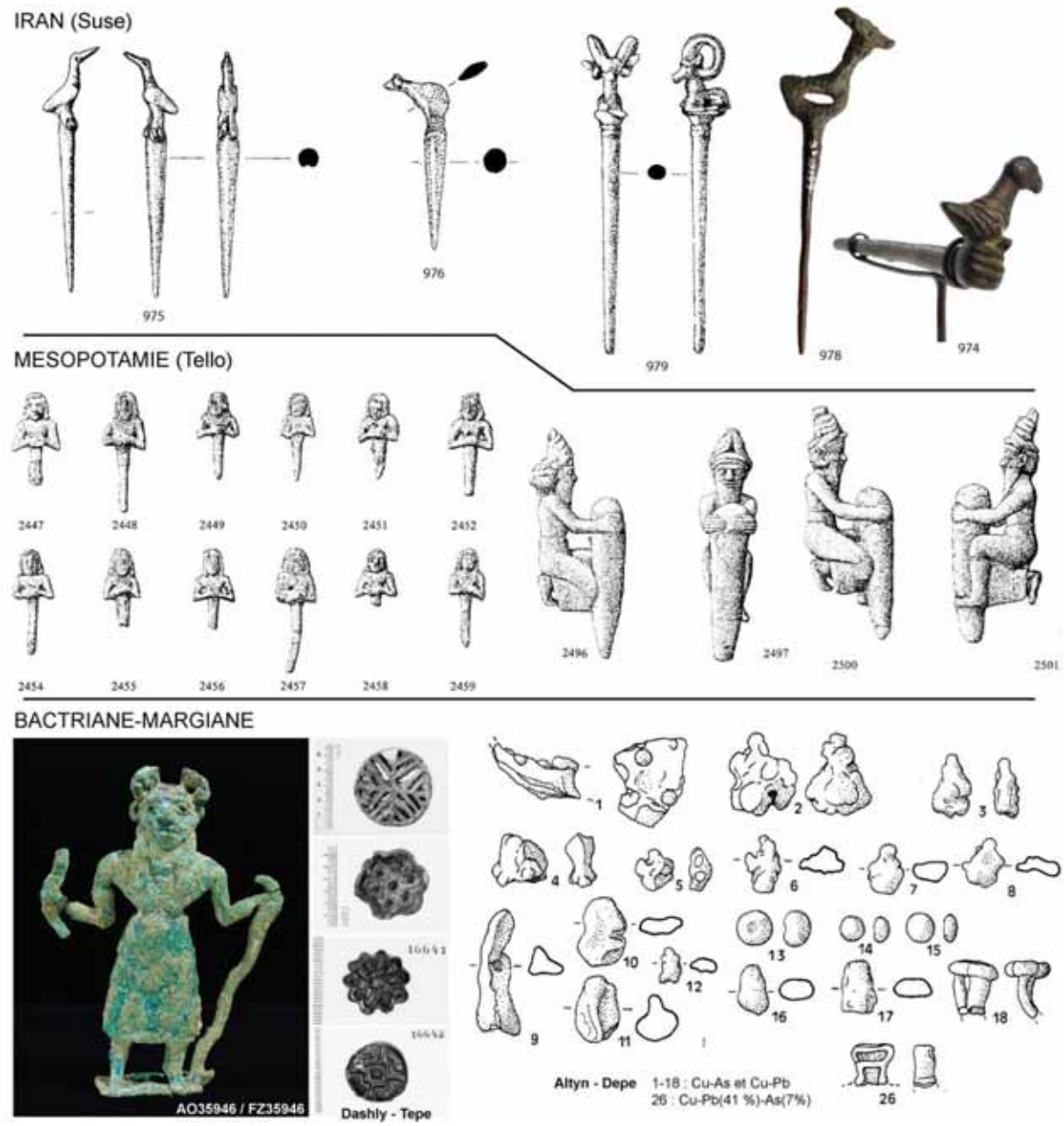


Figure 77 : exemple d'objets du Proche-Orient ancien fabriqués par fonte à la cire perdue et datant des 4° et 3° millénaires.

Suse : épingles à tête figuratives, fin Uruk récent – début proto-élamite (-3200 / -2800), musée du Louvre, DAO (n° cat. Tallon) ;

Tello : clous de fondation anthropomorphes, temple de Ningirsu, époque néo-sumérienne (-2150 / -2000), musée du Louvre, DAO (n° cat. Hauptmann) ;

Bactriane-Margiane, fin du 3e - début du 2e millénaire, de gauche à droite :

Maître des animaux, musée du Louvre, AO35946, h. 8 cm ;

Dashly-Tepe (?), Sceaux compartimentés, musée du Louvre et musée Guimet (n° C2RMF) ;

Altyn-Depe, mobilier métallique découvert en surface témoignant d'une activité de fonte à la cire perdue. 1-18 : chutes de coulée, fragments de canaux d'alimentation, 26 : sceau compartimenté fragmentaire.

D'après : Suse (Tallon, 1987) ; Tello (Hauptmann, et al., 2004) ; AO35946 © Musée du Louvre / C. Larrieu ; Dashly Tepe © C2RMF ; Altyn-Depe (Salvatori et al., 2002)

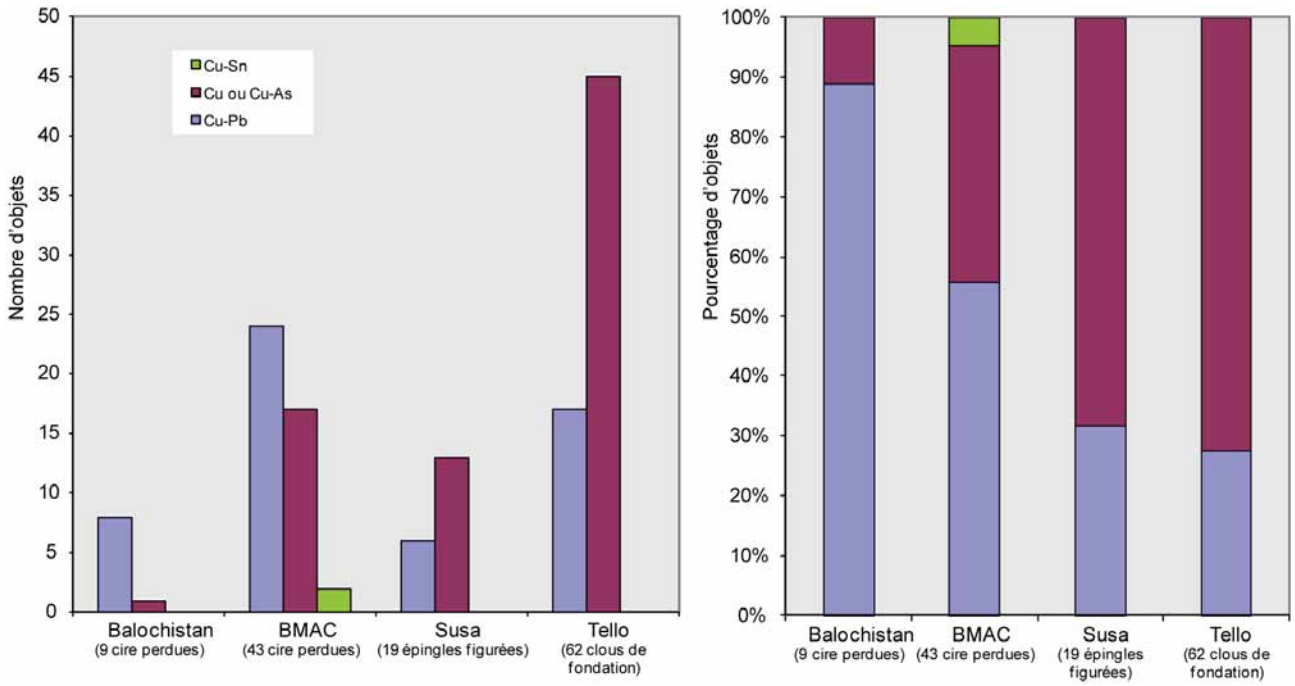


Figure 78 : type d'alliage composant les objets fabriqués par fonte à la cire perdue en fonction de la zone géographique, à gauche exprimé en nombre d'objets, à droite en pourcentage.

	Balochistan (8 Cu-Pb)	BMAC (24 Cu-Pb)	Suse (6 Cu-Pb)	Tello (17 Cu-Pb)
Pb (%)	22.0 ± 11.9	11.6 ± 5.1	8.8 ± 2.4	12.4 ± 6.4
As (%)	1.4 ± 1.1	2.3 ± 1.5	6.2 ± 2.4	1.7 ± 1.5
Sn (%)	0.01 ± 0.01	0.11 ± 0.18	0.02 ± 0.02	0.25 ± 0.26

Tableau 9 : compostion moyenne en fonction de la zone géographique pour les objets respectant les conditions d'appartenance à la tradition de Mehrgarh, à savoir être fabriqués par fonte à la cire perdue et être composés à partir d'un cuivre à fort taux de plomb.

Mésopotamie (Tello) :

Nous avons fait appel aux résultats du vaste programme d'analyses mené dans le cadre du projet *Frühe Metalle in Mesopotamien (FMM)*. Le tome 1 paru en 2011 présente les résultats d'analyses de 2615 objets, tous illustrés (Hauptmann*, et al.*, 2004). Sur les 2615 analyses, 61 sont des cuivres au plomb. Le seul examen des dessins suffit à constater que la grande majorité de ces cuivres au plomb correspondent à des objets fabriqués par fonte à la cire perdue : clous de fondation, statuaire, armes, outils, objets de parures ou de harnachement ; tous ornés. Parmi la série d'objets analysés, la publication du projet FMM présente les résultats d'un dépôt de clous de fondation du temple de Ningirsu à Tello, qui correspond à un ensemble homogène d'objets tous fondus à la cire perdue (Figure 77). Cela permet d'étudier le sens inverse de la relation, c'est-à-dire de mesurer la part que

représente la tradition de Mehrgarh dans ce dépôt : sur 62 clous de fondation, 17 sont en cuivre au plomb (soit environ 30 % des objets, Figure 78).

Iran (Suse) :

19 épingles à tête figurative fabriquées à la cire perdue ont été publiées avec leurs analyses par F. Tallon en collaboration avec le C2RMF (Malfoy & Menu, 1987; Tallon, 1987). Comme pour Tello, le cuivre au plomb est présent mais non majoritaire (6 objets sur 19), la proportion est équivalente (autour de 30 %), Figure 77 et Figure 78.

Bactriane-Margiane (BMAC) :

Un lot de 39 sceaux compartimentés découverts « en Bactriane » est entré par dation dans les collections des musées de France à la fin des années 1970, ils ont été répartis entre le musée Guimet (9) et le département des antiquités orientales du musée du Louvre (30). Ils présentent tous des caractéristiques morphologiques qui permettent d'affirmer qu'ils ont été fabriqués par fonte à la cire perdue. Les objets sont restés inédits, mais ont tous été analysés par le C2RMF (Hours & Khosrof, 1978; Hurtel, 1984) ; ils proviendraient d'une nécropole du site de Dashly-Tepe (Afghanistan) fouillée clandestinement par des paysans locaux[36]. Plus récemment, le C2RMF a analysé quatre petits flacons à fard zoomorphes ou anthropomorphes de Bactriane ou Margiane, également conservés dans les collections du musée du Louvre (Van Elslande *et al.*, 2005). Cela nous a permis de rassembler un corpus de comparaison relativement conséquent pour le BMAC, grâce auquel on constate que la part du cuivre au plomb pour la fabrication d'objets à la cire perdue est plus importante qu'à Suse ou à Tello, puisqu'elle dépasse 50 % avec 24 objets sur 43 (Figure 77 et Figure 78).

Synthèse

Cette première enquête livre donc de très intéressants résultats, même si les conclusions qui en découlent sont encore préliminaires étant donné le faible nombre d'objets et de sites pris en compte. On constate que la pratique consistant

[36] Renseignement H.-P. Francfort, 26/09/2006.

à associer fonte à la cire perdue et cuivre à fort ajout de plomb n'est pas exclusive au Balochistan, elle était également en usage à l'échelle de la Mésopotamie, de l'Iran et de l'Asie Centrale. Un résultat revient avec une telle régularité qu'il semble définitivement acquis : le cuivre au plomb était bel et bien réservé à la fonte à la cire perdue. En revanche, la relation qui unit la technique et l'alliage n'est pas bijective comme celle vue pour le Balochistan : le cuivre arsénié est aussi très largement mis à contribution pour la fonte à la cire perdue dans les autres zones géographiques que nous avons testées. Pour le BMAC, l'Iran et la Mésopotamie, on retiendra donc que toutes les fontes à la cire perdue ne sont pas en cuivre au plomb, mais que par contre le cuivre au plomb est un alliage spécifiquement dédié à la fonte à la cire perdue ; on parlera dans ce cas d'une relation surjective. (Figure 79).

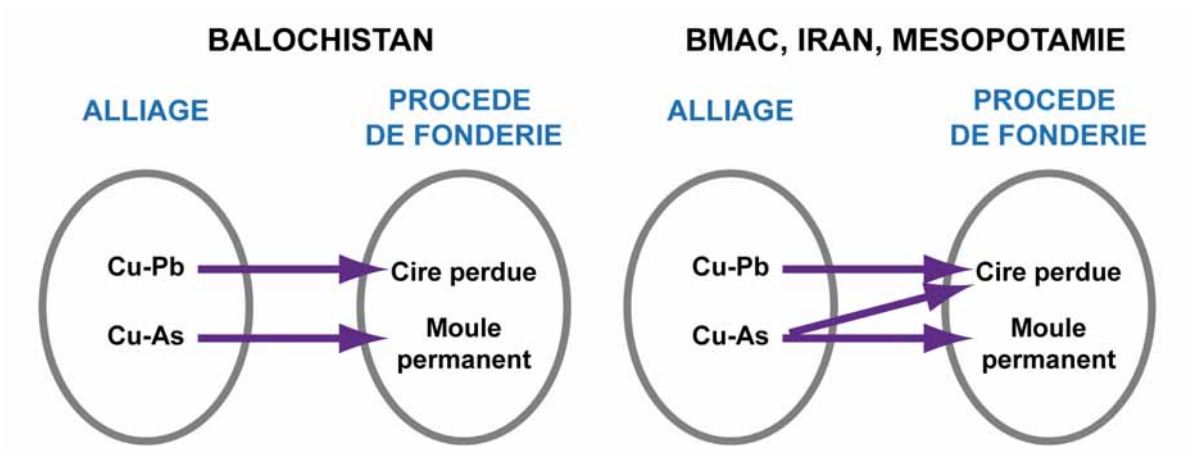


Figure 79 : procédé de fonderie *vs* alliage en fonction de la zone géographique ; la relation unissant cuivre au plomb et cire perdue est bijective au Balochistan, surjective ailleurs.

L'enquête est très partielle et invite à rester prudent. On notera tout de même l'existence d'un net gradient qui renforce l'idée d'une diffusion depuis le Balochistan vers les régions adjacentes : le poids de la tradition de Mehrgarh diminue à mesure que l'on s'en éloigne (au moins vers l'Ouest ; faute de données, on ne peut discuter le cas de la vallée de l'Indus proprement dite). Ce gradient est très visible en examinant la part que représente le cuivre au plomb dans la fabrication des objets fabriqués par fonte à la cire perdue : Balochistan>BMAC>Iran-Mésopotamie (Figure 78). On constate également que l'ajout de plomb est nettement plus important au

Balochistan qu'ailleurs : 22 % en moyenne, contre 12 % à Tello et dans le BMAC, et seulement 9 % à Suse[37] (Tableau 9).

La tradition de Mehrgarh a donc non seulement prospéré pendant plus de 2500 ans au cœur du Balochistan, mais aurait très largement diffusé vers les régions adjacentes, où cette façon de pratiquer la cire perdue aurait bel et bien été adoptée. Notre enquête ne donne pas le moyen de discuter les modalités selon lesquelles cette diffusion et cette adoption se sont produites ; en tout cas il est certain que le phénomène ne se limite pas à l'échange à longue distance d'objets qui auraient été manufacturés au Balochistan. Pour Tello, il est parfaitement clair que l'iconographie des clous de fondation est locale, et on voit difficilement comment de tels clous auraient pu être manufacturés au Balochistan. Par ailleurs, l'adoption de la tradition de Mehrgarh est une certitude pour le BMAC : des vestiges d'une activité de fonte à la cire perdue ont été collectés sur le site d'Altyn Depe (chutes de coulée et de canaux d'alimentation, fragments d'objets, Figure 77), les analyses de composition effectuées révèlent que le cuivre au plomb était à la base de la fabrication de nombre de ces objets (Salvatori*, et al.*, 2002).

Il est surprenant que personne avant nous n'ait véritablement mis l'accent sur le lien qui unissait le cuivre au plomb et la cire perdue, puisqu'il semble s'agir d'une véritable régularité du Proche-Orient des 4e et 3e millénaires. Les premières grandes statues mésopotamiennes, que nous allons maintenant présenter, donneront l'explication : le cuivre au plomb a en fait souvent été assimilé à une variété curieuse de bronze au plomb, en somme un alliage raté. Cela a conduit à quelques interprétations malheureuses, comme nous allons maintenant le constater.

[37] Les cuivres au plomb de Suse comportent des teneurs en arsenic plus importantes qu'ailleurs, et qui dépassent même souvent le seuil maximum des 5 % que nous avons fixé pour le cuivre arsénié (moyenne 6 %), plusieurs épingles de Suse sont donc faites à partir d'un alliage ternaire Cu-Pb-As.

3. L'avènement des premières grandes statues métalliques en Mésopotamie et en Égypte (deuxième moitié du 3e millénaire av. J.-C.).

Le tout premier épisode de production de grande statuaire métallique se situe pendant la seconde moitié du 3e millénaire avant notre ère ; cet événement ne se produit que dans certaines régions du Proche-Orient ancien. Le Balochistan et la zone Indus semblent par exemple totalement exclus d'un tel phénomène, alors qu'ils avaient jusque là tenu un rôle de première importance dans le développement des techniques de fonte à la cire perdue. Il faut dire aussi que le facteur qui a déclenché la fabrication de ces premiers objets métalliques monumentaux ne relève pas uniquement du processus évolutif interne des techniques métallurgiques. Les grandes statues apparaissent uniquement en Mésopotamie et en Égypte, et elles accompagnent clairement l'affichage de la toute-puissance : les figures sont royales ou divines et sont placées de façon ostentatoire dans les palais ou les temples. En Mésopotamie, cela coïncide avec la mise en place du tout premier empire par Sargon Ier d'Akkad, qui succède aux dynasties archaïques et met fin au système de cités-États indépendantes (Bahrani, 2016, p. 332) ; en Égypte c'est l'Ancien Empire, l'âge des pyramides, une période où la glorification de l'image divine du pharaon est à son paroxysme. À la même période dans la civilisation de l'Indus, les tombes fouillées se caractérisent par une grande austérité de dépôts funéraires. De même, il n'existe pas, en l'état actuel des connaissances, d'édifices monumentaux pouvant être assimilés à des temples ou des palais sur les sites Indus fouillés. Il est donc fort logique de ne pas trouver de représentations individualisées de la puissance d'un souverain ou d'un personnage de haut rang (Jarrige, 1996, p. 867), et donc que la grande statuaire métallique ne se développe pas.

Pour cette période de la seconde moitié du 3e millénaire avant notre ère, nous ne connaissons pas plus d'une quinzaine de grandes statues métalliques (entières ou fragmentaires). Leur fabrication s'opérait selon deux techniques métallurgiques bien distinctes, certaines étaient fabriquées à partir de tôles métalliques assemblées, d'autres par fonte à la cire perdue. Très curieusement, on retrouvera exactement le même phénomène 2000 ans plus tard, lors de l'émergence de la grande statuaire en Grèce (cf. Chapitre 5 § 1.2 p. 264). Dans le

cas de la Mésopotamie, les deux techniques semblent avoir coexisté, elles étaient donc peut-être en concurrence.

3.1.1. Grandes statues en tôle de cuivre

La grande statue de Pepi Ier (Figure 80, gauche), accompagnée d'une statue d'enfant (son fils ?) et d'une statue de culte représentant un faucon, ont été retrouvées sous le sol d'un temple à Hiérakonpolis en Égypte (Eckmann & Shafik, 2005). L'étude archéométallurgique des statues montre qu'elles ont été fabriquées en préparant de grandes feuilles de cuivre non allié rivetées les unes aux autres (Rehren, 2005). Une technique similaire (tôle de cuivre non allié assemblée par des rivets) a été documentée pour les deux statues de lion retrouvées par A. Parrot en 1936-37 à Mari (Syrie), à l'intérieur d'un bâtiment cultuel qui a de fait pris le nom de « temple aux lions » (Figure 80, droite). Les deux animaux étaient installés l'un près de l'autre sur un podium à gauche de l'entrée du sanctuaire, la partie arrière des deux sculptures était encastrée dans le mur de telle sorte que les deux lions semblaient surgir de la paroi, constituant une forme de protomé particulièrement colossale (Margueron, 1993). Un dernier important ensemble statuaire ornait le fronton du temple de Ninhursag à Tell al-Ubaid (Irak) : une frise de 260x107 cm représentant en haut-relief le dieu Imdugud (aigle à tête de lion) encadré par deux cerfs, qui était complétée par quatre statues de taureaux (taille environ 2/3). La composition était complète au moment de sa découverte en 1919, elle a depuis été dispersée entre quelques musées mais la plus grande partie est visible au British Museum, elle n'a à notre connaissance jamais été étudiée en détail.

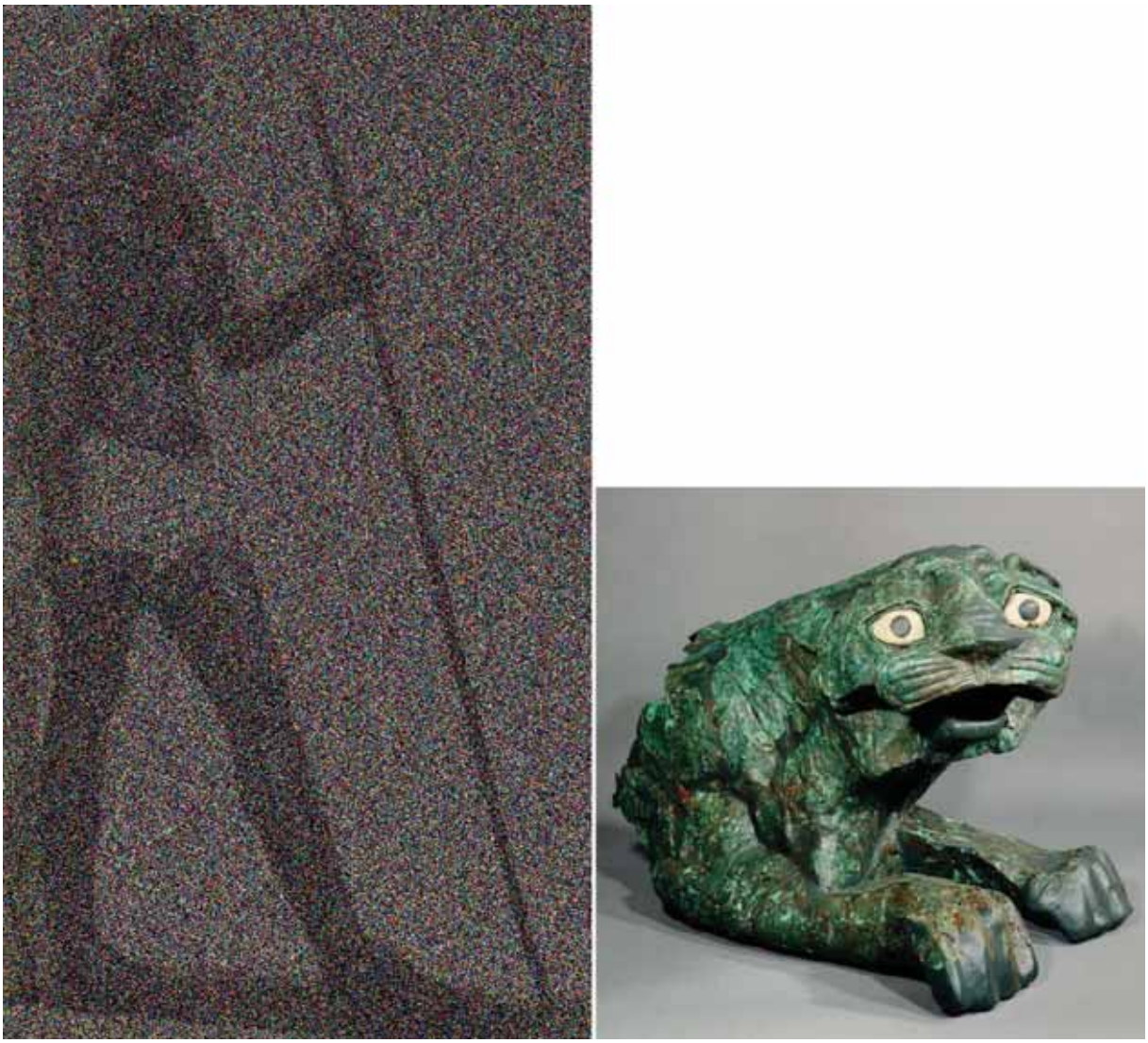


Figure 80 : grande statuaire métallique faite de feuilles de cuivre martelées et rivetées. À gauche, statue du pharaon Pepi Ier, 6e dynastie (-2289 / -2255), h. 177 cm, découverte à Hiérakonpolis (Égypte), musée égyptien du Caire, inv. JE33034. À droite, statue de lion, temple aux lions, Mari (Syrie), L. 70 cm, (-2000 / -1800), musée du Louvre, inv. AO 19520 / 19824.

À gauche : (Eckmann & Shafik, 2005, pl. 11) ; à droite © musée du Louvre, P. & M. Chuzeville.

3.1.2. Grandes statues fondues à la cire perdue en cuivre

Pour les statues fabriquées par fonte à la cire perdue, les circonstances actuelles ne sont pas favorables à leur étude. La très célèbre tête découverte à Ninive en 1931 et qui pourrait correspondre au portrait de Sargon Ier d'Akkad (Mallowan, 1936, pp. 170-173; Parrot, 1968) fait malheureusement partie des œuvres ayant disparu lors du pillage du musée national d'Irak à Bagdad en 2003 (Figure 81, gauche). Un autre portrait de dignitaire est conservé au Metropolitan Museum of Art de New York (Figure 81, droite), son lieu de découverte n'est pas

connu. La datation de cette tête a souvent été discutée, elle est désormais rattachée à la fin du 3e millénaire av. J.-C. (Aruz, 2003, p. 210).

Figure 81 : grande statuaire faite à la cire perdue, têtes royales à l'échelle 1, cuivre. À gauche : Sargon Ier d'Akkad (?), -2334 / -2279, h. 37 cm, découverte à Ninive (Irak), disparue en 2003 (anciennement au musée national d'Irak à Bagdad, inv. IM11331) ; À droite : dignitaire, fin du 3e millénaire, h. 34 cm, lieu de découverte inconnu, Metropolitan Museum of Art, New York, inv. 47.100.80.

À gauche : d'après la base de données 'Lost Treasures from Iraq', Oriental Institue de Chicago. À droite : d'après (Aruz, 2003, p. 211).

La technique de fabrication de la tête de Ninive n'a jamais été publiée en détail. Une courte note en 1985 fait état du résultat des analyses et de la radiographie X effectuées au laboratoire Rathgen des Musées d'État de Berlin (Strommenger, 1985). Pour la tête conservée au MET, une étude a également été conduite incluant une tomographie X, dont les résultats sont très partiellement rapportés dans deux notices de catalogue (Muscarella, 1988, pp. 368-374; Aruz, 2003, pp. 210-212), mais le rapport détaillé de ces analyses reste inédit. Une troisième statue à rattacher à cet ensemble a été découverte dans les années 1970

près de Bassetki en Irak, elle avait disparu lors du pillage du musée de Bagdad, mais a été retrouvée dans des circonstances rocambolesques en novembre 2003 (Russell, 2003). Cette fois, il ne s'agit pas d'une tête, mais de la moitié inférieure d'un homme nu, assis sur une base portant une inscription indiquant que la statue a été créée pour le roi Naram-Sin (règne -2254 / -2218, petit-fils de Sargon) ; l'ensemble pèse 156 kg. La statue n'a pas été radiographiée, mais observée en détail à Bagdad peu de temps après la guerre du Golfe de 1990-1991 (Müller-Karpe, 2002) ; il a notamment été montré que le montage du modèle en cire de la base résultait de l'assemblage de nombreuses pièces constituées à partir de la découpe de feuilles de cire de 17 mm d'épaisseur (cf. Chapitre 5 § 1.2.2 p. 271 pour une explication de cette technique de fabrication des modèles). L'observation visuelle seule n'a en revanche pas suffi à expliquer comment la statue a été fabriquée (M. Müller-Karpe signale seulement que les parois mesurent 12 à 18 mm d'épaisseur, que le noyau a été partiellement retiré, et que les supports de noyau n'ont pas été enlevés ; il ne commente pas davantage ces supports). La description technique de la tête de Ninive et de la tête du MET ne permettent pas d'en savoir beaucoup plus sur la technique de travail de la cire. Les oreilles seraient faites à part (?), les parois métalliques de la tête de Ninive sont plus régulières que les parois de la tête du MET (sans indication des épaisseurs correspondantes), Strommenger signale l'existence de longs clous distanciateurs dans la tête de Ninive. Le métal des trois statues a été analysé (publié par le FMM pour Bassetki), dans les trois cas, il s'agit de cuivre ou de cuivre légèrement arsénié.

3.1.3. Grandes statues fondues à la cire perdue en cuivre au plomb

Un deuxième lot de grandes statues fragmentaires mésopotamiennes (échelle 1/2 à 1) également fondues à la cire perdue est *a priori* encore plus intéressant à examiner dans le cadre de ce travail, puisque l'analyse de composition montre qu'elles sont en cuivre au plomb ; nous allons y revenir. La première est connue par deux fragments, un tronçon de jambe (pesant 2628 g), et un bras (1836 g), découverts à Tell Agrab en Irak (Figure 82 A et B). Deux dessins ont par chance été publiés (Müller-Karpe, 2002, Figures 8 et 9), les deux objets ont en effet disparu du musée de Bagdad en 2003. Ces dessins sont néanmoins insuffisants pour une description de la technique, et le texte d'accompagnement est

particulièrement succinct (il est par exemple douteux que la jambe soit en métal plein comme cela est dessiné, le fragment serait alors beaucoup plus lourd). La composition élémentaire des deux fragments a été déterminée par le projet FMM, les résultats indiquent que l'alliage est un cuivre au plomb (13-14 %), avec moins de 0.3 % d'arsenic, et moins de 0.02 % d'étain (cf. annexe F, FMM 41 et FMM42b). Cette composition inhabituelle n'est pas relevée par M. Müller-Karpe qui qualifie ces compositions de *bleibronze*, c'est-à-dire bronze au plomb, nonobstant le fait que l'alliage ne contient pas d'étain.

Figure 82 : grande statuaire faite à la cire perdue en cuivre au plomb. A et B : tronçon de jambe et bras d'une statue, Tell Agrab (Irak), deuxième moitié du 3e millénaire, taille naturelle, disparus en 2003 (anc. au musée national d'Irak à Bagdad, inv. IM32049) ; C, D et E-F : trois têtes de statue de style mésopotamien de la fin du 3e millénaire av. J.-C., h. respectives : 28 cm, 27 cm, 14 cm,

A et B d'après (Müller-Karpe, 2002, p. 141) ; C à F d'après (Riederer, 1991, p. 446)

La situation devient plus difficile encore avec les trois dernières têtes que nous commenterons (Figure 82 C, D et E-F). Apparues sur le marché de l'art dans les années 1980, mésopotamiennes par leur style, elles ont été étudiées au laboratoire Rathgen des Musées d'État de Berlin (Riederer, 1991). L'analyse élémentaire du métal met clairement en évidence un cuivre au plomb dans les trois cas (Tableau 10). Non seulement l'auteur de l'étude va considérer que les statues sont des bronzes au plomb (et non des cuivres au plomb), mais sur cette base, il les déclarera fausses ! Le raisonnement est le suivant : puisque les bronzes à fort taux de plomb ne peuvent exister au 3e millénaire (ils apparaissent au plus tôt à la fin du second millénaire), les têtes sont forcément fausses. On peut désormais être pratiquement certain que les trois têtes étaient authentiques : un faussaire n'aurait jamais fait appel au cuivre au plomb, il n'était pas encore identifié cette époque. Cette attribution est d'autant plus malheureuse que les caractéristiques techniques de ces têtes étaient visiblement très intéressantes (notamment des parois très fines pour la tête n° 3, autour de 4 mm).

	Cu	Sn	Pb	As
C (tête 1)	93.4	0.59	5.68	0.05
D (tête 2)	88.5	1.3	7	nd
E-F (tête 3)	85	nd	14.7	0.06

Tableau 10 : analyse de trois têtes de style mésopotamien, voir aussi Figure 82. Moyenne de 2 analyses pour la tête D, moyenne de 4 analyses pour la tête E-F ; nd : non détecté.

D'après (Riederer, 1991, p. 440)

3.1.4. Synthèse : le premier âge de la grande statuaire métallique

La première phase de production de grande statuaire métallique coïncide donc avec la première période impériale en Mésopotamie et avec l'Ancien Empire en Égypte. Cette production a certainement été florissante, les textes sumériens et akkadiens du 3e millénaire ne sont d'ailleurs pas avares de la mention de grandes statues de métal (voir par exemple la liste des objets en métal dans les documents économiques retrouvés à Ur, Limet, 1960, pp. 198-236). Les statues correspondantes ont pour la plupart été refondues. Deux techniques concurrentes s'affrontent, la tôle d'un côté, la cire perdue de l'autre. Dans les circonstances actuelles, l'étude de ces objets est le plus souvent impossible ; malheureusement, cela concerne surtout les statues qui étaient fabriquées à la cire perdue.

La fonte à la cire perdue d'une grande statue mésopotamienne a certainement demandé la mise au point de techniques spécifiques. Ainsi que nous le verrons pour un autre contexte chronologique (cf. deuxième partie de ce travail), le passage de la petite à la grande statuaire impose des changements et contraint à l'innovation. Néanmoins, les études technologiques à notre disposition (tête de Ninive, tête du MET, jambes de Bassetki) ne sont pas suffisamment approfondies pour que nous puissions précisément identifier la nature des innovations techniques mises en œuvre par les fondeurs mésopotamiens. On constate des parois relativement épaisses, dans une fourchette qui semble comprise entre 15 et 20 mm pour une statue humaine de taille naturelle. Malheureusement, c'est à peu près la seule caractéristique technique en notre possession. Une description beaucoup plus complète de ces premières grandes fontes en creux sur noyau est nécessaire. Comment la cire était-elle travaillée ? Le procédé direct est le plus vraisemblable (Figure 4, p. 20) ; encore faut-il s'en assurer. Puisque les parois sont assez épaisses, et donc que les quantités de métal sont importantes, comment réussissait-on à fondre puis à couler de tels volumes de métal ? Il est à peu près certain que les statues étaient fabriquées en plusieurs pièces, ce qui simplifiait les coulées en question. Mais alors comment assemblait-on les pièces obtenues ? L'assemblage mécanique semble l'hypothèse la plus vraisemblable (par exemple système du tenon bloqué par une goupille) ; ici également, les données qui permettraient de s'en assurer nous manquent.

Il n'en reste pas moins que le passage à la grande statuaire n'a pas sonné le glas de la tradition de Mehrgarh. Les données sont suffisantes pour affirmer que la pratique du cuivre à fort taux de plomb pour la cire perdue a été tenace, certaines grandes statues ont clairement été fabriquées avec cet alliage. En Mésopotamie comme au Balochistan, il semble donc que le cuivre au plomb ne disparaîtra que lorsque le bronze se généralisera, pendant le cours du 2e millénaire (Figure 33, p. 98). Nous verrons en effet dans la 3e partie que le succès du bronze ne s'explique pas seulement par ses excellentes propriétés mécaniques, sa coulabilité est aussi très bonne, en tout cas meilleure que celle du cuivre au plomb.

4. Existe-t-il d'autres foyers de développement précoce de la fonte à la cire perdue en Eurasie ?

On connaît au moins deux autres émergences très précoces de fonte à la cire perdue en Eurasie, Nahal Mishmar et Varna ; elles pourraient être contemporaines, voire avoir précédé la fabrication des amulettes de Mehrgarh. Sur le plan strict de la chronologie, tout dépend en effet de l'hypothèse retenue au sein du très large intervalle de datation des amulettes. Rappelons que les amulettes proviennent du site MR2 de Mehrgarh, uniquement occupé au Chalcolithique ancien, et que le contexte stratigraphique permet de montrer qu'elles n'appartiennent pas aux niveaux les plus profonds du Chalcolithique ancien (-5000 / -4500 av. J.-C.), mais à sa phase plus récente (-4500 / -3600 av. J.-C.) ; cf. Chapitre 1 § 3.3.3 p. 62.

Figure 83 : à gauche : objets en or du cimetière I de Varna fondus à la cire perdue ; au milieu et à droite : objets du dépôt de Nahal Mishmar.

Varna : d'après (Leusch et al., 2015, figure 3) ; Nahal Mishmar : © Israel Museum, Jerusalem, Y. Lehmann.

Le dépôt très spectaculaire de Nahal Mishmar (Israël) a été découvert en 1961, il comptait environ 400 objets presque tous faits à la cire perdue, parmi lesquels une importante série de sceptres et de têtes de masse d'arme (Figure 83, milieu et droite). La technique est assez singulière, puisque certains objets ont été coulés en creux sur des noyaux de pierre, la composition du métal est également surprenante, le cuivre étant le plus souvent très fortement allié non seulement à l'arsenic mais également à l'antimoine (jusque 20 %, Tadmor *et al.*, 1995). Pour

Nahal Mishmar, deux hypothèses de datation s'affrontent ; autour de -4200 ou autour de -3800 av. J.-C. (Gilead & Gošić, 2014).

Un ambitieux projet de recherche a récemment été mené sur le cimetière I de la nécropole de Varna en Bulgarie (-4390 av. J.-C., Krauss *et al.*, 2014). Cela a en particulier conduit à réexaminer la technique de fabrication des objets en or (Leusch*, et al.*, 2015) ; plusieurs d'entre eux pourraient avoir été fabriqués par fonte à la cire perdue. Ainsi, certains objets ont été coulés sous forme de parois minces. Pour ces objets creux, les surfaces intérieures ont été laissées brutes de coulée, les irrégularités de surface constatées pourraient résulter du modèle en cire et du moule en argile (Figure 83, gauche, perle). Par ailleurs, un petit pendentif coulé en plein en forme d'astragale a également été découvert, sa forme tridimensionnelle complexe ne peut avoir été obtenue que par un procédé de type fonte à la cire perdue (Figure 83, gauche, pendentif).

La distance séparant Mehrgarh, Nahal Mishmar et Varna est considérable, et surtout les types d'objets, les techniques, et les matériaux sont totalement différents : du cuivre, puis du cuivre au plomb pour fabriquer des amulettes magico-religieuses à Mehrgarh, des objets de prestige à valeur d'affichage en Cu-As-Sb à Nahal Mishmar, une accumulation de bijoux en or à Varna. L'hypothèse la plus vraisemblable est donc celle de trois inventions indépendantes de la fonte à la cire perdue.

Si les inventions sont indépendantes, il n'est donc pas si important de chercher à connaître qui parmi les trois est plus ancien que l'autre. Il est en revanche beaucoup plus intéressant de se pencher sur ce que chacune des inventions a engendré ; c'est dans cette perspective que l'invention de Mehrgarh prend toute son importance.

Les objets fabriqués par fonte à la cire perdue de Nahal Mishmar, et plus encore ceux de Varna, semblent correspondre à une production très limitée dans le temps, dans le sens où l'on ne peut suivre l'adoption et le développement de la cire perdue à partir de ces découvertes. À Varna, il apparaît de plus en plus clairement que la manipulation exceptionnelle de l'or est un phénomène spécifique, uniquement observé dans quelques tombes et cénotaphes du cimetière I ; il n'y a

pas lieu de généraliser de telles pratiques à l'ensemble du Chalcolithique de la région pontique (Leusch*, et al.*, 2015, p. 364). En revanche, il a bien été montré depuis la découverte du dépôt de Nahal Mishmar en 1961, que l'aire de production et de diffusion des objets faits selon la tradition technique de Nahal Mishmar (c'est-à-dire cire perdue et Cu-As-Sb) s'étendait à l'ensemble du Levant sud (Golden, 2009; Goren, 2009). À Varna comme dans le Levant sud, ce brillant système chalcolithique s'effondrera, stoppant de fait le développement de ces premières traditions de fonte à la cire perdue (Rowan & Golden, 2009, pp. 69-71; Leusch*, et al.*, 2015, p. 372).

5. Conclusion : une formidable trajectoire historique, suivie d'un terrible hiatus

Plus encore que l'invention de la fonte à la cire perdue à Mehrgarh, ce qui est exceptionnel, c'est le succès que la « tradition de Mehrgarh » a ensuite rencontré. La seconde invention, le cuivre au plomb, y est peut-être aussi pour beaucoup. La combinaison des deux va en effet donner naissance à une véritable méthode de fonderie, qui associe une technique de fonte particulière à un alliage spécifique. Nous avions suivi les développements de cette tradition de Mehrgarh sur plus de 2500 ans au sein du seul Balochistan (cf. Chapitre 2), l'élargissement de l'enquête montre qu'elle a été adoptée dans le cours du 4e millénaire sur un territoire qui semble recouvrir une très large partie du Proche-Orient ancien (BMAC, Mésopotamie, Iran).

À compter du milieu du 3e millénaire avant notre ère, le centre de gravité du développement des techniques de fonte à la cire perdue va se déplacer du Balochistan vers la Mésopotamie. C'est en effet à cet endroit, et nul part ailleurs que l'on rencontre les premières grandes statues de métal fondues à la cire perdue ; de telles œuvres n'ont pu être réalisées sans de nouvelles innovations, qui ont donc été le fait de fondeurs mésopotamiens. Malgré ce déplacement, la tradition de Mehrgarh a survécu, puisque le cuivre au plomb n'a pas été abandonné.

La tradition de fonte à la cire perdue née à Mehrgarh a donc connu une trajectoire historique continue et exceptionnellement longue, dont nous avons pu

suivre les principaux développements et la formidable diffusion qui s'en est ensuivie. Mais cette histoire est loin d'être entièrement écrite, elle est tout au mieux légèrement esquissée. Nos connaissances sont pour l'heure beaucoup trop parcellaires. Cela se fait plus particulièrement ressentir dans le domaine de la grande statuaire, où les objets sont rares et peu étudiés, ou alors dans une optique qui ne permet pas de les replacer dans un schéma d'évolution global (cf. l'exemple des trois têtes mésopotamiennes faites en cuivre au plomb). Par ailleurs, ces vestiges ne sont pas seulement rares parce qu'ils ont été refondus dès l'Antiquité : nous devons encore une fois insister sur le grave danger que court aujourd'hui ce patrimoine métallique exceptionnel. Le fait de la découverte d'une statue n'est plus le gage d'un progrès de nos connaissances, nombre des statues exhumées lors des fouilles du début du 20° siècle sont aujourd'hui inaccessibles, ou ont même de nouveau disparu, cette fois probablement à jamais.

Nous n'étudierons pas le 2e millénaire dans ce travail, et pour cause : pris dans son acception géographique la plus large, le Proche-Orient ancien ne connaît en tout et pour tout qu'une seule grande statue métallique (Figure 84, gauche) ! Le 2e millénaire est d'abord et avant tout la période où le bronze se généralise. Rappelons que le bronze apparaît vers -2600, mais reste d'usage sporadique pendant toute la seconde partie du 3e millénaire (cf. Figure 33 p. 98). Pour que le bronze remplace enfin le cuivre arsénié, il faudra attendre le début du 2e millénaire. Le phénomène est impressionnant, puisqu'il se produit dans un court laps de temps à l'échelle de l'Eurasie toute entière (pour une présentation d'ensemble de l'introduction du bronze en Europe, voir Pare, 2000).

Avec le 2e millénaire, le cuivre au plomb est lui aussi définitivement abandonné ; l'influence de la tradition de Mehrgarh sur la pratique de la cire perdue n'est donc plus perceptible. De toute façon et à cette période, interroger le devenir du cuivre au plomb tient de l'anecdote. Moins anecdotique en revanche est la généralisation de cette question : dans la pratique de la fonte à la cire perdue du 2e millénaire au Proche-Orient, que reste-t-il des méthodes et des techniques du 3e millénaire, les savoir-faire se sont-ils transmis ? En première approche, cela ne semble pas être le cas pour ce qui concerne la statuaire métallique ; mais peut-être avons-nous pour l'instant une vision trop partielle de cette question.

Figure 84 : statuaire métallique du 2e millénaire. À gauche : statue de la reine Napirasu, épouse d'Untash-Napirisha, -1340 / -1300, h. 129 cm, Tell de l'Acropole, Suse (Iran), musée du Louvre, DAO inv. Sb 2731. À droite : statuette de Baal brandissant le foudre, -1400 / -1200, h. env. 15 cm, Minet el Beida, port d'Ougarit (Syrie), musée du Louvre, inv AO 11598.

© *R.M.N*

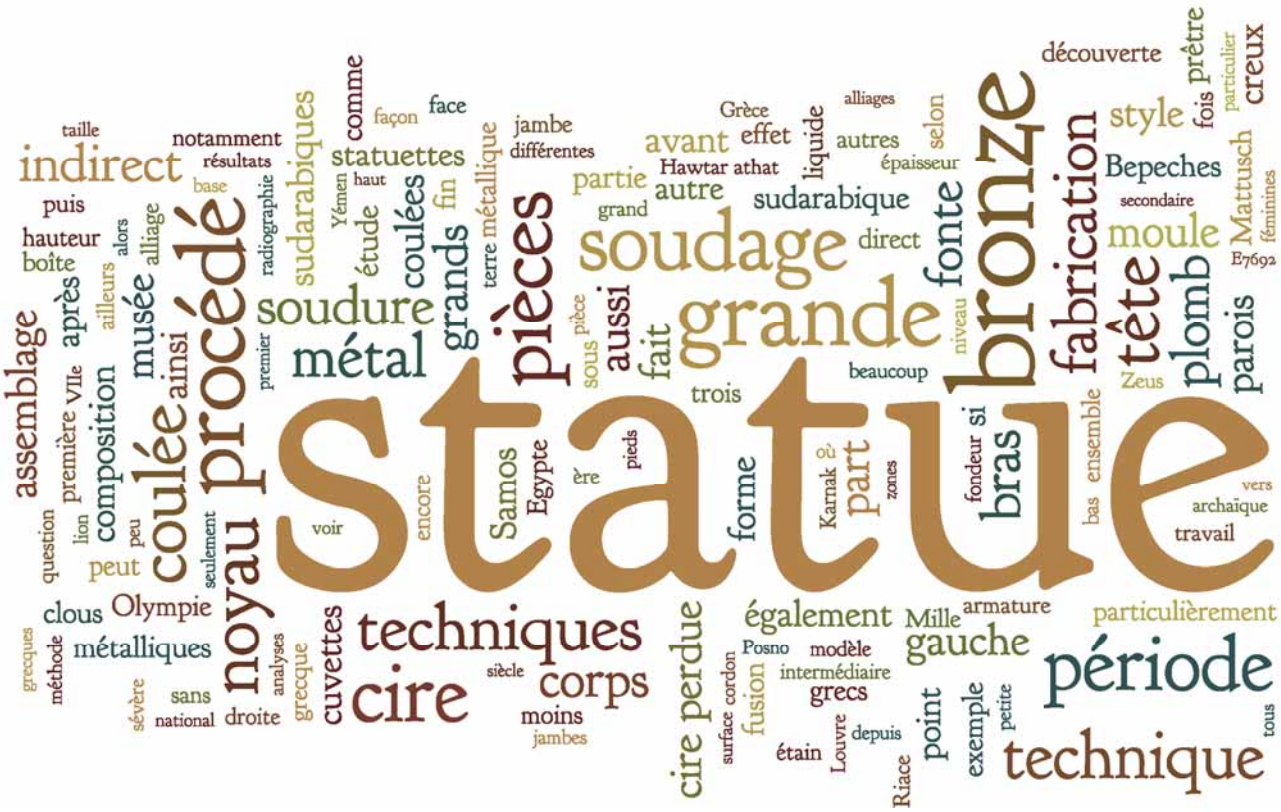
Le Levant du 2e millénaire se distingue par la production d'une petite statuaire métallique de très haute qualité : la cire est travaillée par le procédé direct, le travail est particulièrement soigné et minutieux (traits du visage, détails vestimentaires), de nouvelles couleurs et effets de surface sont recherchés, notamment par le plaquage de feuilles d'or et d'argent (Figure 84, droite). En revanche, la statuaire métallique ne dépasse que très rarement la vingtaine de centimètres, et toutes les coulées se font en plein. On ne connaît pas une seule grande statue de bronze coulé pour cette période au Levant ; le concept même de la fonte en creux semble abandonné dans la statuaire.

La même grille de lecture s'applique en apparence à la petite statuaire métallique de Suse (Tallon *et al.*, 1989). Et pourtant Suse est aussi bel et bien là

pour nous rappeler qu'au moins une grande statue de métal a été coulée à la cire perdue pendant le deuxième millénaire (Figure 84, gauche). La statue de la reine Napirasu, épouse d'Untash-Napirisha (-1340 / -1300) impressionne encore aujourd'hui, non seulement par la masse de métal qu'elle représente (1750 kg !), par sa monumentalité, mais aussi par la qualité artistique exceptionnelle du modelé d'ensemble et de la décoration de surface (Meyers, 2000). La statue a été coulée en creux, mais les parois sont particulièrement épaisses (le bras subsistant est par exemple plein). Autre particularité, la statue a été remplie de bronze, avec pour probable objectif de la lester afin que personne ne puisse la dérober ! Nous ne rentrerons pas davantage dans le détail de sa technique de fabrication ; Napirasu ne peut à elle seule constituer le jalon qui nous manque.

En effet, nous allons bientôt voir que la période comprise entre le 8e et le 6e siècle avant notre ère correspond au démarrage d'un nouvel épisode de production de grande statuaire métallique, en Égypte, au Yémen et dans le monde égéen. Nous verrons que les statues en question partagent des caractéristiques techniques très particulières, qui invitent à rechercher la possibilité de la transmission d'un savoir-faire originel commun. Le territoire proche-oriental est *a priori* le seul candidat potentiel. Mais le bagage que nous recherchons n'est pas porté par la statue de Napirasu, sa technique n'a rien de commun avec celles que nous allons maintenant examiner. En revanche l'existence même de Napirasu apporte une preuve : on a fabriqué des grandes statues de bronze au 2e millénaire par fonte à la cire perdue ; la statue découverte à Suse en serait donc la seule rescapée.

Deuxième partie : les grands bronzes de la première moitié du 1er millénaire av. J.-C.



Dans la première partie de ce travail, nous avons mis en évidence une forme de lien qui unirait les toutes premières fontes à la cire perdue de Mehrgarh (de la fin du 5e ou début du 4e millénaire) aux premières grandes statues de métal de Mésopotamie (2e moitié du 3e millénaire) : un alliage de cuivre au plomb qui était spécifiquement dédié à la fonte à la cire perdue. Ce lien est brisé au 2e millénaire, le cuivre au plomb est devenu anachronique dans un monde où le bronze s'est partout imposé. Il est probable que de grandes statues de bronze ont été fabriquées pendant le 2e millénaire, mais les techniques qui avaient alors cours nous échappent complètement : pour peu que ces statues aient existées, elles ont presque toutes disparu.

Cette deuxième partie propose d'étudier un nouvel âge de la production de grande statuaire métallique par fonte à la cire perdue, qui est non seulement beaucoup plus florissant que le premier âge mésopotamien, mais qui a aussi laissé beaucoup plus de vestiges. Trois grandes aires culturelles distinctes sont concernées : l'Égypte, le monde égéen, et les royaumes sabéens (Yémen). L'étude des techniques de fabrication des grandes statues de ces trois aires culturelles constituera la matière de nos chapitres 4, 5 et 6. Nous nous attacherons tout particulièrement à définir ce qui caractérise la *méthode de fabrication* d'une grande statue pour chacune des aires culturelles considérées. Le chapitre 7 comparera ces trois méthodes, et discutera de la possibilité d'une source unique à l'origine des techniques de la grande statuaire du 1er millénaire avant notre ère.

Une méthodologie commune a été adoptée pour nos différentes études. Notre premier objectif est de remonter aux fondements de ces trois méthodes de fabrication. Pour cette raison, lorsque qu'une période de production de petite statuaire a précédé la fabrication des grands bronzes (Égypte, mondé égéen), nous décrirons les techniques mises en œuvre et nous tenterons de reconstituer les étapes qui ont permis de passer de la petite à la grande statuaire. Dans la mesure du possible, un vocabulaire technique homogène sera employé, afin de faciliter les comparaisons. De même, nous rendrons compte des résultats de nos investigations technologiques en suivant un cheminement qui sera toujours le même, celui de la chaîne opératoire : travail de la cire, travail de la terre (noyau, moule), composition élémentaire des alliages, techniques d'assemblage, réparures et finitions.

Au démarrage de notre programme de recherche sur les techniques de la grande statuaire antique, une base de données a été créée par le département des Antiquités Grecques, Étrusques et Romaines du musée du Louvre (Sophie Descamps), par le Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France (Benoît Mille), avec la participation de Claude Rolley, alors professeur émérite de l'Universite de Bourgogne. Cette base de données, nommée HEPHAISTOS s'est donnée pour objectif d'enregistrer sous une forme normalisée la description des techniques de fabrication des grands bronzes antiques. Progressivement alimentée depuis sa création (la première fiche date de 2005), elle documente à ce jour plus de 750 statues. Nous avons largement fait appel à cette base de données comme outil de construction de notre réflexion. La base HEPHAISTOS a aussi constitué le support d'enregistrement de nos données de terrain lors de la mission d'étude effectuées dans les musées du Yémen (cf. Chapitre 6 p. 322). Les fiches HEPHAISTOS correspondantes sont présentées en annexe D.

Un mot enfin doit être dit sur la distinction que nous faisons dans ce travail entre statuette et statue[38]. Le premier critère est celui de la taille, au-dessus du 1/4 de la taille naturelle (40 à 50 cm), nous considèrerons que nous avons forcément affaire à une statue. En-dessous de l'échelle 1/6, il s'agit d'une statuette (moins de 25 à 30 cm). Pour les échelles intermédiaires, le choix est affaire d'interprétation. Il s'avère généralement que la technique de fabrication d'une statue est complètement différente de celle d'une statuette. Lorsque le critère de taille n'est pas opérant, nous nous aiderons donc des observations techniques pour trancher.

[38] À noter que les échelles que nous utilisons ici ne valent que pour la représentation d'une personne humaine adulte.

Chapitre 4 : les grands bronzes de la Troisième Période intermédiaire en Égypte

En Égypte, le début du premier millénaire avant notre ère est marqué par un art de la grande statuaire de bronze de très grande qualité. Cette époque est celle de la Troisième Période intermédiaire (21-25e dynasties, de 1069 à 664 av. J.-C.). Le style, l'iconographie et les inscriptions dédicatoires portées par certaines statues montrent que l'essentiel de ces bronzes ont été produits au cours de la 22e dynastie, soit de 945 à 715 av. J.-C., dite aussi dynastie libyenne en raison de l'origine de son premier pharaon (Sheshonq Ier)[39]. Un nombre conséquent de statues de cette période a été découvert depuis le XIXe siècle, sans doute autour d'une cinquantaine : si l'inventaire exhaustif n'est pas dressé, elles sont pour la plupart illustrées et discutées dans le catalogue de l'exposition « Gifts for the Gods : Images From Egyptian Temples », tenue au Metropolitan Museum de New York en 2007 (Hill & Schorsch, 2007).

Les statues en question sont des dons faits aux temples, et correspondent à des représentations de rois ou de chefs, de femmes de haute naissance associées à des temples, de prêtres ou de hauts fonctionnaires. À la différence de ce que nous verrons pour la Grèce et le Yémen, les statues ne sont jamais figurées à la taille naturelle, mais plutôt à l'échelle 1/4 à 1/2 (40 à 80 cm de hauteur pour une statue debout) ; la plus grande est une représentation du dieu Horus conservée au musée du Louvre (95.5 cm de hauteur, inv. E7703)[40]. La statue de Karomama est l'exemple archétypal du style raffiné de l'époque libyenne (hauteur 59 cm, musée du Louvre, inv. N500) : élégance et perfection de la silhouette, visage fin et détaillé, fastueux costume figuré par incrustations de matériaux précieux. Les inscriptions du socle précisent les circonstances de sa fabrication : Iahtefnakht, directeur du trésor

[39] Les 23e et 24e dynasties sont de petits royaumes indépendants du delta du Nil qui ont régné en parallèle à la fin de la 22e dynastie ; la 25e dynastie, dite koushite, contrôlait quant à elle la Haute-Egypte de -747 à -664.

[40] Des inscriptions laissent entendre qu'il existait des statues de grande taille (com.pers. M. Etienne).

des temples de Karnak, a fait réaliser la statue « pleine de charme » de Karomama, Divine Adoratrice, afin de perpétuer son souvenir dans le temple d'Amon (Aucouturier *et al.*, 2004, pp. 7-8).

1. Evolution des techniques de la statuaire métallique égyptienne

L'évolution de la statuaire métallique anthropomorphe égyptienne et de ses techniques de fabrication fait l'objet d'actives recherches depuis le XIXe siècle. On trouvera de remarquables synthèses sur le sujet dans le catalogue de l'exposition précitée (Hill & Schorsch, 2007). La statuaire de la Troisième Période intermédiaire apparaît ainsi comme l'apogée d'un art de la fonte à la cire perdue, dont l'origine remonte à la fin du 4e millénaire, au temps de l'Ancien Empire[41]. Les plus anciennes statuettes sont réalisées en fonte pleine, par le procédé direct de fonte à la cire perdue, à partir de cuivre non allié ou de cuivre arsénié. Les premiers exemples de fonte en creux n'apparaissent qu'à la fin du Moyen Empire (début du 2e millénaire), et sont souvent de plus grande taille ; le bronze commence à être utilisé (Hill, 2007a; Schorsch, 2007, pp. 191-193). Les statuettes du Nouvel Empire sont peu nombreuses ; on connaît par contre quelques cas de statues royales ou divines de grandes dimensions, dont en particulier une représentation de Seth conservée à Copenhague (Ny Carlsberg Glyptotek, inv. AEIN 614) : coulée en plein à partir de cuivre non allié, elle mesure 67.5 cm de hauteur (Hill, 2007c; Schorsch & Wypyski, 2009). La grande statuaire métallique de la Troisième Période intermédiaire serait l'aboutissement technique de cette histoire pluriséculaire : si la qualité artistique et technique de ces pièces sont absolument remarquables, si la taille permet sans conteste de classer ces œuvres dans le domaine de la grande statuaire, la technique de fonte résulterait d'un long processus évolutif interne propre à l'Égypte qui aurait permis le passage de la petite à la grande statuaire (Hill, 2007b;

[41] La statue de Pépi Ier et sa réplique miniature ne seront pas décrites ici. Fabriquées à partir de pièces de tôles assemblées et non coulées, elles sont datées de la 6e dynastie (-2323 / -2150) et ont déjà été présentées dans la première partie de ce travail ; cf. Chapitre 3 § 3 L'avènement des premières grandes statues métalliques en Mésopotamie et en Égypte (deuxième moitié du 3e millénaire av. J.-C.). p. 197. Nous interprétons ces statues en tôle comme un épiphénomène technique en réponse à la difficulté de produire des statues de grande taille par fonte à la cire perdue.

Schorsch, 2007, p. 193). Le raisonnement repose ici sur un point essentiel, tous les grands bronzes de la Troisième Période intermédiaire seraient fabriqués par un procédé direct de fonte à la cire perdue. Le procédé indirect aurait quant à lui été introduit beaucoup plus tard, sous les règnes des Ptolémées et sous l'influence des artisans grecs[42].

2. La question du passage de la petite à la grande statuaire

Le principal objectif de ce travail est d'examiner si l'apparition de la grande statuaire métallique dans le cours de la première moitié du 1er millénaire avant notre ère est liée à la mise au point ou l'adoption de techniques spécifiques, et si la fabrication des premières grandes statues peut être qualifiée de phénomène en rupture des traditions préexistantes. Dans ce contexte, le cas des grands bronzes égyptiens de la Troisième Période intermédiaire mérite nécessairement un examen approfondi. De nombreuses interrogations sont en effet soulevées par l'apparente continuité et perméabilité des techniques de petite et grande statuaire métallique en Égypte.

Le premier point concerne les innovations nécessaires pour un passage de la petite à la grande statuaire. En pratique, la transition est en effet loin d'être anodine car le fondeur doit faire face à de nombreuses difficultés : tous paramètres égaux par ailleurs, le volume des moules et la quantité de métal à fondre augmentent au cube de la hauteur ! Nous avons d'ailleurs bien perçu la réalité de cette difficulté lorsque nous avons étudié les premières grandes statues du troisième millénaire au Proche-Orient ancien. Il est possible de pallier à cette contrainte technique en jouant sur plusieurs paramètres. Le fondeur peut essayer de diminuer l'épaisseur des parois métalliques (notamment en ayant recours au procédé indirect), mais il faudra alors améliorer la circulation du métal liquide dans le moule, soit en concevant un système d'alimentation plus efficace, soit en modifiant la composition de l'alliage pour obtenir une meilleure coulabilité. Le progrès peut également porter sur la structure de chauffe : si le four est en mesure

[42] Pour la distinction entre procédés direct et indirect, cf.Introduction § 1 p. 17.

de fondre de plus grandes quantités d'alliage en une seule coulée, il est évidemment possible d'obtenir des statues de plus grande taille. Cette solution est cependant particulièrement dispendieuse en métal et en combustible, et elle trouve de toute façon rapidement ses limites[43]. Une manière très astucieuse de contourner ces problèmes consiste à couler la statue en pièces détachées : cela limite la quantité de métal à fondre, simplifie l'alimentation du moule, et ne nécessite pas d'augmenter l'épaisseur des parois métalliques, puisque la surface à couler restera dans la limite de ce que sait faire le fondeur. Mais cela implique nécessairement la mise au point d'un procédé d'assemblage en mesure de joindre les différentes pièces fabriquées individuellement. Par conséquent, même si la technique de fabrication des grands bronzes de la Troisième Période intermédiaire s'inscrit dans la continuité des époques précédentes, leur production implique nécessairement des innovations techniques qu'il s'agit de bien identifier.

Le second point est lié à la question de la spécialisation. Nous verrons en effet lorsque nous examinerons le cas de la grande statuaire grecque et sudarabique que la fabrication des statues repose clairement sur des techniques très spécifiques (cf. Chapitre 5 p. 257 et Chapitre 6 p. 321). Par ailleurs, on commence à mieux connaître le lieu de fabrication de certaines grandes statues, notamment pour l'époque grecque (Mattusch, 1988, pp. 54-59 et 219-240; Zimmer, 2004; Zimmer & Bairami, 2008), ainsi que pour l'époque romaine (au Levant, Khalil *et al.*, 2013; en Gaule, Thomas *et al.*, 2015 et bibliographie associée). Les fonderies en question sont toutes des lieux spécialisés où l'on ne coulait que des grands bronzes, pas la petite statuaire. La fabrication de la grande statuaire métallique en Grèce, au Yémen et à Rome apparaît donc bien en rupture des techniques de la petite statuaire : elle implique que les verrous techniques ont été identifiés et que des solutions nouvelles ont été mises au point, elle a aussi conduit à la création d'ateliers spécialisés dans lesquels officiait un artisan lui aussi spécialisé, le fondeur de grand bronze. Dans ce contexte, le lien qui unirait la petite et grande statuaire égyptienne serait une notable et très intéressante exception.

[43]Un volume de 3 litres, c'est-à-dire environ 30 kg d'alliage cuivreux, semble une limite difficile à dépasser à cette période. On sait par exemple que les lingots dits « en peau de bœuf », produits à la fin de l'âge du Bronze dans le bassin méditerranéen (1500-1000 av. J.-C.) pesaient au maximum 30 kg et résultaient de plusieurs coulées successives (Pulak, 2000).

La dernière question est celle de l'origine des techniques de la grande statuaire grecque et sudarabique. L'antériorité de la grande statuaire égyptienne est certaine, d'au moins deux siècles par rapport à la statuaire grecque qui n'apparaît pas avant le milieu du 6e s. av. notre ère (cf. Chapitre 5 p. 259 et suivantes). Cela semble par ailleurs confirmé par plusieurs textes antiques qui mentionnent que les bronziers grecs auraient appris l'art de fondre les statues de bronze auprès de Rhoicos et Théodoros de l'île de Samos, deux célèbres sculpteurs de la première moitié du VIe av. J.-C. Or il se trouve justement que les contacts entre l'Égypte et la Grèce sont avérés à cet endroit et à cette période, dans le domaine de la grande sculpture de métal, grâce aux découvertes faites à l'Héraion de Samos (cf. Chapitre 5 § 1.3 p. 273). L'hypothèse d'un emprunt des techniques égyptiennes de la grande statuaire par les Grecs n'est pas neuve, elle est régulièrement évoquée par différents chercheurs. Mais comme le souligne très justement D. Schorsch, elle se heurte à la question du procédé indirect, dont l'importance est ici fondamentale. Ce procédé est en effet à la base de la fabrication de tous les grands bronzes grecs et romains à partir de la période du style sévère (cf. Chapitre 5 § 2 p. 291). Le fait de ne jamais mettre en évidence son utilisation pour la réalisation des grands bronzes égyptiens de la Troisième Période intermédiaire pose donc un grand problème. On comprend alors beaucoup mieux ce qui a conduit D. Schorsch à renverser la perspective, et à proposer que l'usage du procédé indirect en Égypte résulterait en fait d'un emprunt fait aux Grecs à une période très tardive, qui se situerait dans le cours de la période ptolémaïque (-332 / -30).

La grande statuaire métallique égyptienne de la Troisième Période intermédiaire est donc au cœur de notre problématique. Pour cette raison, il nous a semblé indispensable de développer une nouvelle grille de lecture des grands bronzes égyptiens, d'une part pour examiner la question des innovations qui ont nécessairement accompagné la production de cette nouvelle catégorie d'objets, et d'autre part pour disposer d'une base de comparaison homogène avec les techniques grecques et sudarabiques. Pour mener à bien ce projet, quelques statues ont fait l'objet d'une nouvelle étude archéométallurgique, dont nous allons maintenant présenter les résultats.

3. Les techniques égyptiennes de fabrication de la grande statuaire

3.1. Le projet Charisma-Archlab

Peu de temps avant le début de ce travail, le C2RMF fut sollicité par Marc Etienne, conservateur au Département des Antiquités Egyptiennes au musée du Louvre, pour étudier quatre statues de la Troisième Période intermédiaire à l'occasion d'opérations mineures de restauration (Aucouturier *et al.*, 2008). Deux statues d'homme, issues de l'ancienne collection Posno, livrèrent les premiers indices d'une très intéressante technique de fabrication. Suite à cette prometteuse étude préliminaire, de nouvelles radiographies furent effectuées et l'étude fut approfondie, les résultats furent confirmés : les deux statues présentaient les caractéristiques typiques d'une fabrication par le procédé indirect de fonte à la cire perdue (cf. § 3.3 p. 231).

Quelques années auparavant, le laboratoire du British Museum avait procédé à une caractérisation similaire de plusieurs grandes statues de la Troisième Période intermédiaire conservées dans leurs collections. Les résultats de leur étude, résumés dans une courte publication, mettaient fortement en avant la précocité de la grande statuaire métallique en Égypte, mais faisaient état du recours exclusif au procédé direct de fonte à la cire perdue (Taylor *et al.*, 1998, p. 9 & 11) :

Recent cleaning and new scientific research have revealed information on the methods employed in the manufacture of these statues and have underlined their importance as among the earliest lost-wax hollow-cast bronzes of large size currently known. […] It is clear that all the statues were made by direct lost-wax casting.

Au vu des résultats que nous avions obtenus sur les deux statues du Louvre et afin de pouvoir confronter nos résultats, j'ai proposé au British Museum de soumettre ensemble un projet ARCHLAB dans le cadre du programme européen CHARISMA (demande d'accès transnational aux archives de musées et laboratoires associés). Le projet déposé début 2011, a permis de financer la rencontre de l'ensemble des acteurs de ces deux études en novembre 2011 au British Museum (P. Craddock, M. Etienne, B. Mille, S. La Niece, F. Shearman, J.

Taylor). L'ensemble des documentations respectives ont été partagées, plusieurs statues du British Museum, en cours de restauration ou spécialement transportées en réserve pour l'occasion, ont pu être examinées pour des observations de contrôle (Mille, 2011).

Le projet CHARISMA-ARCHLAB a eu pour première conséquence de relancer l'intérêt du British Museum pour cet exceptionnel ensemble de grandes statues, et une publication monographique exhaustive de leur étude est en cours de finalisation (Craddock & Taylor, à paraître). Côté français, une publication est également en préparation ; elle présentera le détail des résultats obtenus sur les statues du musée du Louvre (Mille & Etienne, en préparation). Nous ne présenterons pas ici l'intégralité des données collectées au cours de ce projet ; nous limiterons ici le propos en confrontant deux lots chacun très homogènes, d'une part les cinq grandes statues féminines découvertes à Karnak (Haute-Égypte, trois statues du British Museum, deux du musée du Louvre) et d'autre part les deux statues d'homme de la collection Posno provenant de Basse-Égypte[44].

3.2. Etude archéométallurgique des statues féminines du temple de Karnak (Haute-Égypte)[45]

3.2.1. Contexte de découverte

Les grandes statues féminines font vraisemblablement partie d'un seul et même ensemble votif, découvert dans les années 1820/1830 lors de dégagements effectués sans contrôle dans l'enceinte du grand complexe religieux de Karnak par des pourvoyeurs d'antiquités. Ces « archéologues », dont en particulier un grec nommé Giovanni d'Athanasi, avaient en réalité été dépêchés par plusieurs diplomates européens afin de se constituer des collections d'antiquités.

[44] Les publications finales respectives comporteront un plus grand nombre de statues, notamment pour le British Museum deux grands Osiris découverts à Karnak (EA60718 et EA60719) ainsi qu'une statue d'homme fragmentaire réputée avoir été découverte à Gizah (EA71459), et pour le musée du Louvre la grande statue d'Horus (E7703) et un Osiris (E33130).

[45] Je remercie P. Craddock et J. Taylor de m'avoir autorisé à faire part ici de données inédites collectées auprès des trois statues du British Museum lors de notre rencontre de 2011. Les informations sur les deux statues du musée du Louvre proviennent quant à elles de (Aucouturier, *et al.*, 2004) sur Karomama (N500), de (Colinart & Eveno, 1994; Delange *et al.*, 1995) sur la statue N3390, ainsi que du réexamen des statues et des originaux des radiographies.

Figure 85 : grandes statues féminines probablement découvertes ensemble lors des “fouilles” du temple de Karnak au début du XIXe siècle. Elles sont classées par hauteur décroissante, toutes les photographies sont approximativement à la même échelle.

EA43371 à EA 43373, © British Museum; N500 et N3390, © Musée du Louvre, G. Poncet.

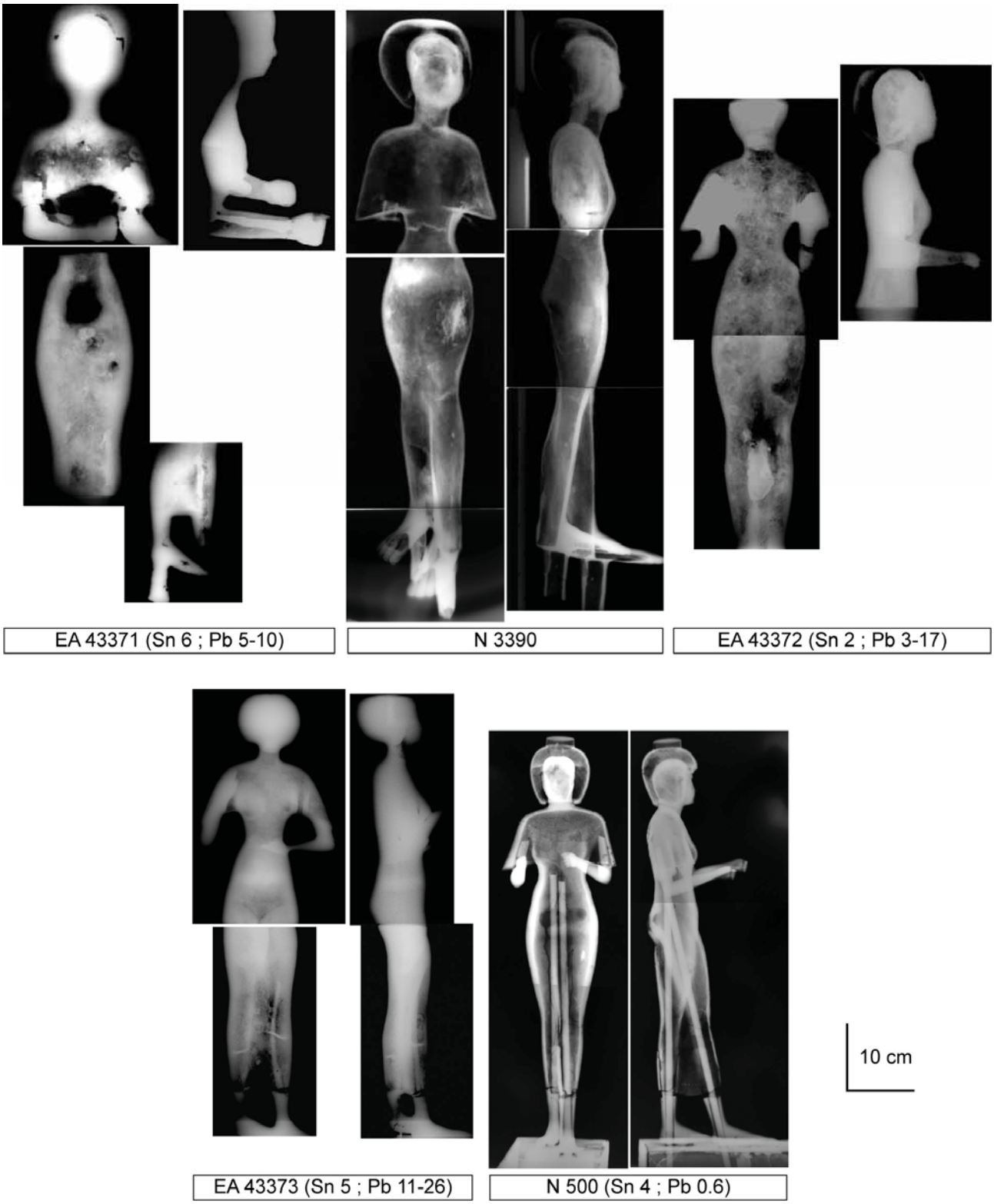


Figure 86 : radiographie X des grandes statues féminines de Karnak. La puissance de l'équipement du laboratoire du British Museum a été insuffisante pour traverser les zones les plus épaisses, il a néanmoins été vérifié que toutes les têtes sont creuses, ce que confirment les radiographies faites au C2RMF sur les deux statues du Louvre. Les teneurs en étain et en plomb sont précisées pour chaque statue, hormis N3390, non analysée. La composition indiquée correspond à la pièce principale (tête+corps+jambes), et non aux pièces assemblées tels que les bras. La variabilité des teneurs en plomb s'explique par la ségrégation du plomb dans la partie basse des statues.

EA43371 à EA 43373, © BM Laboratory, J. Lang ; N500 et N3390, © C2RMF, T. Borel.

Ce n'est que plusieurs années plus tard, après la dispersion des collections de ces diplomates, que d'Athanasi écrivit qu'il avait découvert un important ensemble de statues dans le temple d'Amon-Ré de Karnak (Taylor*, et al.*, 1998, p. 14). L'hypothèse d'une découverte des statues en un seul et même lot repose d'une part sur le fait que toutes ont été acquises à la même période par ces collectionneurs, et d'autre part sur un mode d'altération commun à toutes les statues, lié à la présence systématique d'oxyde cuivrique CuO dans la corrosion (Colinart & Eveno, 1994; Taylor*, et al.*, 1998, p. 14). Il est intéressant de noter à ce sujet que l'oxyde cuivrique (ou ténorite) ne se forme en surface des bronzes que dans des conditions bien particulières, notamment lorsque ceux-ci ont été exposés au feu (Mathis, 2005, p. 61). De récents travaux menés dans la zone nord du site de Karnak rendent plus vraisemblable encore la possibilité d'un lieu de découverte unique, grâce à l'identification d'un ensemble d'édifices liés aux Divines Adoratrices d'Amon et à leurs employés dans le secteur des chapelles osiriennes ; ces constructions étaient placées en liaison directe avec le temple d'Amon-Ré (Coulon & Laisney, 2015).

3.2.2. Description des statues et protocole de l'étude

Le corpus comprend trois grandes statues d'Osiris (EA60718, EA60719 et E33130), qui sont construites à partir d'un seul et unique volume corporel et sont donc de conception relativement simple. De ce fait, elles ne se prêtent pas à des observations discriminantes quant à la technique de fonte à la cire perdue (procédé direct ou indirect). En revanche, les grandes statues féminines sont plus complexes, toutes caractérisées par six volumes corporels distincts et bien individualisés : tête, corps+jambes, avant-bras (x2), pieds (x2). Cette plus grande complexité de la forme a nécessairement confronté le fondeur à de plus grandes difficultés de fabrication, tant pour la réalisation de la forme en cire, que pour la conception des moules de coulée. Cela permet donc de mieux caractériser le degré de savoir-faire des fondeurs égyptiens de la Troisième Période intermédiaire : les parois métalliques sont-elles fines, leur épaisseur est-elle régulière, certaines parties sont-elles coulées en plein, trouve-t-on des assemblages, quelle était la nature de l'alliage ? Pour ces raisons, nous concentrerons désormais le commentaire sur les grandes statues féminines.

L'attitude des cinq statues féminines est très proche : toutes sont représentées debout, le pied gauche avancé et les avant-bras tendus vers l'avant. Toutes tenaient un ou deux objets aujourd'hui perdus, les poings sont à chaque fois serrés autour d'un manche : pour Karomama, il ne fait guère de doute qu'il s'agissait de sistres (Aucouturier*, et al.*, 2004, p. 8). Pour deux d'entre elles, une des deux mains est ouverte (à l'horizontale et paume vers le haut pour EA43372, levée en direction du visiteur pour EA43373). On note dans tous les cas une perruque courte qui encadre étroitement le visage et cache les oreilles, une longue robe dont les manches amples et évasées laissent les avant-bras dégagés, et une très riche parure notamment figurée par des colliers à plusieurs rangs. Les yeux sont représentés de façon très réaliste grâce à la combinaison de différents matériaux incrustés (pour N3390 : verre blanc et calcite teintée en rouge par un colorant organique, Colinart & Eveno, 1994). La statue de Karomama est couverte d'incrustations de différents métaux précieux. Les quatre autres statues étaient quant à elles dorées selon une technique typiquement égyptienne (surface entoilée et couverte d'une préparation blanche à base de carbonate de calcium additionnée d'un peu de colle protéinique, sur laquelle des feuilles d'or ont été fixées, Colinart & Eveno, 1994). L'inscription ne laisse aucun doute sur la fonction de Karomama, elle tenait le très haut rang de Divine Adoratrice d'Amon ; les autres statues, moins richement parées pourraient représenter les « suivantes » des Divines Adoratrices (Coulon & Laisney, 2015, p. 165).

Lors de la rencontre CHARISMA-ARCHLAB de 2011, toutes les données disponibles au C2RMF et au British Museum ont été consultées en collaboration avec nos deux contacts locaux (Susan la Niece et Paul Craddock), notamment via un accès aux bases documentaire EROS (archives du C2RMF), MERLIN (archives du département de la conservation au British Museum) et MELLON (archives du laboratoire du British Museum). Cela a en particulier permis de rassembler l'ensemble des analyses de composition et des radiographies, et de procéder à un réexamen très attentif de ces dernières (Figure 86). De plus, grâce à la participation du département de la Conservation (Fleur Shearman, conservateur-restaurateur des objets métalliques) et du département des Antiquités Egyptiennes (John Taylor, chef du département), plusieurs réunions ont été organisées ainsi que des séances en accès direct auprès des statues du British Museum.

3.2.3. Résultats

Les résultats pris dans leur ensemble confirment l'homogénéité de fabrication des cinq statues, les mêmes techniques ayant à chaque fois été mises en évidence :

- Les statues ont été coulées en quatre pièces séparées. Une première pièce compose le volume principal de la statue, comprenant la tête, le tronc, la partie supérieure des bras et les jambes (y compris les pieds et les tenons de soclage sous les pieds). Les deux avant-bras sont toujours coulés à part, ils comportent des tenons qui s'engagent dans la pièce principale par une ouverture pratiquée au niveau du coude. La perruque est une pièce à part, elle est posée sur le crâne, qui est figuré complet, mais sous la forme d'un simple hémisphère (bien visible sur les radiographies, Figure 86).

- Certaines parties sont élaborées en plein, notamment les pieds et les avant-bras des deux statues les plus petites (EA43373 et N500). Pour les autres statues, seules les extrémités sont en plein (bien visible sur les radiographies pour les mains de EA43371 et pour les orteils de N3390). On retiendra donc que pour des cylindres inférieurs à 20 mm de diamètre (cas des avant-bras des deux statues les plus petites), le fondeur choisissait de couler en plein.

- Les parois métalliques sont relativement épaisses (comparer par exemple avec les bronzes archaïques du Yémen, cf. Chapitre 6 § 3.1 p. 335). Cela est d'autant plus vrai que les statues de Karnak restent relativement petites pour des grands bronzes (60 à 80 cm, soit 1/3 à 1/2 de la taille naturelle). Pour EA43371 et N3390, les épaisseurs mesurées au niveau du vêtement et de la partie creuse des jambes varient entre 4 et 10 mm. Pour EA43372 et EA43373, les épaisseurs mesurées dans les mêmes zones sont plus importantes, 7 à 12 mm. Pour Karomama (N500), le haut du vêtement oscille entre 3 et 6 mm, le bas du corps est plus épais, 4 à 12 mm selon les zones.

- On observe une forte variabilité de l'épaisseur des parois. Nous venons déjà de le constater à l'énoncé des épaisseurs de paroi dans les zones de vêtement, qui correspondent pourtant à des formes géométrique très simples (noter par exemple sur les radiographies le fort décalage entre la face ventrale et dorsale

de N3390, ainsi que l'épaississement au niveau des hanches de N500). Mais les surépaisseurs les plus flagrantes se situent au niveau des visages : la face interne ne suit absolument pas les reliefs imposés par les traits (yeux, nez, bouche). Le métal est tellement épais dans cette région, que la radiographie peine à révéler les détails : les vues de profil effectuées au C2RMF avec un tube de rayons X de 420 kV (200 kV au British Museum) montrent que la paroi mesure au minimum 10 mm, mais qu'elle dépasse sans doute 25 mm dans les zones les plus épaisses : une épaisseur aussi importante montre clairement que les visages ont été directement sculptés et ajoutés sur un noyau de tête de forme sphérique (Figure 86).

- Cette variabilité d'épaisseur est un premier indice en faveur du procédé direct de fonte à la cire perdue. Un second indice vient de l'observation du contour des parois internes : non seulement il ne suit pas fidèlement celui des parois externes, ce qui occasionne les variations d'épaisseur, mais il dessine aussi et surtout une géométrie beaucoup plus simple que les statues, et qui correspond à la forme des noyaux. Cette situation est tout à fait typique du procédé direct : le noyau est façonné dans une première étape et représente une forme très simplifiée de la statue, la cire est ensuite appliquée et directement sculptée sur le noyau au cours d'une seconde étape (cf. Figure 1 et Figure 4). Ces deux observations assurent de façon pratiquement certaine que les cinq grandes statues féminines ont été élaborées par un procédé direct de fonte à la cire perdue, ainsi que cela avait été affirmé par P. Craddock en 1998 et repris par D. Schorsch dans sa synthèse de 2007.

- Les noyaux n'ont pas été retirés après coulée[46], les statues égyptiennes se différencient des statues grecques et romaines sur ce point. Laisser le noyau alourdit inutilement la statue et peut provoquer l'éclatement des parois de la statue sur le long terme : le matériau du noyau étant relativement hygrophile, il se dilate, ce qui peut se révéler très préjudiciable aux parois métalliques. Il se trouve que le noyau était également laissé dans les statues sudarabiques (cf. Chapitre 6 § 3.3 p. 339). Le climat égyptien et yémenite, beaucoup plus sec que

[46] Les noyaux ont néanmoins été plus ou moins complètement extraits de certaines statues (dont en particulier Karomama) au cours des restaurations qui se sont succédées depuis le XIXe siècle.

celui de la partie occidentale du bassin méditerranéen, rendait peut-être cette précaution inutile. Nous verrons cependant que pour la statuaire sudarabique, une explication plus fonctionnelle peut être invoquée. La terre réfractaire composant le noyau des cinq grandes statues féminines a été prélevée, les résultats de l'étude pétrographique par M. Spataro du laboratoire du British Museum seront donnés dans les publications à venir.

- Les cinq grandes statues féminines de Karnak comportaient une armature construite à partir de tiges en fer de section carrée (typiquement 10x10 mm). Dans le cas de Karomama, l'armature antique a été remplacée au XIXe siècle par des tiges de laiton pour renforcer la statue. Pour les quatre autres statues, l'armature est encore présente, mais très difficile à observer sur les radiographies, occultée par la forte épaisseur de bronze. Cette armature était au moins faite de deux tiges dans les jambes qui dépassaient sous les pieds, et d'une tige dans la tête qui sortait par le sommet du crâne. Ces trois tiges s'assemblaient vraisemblablement l'une à l'autre dans le corps pour constituer une seule et unique armature, renforçant et structurant le noyau, mais le détail de cet assemblage n'est pas visible sur les radiographies. Ce dispositif de maintien du noyau n'a pas été jugé suffisant par le fondeur, puisque dans tous les cas, nous avons mis en évidence l'usage de clous distanciateurs, en sus de l'armature. Ces clous distanciateurs étaient également en fer, de section carrée (par exemple EA43373) ou rectangulaire (EA43371), selon les statues. Les clous distanciateurs servaient en complément de l'armature à maintenir le noyau en position dans le moule une fois la cire évacuée. Ils ont été plantés au travers de la couche de cire et du noyau, juste avant l'élaboration du moule de coulée. Après solidification du bronze et décochage du moule, les clous ont été laissés en place (ils étaient généralement retirés pour la statuaire sudarabique, grecque et romaine). La tête des clous a simplement été coupée de façon à ne pas affleurer de la paroi métallique.

- Les avant-bras sont assemblés par le biais d'un dispositif mécanique, la technique est la même pour toutes les statues. Les avant-bras se prolongent sous la forme d'un gros tenon qui pénètre dans une ouverture du vêtement pratiquée au niveau du coude. Un rivet-clavette, passé au travers du vêtement

et du tenon permettait de bloquer l'ensemble en position (Figure 86 et Figure 87). Un dispositif analogue assemblait les statues à leurs bases (tenons sous chaque pied, forés pour laisser une clavette). La technique d'assemblage des coiffures sur le crâne est un peu différente. Pour N3390, la jonction a été observée en détail au moment d'une restauration effectuée dans les années 1990 : deux griffes retenaient la coiffe sur une protubérance au sommet du crâne (extrémité de l'armature en fer traversant la tête ?), un mortier gris présent entre la coiffe et la tête, avec de la calcite comme principal constituant sans ajout de liant organique, fixait l'ensemble (Colinart & Eveno, 1994, p. 138; Delange*, et al.*, 1995). La technique d'assemblage combinait donc un dispositif mécanique et le collage à froid.

Figure 87 : vue rapprochée de la statue N3390, les rivets-clavettes d'assemblage des avant-bras sont indiqués par deux flèches.

- Le dernier point concerne la composition du métal. Nous ne détaillerons pas ici l'ensemble des résultats obtenus par le laboratoire du British Museum (pièce principale, avant-bras, et rivets-clavettes). Nous ferons uniquement état de la

composition moyenne de la pièce principale, c'est-à-dire l'ensemble tête+corps+jambes (voir Figure 86 pour une synthèse de ces résultats). À l'exception de Karomama, qui est élaborée à partir d'un bronze binaire à 4 % d'étain, et de N3390 non analysée, les alliages des autres statues sont des bronzes faiblement alliés à l'étain (2 à 6 % d'étain), renfermant de notables quantités de plomb (5 à 26 %). La teneur en plomb initialement visée par le fondeur s'est révélée particulièrement difficile à évaluer. En effet, une très forte variabilité a été mise en évidence par la réalisation d'analyses en différents points des statues. Le plomb semble se concentrer dans la zone basse des objets. Le diagramme de phase cuivre-plomb est bien connu, il établit que les deux éléments sont quasiment insolubles l'un dans l'autre à l'état solide (Figure 146). Il en résulte que si la solidification est suffisamment lente, le plomb, plus dense que le cuivre, aura tendance à ségréger par gravité vers le bas du moule, ce qui pourrait expliquer le phénomène observé ici. Toutefois, la tendance est tellement marquée qu'elle conduit à se demander si un autre phénomène n'est pas responsable du très fort gradient observé. Il a précédemment été souligné que les statues sont très fortement corrodées, les produits d'altération comprenant notamment de l'oxyde cuivrique CuO, un composé rarement rencontré dans la corrosion des alliages cuivreux archéologiques, hormis lorsque les pièces ont été exposées au feu. Pour un alliage fortement allié au plomb, ce qui est le cas ici, un autre phénomène se produira : le ressuage. Si la température de l'objet dépasse le point de fusion du plomb (327° C), les nodules de plomb se videront, et celui-ci s'écoulera hors de la statue ; il ne restera plus qu'une « éponge de bonze ». Nous avons récemment documenté une situation similaire pour la statue sudarabique de Hawtar'athat : le contrôle métallographique a permis de démontrer que certaines zones de la statue étaient fortement affectées par le ressuage du plomb, la thèse de l'incendie a par ailleurs été confirmée par l'étude en thermoluminescence du noyau (Mille *et al.*, 2010, pp. 48-51). Rencontre-t-on la même situation pour les grandes statues féminines de Karnak ? Seul une coupe métallographique permettrait de répondre. On notera cependant que s'il y a eu exposition au feu, il a aussi fallu que celle-ci soit suffisamment modérée pour ne pas trop affecter la dorure et sa couche de préparation à base de carbonate de calcium. En tout état de cause, pour au moins trois statues sur les

cinq, il est clair que la recette d'alliage initialement souhaitée par le fondeur était un bronze faiblement allié à l'étain (autour de 5 %) et contenant de forts ajouts de plomb (au moins 10 %).

3.2.4. Synthèse

Cette reprise de l'étude des grandes statues féminines de Karnak précise donc les résultats initialement présentés dans la publication de (Taylor*, et al.*, 1998), et confirme globalement ce qui avait initialement été affirmé. Les cinq grandes statues ont très clairement été élaborées par un procédé direct de fonte à la cire perdue. La taille et la complexité des formes des statues ont fort logiquement créé certaines difficultés techniques. Nous rejoignons cependant D. Schorsch sur le fait que la fabrication des grandes statues de Karnak se place dans la continuité des techniques de la petite statuaire égyptienne des périodes antérieures. La fonte en creux n'est pas l'apanage des statues de Karnak, la technique est attestée dès la fin du Moyen Empire, ainsi que le bronze au plomb (Schorsch, 2007, pp. 191-192). Deux innovations marquent l'apparition de ces grandes statues :

- Les dispositifs de maintien des noyaux sont désormais en fer, avec en particulier la présence d'une armature qui structure et renforce des noyaux devenus particulièrement massifs[47]. Logiquement, cela ne pouvait être le cas pour les fontes en creux égyptiennes du 2e millénaire (Schorsch, 2007, p. 193).

- Il a par ailleurs fallu diviser la statue pour simplifier la coulée, et donc faire appel à un procédé d'assemblage pour composer une statue complète. Pour les grandes statues féminines de Karnak, cela a été fait par simple assemblage mécanique, et l'on a pris soin de limiter les jonctions au strict minimum. Nous verrons avec les grands bronzes des autres civilisations antiques que tête, jambes et bras sont pratiquement toujours coulés à part, puis assemblés sur le corps par un procédé d'assemblage beaucoup plus performant.

[47]pour une statue de 80 cm de hauteur, le volume interne est de l'ordre de 10 litres, soit un noyau pesant environ 15 kg.

3.3. Etude archéométallurgique de deux statues d'homme découvertes en Basse-Égypte (collection Posno)

3.3.1. Présentation et datation des deux statues

La découverte aurait été faite en 1873 sur le plateau désertique proche de Saqqara par un grec nommé Marco, elle correspondrait à un dépôt votif comme pour les statues de Karnak. Cet ensemble comprenait, outre les deux statues d'homme discutées ici, une grande représentation du dieu Horus de la Troisième Période intermédiaire, également conservée au musée du Louvre (inv. E7703), une grande statue de Seth de la fin du Nouvel Empire aujourd'hui conservée à Copenhague (inv. AEIN 614), et trois ou quatre autres bronzes de plus petites dimensions (Perdu, 2012, p. 308). Peu de temps après la découverte, Gustave Posno, joailler néerlandais résidant au Caire s'est porté acquéreur des quatre grandes statues, voire de l'ensemble complet. Les statues sont en effet mentionnées dans une première version de son catalogue en 1874. Les trois bronzes aujourd'hui au Louvre ont été acquis lors de la vente aux enchères de la collection Posno à l'hôtel Drouot en 1883 (Schorsch & Wypyski, 2009, p. 181).

La première statue mesure 65.6 cm de hauteur (inv. E7692, Figure 88). Elle représente un homme debout, pied gauche en avant, coiffé d'une perruque ronde qui couvre les oreilles. Les yeux et les sourcils étaient figurés par des incrustations aujourd'hui disparues. La statue était au moins partiellement dorée, en témoignent quelques minuscules fragments de feuille d'or en différents endroits de la statue (difficilement visibles autrement qu'à la loupe binoculaire). Un élément rapporté était serré dans la main gauche fermée, vraisemblablement une canne ; un sceptre pourrait avoir été tenu dans la main droite. Le personnage porte un pagne plissé maintenu par une ceinture fermée dont le nœud est particulièrement proéminent. Le haut du corps est couvert par une peau de panthère peu visible, car incisée après la fonte. Ce costume singulier invite à reconnaître un prêtre, mais l'absence d'inscriptions empêche de l'identifier (Perdu, 2012, pp. 309-314)[48].

[48] La statue a longtemps été dénommée « frère de Mosou » en raison de sa ressemblance avec la deuxième statue.

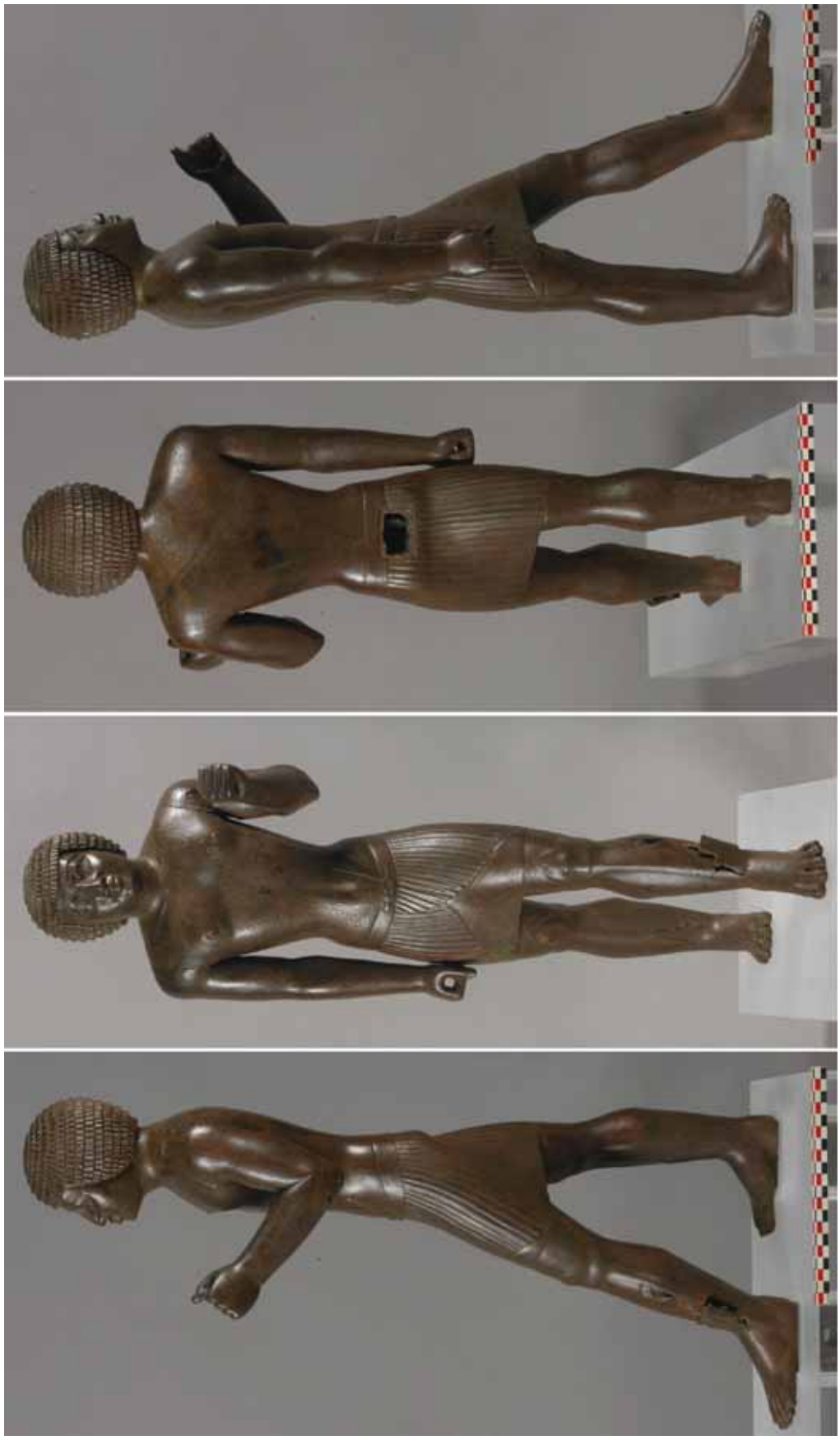


Figure 88 : statue de prêtre, -750 / -650 av. J.-C., musée du Louvre (n° inv E7692, n° C2RMF FZ31866), H. 65.6 cm.

© C2RMF, D. Bagault

Figure 89 : statue de Bepeches, -750 / -650 av. J.-C., musée du Louvre (n° inv. E7693, n° C2RMF 31868), H. 46.7 cm

© C2RMF, D. Bagault

La seconde statue est plus petite, elle mesure 46.7 cm de hauteur, soit un peu plus que le 1/4 de la taille naturelle (inv. E7693, Figure 89). L'attitude est pratiquement la même : le personnage est debout, pied gauche en avant, il tenait lui aussi une canne, mais dans la main droite. La perruque est en revanche plus courte et très compacte, elle laisse les oreilles dégagées. Le pagne est plus serré, les deux pans remontent nettement vers l'intérieur des cuisses, une languette médiane vient masquer l'ouverture. Cette fois, le torse est nu. Les yeux et les sourcils étaient initialement incrustés, des restes de dorure ont également été mis en évidence lors de la restauration. Une inscription gravée sur le torse, sous le pectoral gauche, indique le nom du personnage représenté : « l'enfant de chef des étrangers, Bepeches »[49]. Ce nom reflète une origine étrangère, son titre le désigne comme le descendant d'un chef libyen (Perdu, 2012, pp. 432-435).

Les deux statues sont depuis longtemps considérées comme archaïsantes, c'est-à-dire selon un style et une iconographie faits pour rappeler la statuaire de l'Ancien Empire ; la nouvelle étude d'O. Perdu le confirme en examinant des anomalies chronologiquement significatives : coiffes, pagnes, modelé de certaines parties du corps, attitude. S'appuyant sur le fait que l'archaïsme a été particulièrement en vogue au cours de la 25e dynastie, et que certaines particularités de l'inscription désignant Bepeches sont typiques de cette dynastie, il propose d'attribuer les deux statues à cette période, qui correspond à l'intervalle compris entre la deuxième moitié du VIIIe et la première moitié du VIIe siècle avant notre ère (Perdu, 2012, pp. 314-316 et 435-436).

Avant radiographie, un fragment de noyau prélevé sur la statue E7692 a été daté par thermoluminescence et par luminescence stimulée (TL/OSL) à l'occasion de l'étude préliminaire de 2008 (Aucouturier*, et al.*, 2008). La moyenne des deux mesures donne un âge de 2940 ± 410 ans, soit pour un niveau de confiance de 67 %, une datation comprise entre 1340 et 520 av. J.-C. Ce résultat est compatible avec la datation stylistique proposée par O. Perdu.

[49] Une première lecture de l'inscription un peu différente, a conduit à longtemps appeler cette statue « Bachasou, fils de Mosou ».

3.3.2. Un procédé indirect de fonte à la cire perdue !

Les deux statues ont été étudiées et analysées au C2RMF. Les radiographies X montrent que dans les deux cas la fonte est en creux, et que le noyau est encore présent (Figure 90 et Figure 91). La statue de prêtre E7692 a été coulée en trois pièces : corps+jambes+tête (y compris la perruque) et bras (x2) ; la statue de Bepeches est quant à elle en quatre pièces : corps+jambes+tête, perruque et bras (x2). Les zones traitées en plein ne concernent que les extrémités : pieds et mains pour le prêtre, pieds uniquement pour Bepeches.

Dans le cas de Bepeches, les parois métalliques sont très fines et très régulières, quelle que soit la zone considérée. Une épaisseur moyenne de 3 mm est constatée pour le corps, les jambes et les bras (min. 2 mm, max 4 mm). On remarque tout de même une sous-épaisseur sur la face postérieure, ce qui a occasionné quelques défauts de fonderie et une certaine fragilité, et explique sans doute les fissures visibles dans le bas du dos. On soulignera que les mains de Bepeches sont intégralement creuses, ce qui est particulièrement rare, même en élargissant au contexte plus général de la grande statuaire antique. La tête est elle aussi totalement creuse, y compris les oreilles : la paroi métallique suit fidèlement tous les détails du visage (creux des yeux, bosse du nez). La paroi métallique de la tête est toutefois un peu plus épaisse (moyenne 4 mm, min. 3 mm, max. 5 mm). Sur la radiographie de face, le décalage d'épaisseur corps-tête est d'ailleurs très visible à la base du cou. Ce décalage trahit la fabrication à part de la tête en cire. Corps et tête ont donc été assemblés par un *joint cire-cire* (soudure entre deux pièces de cire). L'existence de ce joint est corroborée par la mise en évidence d'un montage entre le noyau de la tête et le noyau du corps. Ce montage est quant lui révélé à la fois par la présence de *gerces* qui suivent la jonction présumée[50], et par l'aspect radiographique très différent des deux noyaux (Figure 91).

[50] Gerce : infiltration de métal dans une fissure ou entre deux pièces de noyau. Il en résulte des crêtes métalliques globalement perpendiculaires aux parois (souvent marquées par une certaine sinuosité qui correspond au tracé de la fissure). Les gerces sont très facilement mises en évidence par un examen radiographique.

Figure 90 : radiographie X de face et de profil de la statue de prêtre (n° inv. E7692)

© C2RMF, T. Borel

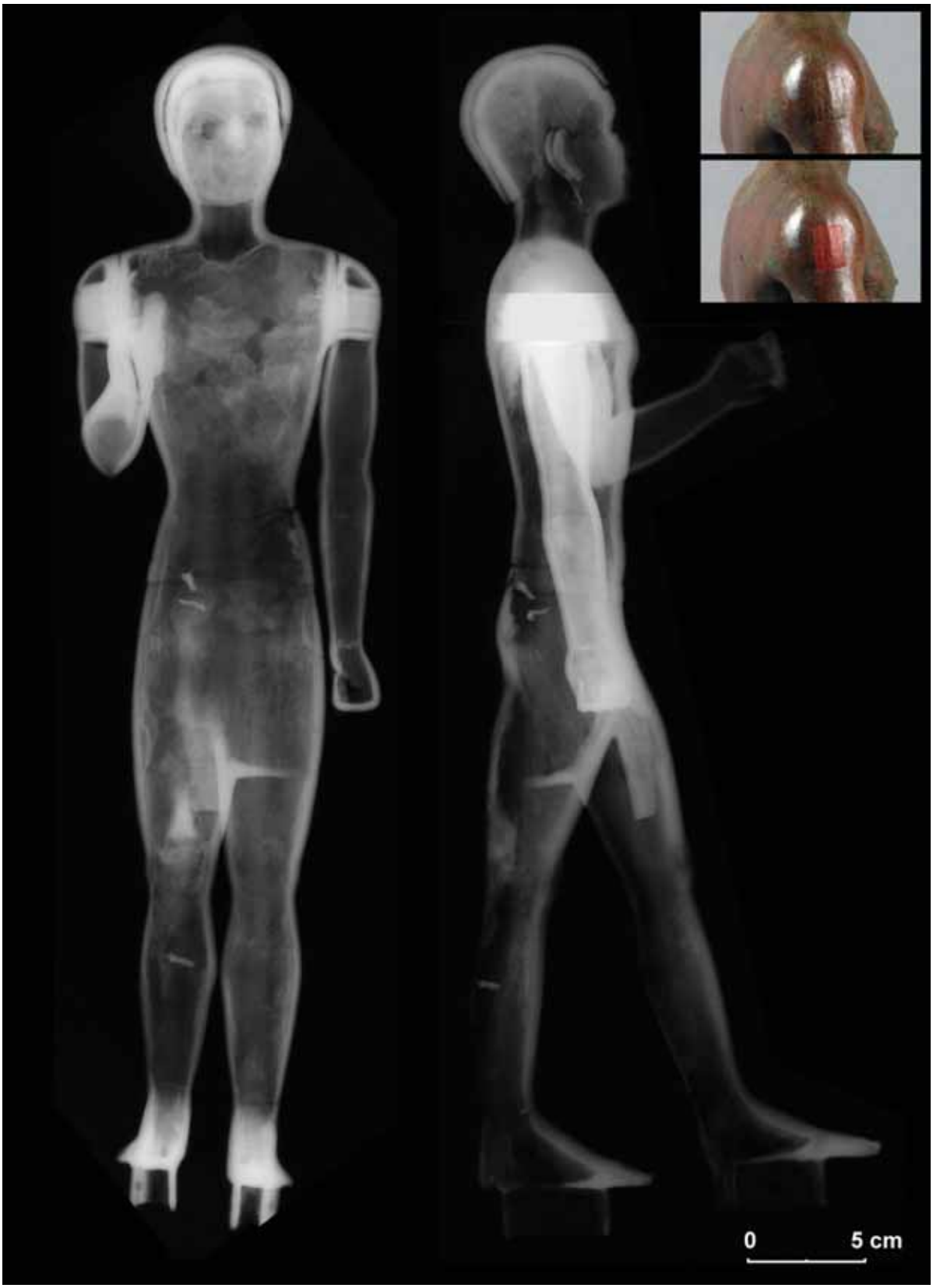


Figure 91 : radiographie X de face et de profil de la statue de Bepeches (n° inv. E7693). En médaillon, photographies de la soudure en boîte du bras droit. La soudure a été effectuée en haut du bras, depuis la face latérale externe, où le métal d'apport affleure directement (figuré par une surimpression rouge sur l'image du bas).

© C2RMF, T. Borel et D. Bagault

On note certaines différences dans le travail de la cire pour la statue du prêtre. Les parois sont plus épaisses et moins régulières : la valeur visée par le fondeur semble être de l'ordre de 5 mm, mais varie de 3.5 à 7 mm selon les zones (Figure 90). Deux zones sont particulièrement affectée par une sous-épaisseur, elles se trouvent sur la face antérieure de la statue : vers le bas des jambes, et au niveau du flanc gauche. Il en a résulté de nombreux défauts de fonderie qui ont fait l'objet d'une soigneuse réparure (cf. § 3.3.6). Au niveau du visage, on observe que le nez et les yeux ont également imposé leurs reliefs en face interne. Cependant, la face est cette fois marquée par une très nette adjonction de matière, au point qu'une radiographie selon des conditions spécialement adaptées (non reproduite ici) a été nécessaire pour visualiser et mesurer cette paroi ; elle avoisine 9 mm d'épaisseur. Au niveau du bras droit, une gerce coupe le membre en deux parties dans le sens de la longueur, ce qui met en évidence un noyau fait en deux pièces ; ce point est essentiel pour la détermination du procédé de fonte à la cire perdue utilisé (voir ci-après). Une gerce identique existe dans la partie haute du bras gauche. D'autres gerces sont visibles, notamment à la base du cou. Elles sont similaires à celles vues sur Bepeches et constituent les indices d'une très probable fabrication individualisée de la tête en cire. En termes de conception, la différence la plus significative entre les deux statues réside dans la perruque. Pour Bepeches, il s'agit d'une pièce métallique coulée à part puis fixée sur le crâne hémisphérique nu, cette méthode s'apparente à ce que nous avons décrit pour les grandes statues féminines de Karnak. Pour la statue de prêtre, la perruque était également une pièce individuelle lors de la phase cire. Mais la perruque et la tête ont été assemblées avant la coulée par un joint cire-cire. En conséquence, et de façon très logique, la perruque repose directement sur le haut du visage et sur la nuque, il n'y a pas de réceptacle métallique.

La régularité et la grande finesse des parois métalliques de la statue de Bepeches font très nettement pencher la balance en faveur du procédé indirect de fonte à la cire perdue. Il serait extrêmement difficile, voire impossible, de réaliser des parois telles que celles-ci par le procédé direct : il faudrait pour cela imaginer que l'artisan a sculpté en terre un noyau qui serait la réplique exacte de la statue, mais ôtée de 3 mm ! En revanche, par le procédé indirect, un tel résultat s'obtient très facilement. L'artisan prend l'empreinte d'un modèle préexistant de la statue. Il

fabrique pour cela un moule à bon creux, c'est-à-dire un moule démontable ne comportant aucune contre-dépouille, puis applique à l'intérieur de chaque pièce de moule une couche de cire (Figure 1 et Figure 5). On conçoit aisément que cette technique permet de bien contrôler l'épaisseur et la régularité de la couche de cire, et de facilement réaliser des parois d'une très grande finesse.

Pour la statue de prêtre, le montage longitudinal de noyau dans le bras droit assure de façon quasi-certaine que cette pièce a été obtenue par le procédé indirect de fonte à la cire perdue. Les gerces vues dans la partie haute du bras gauche montrent qu'il a lui aussi été fabriqué suivant cette technique. Chaque demi-bras, coupé dans le sens de la longueur, a été garni de cire puis rempli de noyau. Les demi-bras, qui prennent donc une forme de « gouttière », ont ensuite été assemblés par deux joints cire-cire. Cela a également imposé un montage de noyau. Malgré la grande qualité de ce montage, il subsistait un léger interstice entre les deux pièces du noyau dans lequel le métal s'est infiltré au moment de la coulée, formant ces gerces si caractéristiques mises en évidence par la radiographie (Figure 91). Il n'y a aucune raison de fabriquer un bras en deux pièces si l'on fait appel au procédé direct de fonte à la cire perdue.

Ajoutons enfin que le procédé indirect implique nécessairement qu'une statue sera composée à partir de l'assemblage d'un grand nombre de pièces de cire (cf. Figure 1 et Figure 5). Les différents joints cire-cire que nous avons mis en évidence sont autant de preuves que les statues résultent d'une fabrication par petites pièces de cire assemblées ; voir en particulier les jonctions à la base du cou des deux statues, ainsi que la perruque de la statue E7692. Ces joints à la cire sont très difficiles à mettre en évidence, le plus souvent ils ne laissent aucunes traces, nombre nous ont forcément échappé (notamment pour les jambes, les mains et les pieds). Il faut en tout cas retenir qu'une fabrication par pièces de cire assemblées est une nécessité dans le cas du procédé indirect, alors que rien ne la justifie dans le cas du procédé direct.

Toutes les observations technologiques convergent donc pour indiquer, sans ambigüité, que les deux statues d'homme de la collection Posno sont issues d'une fabrication par un procédé indirect de fonte à la cire perdue.

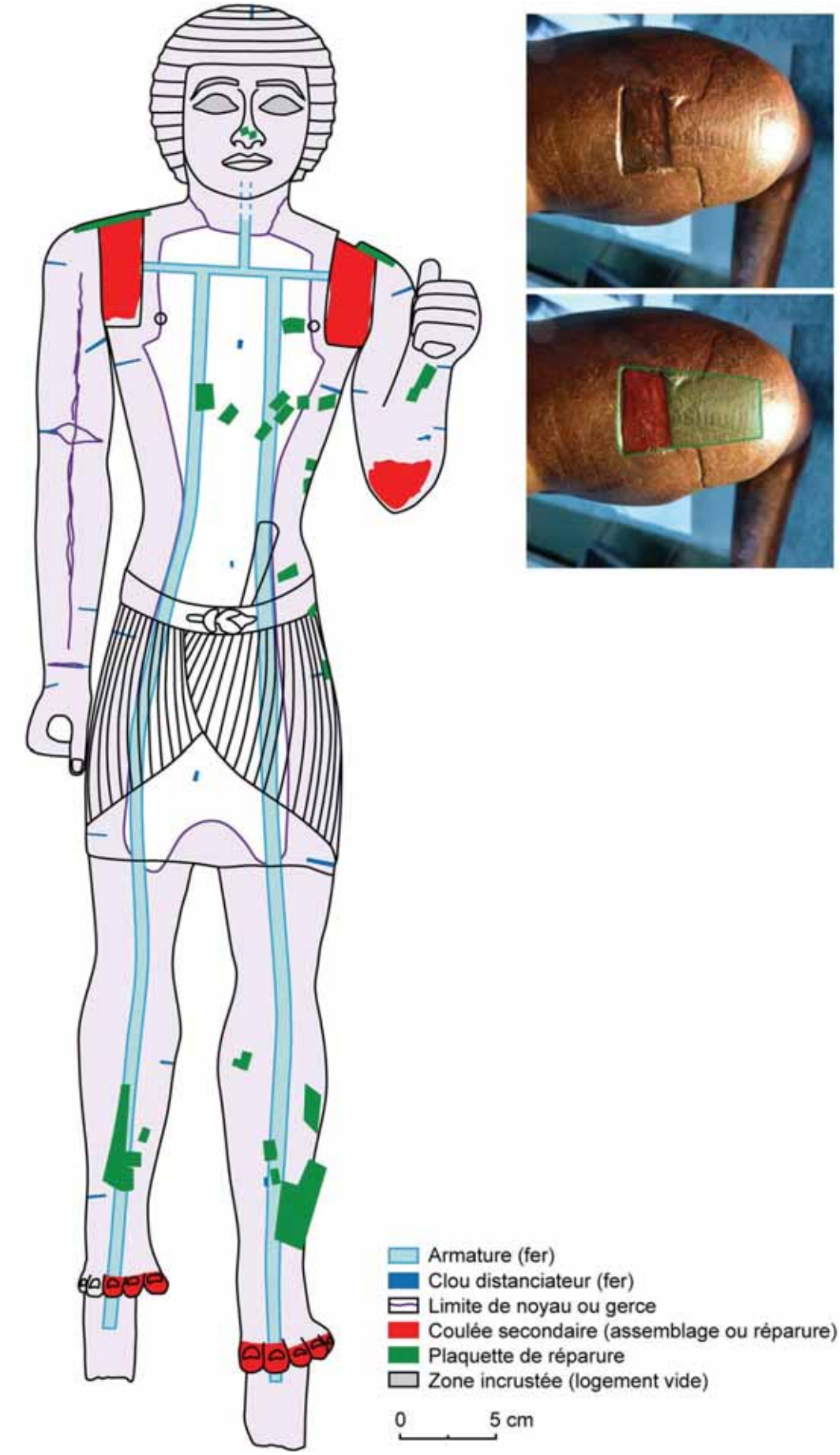

Armature (fer)
Clou distanciateur (fer)
Limite de noyau ou gerce
Coulée secondaire (assemblage ou réparure)
Plaquette de réparure
Zone incrustée (logement vide)
0
5 cm

Figure 92 : relevé des principales observations technologiques effectuées en surface et à l'intérieur de la statue de prêtre (n° inv.E7692). Les épaisseurs de parois métalliques ne sont pas indiquées, elles peuvent être évaluées sur les radiographies de la Figure 90. En médaillon, détails de la soudure en boîte du bras gauche. Le soudage a été effectué depuis l'épaule, la boîte a ensuite été dissimulée par une grande plaquette de réparure (en vert sur l'image du bas). Une partie de la plaquette est aujourd'hui manquante, ce qui permet de directement observer le métal d'apport qui remplit la boîte (en rouge sur l'image du bas).

3.3.3. Noyaux, armatures et clous distanciateurs

La radiographie met en évidence la présence d'une armature en fer dans les deux statues. Celle de Bepeches est faite de deux tiges de section carrée de 5 mm de côté. Les tiges sont directement visibles dans les tenons sous les pieds, passent par les jambes, traversent le corps et la tête et terminent côte à côte au sommet du crâne (elles affleurent sous la perruque). L'armature de la statue du prêtre est un peu plus complexe (Figure 92). Comme précédemment, on trouve deux tiges dans les tenons qui entrent dans la statue par le dessous des pieds, traversent les jambes, puis le corps (section carrée, 8 mm de côté). Mais les deux tiges se connectent ensuite à une barre horizontale placée au niveau des pectoraux de la statue. À partir de cette barre horizontale, une troisième tige verticale monte seule dans la tête. La radiographie ne permet pas de voir où se termine l'armature de la tête ; elle ne semble pas déboucher au sommet du crâne puisque nous avons identifié à cet endroit un clou distanciateur (pointe dont la section est rectangulaire et beaucoup plus petite que les tiges carrées des armatures). Ce type d'armature plus élaborée que la précédente permet d'éviter la présence de deux armatures dans l'espace exigu de la tête.

Les armatures traversant intégralement une statue sont difficiles à mettre en place lorsque celle-ci est fabriquée par un procédé indirect de fonte à la cire perdue. Dans le scénario le plus simple, cela impose de recomposer la statue en assemblant les différentes pièces de cire, puis de placer l'armature, et, dans une dernière étape, de remplir la cavité interne par le noyau. Le problème se complique encore s'il existe des montages de noyau, comme dans le cas de la tête des deux statues Posno. Cela implique dans un premier temps que les armatures ont été préparées puis introduites dans les têtes en cire, qui ont ensuite été remplies avec le noyau. Dans un second temps, l'ensemble tête-armature ainsi constitué a été assemblé sur le corps par un joint-cire-cire, et, dans une dernière opération, le corps a été rempli avec le noyau. Cette mise en œuvre complexe pourrait avoir été

imposée par les caractéristiques physiques du noyau : si la pâte argileuse n'est pas suffisamment fluide pour être coulée, il faut la « pousser » dans les creux, ce qui exige de conserver un accès permettant d'introduire un outil. Nous reviendrons sur la question des armatures dans la dernière partie de ce chapitre (cf. § 4 p. 255) et lorsque nous comparerons les techniques égyptiennes, grecques et sudarabiques (cf. Chapitre 7 p. 353). Signalons déjà que si l'armature facilite grandement la fabrication d'une grande fonte creuse par le procédé direct, elle est excessivement difficile à placer dans une statue faite par un procédé indirect, et surtout, son utilité est discutable.

Les noyaux des deux statues ont été prélevés et analysés par M. Spataro du laboratoire du British Museum, les résultats de son étude pétrographique seront intégrés dans la publication dédiée aux deux statues de la collection Posno (en préparation). Comme pour les grandes statues féminines de Karnak, le noyau a été laissé à l'intérieur des statues. Nous avons déjà cité l'existence de montages entre différentes pièces de noyau, qui montrent que selon toute vraisemblance la pâte argileuse n'était pas très fluide, ce qui ne permettait pas de couler le noyau. Les pièces de cire semblent ainsi avoir été remplies une à une, et le fondeur a ensuite procédé à quelques délicats montages de noyau au cours de l'étape qui a vu la réalisation des joints cire-cire. La statue de Bepeches n'appelle pas davantage de commentaires sur la question des noyaux. En revanche, une technique très singulière de noyautage est attestée pour la statue de prêtre, qui n'avait pour l'instant été identifiée que dans la statuaire sudarabique (cf. Chapitre 6 § 3.3 p. 339). La radiographie montre en effet que le noyau présent dans le corps est lui-même creux (Figure 91 et Figure 92) ! L'intérêt du noyau creux est évident dans le cas où celui-ci n'est pas retiré de la statue, cela allège considérablement l'ensemble. Ce noyau creux pose cependant la question de la technique de sa mise en place. Un tel noyautage revient à revêtir la couche de cire par une couche de terre réfractaire (10 à 20 mm d'épaisseur selon les zones). Une fois de plus, cela implique de pouvoir travailler la statue depuis la face interne, ce qui au passage valide définitivement l'hypothèse du procédé indirect. Comment cet accès a-t-il été rendu possible ? Le corps et son noyau creux ont-t-il été constitués à partir de deux coques assemblées par un joint cire-cire selon des modalités analogues à la grande statue sudarabique de Hawtar'athat (Mille*, et al.*, 2010, pp. 37-38) ? Le noyau peut

aussi avoir été introduit par l'ouverture du pagne, avant le montage des jambes de cire. Seule l'étude tomographique approfondie de cette région pourrait apporter les précisions nécessaires.

Le maintien du noyau dans le moule pendant la coulée n'était pas seulement assuré par les armatures. On note également la présence de clous distanciateurs sur les deux statues. Pour le prêtre E7692, ils sont en fer, de section rectangulaire (3x1.5 mm²), et disposés en quinconce environ tous les 10 cm. Pour Bepeches, la situation est une fois de plus un peu différente. On trouve en premier lieu quelques petites pointes en alliage cuivreux de forme triangulaire, obtenues par simple découpe dans une fine tôle métallique (triangles mesurant environ 4 mm à la base et 10 à 15 mm de longueur). Ces pointes sont très visibles sur les radiographies : on en compte seulement trois (une dans la jambe droite, les deux autres dans le bas du dos). Y en avait-il davantage ? Certaines ont-elles volontairement été enlevées ? Certaines ont-elles fondues lors de la coulée ? Par ailleurs, la statue comporte aussi quelques petits clous distanciateurs en fer de section rectangulaire (2x0.7 mm²), en particulier dans les bras.

On retrouve donc pour les deux statues un système de maintien du noyau associant armature et clous distanciateurs, ce qui constitue un point commun avec les grandes statues féminines de Karnak. Il existe même un rapprochement supplémentaire puisque les clous distanciateurs n'ont pas été retirés après la coulée.

3.3.4. Une forme très originale de soudure

Les deux statues de la collection Posno n'ont pas été coulées en un seul jet, mais résultent de l'assemblage de trois (E7692) ou quatre (E7693) pièces, coulées individuellement puis assemblées. La taille et la géométrie sont similaires aux statues de Karnak, ce qui impose au fondeur les mêmes contraintes et provoque logiquement les mêmes effets : l'assemblage concerne les membres supérieurs (seuls volumes totalement disjoints du reste du corps). Mais la ressemblance s'arrête là, car pour le reste, la situation est ici totalement différente. Tout d'abord, l'assemblage n'est pas effectué au niveau du coude, mais au niveau de l'épaule.

Mais surtout, il ne s'agit plus d'une jonction mécanique (tenon bloqué par un rivet), mais d'un assemblage soudé.

Les soudures en question ont été effectuées en versant du bronze liquide (coulée secondaire) dans un espace ménagé entre les deux pièces à joindre (coulées primaires). Cette technique de soudage est désormais très bien documentée : associée au procédé indirect de fonte à la cire perdue, elle est à la base de la fabrication de tous les grands bronzes de l'Antiquité grecque et romaine (Steinberg, 1973; Mille & Robcis, 2012, pp. 102-104). Les caractéristiques de ces assemblages ont permis de montrer que le soudage met en jeu la fusion partielle du bord des deux pièces à assembler, le procédé est ainsi désormais décrit par l'expression *soudage par fusion au bronze liquide* (Azéma *et al.*, 2011; Azéma, 2013). La découverte d'assemblages soudés sur deux grandes statues égyptiennes de la Troisième Période intermédiaire est donc particulièrement importante, d'autant plus que cette technique est utilisée en association avec le procédé indirect, comme au Yémen, et comme en Grèce (cf. Chapitre 5 à Chapitre 7).

Dans le cas égyptien cependant, le soudage est effectué selon des modalités très originales, jamais rencontrées sur une statue grecque ou sudarabique : *la soudure en boîte*. Pour les deux statues de la collection Posno, la procédure de soudage est globalement identique : deux pièces sont fabriquées (coulées primaires) en prenant soin de ménager un espace qui forme une boîte rectangulaire dans la zone à joindre, espace dans lequel du bronze liquide a été versé (coulée secondaire).

Dans le cas de la statue de Bepeches, les deux boîtes ont été aménagées depuis la face latérale externe des bras. Les parois de ces boîtes sont très facilement visibles sur les radiographies de face de la statue (Figure 91). Le fond des deux boîtes ne fait pas partie des bras : il correspond à la paroi métallique du corps, et c'est précisément à cet endroit que s'effectue la soudure. S'il se trouve que le bras droit a été soudé en premier, la procédure d'assemblage consisterait à coucher la statue sur le côté gauche, à bloquer le bras droit en position et à verser le métal d'apport dans la boîte. En couchant ensuite la statue sur le côté droit, le bras gauche a été soudé de la même manière. Le métal d'apport est directement visible en surface de la statue (médaillon de la Figure 91). La boîte présente dans le

bras droit mesure H 2.0 x L 1.3 x P 2.2 cm^3, celle du bras gauche H 1.8 x L 1.2 x P 2.0 mm^3, soit un volume respectif de 5.7 et 4.3 cm^3. Ce volume équivaut à une cinquantaine de grammes d'alliage cuivreux, c'est la quantité de métal d'apport qui a été versée par le fondeur pour souder chaque bras.

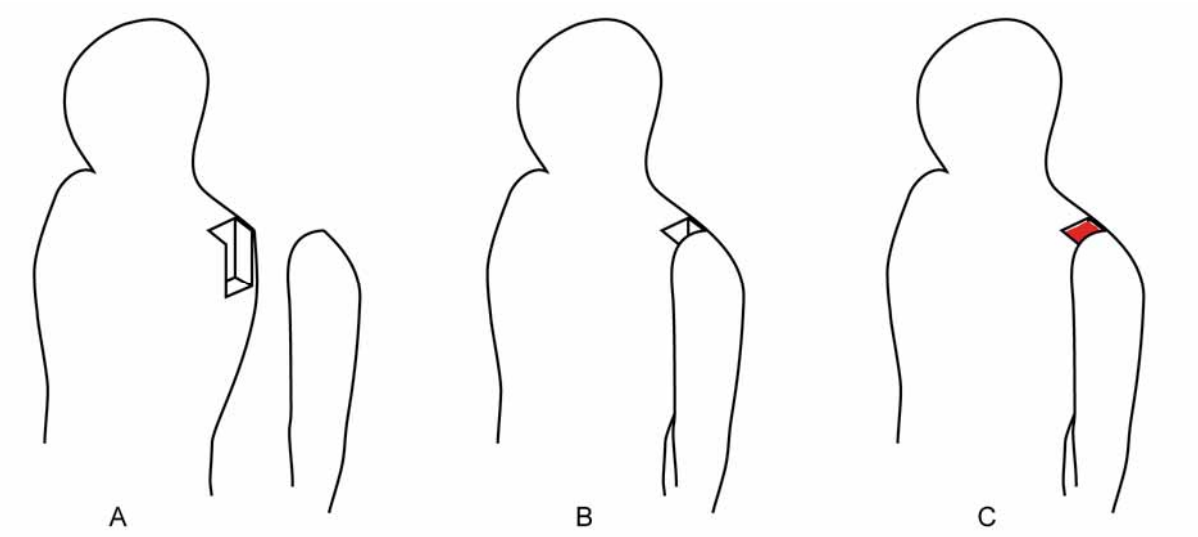


Figure 93 : principe du soudage en boîte, exemple de l'assemblage du bras gauche de la statue de prêtre (E7692). A : bras gauche et corps avant assemblage (coulées primaires), remarquer que la boîte est ici préparée dans l'espace sous l'épaule. B : le bras gauche est mis en place, fermant le dernier côté de la boîte. C : le métal d'apport est versé dans la boîte, il possède la même composition que les deux coulées primaires (coulée secondaire d'assemblage). NB : la grande plaquette de réparure, qui masque le dessus de la boîte n'est pas représentée.

Dans le cas du prêtre, les boîtes ont été alimentées par le dessus de l'épaule, le soudage a donc été effectué statue debout. Cette fois, les boîtes ne sont pas aménagées dans les bras, mais dans le volume du corps, sous l'épaule, le contact avec le bras s'effectuant sur le côté externe de la boîte (Figure 90 et Figure 92). C'est d'ailleurs la paroi du bras qui constitue le dernier côté, celui qui « ferme » la boîte. Les boîtes sont nettement plus profondes que pour la statue de Bepeches : bras droit l 2.4 x L 1.8 x P 5.3 cm^3, bras gauche l 2.0 x L 2.0 x P 5.2 cm^3, c'est à dire un volume respectif de 23 et 21 cm^3, ce qui représente environ 220 g d'alliage cuivreux pour chaque soudure. On signalera enfin une différence de traitement substantielle entre les deux statues, puisque les épaules du prêtre sont couvertes par deux grandes plaquettes de réparure, qui forment une sorte de couvercle permettant de dissimuler la boîte et son remplissage (Figure 92 et son médaillon).

Malgré ce mode d'aménagement spécifique, le soudage en boîte « à l'égyptienne » ne constitue rien d'autre qu'une variante supplémentaire de la

technique de soudage par fusion au bronze liquide. En effet, l'aménagement de ces boîtes procède de la même recherche que les fondeurs antiques ont effectuée afin de constituer des *réservoirs de chaleur*, comme ce sera également le cas dans les autres contextes qui seront examinés : le soudage en anneau des fondeurs sudarabiques en est une autre illustration (cf. Chapitre 6 § 3.5 p. 345), le soudage en cuvettes des techniques grecques et romaines en est un dernier exemple, d'ailleurs particulièrement abouti (cf. Chapitre 5 § 2.3.2 p. 306). Les études expérimentales qui ont récemment été menées pour étudier les paramètres thermiques et chimiques qui contrôlent le soudage par fusion au bronze liquide ont montré que la clé de la réussite réside dans le contrôle du transfert de chaleur, depuis le métal d'apport (qui est l'unique source d'énergie du procédé) vers le métal des pièces à joindre (Azéma, 2013). Le rapport entre *surface à souder* et *volume de métal d'apport à verser* devait être connu de manière empirique par les fondeurs antiques, qui ajustaient donc la dimension du réservoir en fonction de la surface de soudure à effectuer (ici des boîtes rectangulaires).

Le soudage par fusion au bronze liquide est documenté pour la première fois sur les grands bronzes de la Troisième Période intermédiaire en Égypte. Les soudures, en forme de boîte, correspondent à la version la plus rudimentaire de tous les procédés de soudage par fusion au bronze liquide que nous connaissons. La technique est d'une part extrêmement contraignante puisqu'elle oblige à fabriquer les boîtes dès l'étape du travail de la cire. C'est en effet dans la cire que les bras de Bepeches et les épaules du prêtre ont été entaillés, afin d'y introduire les feuilles de cire qui constitueront les différentes faces de la boîte. Le procédé oblige donc à une préparation du soudage très en amont, et au prix d'aménagements longs et complexes. D'autre part, cette technique d'assemblage est seulement applicable aux bras d'une statue. En effet, on ne voit pas bien comment la soudure en boîte pourrait être transposée à l'assemblage d'une tête sur un cou, ou d'une jambe sur le bas d'un corps. Ce dernier point constitue selon nous la principale faiblesse de la méthode égyptienne. Qu'il s'agisse du soudage en anneau ou du soudage en cuvettes, les méthodes sudarabiques et grecques s'accommodent beaucoup plus facilement des contraintes géométriques. Les fondeurs ont bien entendu exploité ces potentialités supérieures et ont multiplié les assemblages : en Grèce ou au Yémen, une statue d'homme est ainsi

classiquement coulée en six pièces : tête, bras (x2), corps, jambes (x2), voire davantage (mains, pieds, …). Ce dernier point est extrêmement important, il donne une piste d'explication au fait que la grande statuaire métallique égyptienne de la Troisième Période intermédiaire ne s'est jamais développée au point de produire des représentations humaines à la taille naturelle.

La perruque de la statue de Bepeches semble simplement posée sur le crâne : la présence d'un matériau permettant sa fixation est néanmoins plus que probable, il serait alors radiotransparent dans les conditions que nous avons utilisées pour effectuer les radiographies. Rappelons que des caractéristiques similaires ont été observées pour l'assemblage des perruques sur les statues féminines de Karnak, et que le collage au moyen d'un mortier a été documenté sur la statue N3390 (cf. § 3.2.3. p. 228).

3.3.5. Des alliages bien contrôlés et fortement chargés en plomb

L'analyse élémentaire du métal a nécessité la réalisation de prélèvements de métal, ils ont été extraits par micro-forage (1 mm de diamètre, 10 mm de profondeur). Chaque statue a été documentée par trois prélèvements. Pour déterminer la composition de la pièce principale (corps+tête+jambes), le premier prélèvement a été réalisé sous le pied droit de la statue de prêtre (E7692a) et dans le tenon du pied droit de la statue de Bepeches (E7693a). La composition du bras gauche a été obtenue à partir d'un second prélèvement pris au niveau de la main gauche des deux statues (E7692b et E7693b). Le dernier prélèvement a été effectué dans le métal de remplissage des « boîtes » situées sur le côté gauche (E7692c et E7693c), il provient donc de la coulée secondaire qui a permis le soudage du bras gauche sur le corps des deux statues. Les prélèvements ont tous été contrôlés sous le stéréomicroscope, et les éventuels composants non métalliques éliminés (corrosion, éléments du sol, produits de restauration)[51]. Les

[51] Il faut souligner que les copeaux prélevés étaient particulièrement sains, les statues de la collection Posno n'étant recouvertes que d'une très fine couche de corrosion. Cette constatation est importante : au contraire des statues de Karnak, où la composition en plomb était très variable d'un prélèvement à l'autre, elle est ici parfaitement regroupée. On ne peut s'empêcher de rapprocher la variabilité des teneurs en plomb avec la corrosion très particulière des statues de Karnak. Cela accrédite donc plutôt l'idée que l'hétérogénéité des teneurs en plomb des statues de Karnak est liée à un phénomène de ressuage du plomb (statues passées au feu), et non à une ségrégation en cours de solidification.

analyses ont été effectuées par ICP-AES au C2RMF selon le même protocole analytique que les objets du Balochistan (cf. Chapitre 1 § 2 p. 38) et les statues du Yémen (cf. Chapitre 6 § 3.4 p. 343), les résultats détaillés de ces analyses se trouvent en annexe C.

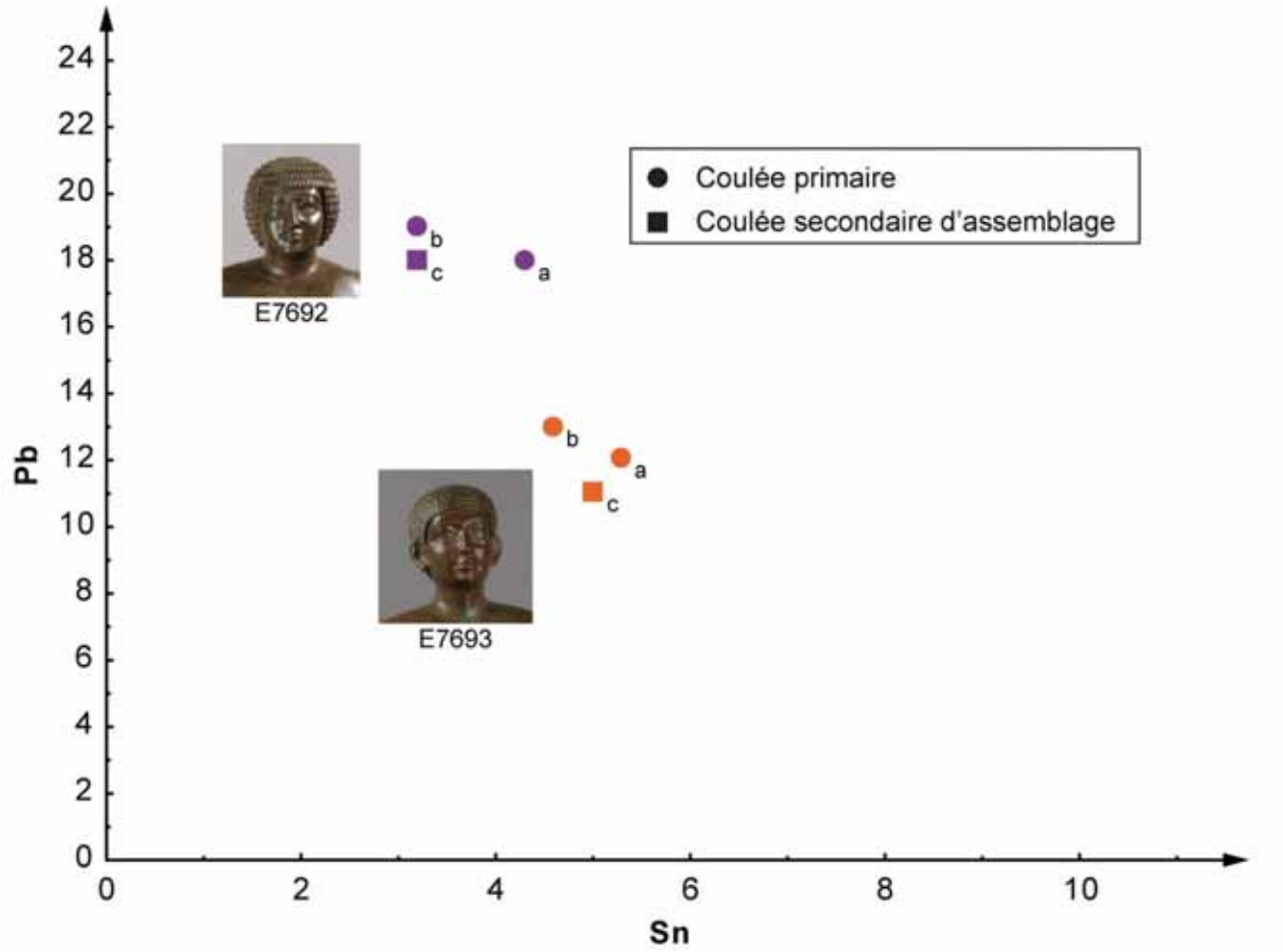


Figure 94 : Composition des alliages de la statue de prêtre E7692 et de la statue de Bepeches E7693. Diagramme binaire plomb-étain, les deux statues sont représentées par une couleur de symbole différente. Confrontation de la composition du métal d'apport (coulée secondaire) à celle des deux pièces qu'il assemble (coulées primaires).

L'alliage cuivreux composant les deux statues de la collection Posno est un bronze au plomb caractérisé par de faibles teneurs en étain (3 à 4 % pour le prêtre, 5 % pour Bepeches) et par un fort taux de plomb (19 % pour le prêtre, 13 % pour Bepeches) ; Figure 94. Dans les deux cas, les bras sont fabriqués à partir d'un alliage de même composition que le corps. Dans les deux cas également, le métal d'apport utilisé pour le soudage par fusion au bronze liquide est strictement identique aux deux coulées primaires qu'il assemble. Le fondeur s'est donc attaché à utiliser un alliage de même composition pour l'ensemble des pièces de la statue, y compris l'assemblage. Nous verrons que la même règle prévalait dans la grande

statuaire grecque (puis romaine), tandis que pour la statuaire sudarabique, le fondeur variait volontairement les recettes d'alliage d'une pièce à l'autre (cf. Chapitre 6 p. 345 et Chapitre 7 p. 353).

Si l'on revient aux deux statues de la collection Posno, on constate, une fois de plus, que les mêmes préceptes techniques sont appliqués (en ce cas, bronze à faible étain et fort plomb, contrôle soigné de l'homogénéité de composition de tous les alliages coulés), mais que le détail de la mise en œuvre diffère (la teneur en plomb est nettement plus faible pour Bepeches). L'examen des impuretés contenues dans le métal (annexe C) apporte une intéressante contribution à cette discussion, mais ne facilite pas l'interprétation qu'il faut en donner. On observe en effet que les six prélèvements sont extrêmement proches de ce point de vue : l'arsenic (1 %) domine, suivi par l'antimoine (0.4 / 0.6 %) et le soufre (0.2 %). Les éléments « absents » (moins de 0.1 %) sont également les mêmes : argent, nickel, fer et zinc[52]. L'identité de composition des six prélèvements est encore renforcée si l'on prend en considération des éléments tels que l'or, le bismuth, le cobalt ou le tellure. La composition en impuretés suggère donc que les métaux utilisés pour la fabrication des deux statues sont de même provenance.

3.3.6. De la nécessité de réparer les statues

Une maîtrise insuffisante des techniques d'alimentation d'un moule, la grande finesse des parois métalliques et les quelques sous-épaisseurs mises en évidence (déplacement du noyau pendant la coulée ?) ont provoqué des défauts de fonderie, en l'occurrence des lacunes, qui ont été dissimulés par un minutieux travail de réparure.

Les défauts sont peu nombreux pour la statue de Bepeches, qui possède pourtant les parois les plus fines, mais dont la taille est également moindre. Le plus important est assez visible en face dorsale, il couvre le haut de la jambe droite, et à été comblé par une grande coulée secondaire de réparation (Figure 89 et Figure 91). Les autres défauts, beaucoup plus petits, ont été masqués en apposant des

[52] On observe une hétérogénéité de composition sur le fer (2 prélèvements autour de 0.5 %) et sur le zinc (3 prélèvements compris entre 0.1 et 0.2 %). Etant donné la très grande homogénéité du reste, cela pourrait éventuellement correspondre à une pollution (par exemple l'utilisation d'outils en fer dans l'atelier ?).

plaquettes de réparure de forme rectangulaire. Le travail est particulièrement bien réalisé, au point que les plaquettes sont encore aujourd'hui très difficiles à détecter.

Figure 95 : détails photographiques et radiographique de la coulée secondaire de réparure des orteils du pied droit de la statue de prêtre (E7692). Une coupe longitudinale du gros orteil est présentée comme schéma d'interprétation. La coulée secondaire est visible aussi bien sur la radiographie qu'à la surface du pied. En revanche, le forage de la coulée primaire est une proposition d'explication du mode d'assemblage: l'intrication de la coulée secondaire dans la coulée primaire permettrait le maintien en position de la réparation (*interlock joining*).

La statue de prêtre a nécessité une réparure relativement conséquente, les défauts étant plus nombreux, mais le travail est lui aussi très soigné. Nous avons précisément cartographié et inventorié les opérations effectuées (la liste complète sera donnée dans la publication, celles visibles en vue de face sont reportées sur la Figure 92). Deux coulées secondaires ont permis de compléter le dessus de huit orteils (trois à droite, cinq à gauche), mal venus à la coulée. Cette coulée secondaire est une magnifique illustration de la virtuosité avec laquelle les fondeurs antiques savaient réparer une statue (Figure 95). L'opération a été effectuée par une fonte à la cire perdue, sur le bronze ! Les orteils manquants ont de nouveau été façonnées en cire, des canaux d'alimentation mis en place, le tout a été enrobé de terre réfracaire et maintenu sur la statue pour constituer un petit moule de coulée. La zone à réparer a ensuite été suffisamment chauffée pour éliminer la cire et l'humidité du moule, puis le métal a été versé. Dans le cas d'une coulée secondaire de réparure, la masse critique de métal n'était généralement pas atteinte pour transférer suffisamment de chaleur et obtenir une soudure par fusion. Le fondeur le savait fort bien, et prévoyait toujours un dispositif qui permettait de bloquer mécaniquement la réparation sur la coulée primaire (on parlera alors d'un assemblage par intrication, ou *interlock joining*). Dans notre exemple, la radiographie ne permet pas de visualiser ce moyen ; on peut néanmoins penser, car cela est souvent pratiqué pour cette technique, que le fondeur a foré quelques trous dans le pied de façon à ce que le métal de coulée secondaire passe de part et d'autre de la coulée primaire à réparer. La réparure par coulée secondaire était une pratique courante de correction de défauts de fonderie de la grande statuaire antique, on en trouve d'autres exemples dans la statuaire sudarabique (cf. Chapitre 6 § 3.6 p. 349) ; et elle a été mise en œuvre tout au long de la période de production des grands bronzes grecs et romains (pour l'examen approfondi de l'une de ces réparations, se référer en particulier à Caumont*, et al.*, 2006). Une seconde réparation par coulée secondaire a été effectuée sur la statue, on remarque en effet une importante accumulation de métal dans le coude gauche, qui permet de supposer un autre comblement à cet endroit ; la qualité de la réparation est telle que pratiquement rien n'est visible en surface.

La sous-épaisseur de certaines zones de la face antérieure de la statue se traduit par l'existence de nombreuses petites lacunes, notamment sous le pectoral

gauche et vers le bas des jambes, qui ont été dissimulées par la pose de nombreuses petites plaquettes quadrangulaires. L'arrière de la jambe droite est quant à lui affecté par de nombreuses porosités, qui, lorsqu'elles sont débouchantes, ont également été masquées par des plaquettes. Au total, nous avons dénombré 38 plaquettes de réparure, dont la taille s'échelonne de 3 x 3.5 mm² pour les deux plaquettes apposées sur les côtés du nez à 33 x 48 mm² pour la grande plaquette qui a été placée dans le bas du dos et est aujourd'hui manquante (Figure 88). Deux autres plaquettes sont tombées et une est partiellement détachée dans la partie basse des jambes, ce qui a permis de documenter la technique de pose. La paroi métallique a été creusée au ciseau à mi-épaisseur de façon à complètement inclure le défaut. Les bords du creusement ont été préparés en queue d'aronde, une plaquette de bronze ajustée en dimension et épaisseur a été entrée en force dans le logement. Cette technique de réparure à froid, par le biais de plaquettes rectangulaires ou trapézoïdales, est récurrente en Grèce.

3.3.7. Synthèse

La statue de prêtre E7692 (65.6 cm) et la statue de Bepeches E7693 (46.7 cm) ont toujours été considérées comme une sorte de paire, et cela malgré la différence de taille existant entre les deux. Il suffit pour cela de rappeler que le prêtre a longtemps été baptisé « frère de Mosou » (Bepeches était alors supposé être son fils).

Cette question d'une éventuelle relation entre les deux statues est très intéressante à examiner du point de vue de leurs techniques de fabrication. Les deux sculptures possèdent indéniablement des caractéristiques communes, qui de surcroît définissent une technique de fabrication très originale et nouvelle pour l'Égypte :

- Un procédé indirect de fonte à la cire perdue ! Pour la première fois, cette technique est identifiée pour de grandes statues métalliques de la Troisième Période intermédiaire ; rappelons que les deux statues Posno sont datées de la 25e dynastie, ce qui correspond approximativement à la période -750 / -650. On considérait jusqu'à maintenant que le procédé indirect était d'emploi très tardif

en Égypte, importé de Grèce à la période hellénistique (cf. § 1 et 2 p. 215 et suivantes). Il ne fait aucun doute que la fabrication de ces deux statues précède celle de tous les grands bronzes grecs.

- Le soudage en boîte ! Le procédé indirect n'a pas été utilisé seul, mais en association avec une technique d'assemblage très particulière, le soudage par fusion au bronze liquide. La fabrication des grands bronzes grecs et sudarabiques repose également sur l'association de ces deux techniques, même si la forme de la soudure est chaque fois différente. Dans le cas des deux statues Posno, la soudure est obtenue en versant du bronze liquide de même composition que les deux parties à assembler dans une « boîte » spécialement aménagée dans l'une des deux pièces (bras ou corps). Le procédé, très contraignant du point de vue de la préparation du soudage, et dont l'efficacité n'était sans doute pas très bonne (la soudure du bras gauche de E7692 n'est aujourd'hui plus très effective), était seulement adapté au soudage d'un bras sur un corps.

- Un bronze à fort taux de plomb : dans les deux cas, le fondeur a clairement choisi de recourir à un bronze faiblement allié en étain, mais dans lequel une importante quantité de plomb a été ajoutée. Point important vis-à-vis des techniques grecques et sudarabiques, l'alliage des différentes coulées primaires (bras, corps) et de la coulée secondaire d'assemblage est rigoureusement le même.

Ces trois caractéristiques très fortes réunissent les deux bronzes Posno : elles définissent trois préceptes techniques, qui pris ensemble constituent une méthode très originale de fabrication d'un grand bronze. Et pourtant, si l'on entre maintenant dans le détail de la fabrication des deux statues, on constate des différences qui amènent à relativiser la relation existant entre les deux statues :

- des parois métalliques nettement plus fines et plus régulières pour Bepeches (3 mm / 5 mm).

- une perruque coulée à part pour Bepeches puis assemblée selon la technique identifiée pour les grandes statues féminines de Karnak ; une perruque en cire assemblée par un joint cire-cire sur la tête en cire pour le prêtre

- un noyau creux dans le corps de la statue de prêtre, il est plein dans le cas de Bepeches
- un système d'armature plus complexe pour le prêtre basé sur l'assemblage de quatre tiges en fer (2 seulement pour Bepeches)
- les boîtes pour la soudure sont aménagées dans les bras de Bepeches, sous les épaules pour le prêtre
- bronze à 4 % Sn et 19 % Pb pour le prêtre, à 5 % Sn et seulement 13 % Pb pour Bepeches.

La méthode de fabrication est donc identique pour les deux bronzes Posno, mais diffère dans le détail de sa mise en œuvre. Les résultats que nous avons obtenus évoquent le travail de deux ateliers différents. L'un des deux bronzes précède-t-il l'autre ? On remarquera un plus grand nombre « d'archaïsmes » sur la statue de Bepeches, en particulier la perruque assemblée et le système d'armature moins élaboré. Cela ne signifie pas forcément que la statue de Bepeches est plus ancienne, cela pourrait aussi s'expliquer par un artisan dont le bagage technique demeurerait plus fortement empreint par les techniques égyptiennes des périodes précédentes. Le décalage chronologique nous semble d'autant moins plausible qu'une relation forte et bien tangible réunit les deux statues : les métaux utilisés sont de même provenance.

4. Conclusion : deux méthodes en concurrence pour la fabrication des grands bronzes à la fin de la Troisième Période intermédiaire en Égypte

Nous avons montré que la méthode de fabrication des grandes statues féminines de Karnak s'inscrivait dans la continuité du développement des techniques de la petite statuaire métallique égyptienne : procédé direct, fonte en creux et ajouts de plomb sont pratiqués dès la fin du Moyen Empire. À Karnak (Haute-Égypte), le passage de la petite à la grande statuaire aurait donc facilement pu être effectué moyennant deux innovations mineures : un système plus efficace de structuration et maintien du noyau (clous distanciateurs et armatures en fer), un recours à l'assemblage mécanique des avant-bras pour simplifier la coulée (tenons bloqués par des rivets-clavettes). Cette méthode de fabrication a conduit à une production haute-égyptienne florissante, mais selon des techniques de fonderie relativement conservatrices, tandis que l'accent était mis sur le traitement des surfaces (incrustation de métaux précieux, techniques de dorure particulièrement élaborées, recherche d'un rendu naturaliste des yeux).

Découvertes en Basse-Égypte, les deux statues d'homme de la collection Posno démontrent l'existence d'une seconde méthode de fabrication pour les grandes statues de bronze égyptiennes de la fin de la Troisième Période intermédiaire. Cette méthode est très nouvelle et très originale, elle se place en rupture des techniques des périodes précédentes : il n'y a pas de transition logique qui conduit naturellement le procédé direct vers le procédé indirect, et le fait est encore plus vrai pour le soudage au bronze liquide. Cela oriente naturellement vers la piste d'une influence technique allochtone, qui aurait alors toutes les chances d'être médio-orientale, le début de la 25e dynastie en Basse-Égypte étant marqué par d'incessantes invasions assyriennes. Cependant, le poids des particularismes locaux oriente plutôt vers une influence assez indirecte : circulation de l'idée, tentative de reproduction par imitation d'une statue importée du Proche-Orient ?

En effet, malgré une technique de fabrication révolutionnaire, les deux statues de la collection Posno partagent de façon assez étonnante certaines

caractéristiques des statues féminines de Karnak. Le point le plus surprenant est celui de l'armature. L'armature est requise pour la fabrication d'une grande statue creuse par le procédé direct : elle est le premier élément de la statue qui sera fabriqué et constitue littéralement un squelette sur lequel le noyau sera progressivement construit (Figure 4). Dans le cas du procédé indirect, la statue est fabriquée par le biais d'un véritable puzzle de pièces de cire tirées à partir d'un moule à pièces (dit aussi moule à bon creux) pris sur le modèle à reproduire. L'armature ne peut être mise en place avant recomposition de la statue de cire, et seulement au prix de manipulations très délicates (cf. § 3.3.3 p. 241). De plus, son rôle devient tout à fait mineur. Dans le procédé indirect, le noyau est introduit en dernier, dans la cavité interne de la statue de cire, il n'a donc pas besoin d'une structure porteuse. Pour les statues Posno, le rôle de l'armature consisterait uniquement à suppléer les clous distanciateurs pour le maintien du noyau en position dans le moule lors de la coulée du métal. À compter du moment où tête, jambes et corps sont coulés à part puis soudés (cas de la statuaire grecque et sudarabique), cette armature n'a même plus la possibilité d'exister.

D'autres indices montrent que les statues de Bepeches et du prêtre s'appuient sur une base technique « égyptienne » : même type d'alliage qu'à Karnak, même mode de fabrication pour la perruque de Bepeches, et surtout, même façon initiale de concevoir la statue. Les fondeurs de Basse-Égypte sont en effet partis du principe que la seule simplification possible est de couler les bras séparément, puis de les assembler. Ils ne sont pas allés au bout d'une démarche qui aurait pourtant pu les conduire vers des statues métalliques de beaucoup plus grande dimension. Il aurait pour cela fallu développer un peu plus la technique de soudage par fusion au bronze liquide : la « boîte » est certes une forme de soudure très originale, mais elle reste trop rudimentaire, empêchant de démultiplier efficacement les possibilités d'assemblage sur une grande statue de bronze.

Chapitre 5 : le développement de la grande statuaire de bronze dans le monde égéen

Dans ce chapitre, nous examinerons dans une première partie les prémices de la grande statuaire de bronze, en passant en revue le mobilier métallique égéen du début du premier millénaire (période géométrique). Cette période est celle de l'extraordinaire développement de la civilisation grecque, qui aboutit dans un premier temps à l'occupation des côtes occidentales de l'Asie Mineure. Les contacts des Grecs avec les civilisations orientales ont alors une profonde influence sur les productions artisanales ; cela est particulièrement visible au VIIe siècle, souvent qualifié de période orientalisante. À partir du VIe s., c'est-à-dire à la période archaïque, en parallèle d'une immense expansion coloniale par voie maritime (de la mer Noire à l'Espagne), certains sanctuaires de l'Égée se développent de façon spectaculaire. Tous témoignent, au travers de l'étude de l'origine des offrandes qui y ont été faites, de fréquentations venues de l'ensemble de l'arc méditerranéen. On retrouve ainsi dans le grand sanctuaire d'Héra à Samos de nombreux objets cosmopolites dans les niveaux du VIIIe au VIe s., dont une grande statue de bronze égyptienne que nous examinerons en détail. Certains sanctuaires, tels Olympie ou Delphes, sont mêmes dits panhelléniques, ils joueront un rôle majeur dans l'essor de la statuaire métallique, ainsi que nous allons le voir.

La seconde partie portera sur un épisode particulier de l'histoire de la grande sculpture de bronze grecque, la période du « style sévère » (-480 / -450). Cette légère extension du cadre chronologique que nous avons fixé (première moitié du 1er millénaire) se justifie par une innovation inédite ailleurs, tant en Égypte qu'au Yémen : les artistes grecs vont saisir les possibilités offertes par la technique du bronze pour se libérer des modèles dictés par les contraintes de la sculpture de pierre. Pour la première fois, la figure humaine que le sculpteur cherche à créer se matérialise non seulement par une représentation des âges de la vie et la recherche de l'expression des sentiments, mais aussi et surtout, pour ce qui nous intéresse ici, par la figuration du mouvement. Les modèles bien connus de statues archaïques sont désormais déclinés dans le cours de l'action : dieux en mouvement

muscles tendus, héros tenant leurs armes prêtes pour l'utilisation, athlètes (Mattusch, 1988, pp. 86-153; Rolley, 1994, p. 320). Dans une recherche de naturalisme et de tridimensionnalité, le volume et les proportions corporelles sont rendus avec beaucoup plus de fidélité, les gestes de l'action annoncent qu'une démonstration de la toute-puissance divine est à venir, ou que le combattant est prêt à rencontrer l'ennemi. Cette période du style sévère sera suivie par la période classique proprement dite (-450 / -323) ; le répertoire s'enrichit de nouvelles attitudes et de nouvelles manières de représenter les hommes d'état, les généraux, les philosophes, les poètes. Les artistes vont particulièrement travailler sur la recherche d'une meilleure pondération des corps et vont aussi beaucoup insister sur la figuration d'un trait de caractère ou d'une particularité qui rendra le personnage immédiatement reconnaissable (Mattusch, 1988, pp. 210-211). Mais entretemps, le bronze est aussi devenu le matériau de prédilection de la statuaire en ronde-bosse, et ce fait ne sera pas démenti avant la fin de l'époque romaine[53]. Dans l'Antiquité grecque et romaine, le bronze est donc considéré comme un matériau d'excellence pour la sculpture. Il en résulte une production de grandes statues qui durera pratiquement un millénaire. Toutes sont fabriquées selon une base technique qui ne connaîtra pas de changements majeurs, et par le biais d'une transmission de savoir-faire qui continue d'étonner (Mattusch, 1996b; Mille & Darblade-Audoin, 2012). Le début du Ve s. av. J.-C. marque donc un changement majeur dans la sculpture grecque, où le bronze prend littéralement ses marques de noblesse. Trouve-t-on, dans la technique grecque de la grande statuaire de bronze de cette période, la trace des innovations qui auraient accompagnées ce tournant de l'histoire de la sculpture ?

[53] Certains sculpteurs afficheront néanmoins leur préférence pour le marbre, Praxitèle en est le plus fameux exemple.

1. Naissance de la grande statuaire

1.1. Le développement tardif de la petite statuaire de métal

La préhistoire égéenne est jalonnée de remarquables découvertes dans le domaine de la métallurgie. Il suffit pour s'en convaincre d'évoquer les ateliers métallurgiques de Chrysokamino en Crète qui, dès la fin du 3e millénaire, montrent une importante production de cuivre et l'utilisation de fours de réduction très élaborés (Bassiakos & Catapotis, 2006; Pryce & al, 2007) ; ou encore la brillante maîtrise des Mycéniens dans la fabrication de l'armement, tant offensif (Figure 96, D) que défensif (Figure 96, E (Moedlinger, 2016). Pour ce qui concerne la fonte à la cire perdue, le monde égéen n'est pas en reste : quelques petits objets isolés montrent que la technique était en usage dès le milieu du 3e millénaire (Figure 96, A). Cependant, malgré la précocité et le dynamisme de cette métallurgie, malgré une éclosion spectaculaire et précoce de la grande statuaire de pierre dans les Cyclades (« idoles » de marbre poli de l'âge du Bronze ancien, 3e millénaire), malgré l'existence de grandes statuettes de pierre ou de terre cuite sur l'île de Chypre (âge du Bronze, 3e et 2e millénaires), malgré l'abondance des statuettes – voire même de statues– en terre cuite à la période mycénienne (Figure 96, D et E), la statuaire métallique est le parent étonnamment pauvre du mobilier archéologique égéen de la préhistoire. Le fait est d'autant plus marquant qu'il n'est pas une généralité : une petite statuaire de très grande qualité était produite tant en Égypte (cf. Chapitre 4 § 1 p. 215), qu'au Levant (cf. Chapitre 3 § 5 p. 209), dans le cours du 2e millénaire avant notre ère.

Les débuts de l'usage de la petite statuaire métallique peuvent clairement être mis en relation avec le développement des grands sanctuaires de Grèce continentale. Des statuettes offertes en offrande ont en particulier été retrouvées par milliers à Olympie (Rolley, 1994, pp. 90-91). Les statuettes proviennent pour leur très grande majorité d'un épais niveau cendreux, qui correspondrait à l'aire du fameux « autel de Zeus » décrits par Pausanias, et dont les vestiges auraient été dispersés vers -600 (Heilmeyer, 2012). Les plus anciennes statuettes sont en terre cuite : taureaux, béliers et dieux aux bras levés (Figure 97, A), et remontent au Xe siècle, le bronze suivra rapidement.

Figure 96 : A : sceau, Palaia Epidavros, -2700 / -2200, h. env. 4 cm, alliage cuivreux, fonte à la cire perdue ; B : statuette anthropomorphe assise sur un trône, Nauplie, cimetière d'Evangelisteria, tombe IΘ, -1400 / -1300, h. env. 10 cm, terre cuite ; C : statue anthropomorphe découverte dans le temple de Mycènes, -1250 / -1180, h. env. 60 cm, terre cuite; D: armes et outils découverts dans la tombe des trépieds, Mycènes, -1250 / -1180, alliage cuivreux ; E : cuirasse, nécropole de Dendra, tombe 12, -1450 / -1400, alliage cuivreux.

A, B et E : musée archéologique de Nauplie; C et D : musée archéologique de Mycènes.

Figure 97 : Autel de Zeus à Olympie, statuettes de la période Géométrique. A : statuettes de Zeus aux bras levés, terre cuite, h. max 13 cm, Xe s. ; B : statuettes zoomorphes, IXe – VIIe s. ; C : statuette féminine, IXe s., h. env. 6 cm ; D : ronde de danseuses, IXe s., h. env. 10 cm ; E : femme sur un cheval, VIIIe s., h. env. 8 cm ; F : grande statuette de cheval, début du VIIe s., h. 47 cm ; G : protomé de bélier, fin du VIIe s., h. env. 20 cm ; H : « Minotaure » (étai d'anse de trépied), fin du VIIIe s., h. 18 cm, inv. Br 104.

A à G : musée archéologique d'Olympie ; H : musée du Louvre, DAGER.

Dans un premier temps, les statuettes métalliques de la période géométrique sont extrêmement sommaires, la cire étant modelée de la même manière que l'argile, sans profiter des possibilités offertes par le métal pour élaborer des formes plus articulées, plus différenciées. Les représentations zoomorphes sont de loin les plus nombreuses (Figure 97, B) ; les représentations anthropomorphes sont essentiellement bidimensionnelles (Figure 97, C et D), comme si le modèle de cire n'avait pas été élaboré dans l'espace, mais travaillé sur une surface plate (Mattusch, 1988, p. 32). Pour cet épisode très primitif de la statuaire métallique, une forme de tridimensionnalité est cependant apportée par la mise en scène de compositions : ronde de danseuses, combattant et son cocher sur un char, personnage montant à cheval (Figure 97, D et E).

Avec la fin du VIIIe s., le style évolue nettement, et de nouveaux types de statuettes font leur apparition. On ne cherche plus seulement à rendre compte d'une attitude : les corps humains s'étirent, on commence à représenter la musculature, la tête devient plus grosse et les visages plus détaillés (Rolley, 1994, p. 110). Des expérimentations sont effectuées, notamment des essais de fonte de plus grande dimension. On connaît ainsi une grande statuette de cheval coulée en plein dont la hauteur avoisine 50 cm (Figure 97, F). Elle est évidemment très massive, et l'observation permet de facilement constater que le fondeur a été confronté à de grandes difficultés, il a atteint une limite technique : d'importants dégagements gazeux pendant la coulée ont conduit à la formation de grandes lacunes, qui ont été masquées par une ou plusieurs coulées secondaires de réparure (Figure 97, F médaillon). La solution de couler des objets creux fait très logiquement son apparition et se remarque par quelques exemples, tel le célèbre oiseau-pendeloque de Delphes (Rolley, 1994, figure 89, h. 14 cm), ou le « Minotaure » du musée du Louvre, sous lequel une petite ouverture signale que cette grande statuette a été fondue sur noyau (Figure 97, H)[54]. Par ailleurs c'est également à cette période qu'un ustensile emblématique de l'offrande, le « trépied »[55] évolue pour devenir particulièrement ostentatoire, notamment car il est

[54] Cette découverte récente et inédite est dûe à Sophie Descamps, je la remercie de m'avoir autorisé à en faire part ici.

[55] Il serait plus exact de parler de chaudron à trépied. Le chaudron est dans un premier temps fixe, car riveté sur le trépied, on parle alors de « trépied à cuve cloué » ; il devient ensuite mobile.

désormais souvent décoré de statuettes. La taille augmente considérablement, certains dépassaient 1 mètre (Figure 100, gauche). Lorsque l'objet est orné de statuettes, elles sont coulées à part, puis rivées soit au sommet de l'anse, soit sur le rebord de la cuve du chaudron. Ces statuettes d'ornementation sont souvent plus grandes, et en tout cas toujours plus investies que les exemplaires traités de façon individuelle du début de la période géométrique. C'est par exemple le cas du Minotaure précédemment cité : on sait qu'il servait d'étai à la grande anse circulaire d'un trépied (Rolley, 1994, figures 76 et 77). Les chars peuvent également être décorés de statuettes comme en témoigne une protomé de bélier qui ornait l'extrémité d'un timon (Figure 97, G) : ce bronze est certes creux, mais la paroi est particulièrement épaisse (près de 20 mm). On trouve donc à la fin du VIIIe s., à la fois la volonté de créer des objets métalliques de plus grande taille, et une recherche d'innovations, qui pousse notamment à adopter la fonte en creux.

L'histoire de la statuaire métallique va bientôt connaître de nouveaux développements, et l'influence du monde oriental se faire très fortement ressentir, nous allons y revenir. Il convient auparavant de brièvement s'arrêter sur la question de la composition élémentaire des alliages qui composaient les statuettes de la période géométrique. Nous utiliserons ici le corpus de référence que P. Craddock a établi dès le milieu des années 1970 fondé sur près de 800 analyses (*The Composition of the Copper Alloys used by the Greek, Etruscan and Roman Civilizations*). Pour ce qui concerne les statuettes d'époque géométrique, le nombre d'analyses est assez conséquent puisque 73 statuettes sont documentées (Craddock, 1976, pp. 103-104). Toutes contiennent plus de 1 % d'étain, sauf cinq d'entre elles, la teneur moyenne s'établissant à 6.6 % (Figure 98). La teneur en plomb est quant à elle assez dispersée. On constate cependant que 40 statuettes sur les 73 renferment plus de 1 % de plomb. Pour les teneurs comprises entre 1 et 5 %, cela pourrait éventuellement résulter d'une contamination amenée par le recyclage d'objets en bronze à fort taux de plomb. Il n'en reste pas moins que 10 statuettes témoignent d'un ajout de plomb assuré (celui-ci dépasse même 10 % pour 5 statuettes), et que cela atteste la pratique d'allier le bronze au plomb dans le contexte d'une fabrication par fonderie. Nous aurons l'occasion de revenir sur cette question importante, lorsque nous comparerons la composition des statuettes à celle de la grande statuaire (cf. § 2.4 p. 311).

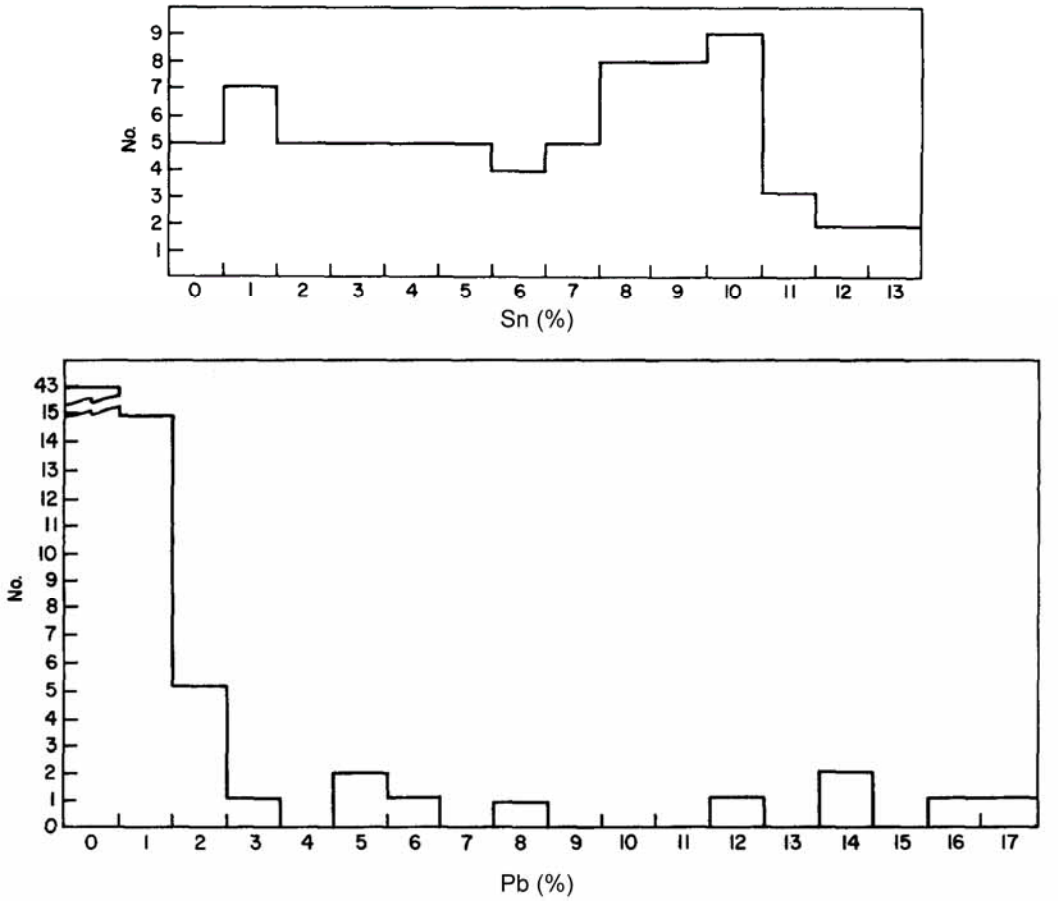


Figure 98 : histogrammes des teneurs en étain et plomb, 73 statuettes d'époque géométrique (Xe – VIIe s) ont été analysées.

D'après (Craddock, 1976, Figures 8 et 9).

1.2. Les premiers grands bronzes et l'influence du monde oriental

Dans le domaine du bronze, l'influence orientale se fait particulièrement ressentir. Nous allons ainsi voir que les chaudrons à trépieds vont non seulement adopter un style orientalisant, mais également connaître de nouvelles évolutions qui semblent avoir joué un rôle assez important dans le développement de la grande statuaire métallique. Au préalable, nous évoquerons une résurgence étonnante : à l'image de la Mésopotamie et de l'Égypte du 3e millénaire (cf. Chapitre 3 § 3 p. 197), le monde égéen a expérimenté la fabrication de grandes statues faites par assemblage riveté de pièces de tôles martelées.

1.2.1. Le cas des *sphyrèlata*

L'épisode est longtemps resté gravé dans les mémoires, puisque Pausanias, dans sa *Description de la Grèce* écrite au IIe s. de notre ère, mentionne qu'il a vu à

Spartes « la statue de Zeus Hypatos, la plus ancienne de toutes les statues de bronze. Car elle n'est pas faite d'un seul tenant : chacune de ses parties est martelée à part, et elles sont assemblées par des clous qui les maintiennent » (Rolley, 1994, p. 24) ; Pausanias donne même le nom d'une telle statue : *sphyrèlaton*, ce qui signifie littéralement « martelé ».

L'histoire est d'autant plus extraordinaire que trois statues insolites ont récemment été identifiées à Olympie. Le mérite en revient à D. Rittig et B. Borrel, qui, par un patient travail de remontage, ont réussi à reconstituer une statue très abîmée (h : 1.60 m) et deux statues féminines (h : 1.20 m) à partir de près de 200 fragments de tôle de bronze (Figure 99, A et B). Les fragments de bronze avaient été découverts en 1960, dans le comblement d'un puits situé près du mur nord du stade d'Olympie (Borell & Rittig, 1998; Saint-Pierre, 2007).

Figure 99 : *sphyrèlata* découverts à Olympie. A : restes très fragmentaires de trois statues combinant des pièces de tôle assyriennes de remploi décorées de reliefs obtenus au repoussé, et des pièces de tôle grecques portant un décor gravé de style orientalisant ; B : proposition de restitution des trois statues (h. 120 cm et environ 160 cm pour la plus grande) ; C : buste en tôle de bronze, déesse ailée (avec une seule aile), -590 / -580, h : 54 cm.

B : extrait de (Saint-Pierre, 2007, figure 1), d'après (Borell & Rittig, 1998).

Les trois statues sont le témoin direct et tangible de l'influence du monde oriental sur la Grèce du VIIe siècle. Les pièces de tôle montrent en effet une double origine artisanale : certaines pièces portent des motifs en relief effectué au repoussé dont l'iconographie est indubitablement assyrienne ; pour les autres pièces, le travail est grec, la tôle est lisse mais richement décorée par gravure, les figurations sont cette fois typiquement orientalisantes (effectuées par un artisan grec, mais inspirées de thèmes orientaux). En revanche, d'après les analyses chimiques effectuées, toutes les tôles sont de même composition, qu'elles soient orientales ou « grecques ». Par ailleurs, l'étude des tôles orientales montrent qu'elles ont été fréquemment recoupées et réassemblées par un type de rivet différent du modèle originel, pour constituer des registres horizontaux qui s'insèrent en décor du vêtement réalisé par les tôles grecques. L'interprétation proposée par D. Rittig et B. Borrel est la suivante : un ensemble de pièces de tôle proche-orientales aurait été ramené à Olympie, qui pourrait éventuellement correspondre au butin d'un pillage ; les différentes pièces auraient été remployées pour créer trois *Koré* selon la technique du *sphyrèlaton*. Les parties « grecques » auraient été obtenues en « lissant » par martelage une partie des pièces orientales, puis en les décorant par gravure.

L'assyriologue E. Guralnick a complété l'étude initiale de D. Rittig et B. Borrel (Guralnick, 2004), cherchant d'une part à reconstituer la nature et la provenance des pièces orientales, et d'autre part à préciser les datations. S'appuyant sur le fait que le mode d'assemblage originel ne permettait pas d'obtenir l'étanchéité, elle en conclut que les tôles ne constituaient pas les différentes pièces d'une vaisselle métallique monumentale. Observant d'autre part que les pièces de tôle étaient originellement courbes et prenaient place sur des formes cylindriques, elle propose d'y voir soit la décoration de volumineux montants de porte cylindriques –tels ceux du palais de Balawat (nord de l'Irak, IXe s av. J.-C.), soit la garniture d'une paire de colonnes de bois marquant l'entrée d'un temple –telle celle connue pour le temple de Shamash (complexe palatial de Sargon II à Khorsabad, nord de l'Irak, fin du VIIIe s. av. J.-C.). Elle note enfin que tous les détails de la technique observée sur les reliefs d'Olympie trouvent leur parallèle sur les frises de bronze de Khorsabad (Guralnick, 2004, pp. 204-206). Un fragment de la frise de Khorsabad est conservé au musée du Louvre, nous avons effectué son analyse à la demande d'E.

Guralnick : le spectre des impuretés diffère très significativement de celui des frises d'Olympie, ce qui oblitère la séduisante possibilité d'une provenance de Khorsabad (Mille & Bourgarit, 2001). Quoi qu'il en soit, l'origine assyrienne des frises ne fait guère de doute ; il est également certain que l'usage initial de ces frises n'était pas de constituer une statue ; quant à la datation, l'éventail des provenances possibles restant très important, la fourchette chronologique est large, de -750 à -625 (Guralnick, 2004, p. 219). Poursuivant son analyse par l'étude des fragments « grecs », et de leurs décors gravés orientalisants, E. Guralnick constate d'une part que les motifs se complètent (par exemple, le lion attaquant un ruminant existe dans le style oriental et dans le style orientalisant), et d'autre part que l'artisan grec ayant effectué la gravure emploie un style typique de la fin de la période Orientalisante, vraisemblablement autour de 600 avant notre ère (Guralnick, 2004, pp. 219-220).

Le dossier des frises orientales retrouvées à Olympie est donc complexe, mais particulièrement signifiant pour la problématique qui nous occupe. Le remploi de ces frises architecturales orientales pour créer des œuvres purement grecques, est aussi une forme pratiquement caricaturale de cette volonté d'aboutir à la fabrication de grandes statues de bronze. Cela confirme aussi que d'importantes difficultés techniques ont été rencontrées ; nous les avions déjà évoquées en examinant la situation de la fin de la période Géométrique. Mais cela éclaire aussi très singulièrement notre recherche d'une origine des techniques de la grande statuaire. De toute évidence, les pratiques assyriennes étaient plutôt basées sur le travail de la tôle (le fait sera confirmé par l'étude des protomés de griffons, cf. ci-après). On peut d'autre part douter de l'existence d'une production assyrienne de grandes statues de bronze : au vu de cette volonté grecque de grande statuaire, nul doute que si le savoir-faire assyrien avait existé, il aurait été mis à profit, voire pillé. Il s'agit donc d'une piste que nous pouvons *a priori* éliminer.

La production grecque de *sphyrèlata* est documentée par d'autres exemples, qui se rattachent également à la période Orientalisante. Le plus connu d'entre tous est celui de la « triade » crétoise de Dréros. Elle est constituée de trois statues en pied : un Apollon de 80 cm de hauteur, encadré par deux déesses moitié plus petites, Létô et Artémis (Rolley, 1994, pp. 112-113). Un autre très bel exemple de

sphyrèlaton est à mettre au crédit du sanctuaire d'Olympie : il s'agit du buste à l'échelle 1 d'une déesse ailée (Figure 99, C). On a longtemps affirmé que les *sphyrèlata* étaient fabriqués en appliquant au repoussé une feuille de bronze sur une statue de bois. Les exemples que nous venons de citer ont été observés de près par D. Haynes, qui a démontré que ce noyau de bois ne pouvait exister, et que les différentes pièces de tôle avaient été mises en forme par déformation plastique, puis rivetées. Les techniques sont celles de la fabrication des vaisselles, le martelage par expansion et rétreinte, mais demandent ici une très grande dextérité étant donné la complexité des formes à réaliser (Haynes, 1992, pp. 11-23).

1.2.2. Les cas des protomés de griffon

Pendant le cours de la période Orientalisante, les trépieds continuent de focaliser une attention particulière. Rappelons que les trépieds de la fin de la période Géométrique avaient pris une forme particulièrement ostentatoire, pouvant dépasser le mètre, et qu'ils étaient fréquemment pourvus de grandes anses et décorés de statuettes coulées à part puis rivetées sur l'anse ou la cuve du chaudron (Figure 100, à gauche).

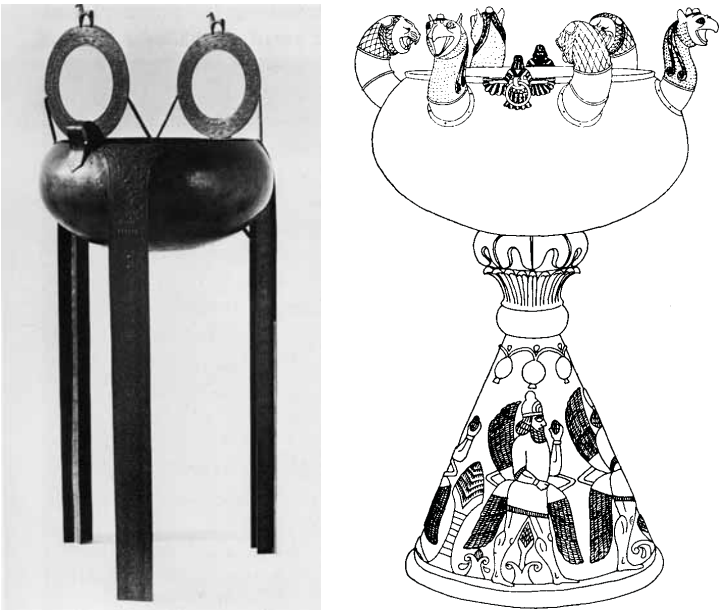


Figure 100 : à gauche, reconstitution d'un chaudron à trépied de la fin de la période Géométrique, musée archéologique d'Olympie ; à droite, chaudron à protomés de griffons et de lions posé sur un support conique, reconstitution à partir de plusieurs exemplaires incomplets découverts à Olympie, importations du Proche-Orient de la fin du VIIIe ou début du VIIe siècles. Hauteur approximative des 2 objets : 1 m.

D'après (Bol, 1985, Figures 18 et 39).

Vers le début du VIIe siècle, ces trépieds sont remplacés par des modèles venus du Proche-Orient, constitués d'un grand chaudron mobile reposant sur une base conique (Figure 100, à droite). Le haut de la panse du chaudron était décoré par des appliques qualifiées de protomés, le plus souvent des griffons à long cou (Mattusch, 1988, p. 35). Les griffons en question étaient fabriqués par martelage, selon la technique que nous venons de décrire pour les *sphyrèlata*.

Le second temps est celui de l'appropriation du nouveau modèle par les artisans du monde égéen. S'inspirant du modèle oriental, ils vont le décliner sous une forme « orientalisante ». Le pied conique est abandonné au profit d'un nouveau type de trépied, dit à « baguettes ». Les protomés de griffon deviennent exagérément grandes, la tête elle-même pouvant fréquemment atteindre une dizaine de centimètres de hauteur (Figure 101, A) ; elle était de plus fixée sur un cou fait à part pouvant mesurer 40 à 50 cm de longueur. Le chaudron portait le plus fréquemment six protomés. Du point de vue technique, ces grandes protomés de griffon sont fabriquées à partir de tôle martelée, donc de la même façon que les modèles orientaux.

Le troisième temps nous intéresse plus particulièrement. Certaines têtes de griffon atteignent des dimensions que C. Mattusch qualifie de colossales, près de 30 cm de hauteur pour les plus grandes (Figure 101, B), auxquelles il convient d'ajouter un long cou, soit un total d'au moins 65 à 80 cm. La hauteur totale du chaudron et de son trépied devait atteindre 4.6 à 5.6 m de hauteur (Mattusch, 1996a, p. 21) ! Alors que les cous demeurent fabriqués par martelage, les têtes de griffon sont désormais coulées à la cire perdue. Selon C. Rolley, cela s'expliquerait par le fait que les bronziers grecs ne maîtrisaient pas suffisamment bien cette technique de martelage venue du monde oriental (Rolley, 1994, p. 119). Nous allons également constater que les techniques de fonte à la cire perdue ont considérablement évolué depuis les premières tentatives de coulées en creux que nous avons décrites pour la fin de la période Géométrique. Ces progrès importants ont peut-être également favoriser le choix d'une réalisation par fonderie.

Figure 101 : A: grande tête de griffon fabriquée par martelage, elle était originellement fixée sur un long cou de tôle, h. env. 10 cm (de la base du cou au sommet de la tête), Olympie, 1e moitié du VIIe s. ; B : tête de griffon colossale fabriquée par fonte à la cire perdue, elle était également assemblée sur un cou de tôle, h. 28 cm, Olympie, milieu du VIIe s ; C : proposition de plan d'assemblage des différentes pièces de cire d'une tête de griffon fabriquée à la cire perdue ; D : artisan newar (Népal) élaborant directement un corps de statue par un travail sur feuilles de cire ; E : fabrication d'une cuisse, en haut par le procédé direct à partir d'une feuille de cire roulée sur elle-même, en bas par le procédé indirect, c'est-à-dire en appliquant la cire dans le creux d'une section de moule.

C : d'après (Mattusch, 2014a, Figure 5.6) ; D et E : d'après (Craddock, sous presse, Figures 7 et 9).

Les têtes de griffon « colossales » sont connues en assez grand nombre, mais dispersées entre différents musées européens et américains. Comparant les différentes protomés, D. Haynes a remarqué l'existence d'ensembles qui semblaient en première approche extrêmement similaires (Haynes, 1981). S'appuyant sur une série de mesures très précises, il a effectivement montré que les dimensions des huit têtes de griffon qu'il avait examinées étaient tellement

proches, qu'elles ne pouvaient selon lui avoir été fabriquées par le procédé direct de fonte à la cire perdue. Il posa alors l'hypothèse d'une fabrication par le procédé indirect. Remarquant par contre que certains détails différaient considérablement d'une tête à l'autre (taille des yeux, forme et hauteur du bouton sommital, oreilles), il en déduisit que le fondeur avait tout d'abord façonné un modèle simplifié de la tête de griffon (en argile, en cire, en bois..), dont il avait tiré un moule à pièces (ou moule à bon creux ; en plâtre ou en terre), et que ce moule avait permis de tirer une série de protomés de griffon en cire, qui avaient été individuellement retravaillées pour ajouter le bouton sommital, les oreilles, ou modifier les yeux. L'hypothèse était d'autant plus séduisante qu'une neuvième tête de griffon identique avait été découverte lors de la fouille de l'Héraion de Samos, et que certains textes antiques attribuent l'invention de l'art de fondre les statues de bronze à Rhoicos et Théodoros de l'île de Samos, deux célèbres sculpteurs de la première moitié du VIe av. J.-C. (cf. ci-après). D. Haynes avait alors conclu que les protomés de griffon coulées avaient probablement été produites en masse à Samos à partir du 2e quart du VIIe s. av. J.-C., grâce à une maîtrise précoce du procédé indirect de fonte à la cire perdue. Du point de vue chronologique, l'hypothèse est recevable puisque nous savons déjà que l'Égypte connaissait le procédé indirect à cette période (cf. Chapitre 4 § 3.3.7 p. 252). Cependant, il est entretemps apparu que les têtes de griffon « colossales » n'avaient pas été fabriquées par le procédé indirect, mais selon une variante particulière du procédé direct.

Il revient à C. Mattusch d'avoir découvert la clé de cette énigme en comparant trois têtes de griffon d'une autre série que celle étudiée par D. Haynes (dont fait partie l'exemplaire du musée d'Olympie, Figure 101, B). Il est exact que l'on retrouve les marqueurs diagnostiques d'un travail par le procédé indirect de fonte à la cire perdue : les parois métalliques sont fines et régulières (3 à 4 mm), l'intérieur présente un aspect lisse, et on peut même observer que la cire a été travaillée depuis la face interne pour renforcer certaines zones ou assembler deux parties de cire entre elles. Néanmoins, en se basant d'une part sur la géométrie particulière des objets, en soulignant d'autre part la multitude de différences dans les détails et le grand nombre de pièces de cire assemblées, C. Mattusch a proposé d'y voir un procédé direct de fonte à la cire perdue, dans lequel les griffons auraient été fabriqués à partir de feuilles de cire (Mattusch, 1990). Cette technique ne remet

pas en cause l'idée d'une production en série, voire même en masse, bien au contraire ; elle aurait été mise en œuvre par des artisans très expérimentés qui travaillaient à partir de feuilles de cire découpées suivant des « patrons » à la bonne forme et dimension, puis les feuilles auraient été assemblées et complétées des attributs et détails nécessaires (Figure 101, C).

Cette variante particulière du procédé direct de fonte à la cire perdue est toujours très pratiquée de nos jours en Asie, par exemple chez les Newars (Népal) pour la fabrication de statues de culte (Figure 101, D et E). On notera qu'elle permet d'obtenir des parois fines et régulières lorsque les volumes sont simples (corps, membres), que la cire peut être travaillée aussi bien depuis la face interne que depuis la face externe, et que la mise en place du noyau intervient après le travail de la cire. Dans bien des cas, cette variante ne pourra donc être différenciée du procédé indirect, les deux techniques laissant exactement les mêmes marques de fabrication ; ce qui amène P. Craddock à afficher un certain scepticisme quant à l'emploi du procédé indirect dans l'Antiquité (Craddock, sous presse). Sans vouloir entrer maintenant dans ce débat, qui demanderait un développement qui n'a pas sa place ici, nous ferons néanmoins remarquer que le procédé direct à la feuille de cire trouve rapidement ses limites dans le cas où le modelé des corps devient plus détaillé, ou dans les zones de relief prononcés. Nous connaissons maints exemples de grands bronzes grecs et romains où la paroi interne épouse parfaitement les reliefs de la paroi externe, y compris pour certains zones de chevelure, de visage ou de vêtement impossibles à obtenir par le procédé direct à la feuille sans ajouts (ou retraits) de matière[56]. En revanche, le caractère souvent fusiforme qu'adoptent bras et jambes de nombre de statues asiatiques médiévales et modernes est un bon argument en faveur de l'usage fréquent du procédé direct à la feuille de cire pour partie de la fabrication de ces statues.

Les colossales protomés de griffon du VIIe s. grec sont donc là pour nous rappeler que le procédé direct à la feuille de cire doit toujours être considéré

[56] Parmi les détails qui ne pourraient être obtenus en travaillant sur positif à partir de feuilles de cire sur les statues étudiées de façon approfondie dans ce travail, je retiendrai en particulier la main et la tête de la statue de Bepeches (Figure 89 p. 233), et tous les détails de la statue de Hawtar'athat (oreilles, ceinture, nez, etc ; Figure 127 et Figure 128, p. 333 et 334). Dans le monde égéen ; à compter du Zeus d'Ugento (cf. § 1.4.3), le procédé en feuilles sur positif ne peut en aucun cas accomoder les modelés naturalistes observés sur les grands bronzes.

comme l'une des possibilités à envisager parmi les différentes techniques antiques. *A contrario* de ce qui avait pu être affirmé par D. Haynes en 1981, ces protomés ne constituent donc pas le premier exemple d'une application grecque du procédé indirect de fonte à la cire perdue. Elles témoignent néanmoins des spectaculaires progrès effectués dans le domaine des techniques de fonte en creux à la cire perdue pendant le cours du VIIe siècle.

On signalera enfin que dans une ultime période de fabrication, les protomés de griffon seront intégralement coulées, y compris le cou, mais leur dimension est aussi devenue beaucoup plus petite (autour de 30 cm). La production de chaudrons à protomés de griffon cesse vers 575 avant notre ère (Rolley, 1994, p. 119)

1.3. Samos : des contacts avérés avec l'Égypte

Le cas de Samos mérite un traitement particulier, les raisons en sont triples. Selon les auteurs antiques, l'art de fondre une statue viendrait d'Égypte et aurait été introduit en Grèce par deux samiens, Thoéodoros et Rhoicos, ingénieurs, architectes et sculpteurs. Par ailleurs, parmi l'extraordinaire richesse du mobilier d'offrandes découvert lors de la fouille de l'Héraion de Samos, la présence de bronzes égyptiens se distingue tout particulièrement. Enfin, les plus anciennes statuettes « grecques » fabriquées par le procédé indirect de fonte à la cire perdue ont justement été découvertes à Samos.

1.3.1. Les écrits de Diodore de Sicile, Pausanias et Pline l'Ancien.

Trois auteurs antiques font mention d'une invention de la grande statuaire de bronze en Grèce par Théodoros et Rhoicos, deux sculpteurs de l'île de Samos :

Pline l'Ancien, *Histoire Naturelle*, livre XXXIV, 19.33 (publié v. 77 av. J.-C.)[57]

Théodoros, qui a fait le labyrinthe à Samos, a coulé en bronze sa propre statue. Cet ouvrage, outre la ressemblance admirable, est célèbre par sa grande délicatesse : la figure tient une lime de la main droite; de la main gauche elle tenait avec trois doigts un petit quadrige si exigu qu'une mouche, qu'il avait faite en même temps, couvrait de ses ailes les chevaux, le char et le cocher ; ce petit quadrige avait été transporté à Préneste.

[57] D'apès la traduction d'E. Littré (1821), consultée sur le site internet http://remacle.org/bloodwolf/erudits/plineancien/index.htm

Pline l'Ancien, *HN*, livre XXXV, 43.2 (ce passage concerne la sculpture modelée dans l'argile)

D'autres prétendent que les premiers inventeurs de la plastique furent Rhoicos et Théodoros, à Samos, longtemps avant l'expulsion des Bacchiades hors de Corinthe; que Démarate, qui s'enfuyait de cette ville, et qui, en Étrurie, donna le jour à Tarquin l'Ancien, roi du peuple romain, était accompagné des modeleurs Euchlr, Diopus et Eugramme, et que ces artistes transmirent la plastique à l'Italie.

Diodore de Sicile, *Bibliothèque Historique*, livre I, 98 (écrit v. 30 av. J.-C.)[58]

Ils vont plus loin, et réclament comme leurs disciples [NDA : c'est-à-dire ayant été formés en Égypte[59]] *les plus anciens sculpteurs grecs, surtout Téléclès et Théodoros, tous deux fils de Rhoicos, qui exécutèrent pour les habitants de Samos la statue d'Apollon le Pythien. La moitié de cette statue fut, disent-ils, faite à Samos par Téléclès, et l'autre moitié fut achevée à Ephèse par Théodoros, et ces deux parties s'adaptèrent si bien ensemble que la statue entière semblait être l'œuvre d'un seul artiste. Or, cette manière de travailler n'est nullement en usage chez les Grecs, tandis qu'elle est très-commune chez les Égyptiens. […] Ainsi, après que les ouvriers sont convenus entre eux de la hauteur de la statue, ils vont faire chacun chez soi les parties qu'ils ont choisies ; et ils les mettent tellement d'accord avec les autres, qu'on en est tout étonné. C'est ainsi que la statue d'Apollon à Samos fut exécutée conformément à la méthode égyptienne ; car elle est divisée en deux moitiés, depuis le sommet de la tête jusqu'aux parties génitales, et ces deux moitiés sont exactement égales. Ils soutiennent aussi que cette statue, représentant Apollon les mains étendues et les jambes écartées comme dans l'action de marcher, rappelle tout à fait le goût égyptien.*

Pausanias, *Description de la Grèce*, Livre VIII, 14.8 (écrit v. 174 ap. J.-C.)[60]

Les premiers qui trouvèrent la manière de le couler et de jeter des statues au moule, furent Rhoicos, fils de Philéus, et Théodoros, fils de Téléclès, tous deux de Samos.

Pausanias, *DG*, livre IX, 41.1

Les Lyciens, la vérité, montrent à Patare, dans le temple d'Apollon, une coupe de bronze qui est, à ce qu'ils disent, une offrande de Télèphe et un ouvrage d'Héphaïstos ; mais ils ignorent, à ce qu'il paraît, que Théodoros et Rhoicos de Samos sont les premiers qui aient trouvé l'art de couler le bronze au moule.

---

[58] D'apès la traduction de F. Hoefer (1851), consultée sur le site internet de l'université catholique de Louvain : http://mercure.fltr.ucl.ac.be/Hodoi/concordances/intro.htm#DIODORE

[59] Les chapitres 96 à 98 sont une liste établie par Diodore des « Grecs qui, célébrés pour leur sagesse et leurs lumières, ont autrefois voyagé en Égypte afin de s'instruire dans les lois et la science de cette nation ».

[60] D'apès la traduction de M. Clavier (1821), consultée sur le site internet http://remacle.org/bloodwolf/erudits/pausanias/table.htm

Pausanias, *DG*, livre X, 38.6

J'ai déjà fait voir en effet, dans un de mes livres précédents, que Rhoicos, fils de Philéus et Théodoros, fils de Téléclès, tous deux Samiens, ont été les inventeurs de l'art de fondre parfaitement le cuivre et de le jeter en moule. Je ne me souviens pas d'avoir vu aucun ouvrage en cuivre de Théodoros ; mais dans le temple de Diane à Éphèse, en allant vers la chapelle où l'on voit des peintures, on remarque un autel dédié à Diane surnommée Protothronia, sur lequel est une balustrade de marbre : il y a sur cette balustrade différentes statues ; celle de femme qui est à l'extrémité, et que les Éphésiens nomment la Nuit, est un ouvrage de Rhoicos.

Grâce à Pausanias nous savions déjà que les premières grandes statues de bronze en Grèce étaient les *sphyrèlata* (cf. § 1.2.1) ; il insiste ici à trois reprises sur le fait que Rhoicos et Théodoros de Samos furent les premiers à réussir à fabriquer une statue selon une nouvelle méthode, qui consiste à couler le métal dans un moule. Selon Pline l'Ancien, les innovations des deux Samiens ne se limitent pas au bronze, étant par exemple les premiers à avoir modelé de grandes sculptures dans l'argile. Pline apporte également une information très importante, le Théodoros qu'il mentionne est le même que l'architecte ayant construit le « labyrinthe de Samos » ; ce « labyrinthe » doit correspondre au grand temple de l'Héraion de Samos dont on sait par Hérodote qu'il a été construit par Théodoros et Rhoicos, son édification est datée par les fouilles des années -570/-560 (Kyrieleis, 1990, p. 18). Cela place donc l'activité des deux personnages dans la deuxième moitié du VIe s. av. J.-C., ce qui est tout à fait cohérent avec l'évolution chronologique des techniques grecques de la statuaire métallique que nous présentons ici. Selon Diodore, il existerait un lien de parenté entre Rhoicos et Théodoros, le texte est sur ce point contradictoire avec celui de Pausanias ; mais là n'est pas le sujet. On apprend surtout que les deux sculpteurs auraient été formés en Égypte, et qu'ils seraient les premiers Grecs à avoir su fabriquer une statue de bronze selon une méthode alors commune en Égypte. Diodore est le seul à détailler un peu la nature de ces innovations : la méthode égyptienne consistait à fabriquer les statues en plusieurs parties, qui s'adaptaient si bien que l'assemblage n'était ensuite plus visible.

Pour J. Taylor et P. Craddock, la légende qui attribue la paternité de la grande statuaire métallique à Rhoicos et Théodoros irait à l'appui de l'hypothèse selon laquelle les Grecs auraient emprunté aux égyptiens l'idée de fondre en creux

pour fabriquer de grandes statues (Taylor*, et al.*, 1998). La proposition n'est pas critiquable en soi, on remarquera simplement que le concept de fonte en creux était déjà bien maîtrisé en Grèce avant la période supposée d'activité des deux sculpteurs (cf. en particulier les grandes protomés coulées, § 1.2.2). Pour cette raison, plusieurs auteurs (que nous rejoignons) poussent l'hypothèse un peu plus loin. Selon C. Mattusch, Rhoicos et Théodoros pourraient avoir introduit en Grèce une façon de couler de grandes statues en plusieurs pièces (Mattusch, 1988, p. 84) ; D. Haynes et H. Kyrieleis suggèrent qu'il pourrait s'agir du procédé indirect de fonte à la cire perdue (Kyrieleis, 1990; Haynes, 1992, pp. 48-49) ; selon P. Bol, Théodoros pourrait avoir découvert un moyen d'assembler les pièces d'une statue entre elles, il pense évidemment au soudage (Bol, 1978, p. 9).

Notre travail donne une nouvelle perspective à ces hypothèses. Qu'il s'agisse de l'Égypte ou du Yémen, il est désormais établi que de grandes statues de bronze ont été coulées en pièces séparées selon le procédé indirect de fonte à la cire perdue, puis assemblées par soudage au bronze liquide. Cela était pratiqué un à deux siècles avant la fabrication de grands bronzes coulés dans le monde égéen (cf. Chapitre 4 et Chapitre 6). Par ailleurs, lorsque Pline (-77), Diodore (-30) ou Pausanias (+174) ont produit leurs écrits, la méthode « gréco-romaine » alors en usage pour la production de toutes les grandes statues de bronze reposait sur les deux procédés dont nous avons identifié l'usage en Égypte et au Yémen dès le VIIe s. avant notre ère. On peut donc raisonnablement proposer qu'une forme d'emprunt aux civilisations orientales est effectivement à l'origine de la méthode de fabrication que les Grecs ont utilisée pour la fabrication de leurs premières grandes statues de bronze. Nous essaierons d'explorer les modalités de ces emprunts lorsque nous comparerons les méthodes de fabrication égyptiennes, grecques et sudarabiques de la grande statuaire métallique (cf. Chapitre 7 p. 353). Pour conclure sur les écrits antiques, il semble donc que les Romains avaient conservé la mémoire de ces emprunts techniques ancestraux faits à l'Orient sous une forme personnifiée ; celle de Rhoicos et Théodoros, deux sculpteurs samiens de la première moitié du 6e s. avant notre ère, qui auraient appris la fabrication de statues en bronze faites par parties auprès des Égyptiens. Avant de détailler la méthode grecque de fabrication des premiers grands bronzes, nous nous intéresserons aux découvertes effectuées lors des fouilles de l'Héraion de Samos, et nous

examinerons ainsi dans quelle mesure l'île de Samos a effectivement pu jouer un rôle dans cette transmission.

1.3.2. Offrandes égyptiennes sur l'Héraion de Samos

Plus que partout ailleurs, à l'exception peut-être des sanctuaires panhélleniques tels Olympie ou Delphes, le mobilier archéologique découvert sur l'Héraion de Samos témoigne d'une fréquentation cosmopolite, et cela dès le VIIIe s. av. J.-C. Parmi les offrandes, le mobilier originaire d'Égypte est particulièrement abondant, se comptant par centaines d'objets ; deux catégories sont fortement représentées, la faïence et les bronzes (Kyrieleis, 1990, p. 24). Les trouvailles ne sont connues que très partiellement, la préparation de la publication monographique est en cours. On sait néanmoins que de remarquables statuettes ont été découvertes, dont notamment une représentation de la déesse Neith mesurant 22.5 cm de hauteur coulée en plein (Kyrieleis, 1990, Figure 11; Hill & Schorsch, 2007, pp. 108-109).

On compte aussi les restes d'au moins deux statues. La première est représentée par un bras gauche (Kyrieleis, 1990, Figure 10). Le bras est terminé par un tenon qui s'engageait dans le vêtement, il s'agit du même système d'assemblage mécanique que celui que nous avons décrit pour l'assemblage des avant-bras des statues féminines de Karnak. L'échelle de ce bras permet de restituer une statue mesurant environ 50 cm de hauteur.

La seconde statue est encore plus intéressante, elle représente un homme debout, sans doute un prêtre (Hill & Schorsch, 2007, pp. 110-113). Elle a été découverte en plusieurs fragments et est progressivement recomposée au fur et à mesure de l'avancée des découvertes (fragments B126 en 1927, B160 en 1928, B1312 en 1961, B1525 en 1963, B1690 en 1965). Ces fragments sont constitués d'une tête dont le visage est malheureusement manquant, d'un corps comprenant torse et pagne, du bras gauche plié main fermé autour d'un objet, du bras droit tendu le long du corps (la main est manquante), ainsi que de la jambe droite cassée sous le genou ce qui ne permet pas de la remettre en position sur la statue ; on voit toutefois qu'il s'agit de la jambe arrière d'un personnage en train de marcher ; la hauteur totale de la statue a été évaluée : 66 à 68 cm (Figure 102).

Figure 102 : statue égyptienne de prêtre découverte sur le site de l'Héraion de Samos, h. initiale estimée 66 à 68 cm, -747 / -640 av. J.-C., musée archéologique de Samos.

Photomontage d'après (Hill & Schorsch, 2007, pp. 111-112). Tête, corps et jambe ont été mis à la même échelle, les images ont détourées et la tête remise en place ; la jambe droite est cassée juste sous le genou, elle prend normalement position plus bas que ce qui est présenté ici.

À notre connaissance, le rapprochement de cette statue découverte à Samos avec les deux statues de la collection Posno n'avait jamais été effectué ; sans doute parce que l'allure générale de la statue de Samos n'avait jamais été reconstituée tel que nous le faisons ici avec le photomontage des fragments tous remis à la même échelle. Nous allons voir qu'au-delà de la « silhouette », les trois œuvres partagent de très nombreux points communs (Figure 88 et Figure 89 p. 232-233).

L'attitude est celle du prêtre E7692 (bras gauche plié, bras droit le long du corps), mais le torse est rendu avec plus de modelé, comme la statue de Bepeches E7693. La statue de Samos est de la même taille que le prêtre E7692 (65.6 cm), et donc nettement plus grande que Bepeches (46.7 cm). Pour ce que l'on peut en dire, l'allure de la tête est plutôt celle de Bepeches : les oreilles sont figurées, la perruque était courte ; cette perruque est aujourd'hui perdue, et ce que l'on voit aujourd'hui correspond à la même calotte crânienne que celle révélée par la radiographie de la statue du Louvre (Figure 91 p. 237). Le vêtement est non seulement très particulier, mais identique à celui du prêtre E7692. La statue est vêtue d'un pagne, dont on ne peut malheureusement observer l'ouverture, la partie basse du vêtement étant cassée. Un examen rapproché de la photographie de face permet de constater que les deux statues portent le même modèle de ceinture à nœud (pour E7692, bien visible sur le dessin de la Figure 92), le modèle n'est pas très courant d'après O. Perdu (Perdu, 2012, p. 314). Dernier élément, et non des moindres, la statue de Samos porte elle aussi une peau de panthère, dont on voit nettement la tête sur l'épaule gauche et une patte sur le flanc droit, elle couvre tout le dos, la description faite en 2007 nous apprend que l'extrémité de la queue de la panthère est visible sur l'arrière de la jambe droite (Hill & Schorsch, 2007, p. 113, n. 2). Alors que la peau de panthère du prêtre E7692 est rendue par gravure à froid dans le métal, donc après la coulée, celle de la statue de Samos est de fonderie, elle est en net relief et existait donc dès l'étape de la cire. Cet attribut très caractéristique a donc été prévu dans le projet initial du sculpteur pour la statue de Samos, ce qui laisse également entendre que ce n'était pas le cas de la statue E7692. Le personnage de Samos ne semble pas porter de poignard à la ceinture, ce qui le différencie du prêtre E7692.

D'un point de vue technique, la comparaison ne peut se faire que sur la base des photographies publiées et des descriptions qui sont données puiqu'il n'existe ni radiographie, ni analyses. D'après H. Kyrieleis, les parois métalliques sont remarquablement fines (Kyrieleis, 1990, p. 24). On apprend par la description de M. Viglaki-Sofianou et E. R. Russmann que les bras découverts détachés ont été récemment réassemblés (on ne sait si les fractures correspondent à la découpe initiale des assemblages ; ces assemblages ne sont d'ailleurs pas décrits), et que des traces de dorure ont été découvertes au niveau du poignet gauche de la statue (Hill & Schorsch, 2007, p. 110 & 113) ; rappelons que pour les statues de la collection Posno, de minuscules résidus de feuille d'or montrent qu'elles étaient toutes deux dorées en certains endroits. Les photographies montrent que le noyau n'a pas été enlevé après la coulée, on ne peut bien sûr pas savoir sans radiographie si le noyau du corps était creux ou plein. Enfin, l'armature en fer difficilement visible mais bien présente dans la tête prend une forme très particulière puisqu'elle est constituée de deux tiges placées côte à côte, exactement comme ce que nous avons mis en évidence pour la statue de Bepeches (Figure 91)[61].

Il n'est pas signalé d'inscription épigraphique, la statue reste donc anonyme ; à la manière d'O. Perdu pour E7692 c'est-à-dire en se fondant sur les caractéristiques du costume, des attributs et de la pose, E. R. Russmann identifie la statue comme un dignitaire ou un prêtre. Pour les questions de chronologie, sur la base des mêmes arguments que développés par O. Perdu pour les deux statues Posno, E. R. Russmann propose une datation de la 25e ou du début de la 26e dynastie (-747 / -640). Cette date est confirmée par le contexte, qui montre que la statue ne peut être postérieure à la fin du VIIe siècle (Kyrieleis, 1990, p. 24).

Au vu de l'extrême ressemblance des trois statues et des observations techniques que nous avons pu rassembler, il ne reste que peu de doute sur le fait que la statue de Samos a été réalisée suivant la même méthode de fabrication que les deux bronzes Posno du musée du Louvre. En première conséquence, on retiendra déjà que les Samiens ont eu tout loisir d'observer de grandes statues de

[61] La photographie de la tête publiée dans le catalogue de 2007 a ici été éclaircie pour mettre un peu mieux en évidence cette double armature en fer.

bronze fabriquée par fonte à la cire perdue dès le VIIe s. avant notre ère. De surcroît, il se trouve que cette statue a très probablement été fabriquée selon la méthode qui nous intéresse le plus dans la question d'une éventuelle transmission des techniques de la grande statuaire. Il s'agit de la méthode qui s'appuie sur l'usage du procédé indirect de fonte à la cire perdue pour la coulée en pièces séparées d'une grande statue et sur l'assemblage de ces pièces par soudage par fusion au bronze liquide. On retrouve ainsi, de façon étonnamment précise, ce que relate Diodore de Sicile : les parties s'adaptent si bien ensemble que la statue entière semble n'être qu'une seule œuvre.

1.3.3. L'appropriation samienne du procédé indirect de fonte à la cire perdue

La fouille de l'Héraion de Samos a livré de très nombreuses statuettes en bronze de la période Archaïque qui semblent avoir été produites localement, d'abord en raison d'un style original, raffiné et soigné –on les qualifie de petits bronzes samiens (Rolley, 1994, pp. 265-266), mais aussi parce que l'on a découvert à proximité immédiate du sanctuaire les restes typiques d'une activité bronzière (cônes et canaux de coulée, ainsi qu'un type particulier de lingot, Kyrieleis, 1990, p. 23 et Figures 8 et 9). Parmi ces statuettes, deux grands *kouroi* (h : 28 cm) ont particulièrement retenu l'attention des spécialistes. Le premier (*kouros* A) a été découvert avant 1914, le second (*kouros* B) en 1984 (Figure 103). Effectué en 1979, l'examen radiographique du *kouros* A a non seulement montré que la statuette était une remarquable fonte creuse sur noyau, mais a de plus mis en évidence la trace d'un joint cire-cire suggérant que le corps et la tête avaient été confectionnés à partir de deux pièces de cire tirées d'un moule, l'une pour la partie frontale, l'autre pour la partie dorsale. L'hypothèse d'une fabrication par le procédé indirect avait alors été formulée. Cette hypothèse a trouvé une confirmation magistrale avec la découverte du *kouros* B, dont absolument toutes les dimensions sont identiques, les seules exceptions correspondant au travail de reprise à froid de la chevelure (Kyrieleis, 1990, pp. 25-29). Une constatation similaire a pu être faite avec la découverte de deux cavaliers également tirés d'un même moule (Kyrieleis, 1990, Figures 14 et 15).

Il est donc établi que le procédé indirect de fonte à la cire perdue a été mis en œuvre par les bronziers de Samos dès le 3e quart du VIe s. av. J.-C. Dans ce cas précis, le procédé indirect n'est pas spécialement mis à profit pour obtenir des parois fines et régulières, pas plus qu'il n'a été choisi pour la facilité qu'il procure à couler une statue en pièces séparées puisque les quatre statuettes ont chacune été coulées en un seul jet. Le procédé indirect est ici utilisé pour la possibilité qu'il offre de produire en série des répliques parfaitement identiques d'un même modèle. Les bronziers samiens auraient donc adopté le procédé indirect en réponse à la forte demande d'une petite statuaire de grande qualité.

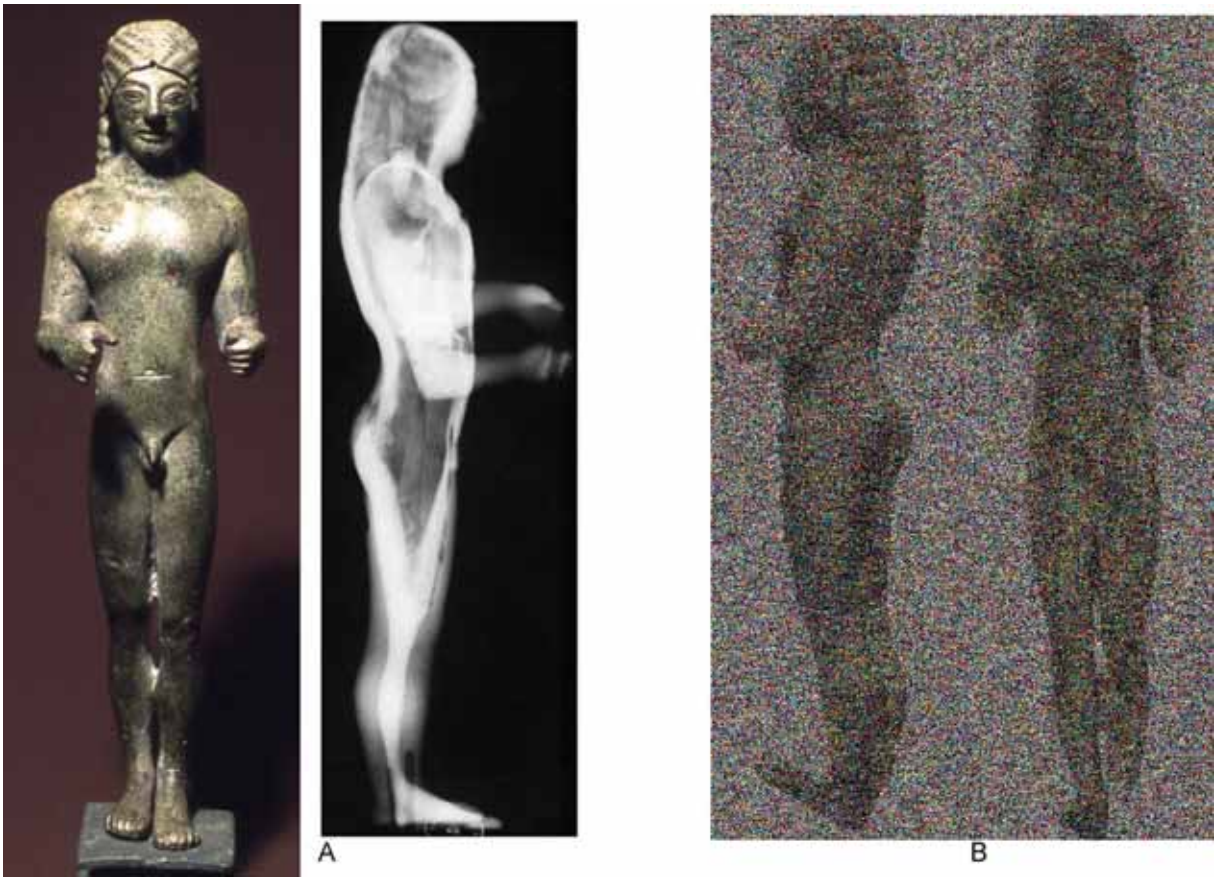


Figure 103 : A : kouros, Antikensammlung der Staatlichen Museen, Berlin inv. 31098 ; B : kouros, musée archéologique de Samos, inv. B2605 ; même hauteur pour les deux statuettes : 28 cm ; 3e quart du VIe s. av. J.-C.

A : photographie © Antikensammlung Berlin, radiographie d'après (Bol, 1985, Figure 72) ; B : d'après (Tsakos & Viglaki-Sofianou, 2012, p. 112)

1.4. Les grands bronzes grecs de la fin de la période Archaïque

Les plus anciens témoignages de grandes statues de bronze grecques remontent à la seconde moitié du VIe s., c'est-à-dire à la fin de la période archaïque. Cela représente très peu de vestiges : pour la Grèce continentale, un moule et la tête d'une statue, pour la Grande-Grèce (Sud de l'Italie), une statue complète[62].

1.4.1. Le kouros de l'Agora d'Athènes

La plus ancienne grande statue coulée à la cire perdue et fabriquée en Grèce n'est connue que par son négatif, le moule ! En effet, et de façon très paradoxale puisque les moules de grandes statues antiques sont excessivement rares, c'est sous cette forme que le *kouros* de l'Agora d'Athènes nous est parvenu (Figure 104, gauche). Les fragments de ce moule ont été découverts lors de la fouille en 1936 d'une petite fosse située à proximité immédiate du temple d'Apollon Patroos sur l'Agora d'Athènes ; ce mobilier a été réétudié par C. Mattusch à la fin des années 1970 (Mattusch, 1982; 1988, pp. 54-59). Cette étude a montré que la découverte correspondait à une fosse de coulée comportant deux niveaux, l'un à 0.25 m et l'autre à 0.85 m de profondeur. Un moule de 0.75 m de hauteur a été recomposé à partir des fragments, il correspond à la partie basse du corps d'une statue : pieds, jambes, mains et bas des bras, partie inférieure du torse ; un

[62] Dans ce travail, je ne prendrai pas en compte la grande statue d'Apollon (h. 1.91 m) découverte au Pirée en 1959. Sur la base d'une étude stylistique, C. Rolley la qualifie d'étrange et la range dans son chapitre « imitations, dérivations et reprises », la décrivant de la façon suivante : « Les formes générales sont archaïques, mais le traitement comme mou, voire incertain, est sans exemple, que ce soit dans les originaux grecs ou dans les imitations romaines » ; il conclut sans grande convictions à une œuvre « archaïsante » du 2e quart du Ve s. av ; J.-C. (Rolley, 1994, pp. 398-399). La statue n'a pas été radiographiée, ni le métal analysé. C. Mattusch a cependant pu reccueilllir les témoignages de l'équipe chargée de restaurer la statue, et a également eu l'opportunité d'observer l'intérieur de la statue. Sur la base du style et de cette étude technique, C. Mattusch a tout d'abord proposé une datation des années -530 / -520 (Mattusch, 1988, pp. 74-79), avant de reconsidérer sa position et opter pour une création à la fin de la période hellénistique (Mattusch, 1996a, pp. 129-140). Il y a effectivement des anomalies troublantes dans la description qu'elle donne de la technique : les soudures ne sont pas d'un type usuel en Grèce et le noyau est décrit comme une épaisse couche d'argile qui épousait l'intérieur de la statue ; autrement dit le noyau était creux, comme ce que l'on observe pour toutes les grandes statues sudarabiques (cf. Chapitre 6 § 3.3 p. 339). J'ai eu la possibilité d'observer la statue dans les salles du musée. Il me semble que l'étrangeté remarquée par C. Rolley vient essentiellement du manque de détails, comme si tout ou presque avait été réalisé par le procédé indirect, sans reprise de la cire, et sans les ajouts façonnés en positif si caractéristiques des grandes statues grecques des périodes archaïque et du style sévère (chevelure en particulier ; cf. ci-après pour une description de cette méthode grecque de travailler la cire).Les surfaces peu détaillées sont également une caractéristique des grands bronzes sudarabiques, et cela dès les périodes les plus anciennes. On peut alors se demander si l'Apollon du Pirée est bien de facture grecque. Ne pourrait-il pas plutôt s'agir d'une statue fondue par un artisan « oriental » (Yémen, Egypte, Proche-Orient), à une date qui reste à définir ? En revanche, le modèle reproduit par le fondeur serait grec (pourquoi pas une sculpture en pierre) ?

fragment portant l'empreinte d'un menton et d'une bouche témoigne de l'existence d'un autre moule pour la tête (Figure 104, milieu). L'étude des empreintes a permis de reconstituer assez précisément la statue : un *kouros* archaïque d'environ un mètre de hauteur, soit un peu plus que l'échelle 1/2. La fosse a quant à elle été datée du milieu du VIe s. av. notre ère.

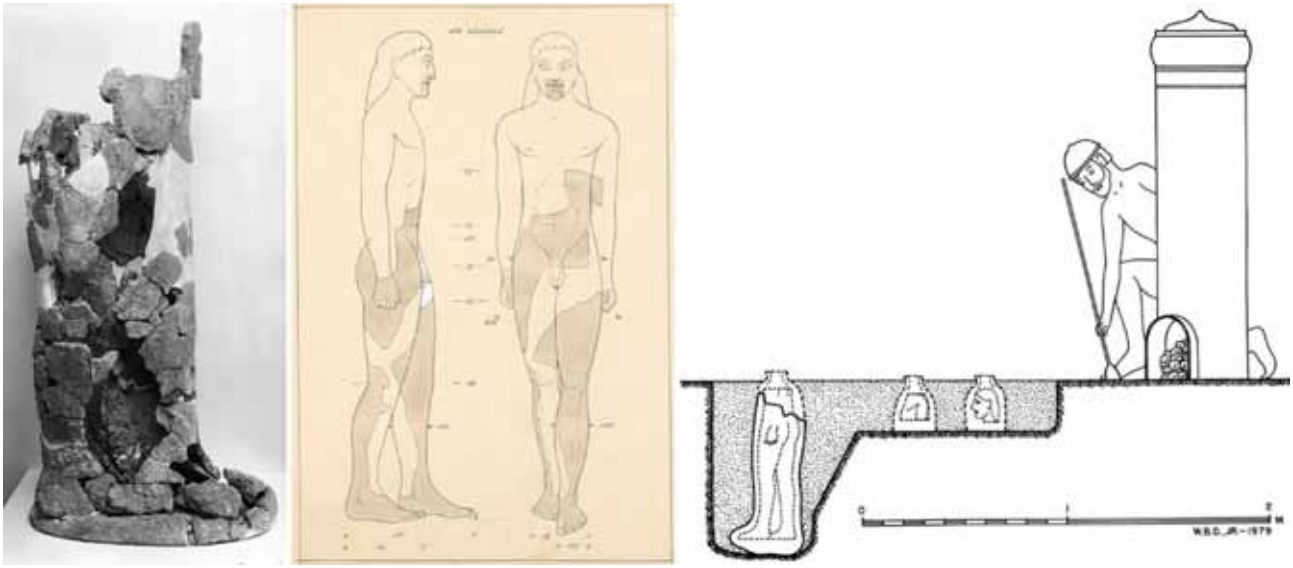


Figure 104 : à gauche, moule d'une statue de *kouros* découvert dans sa fosse de coulée sur l'Agora d'Athènes, à proximité du temple d'Apollon Patroos, h. 0.75 m, milieu du VIe s. av. J.-C ; au milieu, proposition de reconstitution de la statue d'après le tirage en plâtre des empreintes encore existantes dans les différents fragments de moule ; à droite, reconstitution de la fosse de coulée avec en place les moules des trois pièces à couler (tête, haut du corps, bas du corps).

Gauche et droite, d'après (Mattusch, 1982, Figures 25-26), milieu © American School of Classical Studies at Athens

La découverte est fondamentale, elle donne l'occasion de décrire le déroulement de la coulée d'une statue antique, et de précisément caractériser un moule de coulée. Cependant, du fait de l'absence de la statue, nombre de questions restent en suspens. On peut déduire des vestiges que la statue a été coulée en trois pièces, le grand moule au niveau bas de la fosse, le haut du torse et la tête au niveau supérieur (Figure 104, droite). Cela implique ensuite le recours à l'assemblage soudé, qui était donc bien pratiqué dès cette période ; mais on ne peut absolument pas décrire ces soudures. La trace des clous distanciateurs était encore visible dans le moule, la statue était donc bien une fonte en creux sur noyau. En revanche, on ne peut pas déterminer si la statue a été réalisée par le procédé direct, ou par le procédé indirect de fonte à la cire perdue.

1.4.2. Tête du Zeus d'Olympie

La tête du Zeus d'Olympie et le Zeus d'Ugento (cf. ci-après) sont les deux premières statues grecques coulées en creux que nous connaissons, on les date des alentours de 520 av. J.-C. (Rolley, 1994, p. 66). La tête d'Olympie a été découverte à l'angle sud-ouest du temple de Zeus. La hauteur complète de la pièce (tête + cou) est de 17 cm ; il faut donc imaginer une statue d'environ un mètre de hauteur, comme le *kouros* de l'Agora d'Athènes. La tête est conservée au Musée National d'Athènes, elle n'a à notre connaissance pas été analysée ni radiographiée (Figure 105).

La description technique la plus complète est donnée par C. Mattusch (Mattusch, 1988, pp. 63-65). Lorsque la tête a été retrouvée, des restes de noyau étaient encore présents, ainsi que ceux d'une armature en fer. Les parois sont épaisses et irrégulières (7 à 12 mm, Haynes, 1992, p. 68). La majorité des spécialistes décrivent la tête comme ayant été obtenue par le procédé direct de fonte à la cire perdue (P. Bol, C. Mattusch, C. Rolley). Nous ajouterons simplement qu'il ne faut peut-être pas exclure la technique sur feuilles de cire, les angles vifs séparant les différents volumes de la tête se prêteraient assez bien à cette variante du procédé direct.

Une des grandes nouveautés, par rapport à la petite statuaire grecque et à la grande statuaire égyptienne, réside dans le traitement de la chevelure et de la barbe. Le travail est non seulement détaillé par une minutieuse gravure, mais il se distingue aussi et surtout par des éléments ajoutés qui attirent le regard du spectateur. Il s'agit d'une part d'un double rang de boucles spiralées ; les boucles sculptées directement dans la cire ont été disposées une par une sur le front. On trouve aussi un chignon protubérant et de longues mèches qui partaient de la nuque, certaines sont encore en place mais brisées, d'autres manquent et on distingue le logement dans lequel elles ont été introduites (Figure 105). Ces mèches et le chignon ont été coulés à part et soudés sur la tête. Cela confirme d'une part la pratique du soudage pour la fabrication des premiers grands bronzes coulés de Grèce. Malheureusement cette tête est cassée au-dessus de la soudure qui l'unissait sur le corps, on ne sait donc pas précisément comment les pièces principales ont été soudées entre elles. Cela montre aussi que les fondeurs grecs

utilisaient abondamment le soudage, y compris pour ajouter des détails sur une statue ; ce n'est pas ce que nous avons constaté sur les statues égyptiennes, où le soudage est limité à l'assemblage des bras.

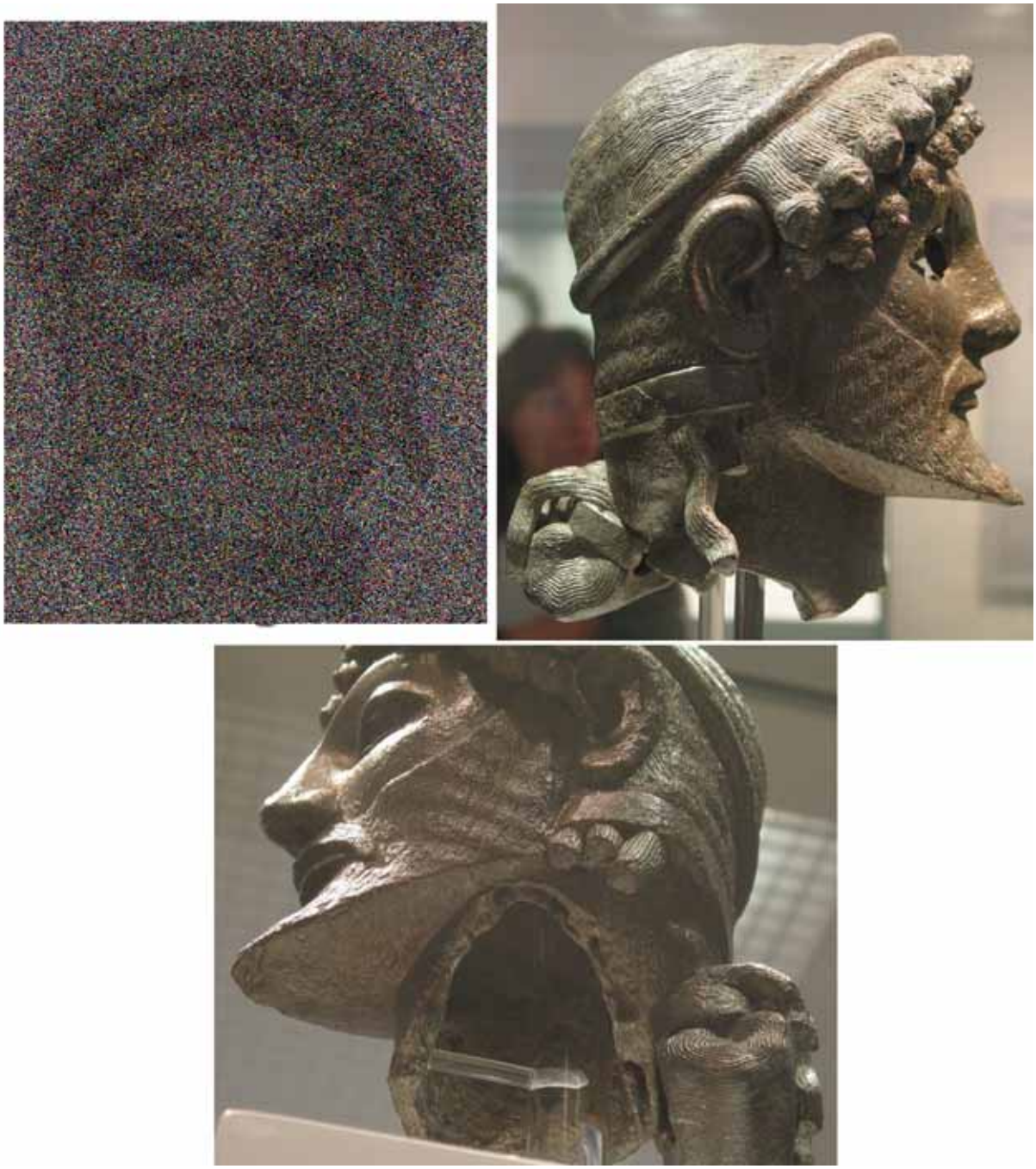


Figure 105 : tête d'une statue de Zeus découverte à Olympie, à l'angle sud-ouest du temple de Zeus, h. 17 cm, -520 / -500 av. J.-C., musée national d'Athènes, inv. 6440.

Photographie du haut à gauche d'après (Kaltsas, 2007, p. 248).

1.4.3. Le Zeus d'Ugento

La seule statue complète de la période archaïque est le Zeus d'Ugento, province actuelle de Lecce dans les Pouilles en Italie. Découverte fortuitement en 1961, la statue serait une œuvre locale produite par un sculpteur de Tarente entre 530 et 520 avant notre ère (Rolley, 1994, pp. 301-303). Elle représente Zeus, l'allure de la tête est très proche de la tête d'Olympie. Le Zeus d'Ugento se dressait au sommet d'une colonne, la base métallique sur laquelle il reposait a été retrouvée, elle s'encastrait au sommet d'un chapiteau dorique dont a retrouvé les restes. Le chapiteau se situait à hauteur d'œil. La statue est plus petite que celle d'Olympie, 72 cm de hauteur ; pour une comparaison directe, la hauteur tête+cou du Zeus d'Ugento est de 12 cm, 17 cm pour le Zeus d'Olympie (Figure 106).

Figure 106 : statue de Zeus découverte à Ugento (Italie), h. 72 cm, -530 / -520 av. J.-C., musée archéologique national de Tarente, inv. 121.327 ; les flèches rouges sur la gammagraphie indiquent l'emplacement des soudures. La base antique n'est pas présentée.

Photographie d'après (Juliis, 1996, p. 550), gammagraphie d'après (Degrassi, 1981, pl. 22).

À l'image de ce que nous venons de décrire pour la statue d'Olympie, la tête du Zeus d'Ugento est particulièrement soignée. On retrouve par exemple sur le front les deux rangs de boucles spiralées sculptées directement dans la cire, et les mèches coulées à part puis soudées. La statue a été restaurée à l'Istituto Centrale di Restauro et étudiée à la fin des années 1960, une publication monographique détaille l'ensemble des résultats obtenus, des analyses élémentaires de métal ainsi qu'une gammagraphie ont été effectuées (Degrassi, 1981).

Malheureusement, la description des résultats manque de rigueur, ce qui limite beaucoup la portée de l'étude. Il faut néanmoins rappeler que la découverte a été effectuée plus de 10 ans avant celle des guerriers de Riace (1972) ; ces deux statues ont énormément contribué aux connaissances de la technique des grands bronzes antiques. La publication des bronzes de Riace date de 1984, N. Degrassi n'a donc pas eu la possibilité de prendre connaissance des nouvelles problématiques que les deux statues ont fait surgir, et il n'a pas conduit sa description d'une façon qui permette aujourd'hui une confrontation facile de ses résultats. Par ailleurs, malgré la publication de nombreux détails photographiques, la surface très brillante de la statue et le choix du noir et blanc n'aident pas à une éventuelle réinterprétation de la description technologique qui a été faite.

En revanche, la gammagraphie qui figure dans la monographie est un document de bonne qualité, et que personne ne semble avoir véritablement exploité jusqu'à ce jour. La publication de 1981 ne donne pas de relevé des épaisseurs des parois métalliques, mais la gammagraphie permet de constater que les parois sont relativement fines et plutôt régulières (en moyenne 5 mm) ; c'est là une différence essentielle avec le Zeus d'Olympie. Contrairement à ce qui a été affirmé (Degrassi, 1981, p. 137), on voit distinctement que les pieds et les mains de la statue sont creux. Pour ce qui concerne le type de procédé de fonte, N. Degrassi a proposé une cire perdue directe pour le corps, possiblement indirecte pour les mains et la tête étant donné la possible présence d'assemblages à ces endroits (Degrassi, 1981, pp. 145-152). Au vu de la gammagraphie du corps, on ne voit pas bien comment obtenir une telle régularité d'épaisseur et cette souplesse de modelé autrement que par le procédé indirect. Lorsque la statue a été retrouvée, le noyau était encore présent, ainsi qu'une armature en fer. N. Degrassi signale qu'il n'a pas

vu de clous distanciateurs ; la résolution de la gammagraphie n'est pas suffisante pour en être certain, mais il semble que quelques clous distanciateurs de section carrée et sans doute en fer sont encore présents, notamment à mi-biceps droit au voisinage de la gerce ainsi que sur le corps. L'une de nos plus grandes frustrations concerne les assemblages ; ils sont peu décrits, et certains n'ont pas été vus (Degrassi, 1981, pp. 138-139). D'après N. Degrassi, le corps et les jambes de la statue sont coulés en une seule pièce, ce que confirme globalement la gammagraphie (les pieds sont peut-être soudés). Selon lui, la tête pourrait avoir été faite à part : la gammagraphie montre effectivement une surépaisseur horizontale de métal à mi-cou qui correspond vraisemblablement à une soudure. Mais le problème est qu'il faudrait pouvoir décrire de façon beaucoup plus précise cette soudure, afin notamment de pouvoir la comparer aux techniques qui sont mises en œuvre à partir de la période du style sévère (cf. § 2.3). Enfin, il est à peu près certain que les bras ont eux aussi été coulés à part et soudés, de nettes surépaisseurs de métal sont visibles sur la gammagraphie, de part et d'autre du torse, qui ne peuvent correspondre à autre chose que des soudures (figurées par des flèches rouges sur la Figure 106). La réparure de la statue n'est pas décelable par gammagraphie, et la statue ne semble pas compter beaucoup de défauts de fabrication. Des plaquettes rondes sont signalés dans la zone des mains et des poignets (Degrassi, 1981, pp. 12-13), qui correspondent sans doute plutôt à des bouchages par coulée secondaire. Les sourcils et les mammelons sont des incrustations rapportées (en cuivre) ; rien n'est dit pour les lèvres. Seul l'œil gauche est conservé, il serait lui aussi rapporté et fait en bronze ; la couronne et les rosettes du diadème seraient coulés à part et assemblées mécaniquement à la statue (Degrassi, 1981, p. 141).

Des analyses élémentaires du métal ont été réalisées par le laboratoire qui a également produit la gammagraphie, l'Istituto Sperimentale dei Metalli Leggeri di Novarra (Degrassi, 1981, p. 135). Un prélèvement a été effectué sur le corps, la composition de l'alliage est originale puisqu'il s'agit d'un bronze à 8.5 % d'étain et 3.6 % de plomb. La base rectangulaire sur laquelle la statue était fixée a elle aussi été analysée, le même type d'alliage a été identifié, mais cette fois la teneur en plomb est beaucoup plus forte (4.7 % d'étain, 19.6 % de plomb). Nous avons précédemment montré que l'ajout de plomb est une pratique fréquente dans la

petite statuaire grecque dès la période géométrique (Figure 98) ; nous allons bientôt voir que ce n'était pas le cas de la grande statuaire, au moins pour ce qui concerne la période archaïque et classique (cf. § 2.4 p. 311 et Figure 140 p. 369).

Cette composition d'alliage originale a été utilisée comme argument d'une fabrication locale de la statue (c'est-à-dire en Grande-Grèce), en s'appuyant sur le fait qu'en Grèce propre, le fort ajout de plomb n'était pas pratiqué pour la grande statuaire avant la période hellénistique (Mattusch, 1988, n. 54 p. 71; Rolley, 1994, p. 65). Remarquons tout de même que cette affirmation demanderait confirmation par comparaison avec le référentiel des alliages utilisés en Grande-Grèce à la période archaïque, qui à notre connaissance n'existe pas encore. Au-delà de ce problème, la statue étonne par la maturité des techniques de fabrication, notamment par comparaison avec la tête du Zeus d'Olympie. Pour la première fois, les épaisseurs des parois métalliques sont rigoureusement contrôlées de façon à obtenir une bonne régularité, cela a vraisemblablement été obtenu grâce à l'emploi du procédé indirect de fonte à la cire perdue. Malgré la finesse des parois, il n'y a pas de défaut de coulée majeur ; quant au soudage, il est si bien maîtrisé qu'il a en grande partie échappé aux personnes chargées de l'étude initiale de la statue. Plus encore que pour le Zeus d'Olympie, la tête se distingue par de nombreux éléments ajoutés, soit par un travail en positif de la cire (boucles spîralées), soit coulées à part et soudées (longues mèches), soit assemblées mécaniquement (couronne). Il n'est pas simple d'intégrer cette statue au sein de la séquence évolutive des techniques grecques de la grande statuaire de bronze. À bien des égards, le Zeus d'Ugento constitue un *unicum* qui révèle la lacune de nos connaissances des techniques de ces premiers « grands » bronzes grecs de la deuxième moitié du VIe s. avant notre ère.

2. Technique des grands bronzes de la période du style sévère (-480 / -450)

À partir de la période dite du style sévère, le nombre de statues ou restes de statues parvenus jusqu'à nous devient nettement plus important ; pour cette seule période, la base de données HEPHAISTOS inventorie au moins une quinzaine d'exemples. Notre objectif ne sera pas d'étudier exhaustivement ce corpus, mais de choisir quelques œuvres, en particulier les statues entières, pour rechercher, ainsi que nous l'avions annoncé dans l'introduction de ce chapitre, la trace éventuelle d'innovations techniques en mesure d'expliquer les changements spectaculaires qui se produisent.

Nous avons vu, que dans une première phase qui correspond à la période archaïque, le sculpteur semble s'être conformé à certaines conventions, conduisant à la création de corps et de têtes à la pose particulièrement rigide (Kouros de l'Agora, Zeus d'Olympie et d'Ugento). Tout se passe comme si le sculpteur n'était peut-être pas encore préparé à expérimenter à cette nouvelle échelle, et qu'il n'avait pas pris la mesure des possibilités offertes par le bronze (Mattusch, 1988, p. 55). On observe ainsi souvent plus de souplesse dans le traitement de la petite statuaire de bronze que dans la grande. On notera aussi, et n'est peut-être pas uniquement le fait du hasard des découvertes, que les « grands » bronzes grecs archaïques fondus en creux ne dépassent jamais l'échelle 1/2. En somme, les bronziers grecs du VIe s. seraient restés dans les modules que ce que nous avons observé précédemment pour l'Égypte de la Troisième Période intermédiaire.

Nous insistons d'autant plus sur ce point que le changement va être radical. Les cinq statues de la période du style sévère que nous allons maintenant présenter étaient toutes un peu plus grandes que nature : 180 à 210 cm (Figure 107 à Figure 110) ! Pourtant, il n'y a pas plus de 50 ans de différence d'âge entre ces statues et les Zeus d'Olympie et d'Ugento. Comment est-on arrivé à des œuvres d'une telle monumentalité ? Au-delà de la question de taille, comment expliquer que sculpteurs et bronziers ont si brutalement réussi une appropriation complète du bronze ? Le code rigide des périodes précédentes est complètement abandonné, bronziers et sculpteurs semblent s'être libérés d'une sorte de carcan.

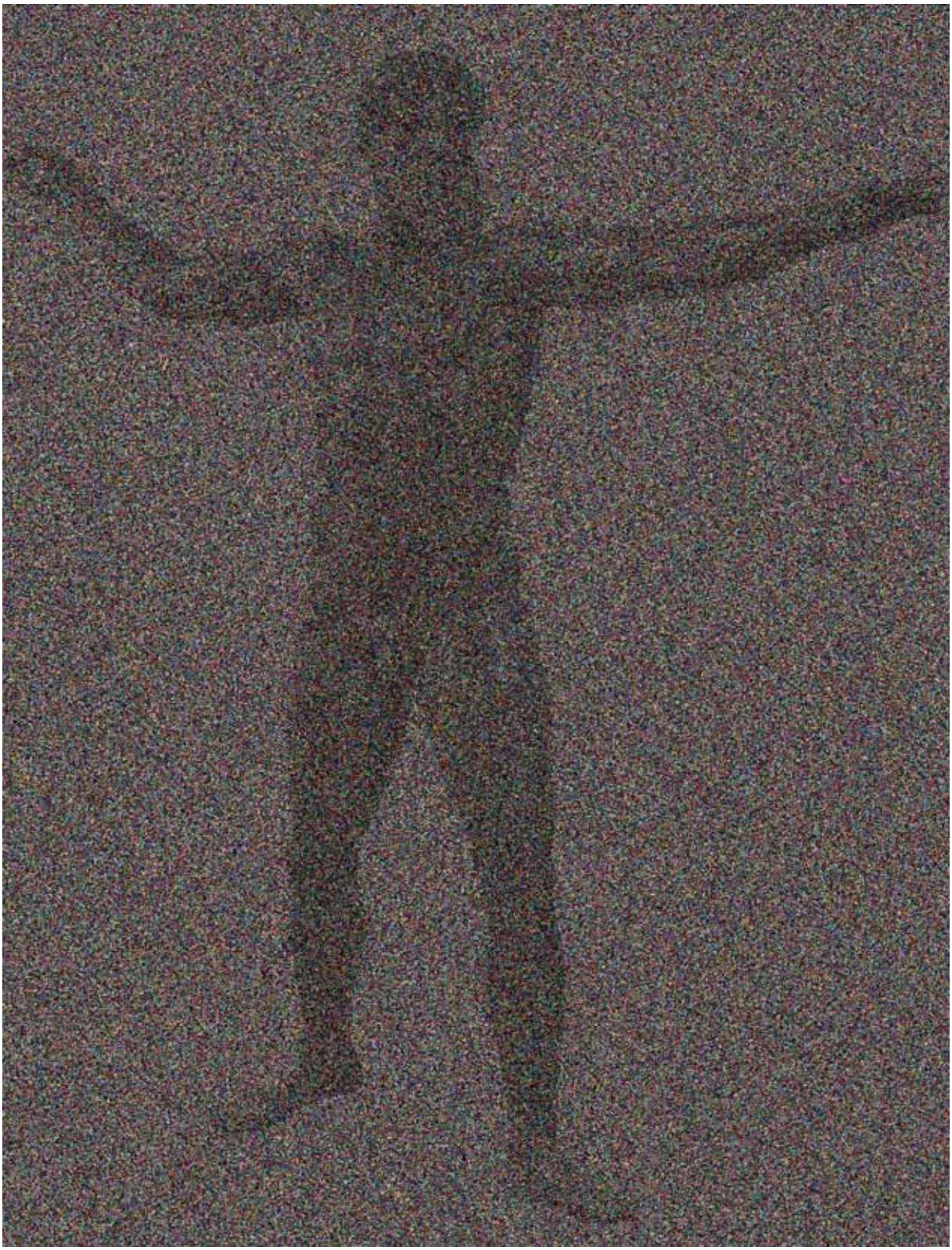


Figure 107 : dieu (Poséidon ?) du Cap Artémision (Grèce), h. 209 cm, -460 / -450 av J.-C., inv. 15161, musée national d'Athènes.

D'après (Kaltsas, 2007, p. 276).

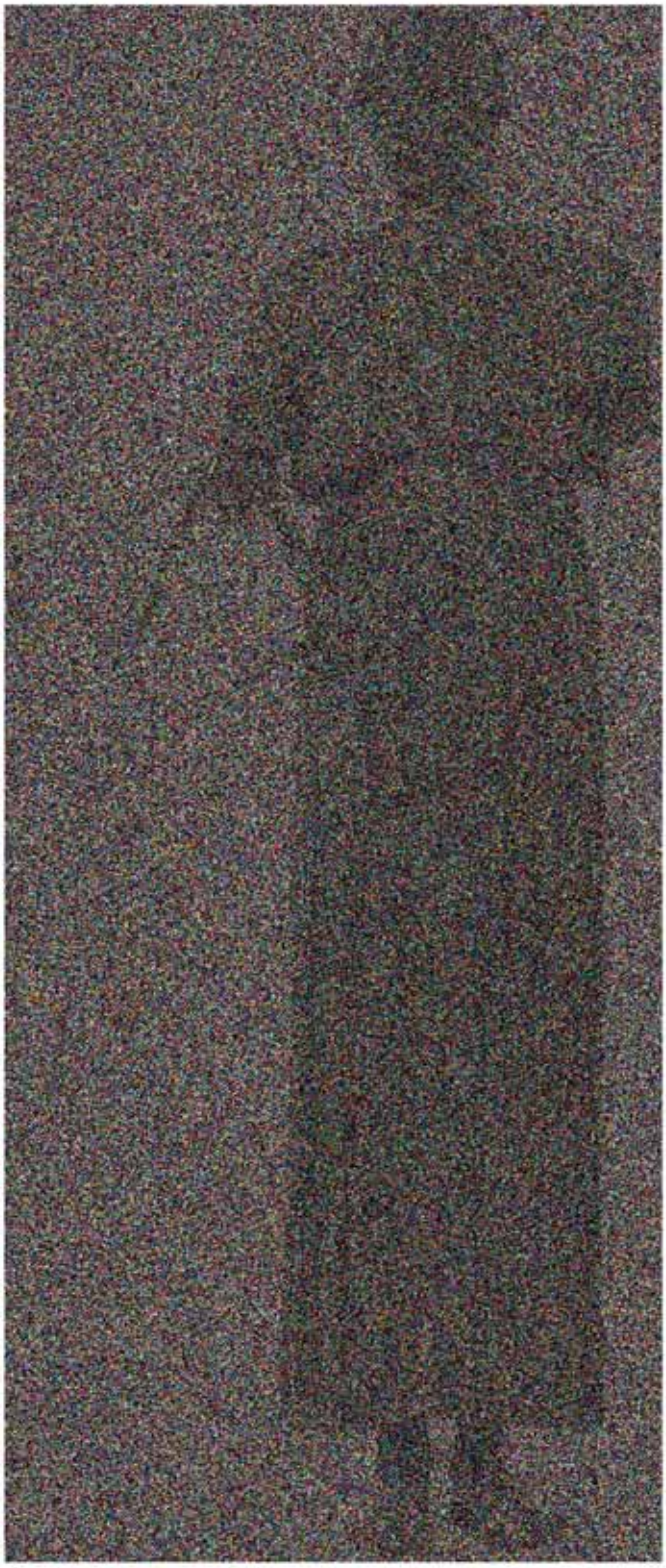


Figure 108 : à gauche : tête et jambe droite de l'Apollon « Chatsworth », découvert à Tamassos (Chypre), plus grand que la taille naturelle (h. originelle 190-210 cm), -460 / -450 av. J.-C. Tête inv. 1958.4-18.1, British Museum, jambe inv. Br 69 Musée du Louvre DAGER ; à droite : statue de cocher dite « aurige » découverte à Delphes (Grèce), h. 180 cm, achevé en 466 av. J.-C., inv. 3484 3520 3540, musée archéologique de Delphes.

Tête Chatsworth © British Museum, jambe chatsworth © musée du Louvre, Aurige d'après (Kolonia, 2006, p. 259).

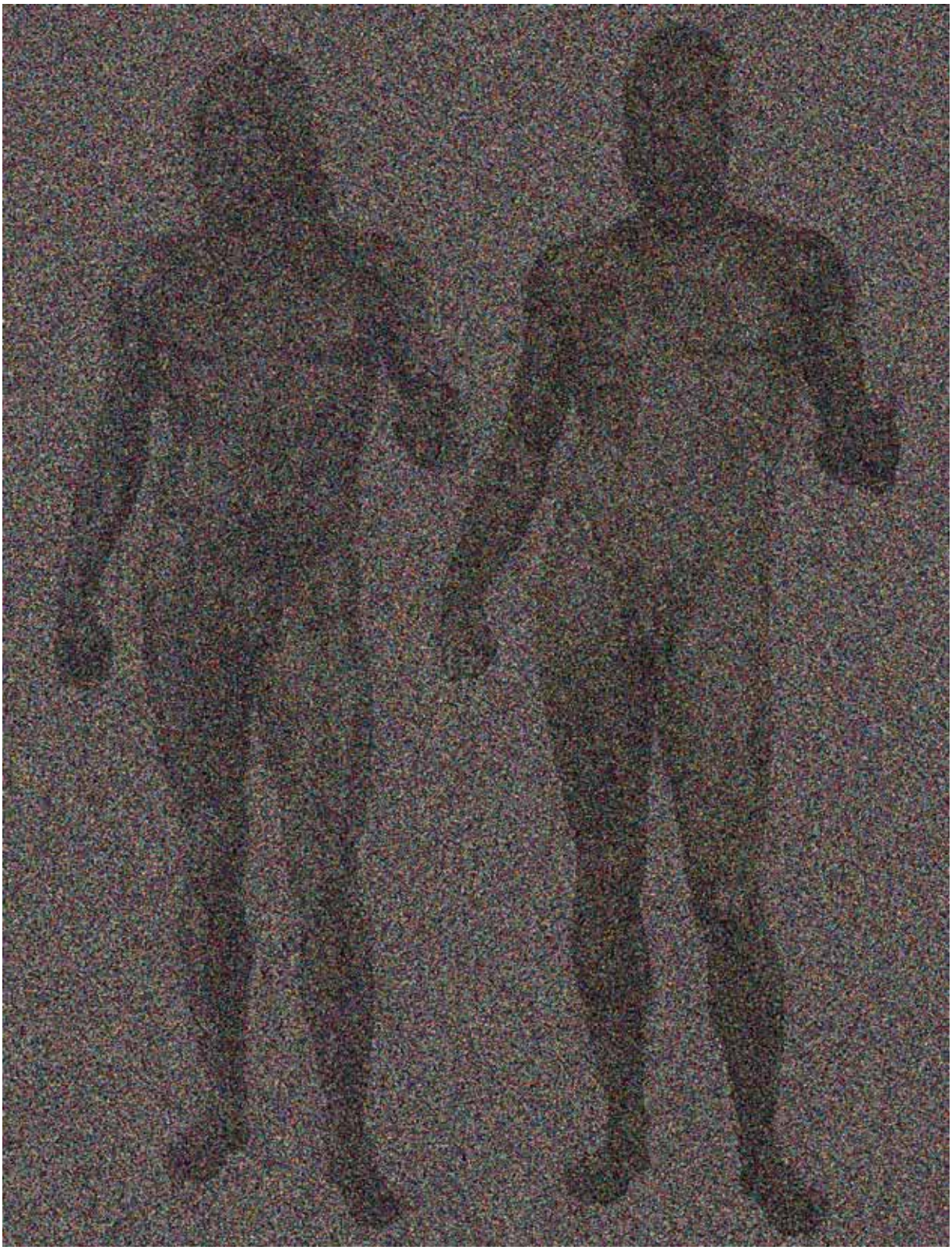


Figure 109 : bronzes de Riace (Italie) ; à gauche, statue A, h. 198 cm, vers -460 av. J.-C. ; à droite, statue B, h. 197 cm, vers -430 av. J.-C., musée archéologique national de Reggio de Calabre.

D'après (Cebeillac Gervasoni, 1985, p. 21)

Figure 110 :détail des visages, de gauche à droite et de haut en bas : Poséidon du Cap Artémision, Apollon Chatsworth, Aurige de Delphes, statue A de Riace

Poséidon d'après (Kaltsas, 2007, p. 262), Apollon Chatsworth © British Museum, Aurige de Delphes d'après (Kolonia, 2006, p. 260), statue A de Riace d'après (AAVV, 1984, pl. A40)

Nous ne donnerons pas de présentation générale des cinq statues, elles sont très connues et nous invitons le lecteur à se reporter à quelques publications facilement accessibles et qui regroupent l'essentiel de l'information ainsi que la bibliographie : pour le Poséidon du Cap Artémision (Mattusch, 1988, pp. 150-153; Rolley, 1994, pp. 333-336) et un court et unique article présentant les résultats obtenus par le laboratoire de chimie du musée national d'Athènes (Tzachou-Alexandri & Andreopoulou-Mangou, 2000) ; pour l'Apollon Chatsworth[63] (Bouquillon*, et al.*, 2006) ; pour l'Aurige de Delphes (Mattusch, 1988, pp. 127-135; Rolley, 1994, pp. 344-347) ; et pour les bronzes de Riace, la magistrale monographie des Bolletino d'Arte (AAVV, 1984). De même, nous ne livrerons pas une description complète de la technique de fabrication de chacune des statues. Nous donnerons plutôt une vue synthétique des grandes étapes de leur fabrication illustrée d'exemples choisis parmi les résultats publiés, afin de discuter la question d'une évolution de certains procédés et de chercher à mettre en évidence d'éventuelles innovations techniques importantes.

Parmi les cinq statues, l'Aurige de Delphes est la seule dont on connaît précisément le contexte d'érection : elle commémore la victoire de Hiéron dans une course de chars en 470 av. J.-C. La dédicace sur la base de la statue permet d'établir qu'elle a été commandée par Polyzalos après la mort de son frère survenue en 467/466 (Rolley, 1994, p. 347). On a même récemment découvert l'emplacement précis et les restes du bloc de fondation sur lequel reposait le groupe statuaire, au nord du temple d'Apollon (Jacquemin & Laroche, 2012). Mais l'Aurige de Delphes est aussi paradoxalement la statue la moins documentée de toutes : la dernière monographie a plus de 60 ans, il n'existe aucune analyse ni radiographie, on ne connaît donc pas grand-chose de sa technique, ce qui est fort dommage étant donné le jalon essentiel que constitue cette statue.

[63] Par commodité, nous apellerons « Chatsworth » aussi bien la tête que la jambe, nous désignerons aussi la statue sous l'expression « Apollon Chatsworth ». Il faut cependant noter que seule la tête a appartenu aux collections du duc de Devonshire de Chatsworth. Pour les arguments qui ont permis de rapprocher la grande jambe du musée du Louvre à la tête du British Museum, bibliographie complète dans (Bouquillon *et al.*, 2006).

2.1. Travail de la cire

Toutes les études insistent sur la régularité d'épaisseur des parois métalliques, hormis l'Aurige. Pour le Poséidon du Cap Artémision, nous ne possédons pas de relevé très précis, mais les photos prises lors de sa restauration montrent des parois fines et très uniformes (Tzachou-Alexandri & Andreopoulou-Mangou, 2000, p. 90)[64]. La jambe de l'Apollon Chatsworth témoigne elle aussi d'une épaisseur régulière (7 mm) ; pour la tête, il y a des variations mais elles sont surtout liées à l'ajout de détails (cf. ci-après). L'Aurige de Delphes a été observé de près par F. Chamoux, il a relevé des épaisseurs de 8 à 13 mm, mais pouvant aller jusque 25 mm dans les zones de plis du vêtement (Chamoux, 1955, p. 61). Les statues de Riace enfin bénéficient de véritables cartographies des parois, qui montrent que pour les volumes simples tels que le torse, les bras ou les jambes, les épaisseurs sont en moyenne de 8.5 mm pour la statue A, et de 7.5 mm pour la statue B (Formigli, 1984, p. 112).

En raison des observations faites par F. Chamoux, on considère généralement que l'Aurige de Delphes a été fabriqué par le procédé direct (Rolley, 1994, p. 67). Pour toutes les autres statues, la régularité et la finesse des parois métalliques sont mises en avant comme premier argument en faveur du procédé indirect. Les observations approfondies de la paroi interne conduites par E. Formigli ont apporté des preuves irréfutables de l'usage du procédé indirect pour les deux bronzes de Riace (Formigli, 1984, p. 109). Les radiographies effectuées selon plusieurs orientations combinées à des observations de la paroi interne ont aussi montré que la jambe Chatsworth a été obtenue par le procédé indirect. La jambe résulte de l'assemblage d'au moins six moules partiels : quatre pour la partie supérieure, au minimum deux pour la partie inférieure (Figure 111). Chaque pièce de moule a été garnie de cire, puis d'une certaine épaisseur de noyau. Après dépose des moules, les différentes pièces de cire ont été soudées entre elles à la cire, l'espace interne encore vacant a sans doute permis d'introduire une armature en fer (cf. § 2.2), puis le complément de terre réfractaire a été introduit (Bouquillon, *et al.*, 2006, pp. 239-242).

[64] Les épaisseurs n'ont pas été évaluées par les auteurs de l'étude mais la photographie publiée montre que les parois ne dépassent pas 5 mm.

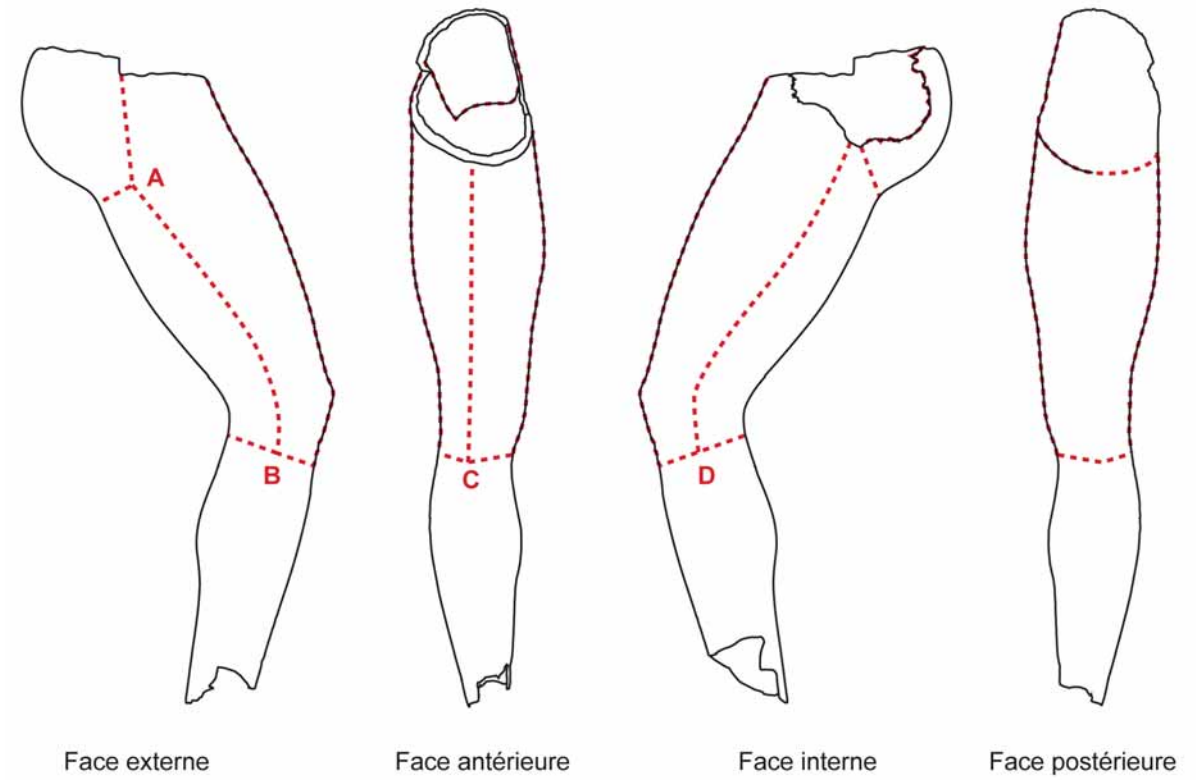


Figure 111 : jambe de l'Apollon Chatsworth, tracé des limites des moules partiels repérés par examen visuel et/ou radiographique, notamment par la mise en évidence de points triples de jonction à la limite des différentes pièces de cire (A, B, C, D).

Lorsque nous avons étudié les deux grands bronzes de la période archaïque (Zeus d'Olympie et d'Ugento), nous avions souligné l'apparition d'une particularité grecque vis-à-vis des techniques égyptiennes, l'ajout de détails, notamment pour figurer en fort relief les boucles et mèches de chevelure. À la période du style sévère, la même combinaison de procédés est utilisée, c'est-à-dire à la fois la sculpture en positif d'éléments en cire ajoutés sur la statue avant la coulée, puis, l'ajout des dernières pièces coulées à part et soudées (souvent des mèches) pour donner encore plus de relief (Figure 110). Cette méthode de travail de la figure humaine devient un art qui atteint ici son apogée ; elle contribue énormément à cette représentation des âges de la vie si distinctive des œuvres du style sévère. Ces ajouts continueront d'être une caractéristique importante de la grande statuaire grecque puis romaine, on le désignera souvent comme un habillage de la statue (voir par exemple l'Éros d'Agde, Mille *et al.*, 2012). Mais jamais plus on ne rencontrera autant de détails plastiques sur un visage. Ces procédés sont une des marques des débuts de cette grande recherche de naturalisme, qui se traduit ici sur les visages et dans les chevelures par cette profusion de détails ajoutés.

Nous présenterons ultérieurement un exemple de mèches ajoutées par coulée secondaire (cf. § 2.3 p. 302) ; pour ce qui concerne les détails sculptés en positif et ajoutés sur la cire, l'exemple de la statue A de Riace est insurpassé (Figure 110)…

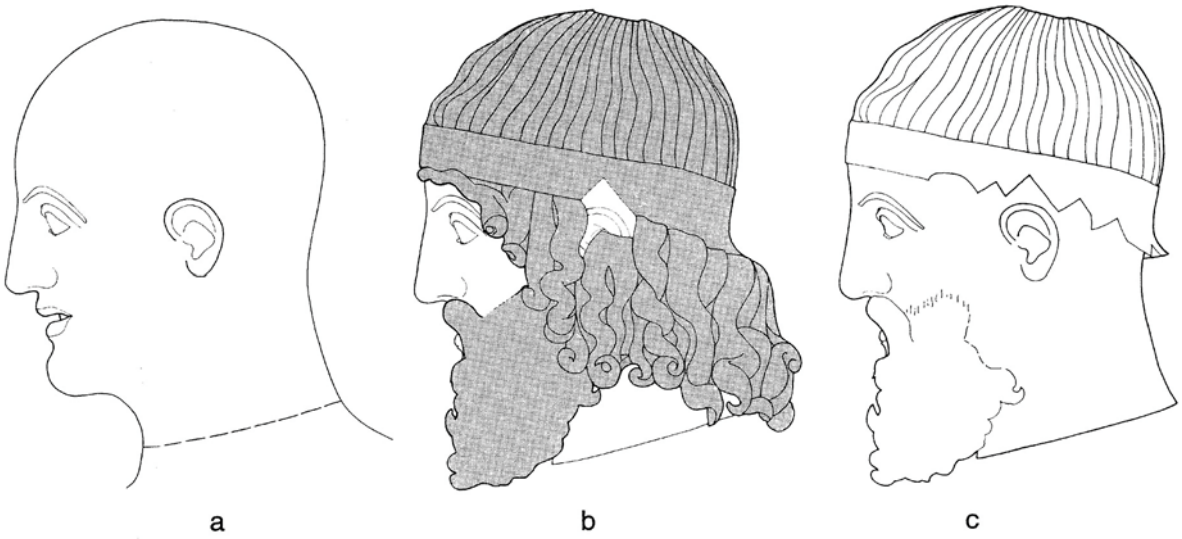


Figure 112 : a : *modèle initial* modelé dans la terre / *épreuve en cire* telle qu'obtenue par le procédé indirect ; b : chevelure et barbe ajoutées en cire sur l'épreuve en cire, on obtient un nouveau modèle original, le *modèle intermédiaire en cire*. ; c : les longues mèches sont retirées, elles seront coulées à part et soudées sur la tête en bronze.

D'après (Formigli, 1984, Figure 29 p. 131)

Le *modèle initial* tel qu'il a été sculpté dans la terre serait une tête totalement imberbe (Formigli, 1984, p. 130) et (Figure 112a) ; c'est à partir de ce modèle imberbe que démarre le procédé indirect (pour le principe de ce procédé, cf. Figure 1). Une empreinte du modèle a été prise au moyen d'un moule constitué de plusieurs pièces de façon à éviter les contre-dépouilles, c'est le *moule à bon creux*. Ici, un hémisphère gauche et un hémisphère droit pourraient suffire, même si les flancs des cavités orbitales et les oreilles pourraient avoir demandé la réalisation de pièces supplémentaires. Chaque pièce du moule à bon creux a été garnie de cire, les quelques zones où les parois internes étaient accessibles ont montré des traces d'application de la cire liquide au pinceau (Formigli, 1984, p. 109). Après dépose des moules, la tête en cire a été recomposée en soudant à la cire les différentes pièces entre elles. Cette tête constitue l'*épreuve en cire*, réplique exacte du modèle initial. Toute la barbe et toute la chevelure ont été travaillées en positif, et ajoutés sur l'épreuve, on obtient un nouveau modèle original, que l'on désignera par l'expression *modèle intermédiaire en cire*. (Figure 112b). À ce stade, la tête en cire

est techniquement achevée, on pourrait la remplir et l'enrober de terre pour constituer noyau et moule de coulée. Cependant, étant donné la complexité des longues mèches, celles-ci ont été retirées pour être coulées à part, leur assemblage intervenant dans un second temps par soudage. La tête a donc été coulée avec sa barbe et sa calotte de chevelure, mais sans les mèches (Figure 112c).

À la période du style sévère, le procédé indirect est donc surtout mis en œuvre pour sa capacité à produire des parois d'épaisseur régulière, et parce qu'il donne facilement la possibilité d'obtenir une statue de cire en pièces séparées. Cela facilite en effet beaucoup la conception ultérieure des moules de coulée, ainsi que la coulée proprement dite. Malgré cet emploi du procédé indirect, il est certain que chacune des grandes statues monumentales de la période du style sévère est un original. La création de la tête de la statue A de Riace repose intégralement sur ces ajouts de cire sculptés individuellement en positif et ajoutés un à un, le sculpteur et le fondeur ne sont vraisemblablement qu'une seule et même personne. Aux périodes suivantes, c'est-à-dire à partir de la période classique proprement dite, le fondeur continuera parfois à prendre l'initiative de simplifier le modèle de l'artiste, certaines zones en contre-dépouille ne pouvant être traitées autrement que par ajout de détails sculptés en positif, soit à l'étape cire, soit par coulée individuelle puis soudure. Mais à ces périodes, le fondeur s'attachera d'abord et avant tout à reproduire par un moulage le modèle de l'artiste, il cherchera ainsi à exploiter le procédé indirect au maximum de ses possibilités.

Le travail de la cire pendant la période du style sévère est donc caractérisé par le développement de techniques déjà apparues à la période précédente, d'une part le procédé indirect qui est de plus en plus utilisé et de mieux en mieux maîtrisé, et d'autre part les ajouts de détails en positif, qui atteignent un stade de développement virtuose qui ne sera pas égalé par la suite. Cependant, les progrès effectués ne sont responsables ni de la monumentalité observée, ni de ce meilleur rendu des mouvements du corps humain que nous avons évoqué en introduction de ce chapitre. Cela constitue pourtant l'autre grande particularité apparue avec les bronzes de l'époque du style sévère.

2.2. Travail de la terre

On ne connaît pas l'équivalent du moule du kouros de l'Agora, nous ne pouvons donc discuter d'éventuelles innovations dans le domaine des moules et fosses de fonderie. Un fait particulier est à signaler concernant les noyaux. Tout comme les statues égyptiennes et les grands bronzes grecs de la période archaïque, les cinq statues de style sévère que nous prenons en exemple ont été découvertes remplies de noyau. Ce ne sera plus le cas par la suite. Pour la très grande majorité des grands bronzes hellénistiques et romains, on constate que le noyau de terre a été retiré, sans que l'on sache véritablement dater ce changement. Bien sûr, nombre de ces découvertes sont anciennes et on ne peut exclure que le noyau ait été enlevé lors d'une restauration moderne non documentée. Mais il existe suffisamment de cas assurés, notamment grâce aux découvertes récentes, pour penser que le retrait du noyau était devenu la règle (entre autres : Ephèbe d'Agde, Satyre de Mazara del Vallo, enfants du Cap d'Agde, Apoxyomène de Croatie). Le retrait du noyau permet de fortement alléger la statue. Le noyau étant par ailleurs hygrophile, son retrait évite également le risque d'éclatement des parois métalliques sous l'effet d'un gonflement d'une masse de terre plus ou moins bien cuite.

Il semble qu'il faille mettre en relation cette préservation du noyau avec l'existence d'armatures en fer. En effet, on sait que le Poséidon du Cap Artémision, l'Aurige de Delphes, et les bronzes de Riace comportaient de grandes armatures en fer, et la probabilité est très forte pour l'Apollon Chatsworth. Ces armatures n'existent pas dans les grands bronzes grecs et romains des périodes ultérieures, il y aurait donc une relation de cause à effet : on aurait jugé préférable de conserver l'armature dans la statue, ce qui aurait imposé de laisser le noyau. En effet, le retrait du noyau aurait conduit à totalement désolidariser l'armature de son support, et donc à la rendre inefficiente.

Ces armatures existaient déjà dans les grands bronzes égyptiens (cf. Chapitre 4 § 3.2.3 p. 225 et § 3.3.3 p. 241) ainsi que dans les grands bronzes grecs de la période archaïque (cf. § 1.4.3 p. 287). On comprend pour l'instant assez mal leur fonction : elles suppléeraient le système des clous distanciateurs qui ne seraient pas encore très au point et/ou constitueraient un renfort structural de la

statue. Les armatures des grands bronzes de la période du style sévère ne sont pas suffisamment documentées pour que l'on puisse correctement les décrire. On a jamais retrouvé de connexions entre armatures, elles ne sont donc pas du type tête-corps-bras-jambes. Les bronzes de Riace sont les seuls pour lesquels ces armatures ont été cartographiées, on les trouve dans les jambes, dont une qui remonte jusqu'en haut du torse (Formigli, 1984, Figure 7).

2.3. Les maîtres du soudage

Très clairement, le soudage par fusion au bronze liquide est une technique clé des grands bronzes de la période du style sévère. Le soudage permet déjà l'assemblage de cette profusion de mèches de cheveux coulées à part que nous avons précédemment présentées (Figure 112). L'arrière de la tête Chatsworth montre ainsi qu'un rang de mèches soudées est tombé, on aperçoit très distinctement l'empreinte qu'elles ont laissée (Figure 113).

Figure 113 : arrière de la tête Chatsworth, à droite, série de cinq mèches coulées à part et soudées sur la tête, à gauche, la soudure n'a pas tenu et les mèches sont tombées, leur manque laisse une empreinte très visible.

D'après (Haynes, 1992, planche 9 p. 97).

Le rôle du soudage est aussi et surtout d'assembler les pièces principales des statues entre elles, puisque les statues ont été coulées en pièces séparées grâce au procédé indirect de fonte à la cire perdue. Ces pièces principales seront par la suite qualifiées de *coulées primaires*, puisqu'elles ont été produites dans la fonderie au cours d'une première étape. Dans une seconde étape de fonderie, les pièces à assembler sont approchées l'une de l'autre, un bronze de même composition est versé dans l'espace vacant entre les deux, ce qui provoque la fusion superficielle du bord des deux pièces. Il s'agit donc d'un *soudage par fusion au bronze liquide*, il a été obtenu par une *coulée secondaire d'assemblage* (Azéma*, et al.*, 2011; Azéma, 2013).

Les assemblages soudés des grands bronzes grecs de la période archaïque sont très mal documentés, nous l'avons précédemment souligné (cf. § 1.4 p. 283), on sait tout de même grâce à la statue d'Ugento que le procédé était déjà assez bien maîtrisé. Pour les statues de la période du style sévère, des études très approfondies de la question ont été menées. L'Aurige de Delphes est la seule statue mal renseignée : grâce à F. Chamoux, on connait l'emplacement des principaux assemblages qu'il décrit comme étant des soudures (Chamoux, 1955, pp. 59-61) ; ils ont depuis été plutôt réinterprétés comme des assemblages mécaniques (Mattusch, 1988, p. 134; Haynes, 1992, p. 93). La tête de l'Apollon Chatsworth est cassée de part et d'autre de la soudure avec le torse, la forme de la soudure n'est pas véritablement décrite dans la publication, mais D. Haynes a été le premier à reconnaître que les importantes accumulations de métal présentes à la base du cou, en face interne, correspondent à du métal d'apport qui s'est répandu à l'intérieur de la statue pendant le soudage (Haynes, 1968, p. 104-105 et figures 5-6). Nous avons pu étudier en détail la soudure de la jambe Chatsworth, elle prend la forme d'un *cordon linéaire*, nous allons y revenir. L'étude effectuée en 1984 sur les statues de Riace a énormément contribué à la question du soudage ; les deux bronzes ont en effet été les premiers à faire l'objet d'une étude exhaustive des assemblages soudés, incluant gammagraphie, analyse et cartographie de ces soudures. Mais l'étude des bronzes de Riace a également donné l'occasion à E. Formigli de reconnaître un joint de forme particulière, la *soudure en cuvettes*, que nous allons également détailler. Les soudures du Poséidon du Cap Artémision ont été cartographiées et identifiées, la statue a été coulée en 10 pièces : tête (1) ;

corps et jambes (1) ; bras (2) ; mains (2) ; avant des pieds (2) ; sexe (2) ; comme pour les bronzes de Riace, les soudures sont en cuvettes (Tzachou-Alexandri & Andreopoulou-Mangou, 2000, Figures 1c et 2).

2.3.1. Le soudage en cordon linéaire

La jambe de l'Apollon Chatsworth a été étudiée au démarrage du programme de recherche DAGER-C2RMF sur les techniques de la grande statuaire antique ; une attention particulière a été prêtée aux techniques de soudage (Bouquillon*, et al.*, 2006, pp. 243-247). Contrairement aux bronzes de Riace et au Poséidon du Cap Artémision, où torse et jambes sont une seule et même coulée primaire, au moins la jambe droite de l'Apollon Chatsworth a été soudée (Figure 108). La ligne de fracture actuelle correspond exactement à la zone du joint qui unissait les deux pièces, le bord supérieur de la jambe suit en partie le pli inguinal, puis le sillon interfessier, et se prolonge horizontalement vers la hanche où il présente un ressaut vraisemblablement pratiqué à des fins techniques pour mieux caler la fixation de la jambe au torse (Figure 114A). La soudure se matérialise sous l'aspect d'un cordon continu depuis le pli inguinal jusqu'au sillon interfessier (Figure 114A, en gris foncé). La zone de contact avec l'autre jambe était quant à elle inaccessible à la soudure (Figure 114A, en gris clair), et l'on observe à cet endroit que la surface a été minutieusement ajustée pour que la disposition des deux pièces soit parfaite. Dans la zone soudée, l'emplacement du ressaut est particulièrement intéressant : c'est en effet le seul endroit que la soudure ne recouvre pas complètement de métal d'apport, ce qui permet d'apercevoir le bord originel supérieur de la jambe (Figure 114D). Partout ailleurs, ce que l'on voit correspond donc au dessus du cordon de soudure. Certains tronçons du joint conservent même l'empreinte de la pièce manquante (torse), établissant définitivement que la zone observée est une soudure (Figure 114B et C). Cela signifie aussi que la soudure du torse n'a pas été pleinement maîtrisée, expliquant que la pièce se soit finalement désolidarisée de son joint. Si la soudure avait parfaitement réussi, la fracture de la jambe et du torse ne se serait certainement pas produite selon le plan de l'assemblage.

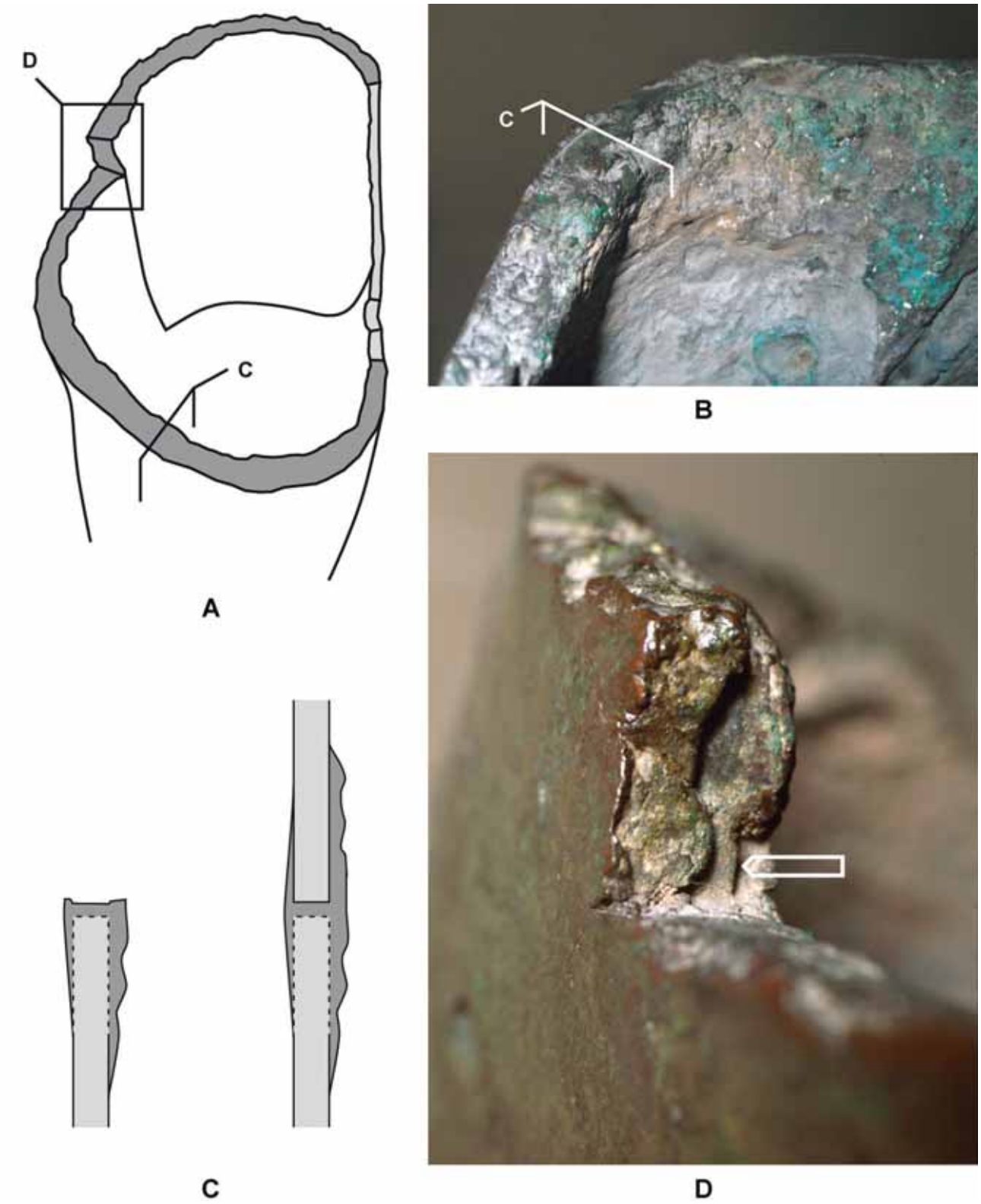


Figure 114 : A : schéma de la soudure en cordon de la jambe de l'Apollon Chatsworth, localisation des zones recouvertes par le métal de soudure (gris foncé) ; la fracture entre la jambe-et le torse s'est produite exactement au niveau du cordon ; B, vue rapprochée du cordon de soudure, l'empreinte de la pièce supérieure (torse) est visible ; C, à gauche, schéma vu en section de la zone du cordon jambe-torse tel qu'il apparaît en B, à droite, restitution de l'assemblage avant la fracture ; le métal d'apport n'a probablement pas provoqué la fusion locale du bord inférieur du torse, et la fracture s'est produite à ce niveau. ; D, détail du ressaut, la flèche blanche désigne le seul emplacement où l'on peut apercevoir une portion du bord originel de la jambe tel qu'il a été préparé pour recevoir le métal de soudure.

L'examen révèle aussi que la soudure est largement débordante, non seulement dans la cavité interne où elle provoque les mêmes accumulations que celles remarquées dans la tête, mais également sur la surface externe de la jambe. Une main experte est venue polir le métal à cet endroit, restituant le galbe anatomique de la création originelle.

La soudure de la jambe de l'Apollon Chatsworth est la plus ancienne attestation de la technique dite en « cordon », c'est-à-dire de largeur régulière sur toute la longueur du joint. La *soudure en cordon linéaire* correspond au premier des deux grands types de joints soudés que l'on a identifiés sur les grands bronzes grecs et romains (Mille & Robcis, 2012, p. 104). On voit ici que la maîtrise de la technique est encore balbutiante, aussi bien pour la tête que pour la jambe. Cela se traduit d'une part par d'importantes fuites de métal vers l'intérieur de la statue, témoignant soit d'une préparation insuffisante du bord des pièces avant soudure (problème d'étanchéité), soit d'un positionnement légèrement approximatif. D'autre part, les fractures dans les zones mêmes de jonction témoignent bien du fait que le soudage par fusion n'est que très partiel.

2.3.2. Le soudage en cuvettes

Les deux bronzes de Riace (et le Poséidon du Cap Artémision) sont quant à eux les plus anciens témoins du deuxième grand type de joint soudé que l'on rencontre sur les grands bronzes grecs et romains, la *soudure en cuvettes* (Formigli, 1984; Mille & Robcis, 2012, p. 104). Cette forme de joint est plus élaborée que la précédente ; malgré cela, elle est également mise au point au début du Ve s. av. notre ère ; elle restera utilisée jusqu'à la fin de la période romaine sans connaître de véritables perfectionnements.

La cartographie des assemblages soudés réalisée par E. Formigli et ses collègues du laboratoire de restauration de Florence a permis de montrer que la statue A a été coulée en 12 pièces principales –tête(1), bras (2), mains (2), corps et jambes (1), sexe (2), partie distale des pieds (2), 3e orteil (2)–, et la statue B en 17 pièces –tête(2), bras(5), brassard du bouclier(1), mains(2), corps et jambes(1), sexe(2), partie distale des pieds (2), 3e orteil (2)–, (Figure 115).

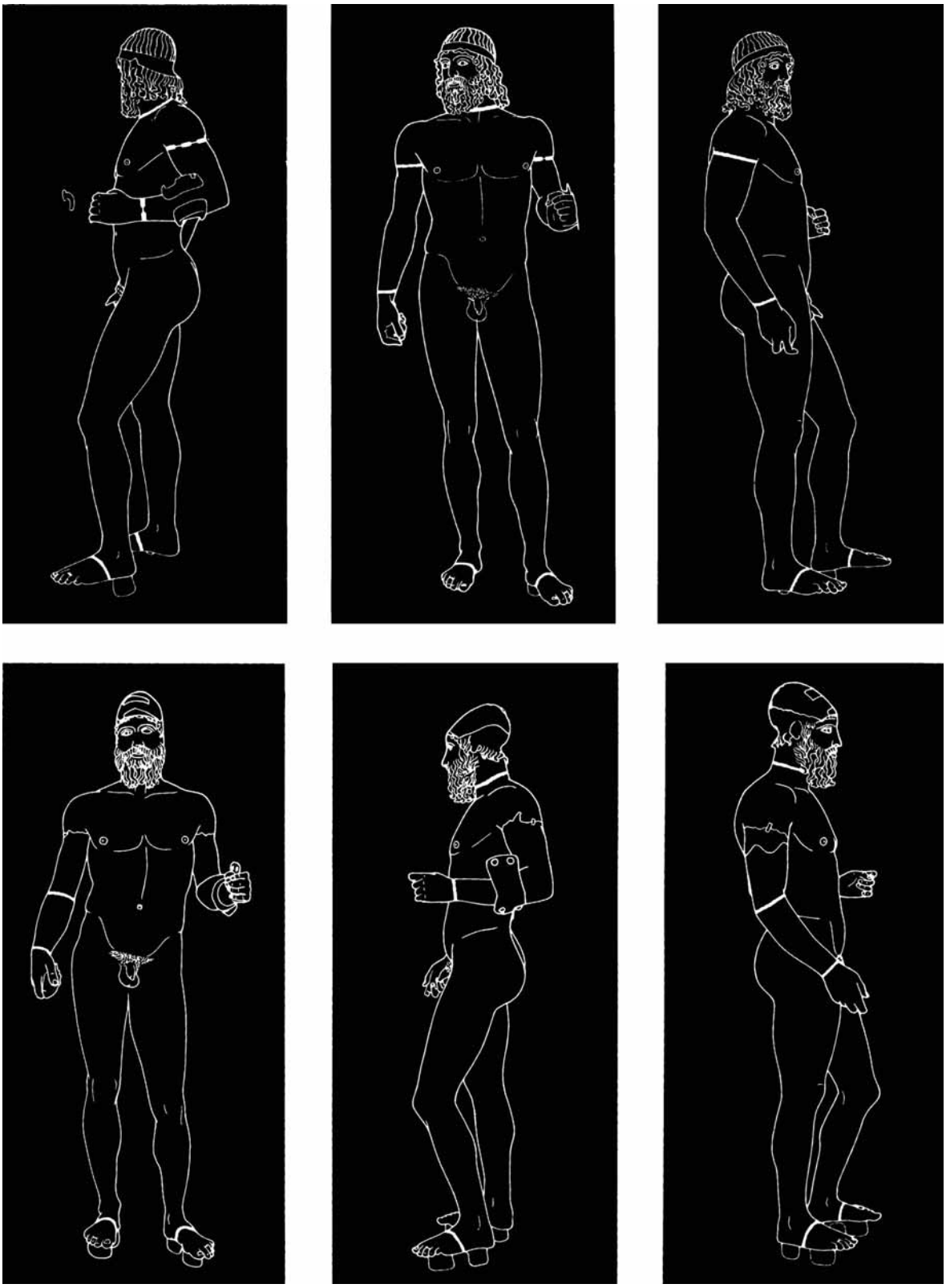


Figure 115 : statues de Riace, localisation des joints soudés.

D'après (AAVV, 1984, Figures 62-63 p. 88-89)

Les soudures en cuvettes étaient plus particulièrement visibles au niveau du bras et du poignet gauche de la statue A, où elles ont fait l'objet d'investigations approfondies, incluant observations rapprochées, gammagraphies et analyses du

métal. Cela a en particulier permis à E. Formigli de proposer un schéma devenu célèbre, qui interprète la phase de préparation du soudage (Figure 116). Pour les autres soudures, elles sont peu décrites, hormis la cartographie. Je n'ai pas vu personnellement les statues, mais je sais que le procédé en cuvettes, lorsqu'il est bien maîtrisé, est parfois quasiment invisible en surface. Il ne faut donc pas exclure l'hypothèse d'une utilisation généralisée du soudage en cuvettes sur les statues de Riace, hormis les soudures à mi-pied qui sont clairement des cordons linéaires.

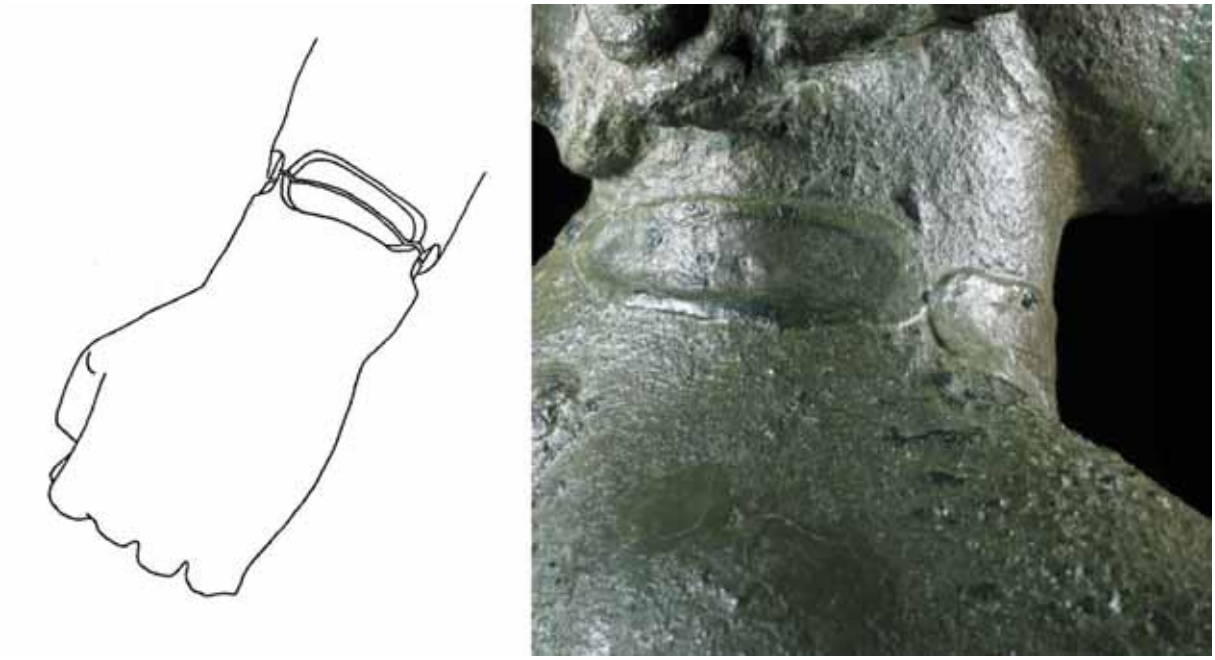


Figure 116 : à gauche : reconstitution schématique de la préparation de la soudure en cuvettes de la main gauche de la statue A de Riace, ce type de cuvette est dit « non traversant » ; à droite : détail de la soudure en cuvettes de la tête de l'éphèbe d'Agde, h. 1,40 m, n°inv. 839, Ier s. ap. J.C., musée d'Agde ; la corrosion différentielle des cuvettes explique qu'elles soient si facilement visibles.

D'après (Formigli, 1984, Figure 24 p. 125) et (Mille & Azéma, 2012, p. Figure 2 p. 26).

Au C2RMF, un programme de recherche a récemment été consacré aux techniques de soudage de la grande statuaire antique. De nombreuses expérimentations ont été effectuées en laboratoire, et on connaît désormais beaucoup mieux les paramètres thermiques et chimiques qui contrôlaient le soudage par fusion au bronze liquide (Azéma, 2013). Une partie de ces recherches a également concerné l'étude de soudures antiques proprement dites, dont en particulier la technique en cuvettes. Cela a par exemple permis d'identifier l'existence de deux variantes : sur fond de métal (cuvettes non traversantes) tel que proposé pour les bronzes de Riace (Figure 116, gauche), ou sur fond réfractaire (cuvettes traversantes), à l'exemple du Captif d'Arles (Figure 117).

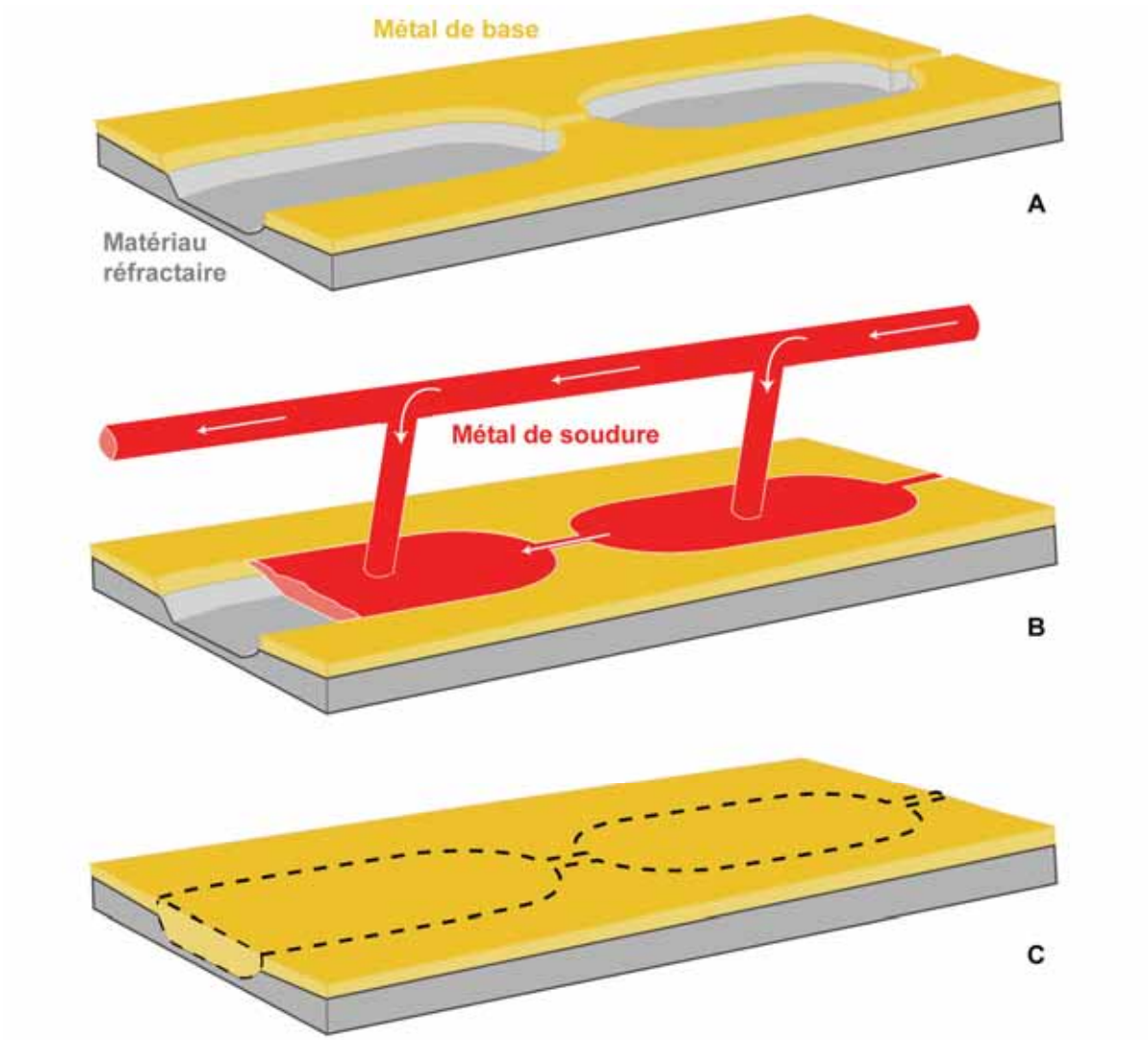


Figure 117 : proposition de reconstitution d'un *soudage en cuvettes traversantes*. A : les bords des deux pièces à joindre sont entaillés d'une enfilade de demi-ovales placés en vis-à-vis ; un canal ponctué de cuvettes est obtenu, mais il est nécessaire de placer un *moule de soudage* interne (réfractaire) sous les pièces afin d'éviter les fuites de métal à l'intérieur de la statue. B : le métal d'apport est versé, les cuvettes sont alimentées par un système relativement complexe, le flux de métal liquide est maintenu par une coulée avec « échappatoire » (Figure 118), jusqu'à transférer suffisamment de chaleur pour porter les bords des deux pièces à la fusion ; C : le point de sortie du métal de soudure est bouché et la coulée interrompue, l'ensemble est laissé à refroidir, les deux pièces ont été soudées par fusion grâce à une coulée secondaire de bronze. NB : pour guider le métal liquide dans le canal et les cuvettes et pour construire le système d'alimentation, un moule de soudage externe, non représenté ici, est requis ; il était certainement obtenu par la réalisation d'une cire perdue sur les deux pièces à souder.

D'après (Azéma et al., 2013, Figure 13 p. 484)

Au contraire des procédés modernes de soudage où la chaleur est apportée par un moyen externe (chalumeau oxyacétylénique, torche plasma, ..), la seule source de chaleur pour le procédé antique de soudage par fusion est le métal d'apport lui-même. Pour les grands bronzes grecs et romains, nos investigations ont montré que la composition du métal d'apport est en général identique à celle des deux pièces à joindre ; par conséquent, sa température de fusion est

également la même (Azéma, 2013, pp. 160-165). En conséquence, le contrôle du transfert thermique devient un paramètre particulièrement sensible et critique : la réussite de l'opération dépend en grande partie de l'homogénéité de ce transfert sur l'ensemble de la longueur du joint. De façon à transférer plus de chaleur, il semble que la technique grecque (puis romaine) consistait à couler avec « échappatoire » (Figure 118). On comprend alors le rôle des cuvettes : elles constituent de véritables réservoirs de chaleur, qui facilitent grandement le transfert thermique vers les pièces à joindre ; de surcroît les cuvettes augmentent la surface de contact, et donc les chances de succès de l'opération. La coulée avec échappatoire semble être une spécificité grecque, il est très peu probable qu'elle ait été pratiquée pour le *soudage en boîte* égyptien (cf. Chapitre 4 § 3.3.4 p. 243) ou le *soudage en anneau* sudarabique (cf. Chapitre 6 § 3.5. p. 345).

Figure 118: proposition de reconstitution d'une opération de *soudage par fusion au bronze liquide*. Le moule de soudage et le cône d'alimentation permettent de canaliser le métal d'apport sur la zone à souder. On fait en sorte que la coulée soit continue de façon à favoriser le transfert thermique vers les pièces à joindre, on laisse pour cela le métal s'échapper par un orifice placé à l'opposé de l'entrée, l'*échappatoire*. Lorsque le fondeur estimera que la soudure est obtenue, il bouchera l'échappatoire grâce au chiffon humide qu'il tient au bout de son bâton.

© dessin A. Evang, conception scientifique N. Thomas et B. Mille, présenté à l'exposition du Mans « Des dieux et des hommes, cultes et sanctuaires en Sarthe et en Mayenne », 2015.

Pour conclure provisoirement sur la question du soudage, il est absolument certain que les deux techniques mises au point au début du Ve s. par les fondeurs grecs, le soudage en cordon linéaire et le soudage en cuvettes, ont permis d'accompagner le tournant majeur qui a été pris par la grande sculpture de bronze de la période du style sévère. Les innovations grecques conduisent à de nouvelles méthodes de soudage, qui allient à la fois une grande efficacité et une très grande discrétion. Avec la méthode égyptienne ou sudarabique, tout le métal de soudure se retrouvait sur la statue, soit caché dans une boîte, soit dissimulé dans un anneau. La coulée secondaire avec échappatoire va permettre aux fondeurs grecs de créer des assemblages beaucoup plus discrets, tout en gagnant en efficacité : il deviendra en effet beaucoup plus facile de porter à la fusion superficielle les bords des pièces à assembler. Cela va aussi et surtout permettre de créer de nouvelles formes de joint, beaucoup moins larges, puisque la part du métal qui ne sert qu'au transfert thermique est évacuée au fur et à mesure de l'opération ; la part du métal de soudure restant sur la statue est ainsi limitée au strict minimum. Enfin, la méthode grecque procure un dernier avantage : la préparation au soudage est très fortement simplifiée, nous allons revenir sur cette question fondamentale en conclusion de ce chapitre.

2.4. La question des alliages et le refus du plomb

Parmi les cinq grandes statues choisies, l'Aurige de Delphes est le seul à n'avoir jamais été analysé. Les bronzes de Riace ont été prélevés en cours d'étude et de restauration, conduisant à la réalisation de 34 analyses pour la statue A et 35 pour la statue B ! Ces analyses concernent principalement la composition des coulées primaires (22 analyses pour la statue A, 17 pour la statue B), quelques unes renseignent les coulées secondaires d'assemblage (4 pour la statue A, 2 pour la statue B), le reste correspond soit à des éléments techniques (clous distanciateurs en alliage cuivreux, plomb constituant les tenons de soclage sous les pieds, plomb de scellement de l'armature dans la tête), de décor (incrustations en cuivre non allié pour les mamelons), ainsi qu'à l'alliage utilisé pour la restauration antique des bras de la statue B (AAVV, 1984, pp. 85-106). Nous commenterons uniquement la composition en éléments d'alliage des coulées primaires et secondaires (Figure 119 à gauche).

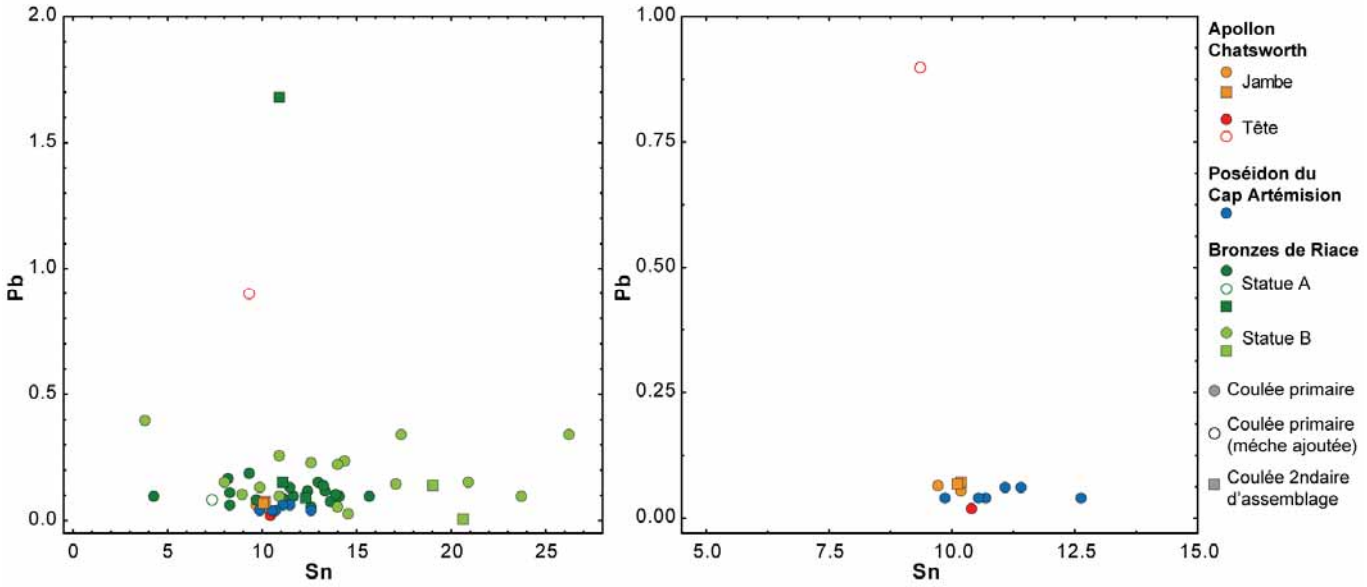


Figure 119 : composition des alliages de grands bronzes de la période du style sévère, diagramme binaire plomb-étain comparant les coulées primaires entre elles (intra-statues et inter-statues) ainsi qu'avec les coulées secondaires d'assemblage ; à gauche, noter la grande dispersion des teneurs en étain pour les bronzes de Riace ; à droite : même graphique avec échelle resserée et sans les bronzes de Riace.

Les analyses des statues de Riace montrent que les différentes coulées primaires, ainsi que le métal de soudure, sont tous des *bronzes binaires sans plomb* (moins de 0.5 %, à l'exception d'une soudure à 1.7 % de plomb pour la statue A). Il s'agit du point le plus important, et le seul que l'on puisse d'ailleurs retenir au sujet des alliages des statues de Riace. On constate en effet une très grande disparité des teneurs en étain (5 à 26 % !). Il s'agit d'une situation tout à fait inhabituelle, et qui incombe à la technique analytique singulière et très malheureuse choisie pour doser l'étain (AAVV, 1984, p. 91). Pour chaque prélèvement, les copeaux métalliques ont été dissous et la solution analysée par spectrométrie d'absorption atomique, ce qui constitue une procédure tout à fait standard. Le problème vient du fait que si tous les autres éléments ont été correctement dosés (cuivre, plomb et 11 impuretés), ce n'est pas le cas de l'étain qui a été déterminé par différence[65] ! Ce choix se révèle extrêmement préjudiciable : d'une part toutes les erreurs éventuelles de mesure (sur- ou sous-dosage de certains éléments) se reportent sur l'étain, d'autre part, s'il reste des composés non dissous tels que des silicates ou des carbonates amenés par la corrosion, ils sont comptabilisés comme de l'étain. L'étain n'a donc pas été déterminé correctement, et aucun moyen ne permet de décider *a posteriori* si une analyse est juste, ou non. On retiendra donc

[65] La valeur reportée a donc été calculée par la formule %m Sn = 100 –%m Σ (Cu, Pb, impuretés).

que les statues de Riace sont constituées à partir d'un bronze binaire, sans plomb, tant pour les coulées primaires que pour le métal de soudure. Malheureusement, on ne peut donner ni le titre de ce bronze, ni commenter l'éventualité de recettes de bronze différenciées selon la nature de la pièce à couler ou de l'opération effectuée.

Les analyses effectuées sur l'Apollon Chatsworth et sur le Poséidon du Cap Artémision se positionnent parfaitement dans la tendance dessinée par les statues de Riace, les deux statues sont elles aussi fabriquées à partir d'un bronze sans plomb (Figure 119, à droite). Pour ces deux statues, la teneur en étain est cette fois correctement mesurée, la composition est très contrôlée et homogène au point que les alliages des deux statues sont rigoureusement identiques : plomb et étain sont quasiment équivalents pour 10 analyses sur 12 (9.4 à 11.4 % Sn ; 0.02 à 0.07 % Pb) ! La composition du métal de soudure n'est renseignée que par les analyses effectuées sur la jambe Chatsworth, pour laquelle il est particulièrement clair que le fondeur a volontairement choisi de souder avec le même alliage que celui utilisé pour les coulées primaires. Nous reviendrons sur ce point lorsque nous comparerons les méthodes grecques, égyptiennes et sudarabiques (cf. Chapitre 7).

L'absence de plomb dans les alliages des grands bronzes grecs est une particularité qu'il convient de souligner pour deux raisons. Premièrement, ce n'est pas le cas ailleurs : nous avons vu que le fort ajout de plomb était la règle pour la coulée des grands bronzes de la Troisième Période intermédiaire en Égypte (cf. Chapitre 4 § 3.3.5 p. 247). Il en allait de même au Yémen, y compris pour les statues sabéennes les plus anciennes (fin VIIe ou VIe s., cf. Chapitre 6 § 3.4 p. 343). Par ailleurs, il est absolument certain que le plomb et les bronzes à fort taux de plomb étaient bien connus des fondeurs grecs de la première moitié du Ve s av. J.-C. On sait par exemple que dans le domaine de la petite statuaire métallique, le fort ajout de plomb était une pratique du monde égéen dès la période géométrique (Figure 98). Par ailleurs, les fondeurs des statues de Riace avaient nécessairement connaissance du plomb puisqu'ils l'ont abondamment utilisé pour d'autres usages (soclage, scellement). On a donc soigneusement évité de l'introduire dans le bronze. Bien sûr, seules quatre statues sont ici considérées, mais nous verrons qu'elles s'intègrent dans un phénomène plus général qui dure jusqu'à la fin de la période classique : dans le monde égéen, la recette d'alliage de la grande statuaire

métallique est le bronze sans plomb. Ce n'est qu'à partir du IIIe s. av J.-C. que le plomb commence à être ajouté dans les grands bronzes grecs. Nous reprendrons cette question plus en détail dans la troisième partie de ce travail, qui est justement consacrée à l'influence des forts ajouts de plomb sur le bronze (voir notamment Figure 140 et Figure 141 p. 328-370). Il ressort de notre enquête que l'absence de plomb explique très vraisemblablement l'épaisseur relativement importante des parois métalliques des bronzes de la période du style sévère (6 à 10 mm). Lorsque l'ajout de plomb sera important, l'épaisseur passera à 2-4 mm, soit deux à trois fois moins de métal à couler. La question qui se pose est donc réellement celle d'un refus d'emprunt. Refus d'emprunt auprès des fondeurs de grands bronzes du monde oriental, refus d'emprunt auprès des artisans grecs de la petite statuaire de métal. Cette innovation aurait pourtant significativement amélioré la coulabilité du métal. Les raisons de ce choix demeurent une énigme, on ne voit pas bien le désavantage que provoque le fort ajout de plomb pour la fabrication d'une grande statue. La surface sera certainement moins éclatante et moins brillante avec le bronze au plomb, faut-il chercher là cette explication ? On sait aussi qu'à l'état solide, le plomb est insoluble dans le bronze, il se trouve donc sous forme de nodules qui rendent le métal beaucoup plus fragile. Mais on ne voit pas bien en quoi une statue nécessite un métal possédant de bonnes propriétés mécaniques, elle ne sera sollicitée ni comme une arme, ni comme un outil. Enfin, en raison de cette même fragilité, le bronze à fort taux de plomb n'est pas adapté à la mise en forme par déformation plastique ; il n'y a en revanche aucune contre-indication en fonderie, bien au contraire.

2.5. La réparure

La surface des grands bronzes de la période du style sévère n'est pas d'une qualité particulièrement exceptionnelle. Pour les cinq statues étudiées en exemple, les défauts de fonderie sont assez peu nombreux, mais ils sont tout de même bien présents. Ils sont réparés soit au moyen de plaquettes rectangulaires, soit si le défaut est plus étendu, par le biais de coulées secondaires. Les techniques sont ici identiques à celles précédemment détaillées pour la statue égyptienne de prêtre (cf. Chapitre 4 § 3.3.6 p. 249).

3. Conclusion : une éclosion tardive mais spectaculaire de statues monumentales dans le monde égéen.

Si le monde égéen se caractérise par une statuaire de pierre ou de terre cuite précoce et spectaculaire, il n'en va pas de même pour le développement de la statuaire métallique, qui est non seulement assez tardif, dans le cours du IXe siècle à Olympie, mais également bien timide. Les premières statuettes fondues à la cire perdue sont très rudimentaires au regard de ce que l'on connaît à la même période au Levant ou en Égypte. Ce n'est que vers la fin de la période géométrique (fin du VIIIe s. av. J.-C.) que l'histoire s'accélère et qu'une évolution s'opère, avec notamment la volonté de couler des statuettes de plus grande taille ; très logiquement, les premières fontes en creux font alors leur apparition.

La période suivante que l'on qualifie d'orientalisante (VIIe s.) est un temps d'*expérimentations* pendant lequel l'influence des civilisations extérieures se ressent très fortement sur l'artisanat du bronze égéen, les contacts avec le Proche-Orient et l'Égypte sont particulièrement nombreux. C'est à ce moment que le monde égéen va se distinguer par la volonté de fabriquer des objets métalliques monumentaux, dont les premières grandes statues fabriquées selon une technique orientale de mise en forme de tôle au repoussé, que les Grecs adaptent en lui donnant un nom : *sphyrèlaton* (martelé). Les trois *koré* d'Olympie, créées en remployant des fragments de frise architecturale en tôle martelée provenant d'un palais proche-oriental, sont une stupéfiante illustration de ces expérimentations.

La période archaïque (VIe s.) est celle du *transfert technique* et de l'*emprunt par imitation*. Les témoignages laissés à l'Héraion de Samos sont en ce sens extraordinaires : nos résultats révèlent par exemple que la grande statue de bronze égyptienne découverte lors de la fouille de l'Héraion est une très proche jumelle des deux bronzes de la collection Posno étudiés au Chapitre 4 ; rappelons que ces deux statues sont datées -750 / -650, et que nous y avons reconnu l'usage du procédé indirect de fonte à la cire perdue et du soudage par fusion au bronze liquide. La preuve d'une transmission de l'Égypte vers la Grèce n'est pas faite, mais retenons tout de même que les Samiens ont eu très tôt la possibilité d'observer les

techniques égyptiennes de la grande statuaire de bronze. Les plus anciennes grandes statues de bronze coulées en creux par des Grecs ne remontent pas avant la seconde partie du VIe s. Faute de vestiges matériels suffisants, nous avons une connaissance limitée des techniques alors mises en œuvre : la forte épaisseur des parois métalliques plaide dans certains cas pour le procédé direct (Zeus d'Olympie). L'assemblage soudé était déjà pratiqué, sans que l'on en connaisse les modalités (Kouros de l'Agora, Zeus d'Olympie et d'Ugento). Mais l'imitation que nous mettons en évidence ne se limite pas aux emprunts faits à l'Orient dans le domaine des techniques métallurgiques. Les sulpteurs-fondeurs grecs vont chercher à adopter un répertoire iconographique purement local pour leurs nouvelles créations : très nettement à cette période, les modèles reproduits par les premières statues de métal sont empruntés à la grande sculpture grecque de pierre.

Appropriation et *métamorphose*.[66] Il se produit au début du 5e s. av. J.-C. un phénomène inédit ailleurs (Égypte, Proche-Orient, Yémen) : soudainement des statues monumentales en bronze dépassant la taille naturelle apparaissent, alors que l'échelle 1/2 avait jusque là constitué une limite qu'on ne savait en apparence pas dépasser. Mais la nouveauté ne réside pas uniquement dans la monumentalité ; à cette période, les sculpteurs-fondeurs vont totalement se libérer des conventions empruntées à la grande statuaire de pierre pour soudainement représenter des corps d'athlètes, de dieux ou de guerriers dont les attitudes annoncent la survenue imminente d'un mouvement. L'examen des cinq chefs d'œuvre de la période du style sévère que nous avons pris en exemple révèle que l'on peut mettre en relation cette nouvelle forme de représentation avec d'importantes innovations dans le domaine des techniques métallurgiques. La période du style sévère est donc bien celle de la pleine appropriation du bronze et de toutes les possibilités qu'il peut offrir, qui conduit à la prodigieuse métamorphose que nous venons de décrire. Le bronze est alors devenu le support par excellence de la grande statuaire en ronde-bosse.

[66] Pour l'interprétation du cheminement technique présenté dans cette synthèse, je me suis beaucoup inspiré des discussions et communications tenues lors du colloque « « Mobilités, immobilismes. Imitation, transfert et refus d'emprunt » tenu à Nanterre les 8 et 9 juin 2006. Les actes de ce colloque sont non seulement publiés (Rouillard *et al.*, 2007), mais on trouvera également un intéressant compte-rendu des discussions qui ont eu lieu entre les différents contributeurs dans (Sabinot, 2007).

Plusieurs innovations métallurgiques ont rendu possible cette révolution. On note en particulier des progrès dans les techniques de fonte à la cire perdue : le procédé indirect devient véritablement le principe de base de la fabrication de ces statues. Il n'est alors pas tellement recherché pour sa capacité à reproduire un modèle, mais plutôt pour les facilités qu'il offre dans la confection d'une statue en pièces séparées (plus faciles à couler), et dans l'obtention de parois métalliques fines et régulières (moins de défauts et grandes économies de métal). C'est aussi à cette période que la technique consistant à ajouter des détails sculptés en positif atteint un stade de développement virtuose, et qui ne sera d'ailleurs plus jamais égalé.

Il apparaît aussi et surtout que les innovations dans le domaine des techniques de soudage ont beaucoup aidé à la libération du mouvement des corps tel qu'on l'observe sur ces grandes sculptures de bronze. C'est en effet à la période du style sévère que l'on voit pour la première fois apparaître de nouvelles formes de soudures : la soudure en cordon linéaire et la soudure en cuvettes. Cette dernière technique connaîtra un succès considérable, puisqu'elle sera utilisée sans modification majeure jusqu'à la fin de la période romaine. Au-delà de l'efficacité et du très grand degré de savoir-faire des fondeurs grecs dans le domaine des assemblages soudés, il est important de revenir sur l'un des avantages que procure les deux nouvelles techniques de soudage. Dans d'autres contextes, en Égypte, au Yémen, le soudage par fusion au bronze liquide a été pratiqué selon des modalités assez différentes : soudures en boîte de la grande statuaire égyptienne (Figure 93 p. 245), soudure en anneau de la grande statuaire sudarabique (Figure 133 p. 347). Il faut bien comprendre que ces deux modalités sont très contraignantes pour le sculpteur : il doit tenir compte dès le départ de l'emplacement des soudures puisqu'il doit leur réserver un espace spécifique sur la statue, ce qui s'accommode généralement très mal du naturalisme anatomique. La modalité grecque simplifie énormément les phases préparatoires du soudage. Le soudage n'a plus besoin d'être prévu à la conception du modèle de l'artiste, il n'est donc pas nécessaire de concevoir des aménagements spécifiques dans la cire. Les fondeurs grecs viennent d'inventer une nouvelle forme de soudage : la *soudure en bout à bout*, cette technique est très utilisée dans le soudage par fusion actuel (« butt welding », Metger, 1993, p. 2834). Dans le cas du *cordon linéaire*, dont l'exemple le plus

ancien est documenté sur l'Apollon Chatsworth, les phases préparatoires sont limitées au seul ajustement des deux parties à souder. On sait par les fragments que nous avons examinés et grâce à un témoignage de l'époque de découverte de ce bronze, que la technique n'était pas totalement au point, puisque la statue s'est disloquée aux endroits mêmes de ses assemblages (Bouquillon*, et al.*, 2006, p. 230). Le soudage en cuvettes correspond à une version améliorée de la technique du cordon linéaire : les cuvettes augmentent fortement la surface de contact entre le métal d'apport et les coulées primaires, et constituent des réservoirs de chaleur qui facilitent le transfert thermique, et donc l'obtention d'une véritable soudure par fusion.

Figure 120 : kylix du peintre de la Fonderie (vue du revers), découverte à Vulci (Italie), -490 / -480 av. J.-C., inv. F2294, Staatliche Museen zu Berlin, Antikensammlung.

© Staatliche Museen zu Berlin, Antikensammlung, Johannes Laurentius.

Nous proposons de voir dans le célèbre kylix du peintre de la Fonderie (Figure 120) une éloquente démonstration de ces innovations. Cette coupe est unanimement datée du début du Ve s. av. notre ère, c'est-à-dire précisément la période pendant laquelle cette nouvelle forme de grandes statues en bronze est mise au point. Le kylix a été commenté à de nombreuses reprises, surtout par C. Mattusch, et nous renvoyons à ses publications pour une description détaillée des scènes représentées sur le revers de ce très fameux objet (voir en particulier Mattusch, 1980; Mattusch, 1996a). C. Mattusch a en particulier beaucoup insisté sur la différence stylistique existant entre les deux statues représentées. La première est une sculpture colossale dont la pose rigide est encore celle des codes de la période archaïque ; elle est pratiquement, sinon complètement achevée (Figure 120, en bas). Nous focaliserons notre commentaire sur la seconde statue (Figure 120, en haut). Le peintre a représenté une statue en cours de fabrication d'un jeune athlète qui symbolise à elle seule toute la nouveauté du style sévère. Il est par exemple impossible de la coucher directement sur le sol tant le corps montre une attitude agitée ; pour la maintenir à l'horizontale, il a fallu la poser sur un tas de sable. La statue n'est pas totalement assemblée, la tête se trouve à terre, entre les pieds d'un homme qui martèle le poignet de la statue. En arrière de cette scène, deux hommes s'activent autour d'un grand four, le premier enfonçant une barre de fer dans le brasier, le second maniant un grand soufflet. Tous les outils et toutes les activités décrites sur la coupe sont en cohérence avec nos connaissances de la technique de fabrication des grandes statues de bronze. Cela a conduit C. Mattusch a logiquement présenter ces deux scènes comme une représentation réaliste de l'activité d'un atelier de grande fonderie (Mattusch, 1996a). Cette interprétation a été contestée, notamment par P. Craddock (Craddock, sous presse, p. 11). Selon lui, les activités décrites sont effectivement vraisemblables, mais n'ont pas de cohérence d'ensemble. Un grand four est présenté, à quoi pourrait-il servir sans fosses de fonderie ? Et si la scène montrant le jeune athlète correspond à l'étape du soudage tel que C. Mattusch le propose, pourquoi voit-on un artisan frapper le poignet de la statue avec un marteau ? Nous pensons néanmoins que l'interprétation de C. Mattusch est la bonne, ce que nous montre le revers du kylix est bien la représentation d'un seul et même atelier, et la scène de l'athlète et du four concerne bien le soudage. Simplement, le peintre ne nous montre pas le soudage proprement dit, mais la préparation du soudage. La

main droite de la statue n'est pas encore soudée, l'artisan au marteau est en train d'effectuer les derniers ajustages, la coulée secondaire pour le soudage n'a pas encore eu lieu, deux hommes sont en train de faire fondre le bronze dans le four. En quelque sorte, la composition de la scène, telle que nous la propose le peintre de la Fonderie, serait donc elle aussi dans la lignée de l'art de style sévère : on ne représente pas l'action de souder, mais sa préparation. La notoriété de la nouvelle technique d'assemblage était telle que le peintre de vase n'a pas eu besoin de figurer explicitement le soudage, le procédé était immédiatement identifiable par le biais de la représentation du travail préparatoire.

La coupe de la Fonderie constitue un extraordinaire témoignage du fonctionnement d'un atelier de grande statuaire contemporain des grandes statues de l'époque du style sévère. On y voit deux scènes qui représentent chacune l'innovation majeure de la période, d'une part la réalisation de statues monumentales, d'autre part la maîtrise d'un nouveau procédé de soudage qui accompagne des créations statuaires d'un nouveau style. Cela montre bien à quel point la nouvelle méthode grecque de fabrication d'une grande statue de bronze a marqué les esprits de l'époque. L'extraordinaire facilité d'assemblage rendue possible par le perfectionnement des techniques de soudure a selon nous joué un très grand rôle dans la prééminence que le bronze prend sur la pierre au début du Ve s. av. notre ère.

Chapitre 6 : les grands bronzes des royaumes sabéens (Yémen)

Le sud de la péninsule Arabique, connu dans l'Antiquité sous le nom d'*Arabia Felix* (le Yémen actuel), est surtout réputé pour l'illustre reine de Saba, une production de résines odoriférantes (myrrhe et encens), un commerce florissant par le biais de caravanes remontant le désert sur plusieurs centaines de kilomètres à destination de l'Égypte, la Mésopotamie, la Grèce ou Rome, un art raffiné notamment dans le domaine de la sculpture en albâtre, un système d'écriture évolué, et enfin, le développement d'une spectaculaire architecture monumentale en pierre (Robin & Vogt, 1993). La grande statuaire de bronze ne bénéficie pas de la même renommée, en dépit de ses caractéristiques extraordinaires, ainsi que nous allons le voir. Il faut dire aussi que notre connaissance du patrimoine culturel sudarabique est encore très limitée, puisque les premiers grands programmes de fouilles archéologiques ont seulement soixante ans. Néanmoins, le nombre de grands bronzes découverts est déjà suffisamment important pour prédire que la civilisation sudarabique accordait une attention toute particulière à la grande statuaire de métal, notamment si on la compare aux autres grandes aires culturelles contemporaines telles que l'Égypte ou la Grèce.

Nous dérogerons ici à la règle fixée pour cette deuxième partie (statues datées de la première moitié du premier millénaire avant notre ère), puisque les œuvres que nous étudierons dans ce chapitre couvrent l'intégralité de la période des royaumes sudarabiques, depuis le VIIe siècle av. J.-C jusqu'au IIIe siècle de notre ère. Nous avons pris cette liberté d'une part pour ne pas trop restreindre le corpus d'étude, mais aussi car il est apparu que les techniques sudarabiques sont d'une étonnante stabilité[67].

Le plus important de tous les royaumes caravaniers du sud de la péninsule Arabique était Saba, Marib en était la capitale. D'autres royaumes méritent

[67] Les données présentées dans ce chapitre sont principalement issues de (Mille, 2012).

néanmoins d'être mentionnés, tels que Qataban (capitale Tamna), et le Hadramawt (capitale Shabwa). À noter également la région du Jawf, initialement composée d'un ensemble de petits royaumes indépendants vaincus à la fin du VIIIe siècle avant notre ère par l'armée du roi sabéen Karib'il Watar, fils de Dhamar'ali. Le Jawf fut alors colonisé par les Sabéens (Figure 121). Récemment dans le Jawf, des fouilles clandestines intensives ont eu lieu, menant à la découverte et à la vente sur le marché de l'art de nombreux objets archéologiques, dont des bronzes.

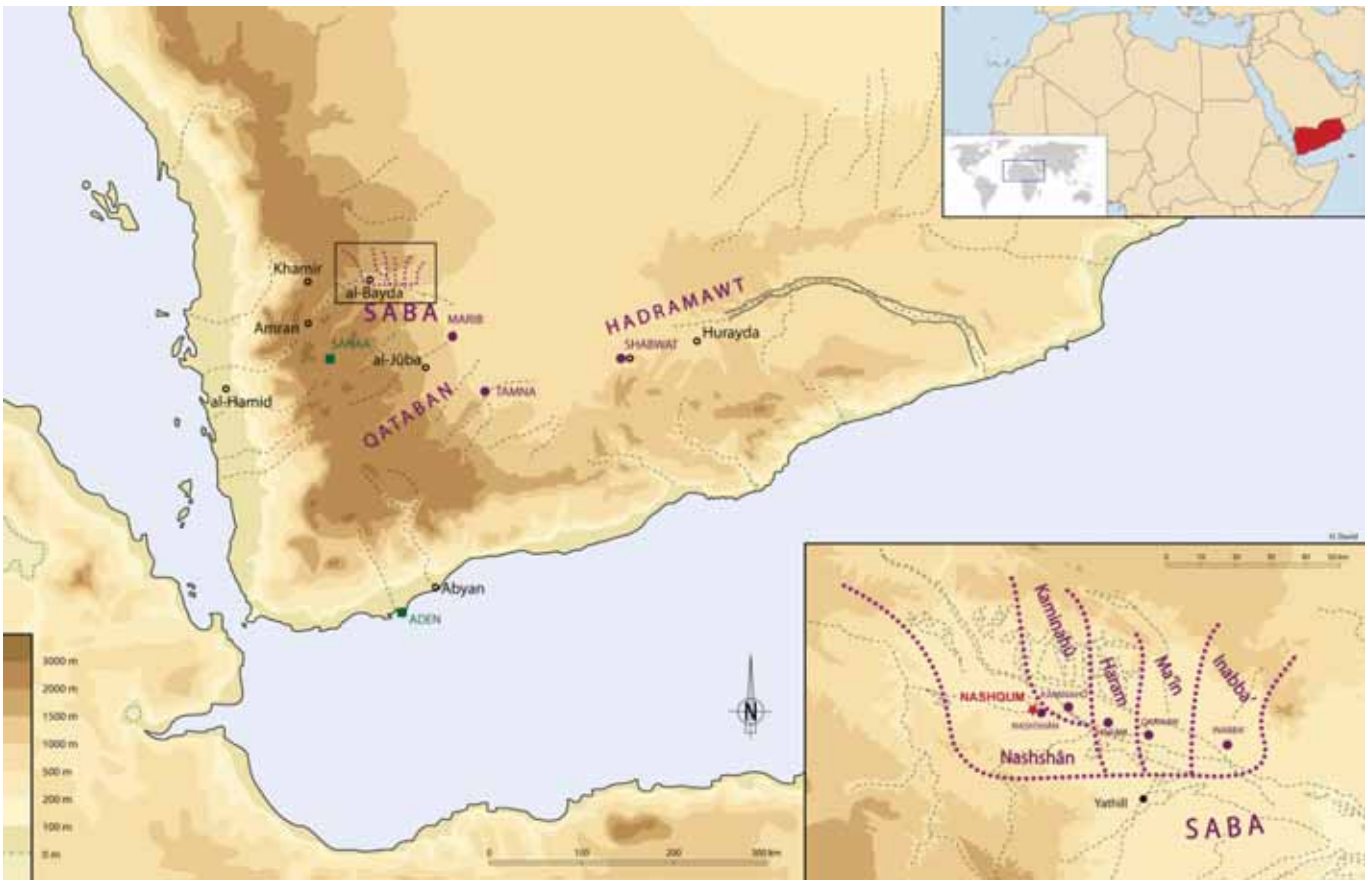


Figure 121 : Carte de l'Arabie Heureuse (actuel Yémen), entre le VIIIe et le Ve siècle av. J.-C. Les royaumes sudarabiques et leurs capitales sont indiqués en violet ; encadré du bas, vue rapprochée de la région du Jawf.

D'après une carte de H. David (Robin & Vogt, 1993, p. 89)

1. La collaboration Louvre-OGAM

En 2006, à l'initiative de l'ambassade de France au Yémen, le musée du Louvre a signé une convention de collaboration avec l'Organisation Générale des Antiquités et des Musées du Yémen (OGAM). Le but de cette collaboration était d'une part de promouvoir le patrimoine culturel yéménite en France par l'organisation de plusieurs expositions au musée du Louvre, et d'autre part

d'apporter une aide au développement et à la formation à destination des musées du Yémen.

Figure 122 : statue d'Hawtar'athat découverte à Nashqum (aujourd'hui al-Bayda), fin du 7e – 6e s. av. J.-C., H.: 140 cm, musée national de Sanaa, inv. YM 23206.

© A. Chauvet, musée du Louvre (photographies) et © H. David (relevé de l'inscription).

Il a été décidé de concentrer cette collaboration sur les bronzes sudarabiques, et la première opération programmée fut la restauration et l'étude

d'Hawtar'athat (Figure 122), une sculpture de 1.40 m de hauteur représentant un homme debout. Découverte à Nashqum dans le Jawf, elle a été acquise par le musée national de Sanaa en 2004. Cette œuvre est la plus grande statue sudarabique en bronze de style archaïque que l'on connaisse. La statue est arrivée en France en 2006, et a été restaurée au Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France par une équipe réunissant des restaurateurs français et yéménites (venus du musée national de Sanaa). En parallèle à la restauration, des études technologiques, archéométriques, stylistiques et épigraphiques ont été conduites par une équipe interdisciplinaire (Mille*, et al.*, 2010). Hawtar'athat a ensuite été présenté au public par le département des Antiquités Orientales du musée du Louvre, de mai à octobre 2007.

Une inscription sabéenne gravée au niveau de l'estomac a été découverte au cours du nettoyage de la statue. Son déchiffrement a fourni des informations essentielles, qui ont notamment conduit à remettre en contexte cette statue extraordinaire. Nous avons ainsi appris qu'un dédicant originaire de Marib, mais vivant dans la colonie sabéenne de Nashqum localisée dans le Jawf, s'était fait représenter sous ses propres traits et avait décidé d'offrir la sculpture de bronze à Almaqah, dieu tutélaire du puissant royaume de Saba. Ce haut dignitaire se nommait Hawtar'athat, fils de Radawil, du lignage de Shalalum, et avait vécu pendant le règne du roi Yada'il Bayan. Des études ultérieures ont établi que ce roi était vraisemblablement au pouvoir à la fin du VIIe ou pendant la première moitié du VIe s. av. J.-C, fournissant ainsi la datation de la statue.

Compte tenu de l'importance historique de la statue de Hawtar'athat et des étonnants résultats livrés par l'étude technologique, une mission de trois semaines dans les musées yéménites a été organisée en 2008, sous la direction du musée du Louvre. 52 statues (plus de 30 cm de hauteur) et statuettes (moins de 30 cm) ont été étudiées au musée national de Sanaa, au musée militaire de Sanaa, au Musée National d'Ibb et au Musée Régional de Baynun. Dix d'entre elles ont été sélectionnées pour un examen analytique plus approfondi incluant des prélèvements. Trente-deux échantillons du métal ont été prélevés pour une analyse élémentaire et quatre échantillons de noyau pour une analyse pétrographique. Les échantillons ont été officiellement exportés vers la France et caractérisés au

C2RMF ; cf annexe D pour consulter les fiches de la base HEPHAISTOS qui rassemble les données reccueillies au cours de cette mission.

Figure 123 : Haut : statuette de lion découverte à Jabal al-Awd, IIIe siècle av. J.-C. - IIIe siècle ap. J.-C., H. 37 cm, musée national d'Ibb, inv. IM24. Bas : applique de lion provenant probablement de Tamna, troisième quart du Ier s. av. J.-C., H. 67 cm, musée national de Sanaa, inv. YM36526.

© C2RMF, A. Chauvet (photographies) et T. Borel (radiographie)

Fin 2008, deux objets supplémentaires, repérés lors de la mission au Yémen, ont été étudiés et restaurés au C2RMF, puis exposés entre juin et octobre 2009 au musée du Louvre (Figure 123). La première statue est un lion venant du musée national d'Ibb qui a été découvert sur un site de la zone montagneuse du Jabal al-Awd. Le second est un lion en applique de style oriental qui a été récemment acquis par le musée national de Sanaa et provient probablement de Tamna, il est précisément daté grâce à l'inscription -150 / -125 av. J.-C. (Arbach, 2005).

La dernière action de la coopération Louvre-OGAM a eu lieu au musée national d'Aden en mars 2009, où un séminaire d'une semaine sur la conservation des artefacts archéologiques a été donné par les acteurs français et yéménites de la coopération. Le personnel technique de conservation de l'ensemble des musées du Yémen a participé à cette formation. La coopération a malheureusement depuis été suspendue pour des raisons de sécurité, compte tenu des tensions politiques et militaires extrêmes qui règnent dans le pays.

2. La statuaire sudarabique en bronze

La fouille du temple d'Awam près de Marib par W. Phillips et W. F. Albright, sous les auspices de l'American Foundation for the Study of Man (AFSM), en 1951 et 1952, a été la première à révéler la richesse extraordinaire de la statuaire de bronze sudarabique (Maraqten, 2005; Phillips Hodgson, 2005). Non seulement l'exceptionnelle statue de Madikarib y a été découverte, mais également deux personnages masculins debout, ainsi qu'un grand nombre de bases de statue faites en pierre et portant des inscriptions ainsi que des marque de pieds. Ces vestiges attestent que dès la période archaïque (VIIe s. av. J.-C.), de nombreuses grandes statues en bronze se dressaient dans le temple d'Awam. Pour les trois statues subsistantes, les personnages représentés ont les traits caractéristiques des populations locales, définissant un style sudarabique indigène. Malheureusement, les statues de bronze du temple d'Awam n'ont jamais fait l'objet d'étude technologique. Un tel examen serait pourtant d'un intérêt majeur puisque l'inscription portée par la statue de Madikarib indique une relation possible avec celle de Hawtar'athat : le même roi sabéen est mentionné, et les deux dédicants possédaient tous deux des terres à Marib et Nashqum (Mille*, et al.*, 2010, p. 19). Par conséquent, nous n'avons pu inclure dans notre étude que deux grandes statues en bronze d'époque archaïque : la statue de Hawtar'athat précédemment mentionnée et celle d'un personnage masculin debout conservé au musée national de Sanaa (Figure 124a). Cette dernière statue a malheureusement perdu sa tête, le contexte et le lieu de sa découverte doivent encore être clarifiés, l'inscription n'a quant à elle pas encore été déchiffrée.

n° labo	n° inv.	Désignation	Musée	Lieu de découverte	Datation	Procédé cire perdue	Epaisseur moyenne paroi	Type de noyau / épaisseur	Type de joint soudé
C2RMF 64057	YM23206	Statue d'Hawtar'athat	Musée national de Sanaa	Nashqum	fin 7e s. - 6e s. BC	Indirect (+ direct : boucles cheveux)	2 - 2.5	Creux (corps : 30-60 mm) Plein (autres parties)	Joint en anneau, coulée 2ndaire (clous)
C2RMF 67747	YM36526	Applique de lion	Musée national de Sanaa	Tamna	3e quart 1er s. BC	Indirect	1.5 - 2.5	Couche (corps : 20 mm) Plein (tête)	Cordon linéaire (tête), coulée secondaire (langue)
C2RMF 67748	IM24	Statuette de lion	Musée national d'Ibb	Jabal al-awd	3e s. BC - 3e s. AD	Indirect	0.5 (corps) 1 - 1.5 (pattes)	Creux (20 mm)	Soudure par point
Y9	YM23212	Statue d'homme débout acéphale	Musée national de Sanaa	Inconnu	6e s. BC	Indirect (+ direct : inscription, vêtement)	2 - 3	Plein (corps : creux ?)	Joint en anneau
Y10	YM238	Statue fragmentaire d'un personnage debout, grandeur naturelle. Vêtement décoré d'une frange	Musée national de Sanaa	Inconnu	3e s. BC - 3e s. AD	Indirect (+ direct : frange)	3	Couche (35 mm)	-
	YM239	*idem*, vêtement, long plis verticaux				Indirect	2.5	Retiré (moderne)	-
	YM241	*idem*, grand fragment (genou, plis verticaux, vêtement)				Indirect	2.5	Partiellement retiré (moderne), couche	Cordon linéaire
Y13	YM220	Fragment de jambe, grandeur naturelle	Musée national de Sanaa	Inconnu	3e s. BC - 3e s. AD	Indirect	2.5 - 3.5	Retiré (moderne ?)	Cordon linéaire
Y14	YM218	Fragment de bras gauche, grandeur naturelle	Musée national de Sanaa	Inconnu	3e s. BC - 3e s. AD	Indirect	2.5 - 3.5	Plein	Cordon linéaire
Y19	YM261-YM252	Applique de lion fragmentaire	Musée national de Sanaa	Inconnu	3e s. BC - 3e s. AD	Indirect	3.5 - 4 (corps) 2.5 (queue)	Retiré (moderne ?)	Joint en demi-anneau
Y27	MB216	Train avant d'une statue de léopard	Musée régional de Baynun	Inconnu	3e s. BC - 3e s. AD	Indirect	4.5 - 5	Partiellement retiré (moderne)	Cordon linéaire
Y30	IM25	Protomé de bouquetin	Musée national d'Ibb	Jabal al-awd	3e s. BC - 3e s. AD	Indirect	2	Couche (20-35 mm)	-
Y32	IM9	Statuette féminine drapée	Musée national d'Ibb	Jabal al-awd	3e s. BC - 3e s. AD	Direct	2.5 - 3 Plein (plis)	Plein	-
Y33	IM8 & IM19	Statuette féminine drapée	Musée national d'Ibb	Jabal al-awd	3e s. BC - 3e s. AD	Indirect ? (statuette) Direct (manteau)	2 - 3.5 (statuette) 7 (manteau)	Retiré	Brasure Pb-Sn (manteau)

Tableau 11 : description et principales caractéristiques technologiques des statues et statuettes sudarabiques choisies pour une étude approfondie.

Figure 124 : Statues et statuettes sudarabiques sélectionnées pour une étude approfondie au cours de la mission de 2008. Le contexte complet des objets est donné dans le Tableau 11. a : statue d'homme debout acéphale (YM23212) ; e : applique fragmentaire de lion (YM261-YM252) ; f : avant-train d'une statue de léopard (MB216).

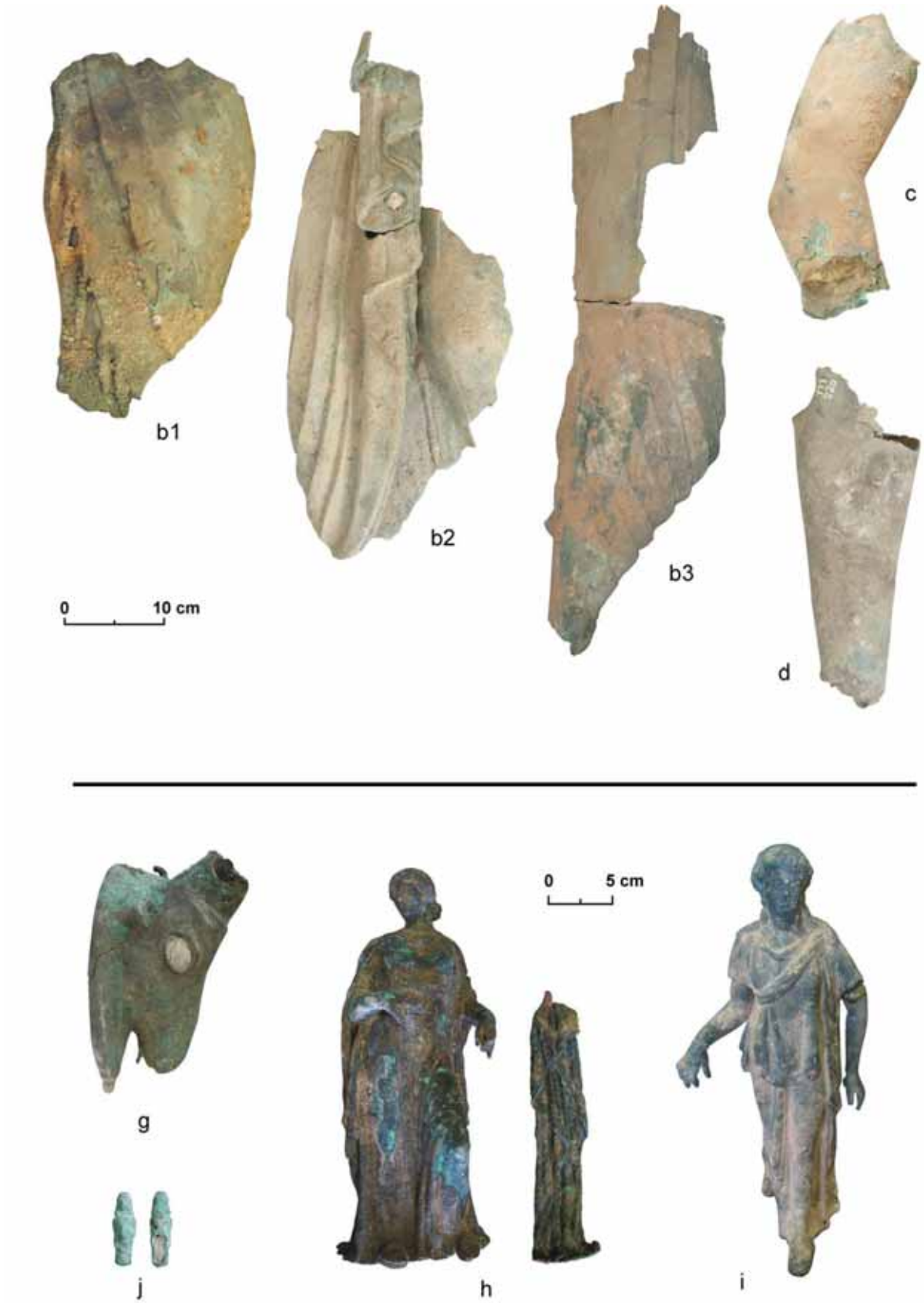


Figure 125 (suite) : b : fragments d'une statue représentant un personnage debout, taille naturelle, b1 : vêtement décoré d'une frange (YM238), b2 : genou, plis verticaux du vêtement (YM241), b3 : vêtement, longs plis verticaux (YM239) ; c : fragment de bras gauche, taille naturelle (YM218) ; d : fragment de jambe, taille naturelle (YM220) ; g : protomé de bouquetin (IM25) ; h : statuette féminine drapée (IM8 & IM19); i : statuette féminine drapée (IM9); j : statuette féminine (MMS9570).

L'importance des contacts avec la zone méditerranéenne s'est également traduite dans les styles artistiques, probablement dès le début du IIIe s. av. J.-C., peut-être même plus tôt. L'influence grecque en particulier est incontestable, elle a conduit un certain nombre de chercheurs à définir trois styles principaux pour les bronzes antiques du Yémen (voir par exemple Ali Aqil & Antonini, 2007, p. 94) : (i) bronze de type et d'iconographie sudarabique produit localement, ii) bronze grec ou romain importé, (iii) bronze de style oriental, hellénistique ou romain produit localement. Le dernier cas semble être la situation la plus fréquente, pour la période couvrant le IIIe s. avant notre ère jusqu'au IIIe s de notre ère, conduisant à la production d'une statuaire de bronze dont le style est marqué par un syncrétisme hellénistique / sudarabique. En conséquence, au sein de ce laps de temps très étendu, il est souvent impossible de préciser la datation des bronzes sur la base de critères stylistiques. La présence d'une inscription est alors souvent le seul moyen de fournir une date précise.

Le cas du site de Jabal al-Awd illustre bien la situation. Plus d'une centaine de bronzes ont été découverts, depuis les premières trouvailles de 1996 lorsque le site a été pillé, jusqu'aux dernières découvertes lors des fouilles menées par le Deutsches Archäologisches Institut (DAI). Il a été établi que les bronzes proviennent pour la plupart d'un bâtiment imposant occupant une position centrale sur le site (Hitgen, 2005). Ce « trésor » de bronzes résulte vraisemblablement d'un processus d'accumulation étalé sur plusieurs siècles. La majeure partie de la statuaire de bronze de Jabal al-Awd est clairement marquée par une influence hellénistique, mais il est extrêmement difficile de déterminer par le style et au cas par cas si les sculptures sont importées ou non, et donc de mesurer le taux d'importations méditerranéennes parmi les sculptures. Pour ces raisons, la plupart des pièces de Jabal al-Awd ont une datation s'étalant du 3e s. av. J.-C. au 3e s. ap. J.-C. (Antonini, 2007). Outre la statuette du lion venue en France pour l'exposition de 2009 (Figure 123a), nous avons eu l'occasion d'analyser trois autres bronzes de Jabal al-Awd, actuellement exposés au musée national d'Ibb (Figure 125g à i), dont deux statuettes féminines[68]. Du point de vue stylistique, la première est considérée

[68] Une étude achaeométallurgique complète des bronzes de Jabal al-awd est en cours (Hitgen, comm. pers.).

comme un exemple du style syncrétique hellénistique / sudarabique (Figure 125h), alors que la seconde serait une importation (Figure 125i).

Nous avons également étudié la statue fragmentaire d'un personnage drapé de taille naturelle appartenant au musée national de Sanaa, qui est un exemple typique de l'influence hellénistique sur les grands bronzes sudarabiques (Figure 125b). Si l'on revient à l'applique découverte à Tamna où le lion est représenté « à l'oriental » (Figure 123, bas), on constate avec surprise qu'elle partage la même datation et le même lieu de découverte que les deux charmantes appliques hellénistiques représentant des lions chevauchés par des enfants découvertes par l'AFSM au cours de ses premières explorations de 1950-1951 (Figure 126)[69]. Au vu de ce style extrêmement différent, quelques doutes sont permis sur la capacité des études stylistiques à dater les bronzes sudarabiques des périodes tardives.

Figure 126 : applique de lion chevauché par un enfant, dite applique B, découverte à Tamna (Yémen), début du 1er s. av. J.-C. – milieu du 1er s. ap. J.-C., H. 61 cm, American Foundation for the Study of Man, inv. TS 152B.

[69] Les trois apliques sont ici datées grâce à leur cartouche dédicatoire.

3. La méthode sudarabique de fonte à la cire perdue

L'étude technologique réalisée en 2007 sur Hawtar'athat (fin du VIIe s. av. J.-C. ou début du VIe s. av. J.-C.) a formellement établi que ce grand bronze a été fabriqué par un procédé indirect de fonte à la cire perdue, et que la statue a été coulée en six pièces séparées (le corps, la tête, les bras et les pieds) qui ont été assemblées par soudage par fusion au bronze liquide (Demange *et al.*, 2007, p. 29; Mille*, et al.*, 2010), et Figure 127, Figure 128, Figure 129. Cette découverte est fondamentale, car nous savons que ces deux techniques étaient à la base de la fabrication des grandes statues de bronze du monde grec et romain, depuis le milieu du VIe siècle avant notre ère jusqu'à la fin du Ve s. ap. J.-C., cf. Chapitre 5 p. 257 et (Steinberg, 1973; Formigli, 1984; Mattusch, 1988; Lie & Mattusch, 1996; Bouquillon*, et al.*, 2006; Mille, 2007). Il a parfois été supposé que les artisans sudarabiques n'avaient pas seulement adopté le style et l'iconographie hellénistique, mais également les techniques grecques. Si cela s'avère être le cas, comment interpréter le fait que les mêmes caractéristiques techniques se retrouvent sur une statue sudarabique sensiblement plus âgée que ses homologues grecs les plus anciens ? Les procédés de fonte et d'assemblage étaient-ils réellement identiques ? Il était donc nécessaire de conduire un examen plus approfondi des techniques de fabrication de la statuaire en bronze sudarabique avant toute confrontation avec les grandes statues du monde égéen.

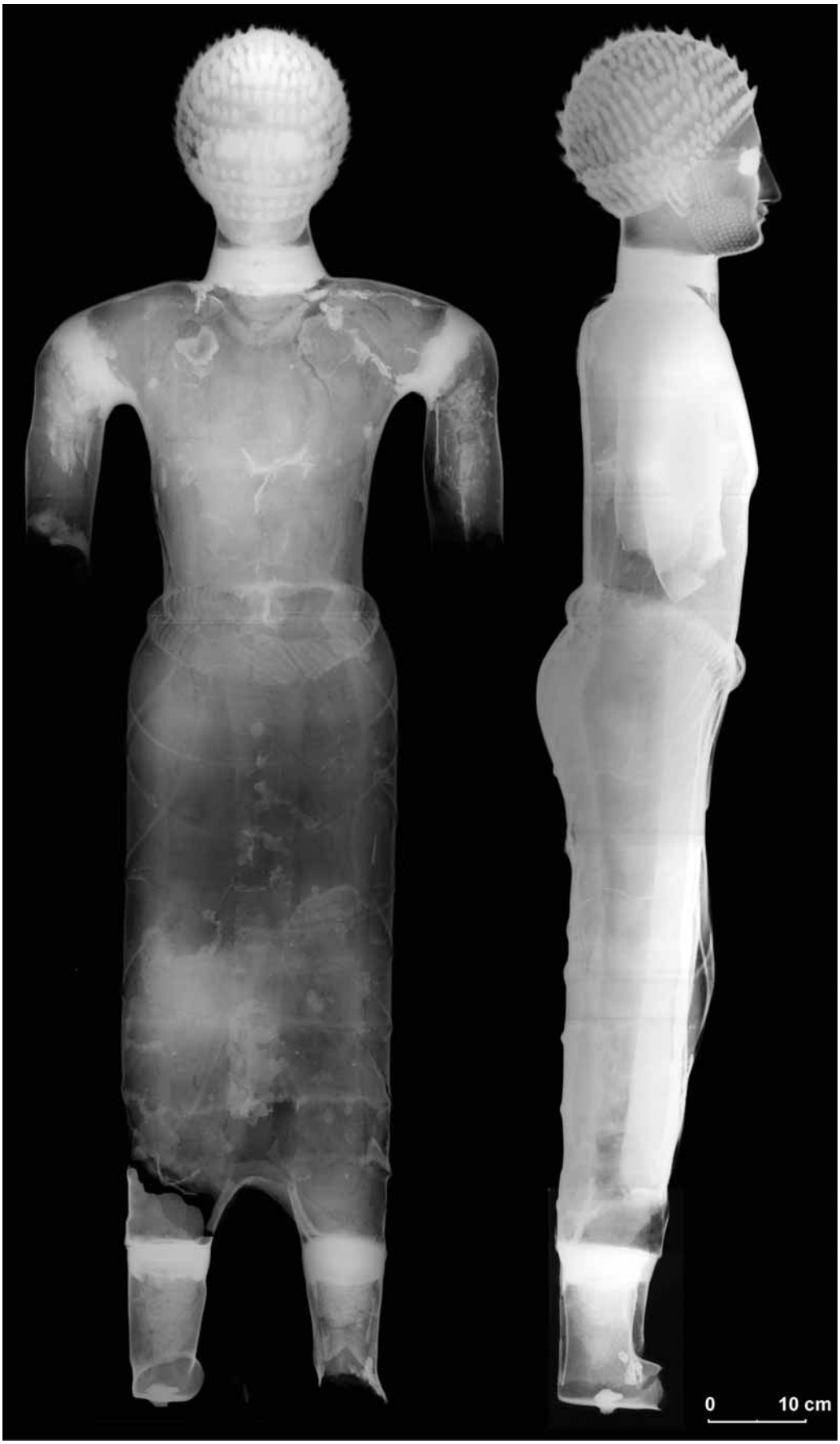


Figure 127 : Hawtar‘athat, radiographie X de face et de profil.

© C2RMF, T. Borel

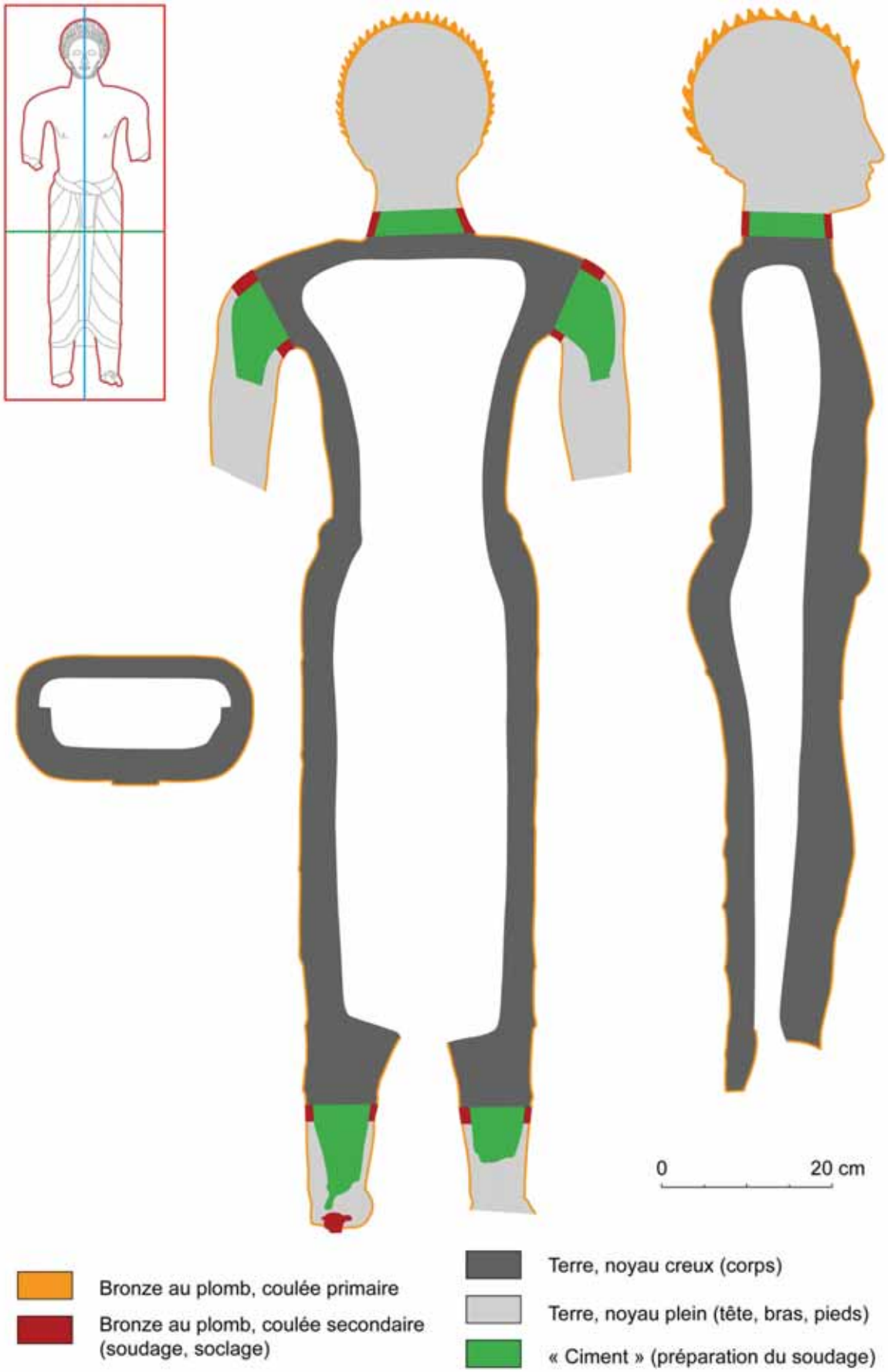


Figure 128 : Hawtar'athat, coupes sagittale, frontale et transversale, schémas déduits des examens radiographiques. En médaillon, localisation des plans de coupe.

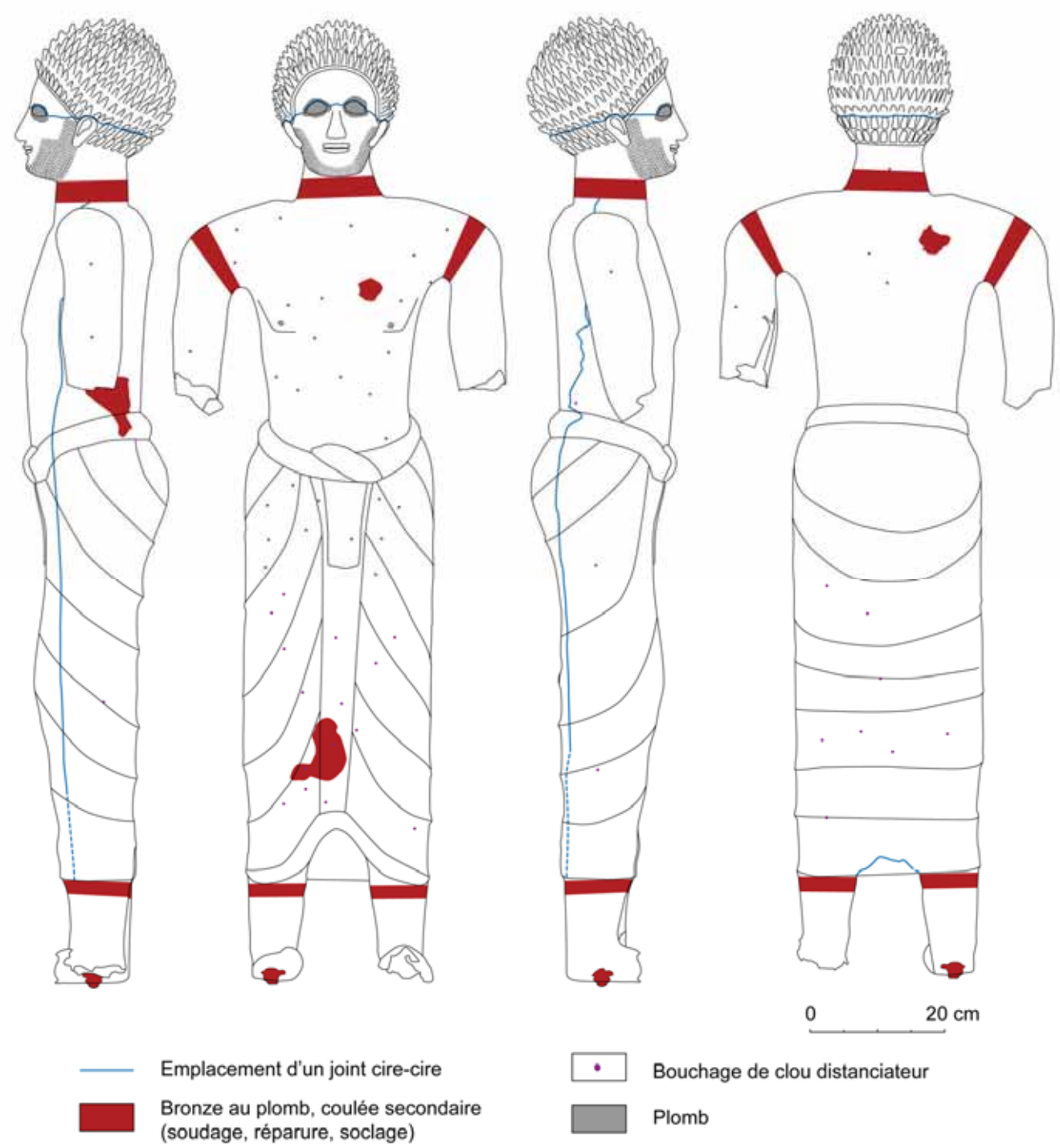


Figure 129 : Hawtar'athat, relevé des observations technologiques effectuées en surface de la statue.

3.1. L'étonnante finesse des parois métalliques

Un premier trait distinctif de la statuaire de bronze sudarabique est que toutes les pièces sont creuses, même les plus petites statuettes (Figure 125j). Le monde méditerranéen contraste avec cette situation, puisqu'on constate que les

statuettes de moins de 20 à 30 cm de hauteur sont généralement pleines, même pour ce qui concerne l'époque romaine (Mille & Borel, 2007) ; au Yémen, les statuettes ne dépassant pas cinq centimètres de haut sont creuses.

D'un point de vue plus général, et cela dès l'époque archaïque, les bronzes sudarabiques ne comportent pas (ou très peu) de défauts de coulée, et les parois métalliques sont extrêmement minces et régulières (de moins de 1 à 3 mm d'épaisseur, Tableau 11). Ainsi, l'épaisseur des parois de la statue de Hawtar'athat se situe entre 2 et 2.5 mm, quelle que soit la zone considérée et malgré des détails en relief marqué tels que le nez, les oreilles ou la ceinture (Figure 127 et Figure 128). L'image radiographique du lion de Jabal al-Awd est encore plus impressionnante (Figure 123, haut) : coulée sans aucun défaut, les parois métalliques de la statuette sont extraordinairement fines et régulières (seulement 0.5 mm y compris dans les zones telles que la crinière ou les oreilles). La grande statue fragmentaire de style hellénistique montrant un personnage drapé (Figure 125b), ainsi que l'applique de lion « à l'oriental » (Figure 123, bas) témoignent également de la remarquable minceur des parois métalliques de la statuaire sudarabique.

3.2. Le travail de la cire

Les grandes statues sudarabiques que nous avons étudiées ont fourni de multiples preuves de l'utilisation du procédé indirect de fonte à la cire perdue (dit aussi procédé sur négatif, cf. introduction p. 25). Un premier argument est lié à la minceur et à l'uniformité des parois métalliques, comme mentionné précédemment. Il serait en effet extrêmement difficile d'obtenir un tel résultat en sculptant la cire de façon directe. Le principe même de ce procédé impose que la cire soit travaillée depuis la paroi interne de la statue. La plus grande part du travail consistait donc à revêtir de cire la face interne des différentes pièces d'un moule à bon creux pris à partir d'un modèle. Trois techniques sont classiquement utilisées pour appliquer la cire dans le moule, elles sont d'ailleurs souvent combinées entre elles : soit la cire est disposée en feuilles dans le creux des pièces du moule, soit la cire est appliquée liquide au moyen d'un pinceau, soit le moule est rempli de cire liquide et laissé à refroidir de façon à déposer une couche d'épaisseur uniforme au contact

des parois, l'excédent étant ensuite évacué en renversant le moule. Pour cette raison, cette dernière méthode est dite « au renversé » (schéma explicatif dans Mattusch, 1996b, pp. 22-23; exemple dans Darblade-Audoin & Mille, 2008, p. 36). Pour le cas de la statuaire sudarabique, aucune de ces méthodes ne peut être écartée. Néanmoins, des observations convergentes montrent que l'utilisation de feuilles de cire était favorisée à chaque fois que cela était possible. Ainsi par exemple, on observe clairement des superpositions de feuilles au niveau du joint cire-cire des flancs des deux statues archaïques que nous avons examinées (Mille, *et al.*, 2010, p. 37) et annexe D, fiches Y009. Sur la face arrière de l'applique de lion de Tamna, les découpes anguleuses, les raccords décalés et les replis de cire nettement visibles sont difficilement envisageables autrement qu'à partir de feuilles de cire (Figure 123, bas).

Figure 130 : Hawtar'athat, détail de la chevelure au niveau de la nuque. Noter la différence entre les deux premières rangs de boucles plates fabriquées par moulage à partir du procédé indirect, et les boucles en fort relief des rangs supérieurs, façonnées séparément par le procédé direct avant d'être placées une à une sur la calotte crânienne.

© C2RMF, A. Chauvet.

Le mode de fabrication de la chevelure de Hawtar'athat est un cas intéressant à discuter. Signalons tout d'abord que le moulage à bon creux du modèle initial de la tête a été effectué en trois pièces : calotte crânienne, partie

gauche et partie droite du bas du visage. Les traces du joint cire-cire pour réunir la calotte crânienne sur le bas du visage sont d'ailleurs très visibles sur les radiographies (Figure 127) et sont reportées sur le relevé technologique (Figure 129). Cependant, chaque boucle de cheveux constitue pratiquement à elle seule une contre-dépouille ; il n'était bien sûr pas envisageable de les mouler individuellement. Le scénario le plus probable est que la calotte crânienne a, dans un premier temps, était réalisée nue par le procédé indirect, comme toutes les autres pièces de la statue. Puis la tête a été recomposée en joignant à la cire les trois pièces tirées du moule à bon creux (calotte, visage gauche, visage droit). La phase suivante a vraisemblablement consisté à remplir la pièce avec le noyau en terre, et mettre en place les clous distanciateurs (cf. § 3.3). Les boucles de cheveux auraient quant à elles été mises en place dans une dernière phase du travail de la cire, juste avant d'enrober le tout de terre pour constituer le moule de coulée. Pour cela, la calotte crânienne a été habillée de rangs concentriques de boucles de cheveux, chacune sculptée directement dans la cire. La preuve de ce que nous avançons est apportée par l'examen de la chevelure au niveau de la nuque. Les deux derniers rangs de boucles de cheveux ne font pas partie de la pièce de moule correspondant à la calotte crânienne, mais des pièces du bas du visage : les boucles n'y sont pas représentées avec le même relief (Figure 130, comparer aussi le profil des boucles de cheveux sur la coupe frontale de la Figure 128). La raison en est simple, puisque cette fois le profil interne de la paroi suit le relief externe. Le contraste de ces boucles, soit figurées de façon très plate et peu détaillée, soit en fort relief, valide l'ensemble de nos propositions : d'une part les boucles en fort relief ont été sculptées individuellement dans la cire (procédé direct), puis disposées en rangs concentriques depuis le sommet du crâne, d'autre part et c'est le point le plus important, les boucles plates démontrent que le procédé indirect de fonte à la cire perdue était la principale technique de fabrication des différentes pièces de cire de la statue. Nous avons découvert d'autres détails fabriqués directement en cire: les dents du lion en applique de Tamna (Figure 123, bas), les lettres en relief de l'inscription et quelques parties décoratives du vêtement de la statue archaïque acéphale (Figure 124a), la frange ornant le vêtement de la grande statue fragmentaire de style hellénistique (Figure 125b). En résumé, les artisans sudarabiques utilisaient systématiquement le procédé indirect de fonte à la cire perdue pour leurs grands bronzes, mais les statues étudiées étaient souvent

habillées de détails ajoutés, directement sculptés en cire. Ce procédé semble rester inchangé pendant toute la période, il a rendu possible la réalisation systématique des parois fines et régulières.

3.3. Le travail de la terre : noyaux creux et moules de coulée

Dans le cas du procédé indirect, le noyau est toujours introduit une fois la pièce de cire achevée, en coulant ou en pressant une terre réfractaire dans la cavité interne. Le noyau présent dans la pièce correspondant au corps de Hawtar'athat est creux (épaisseur: 30 à 35 mm du côté dorsal, 35 à 60 mm du côté ventral), Figure 127 et Figure 128. Cette technique de noyautage creux est totalement inédite dans une statue de bronze, quelle que soit son origine[70]. Grâce à la constitution du corpus d'étude lors de la mission de 2008, nous savons désormais que la statue de Hawtar'athat ne représente pas un cas isolé. Il semble en effet que les fondeurs sudarabiques employaient cette technique du noyau creux chaque fois que les dimensions et les volumes internes des statues permettaient de le faire (Tableau 11). Une statuette de cheval du Musée National de Sanaa a permis l'observation directe de cette méthode inhabituelle (Figure 131) : à l'image de ce qui a été documenté pour Hawtar'athat, une couche de terre de 35 à 45 mm d'épaisseur a été appliquée sur la face interne des parois de cire. La statuette de lion de Jabal al-awd est faite exactement selon la même technique que le cheval du musée de Sanaa (Figure 123, haut et (Mille*, et al.*, 2010, Figure 30). L'applique de lion « à l'oriental » de Tamna (Figure 123, bas) et les nombreuses protomés de bouquetin et de bovin de Jabal al-Awd (Figure 125g) témoignent d'une technique très similaire : le creux de la face arrière n'est pas entièrement rempli de terre, mais seulement recouvert par une épaisse couche de "noyau". En revanche, lorsque l'accès était trop restreint, on retrouve la technique habituelle du noyau plein, c'est notamment le cas de la tête, des deux bras et des deux pieds de la statue d'Awtar'athat (Figure 128).

[70] À la notable exception d'une statue égyptienne de la collection Posno au musée du Louvre (statue de prêtre, n° inv. E7692, cf. Chapitre 4, § 3.3.3 p. 241).

Figure 131 : Statuette de cheval, lieu de découverte inconnu, musée national de Sanaa, H. 37 cm, inv. YM29344. Remarquer le noyau creux qui forme une couche épaisse et régulière dans le corps de la statuette.

De façon générale en fonderie, les noyaux en terre réfractaire sont éliminés après la coulée, cela évite la formation éventuelle de fissures dans le bronze causées par le gonflement ultérieur du noyau qui est souvent très hydrophile, et cela permet d'alléger l'objet. En ce qui concerne les statues sudarabiques, le noyau est toujours présent. Quelle motivation poussait donc les fondeurs sudarabiques à conserver systématiquement ce noyau ? La réponse nous semble résider dans la très (trop) grande finesse des parois métalliques : le noyau ne pourrait-il pas avoir joué un rôle structurel ? Il est par exemple impossible de retirer le noyau du petit lion du Jabal al-Awd sans révéler de nombreuses lacunes, les épaisseurs de métal de cette statue étant le plus souvent inférieures au millimètre. Dans cette hypothèse où le noyau sert également de renfort à la paroi métallique, l'usage du noyau creux se justifie pleinement, car il permet de ne pas trop alourdir la statue.

L'étude pétrographique des noyaux n'est pas encore achevée. Les résultats disponibles concernent uniquement le noyau de la statue de Hawtar'athat (Mille*, et al.*, 2010, p. 24). Ils montrent qu'une terre marneuse a été utilisée, à la fois dégraissée par des fibres végétales (5 à 20% en volume) et par un sable dont la granulométrie est comprise entre 3 et 250 µm. Le sable est composé de quartz, de calcite, de feldspaths, de pyroxènes et de quelques fragments de roche volcanique. La question de la source d'approvisionnement reçoit une réponse simple et précise compte tenu de la composition discriminante du sable : soit cette terre à noyau a été préparée à partir des sédiments du bassin de Sanaa et son extension dans la direction du Jawf près de Nashqum, soit elle provient de la région de Marib.

Les étapes suivantes de la fabrication concernent la préparation des moules de coulée. Nous ne disposons que de très peu d'éléments tangibles pour décrire ces opérations : il ne reste aucun résidu des moules de coulée sur les statues et les opérations de réparure ont soigneusement fait disparaître le système d'alimentation des moules (à l'exception de la statuette de cheval inachevée du musée militaire de Sanaa, fiche Y005, annexe D).

En revanche, une étape préliminaire à la préparation des moules a pu être documentée, il s'agit de la technique qui permettait de maintenir le noyau en position dans le moule pendant la coulée. Nous n'avons jamais mis en évidence de recours aux armatures. Le système utilisé est identique à celui qui est observé sur

les grands bronzes grecs et romains : les clous distanciateurs. Cela consiste à planter un grand nombre de clous dans le noyau en passant au travers de la cire, et en faisant en sorte que la tête des clous affleure de quelques centimètres au-dessus de la surface de la cire. Les clous sont de cette manière pris dans le moule de coulée qui viendra par la suite enrober la cire. Ces clous empêchent les mouvements du noyau dans le moule lorsque la cire aura été évacuée, et assurent ainsi l'obtention des épaisseurs de métal désirées par le fondeur.

Pour la statue de Hawtar'athat, tous les clous distanciateurs ont été enlevés après la coulée, et les trous laissés ont été rebouchés. Nous ne connaissons donc pas la nature du matériau utilisé pour fabriquer ces clous (fer, alliage cuivreux ?). De surcroît, les rebouchages sont pratiquement invisibles en surface, probablement en raison de l'épaisse couche de corrosion qui recouvre la statue. La cartographie des clous n'est possible que très partiellement, avec l'aide des radiographies suivie d'un repérage visuel rapproché du bronze pour déterminer la face sur laquelle se trouve le rebouchage (la radiographie d'un objet superpose tous les plans dans une même image). Nous avons réussi à replacer un assez grand nombre d'emplacements de clous pour la face ventrale du corps. En face dorsale, la corrosion et les nombreuses fissures ont rendu la tâche plus difficile. Enfin, ce type de détail est plus difficile à observer sur les radiographies des bras, des pieds et de la tête en raison de la plus grande complexité des images à ces endroits. Pour conclure sur Hawtar'athat, si l'on raisonne à partir des zones où la cartographie a pu être faite dans de bonnes conditions, on remarque que les clous sont disposés selon un quadrillage relativement équidistant (4,5 à 6 cm), et que les clous étaient donc disposés en très grand nombre (Figure 129).

Sur certaines statues sudarabiques, les clous distanciateurs n'ont pas été enlevés, et ils ont donc pu être directement observés (annexe D, notamment Y003, Y010/238, Y010/239 et Y030). À la différence du monde grec et romain, où les clous distanciateurs sont majoritairement en fer (nombreux exemples dans Mattusch, 1996b; voir aussi Mille, 2007 pour la description détaillée d'une statue avec des clous en fer), les clous posés par les fondeurs sudarabiques sont toujours en alliage cuivreux. Nous verrons par ailleurs que lorsque ces clous ont été retirés, la technique de dissimulation du trou est très différente (cf.§ 3.6 p. 349).

3.4. Composition des alliages

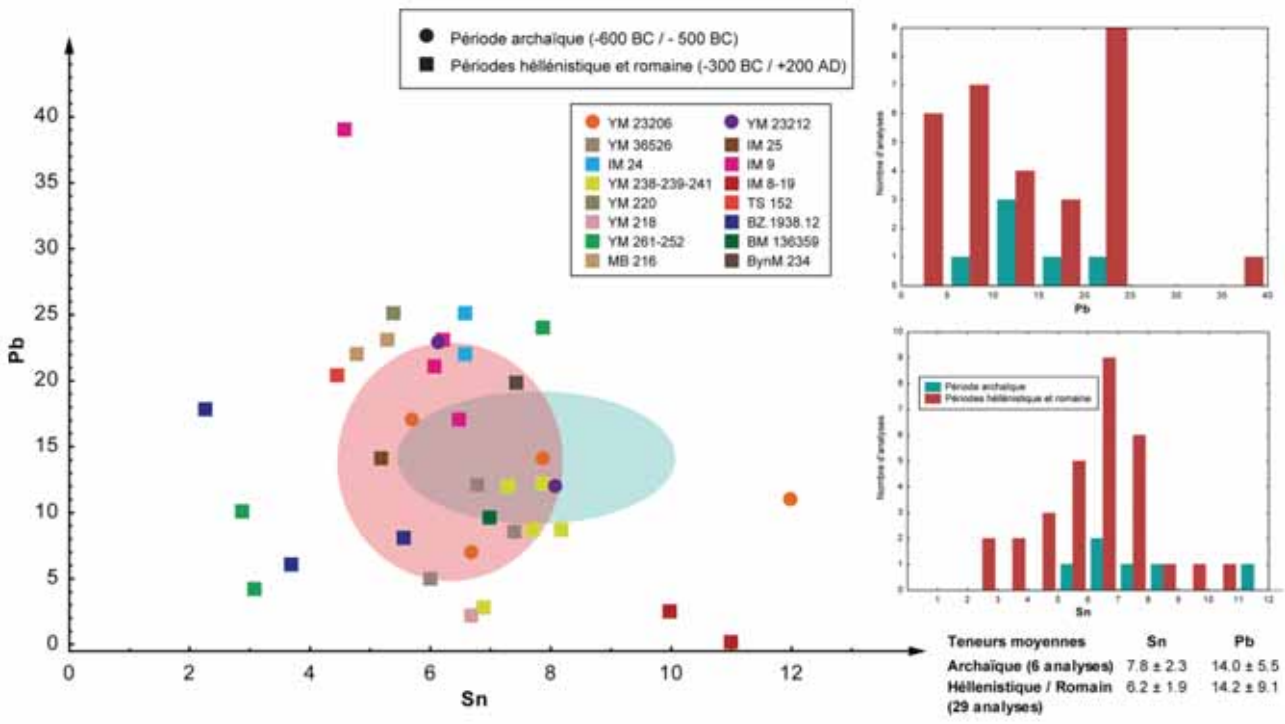


Figure 132 : Composition des alliages de la statuaire sudarabique, seules les coulées primaires sont reportées. À gauche: diagramme binaire plomb-étain, chaque statue est représentée par un symbole de couleur différente ; l'ellipse rose correspond à la composition moyenne de la période archaïque ; l'ellipse bleue à la composition moyenne de la période hellénistique / romaine. À droite : histogrammes de distribution de l'étain et du plomb

La composition des alliages a été obtenue à partir de 48 échantillons prélevés sur les différentes parties des 12 statues sudarabiques choisies pour une étude approfondie. Les analyses ont été effectuées par ICP-AES au C2RMF. Environ 20 mg de métal ont à chaque fois été prélevés par microforage (1 mm de diamètre, 10 mm de profondeur), après avoir éliminé les produits de corrosion de surface. Les prélèvements ont été soigneusement contrôlés sous le stéréomicroscope pour s'assurer que seul le métal sain a été analysé. Environ 10 mg de copeaux ont été précisément pesés et mis en solution dans 5 ml de solution d'eau régale (mélange d'acides chlorhydrique et nitrique). La solution obtenue a été nébulisée dans le plasma d'argon et 29 éléments chimiques ont été quantifiés, plus de détails sur les conditions analytiques dans (Mille & Bourgarit, 2000; Bourgarit & Mille, 2003), les résultats détaillés des analyses ICP-AES se trouvent en annexe E.

Les commentaires seront ici limités aux coulées primaires, c'est-à-dire les différentes pièces qui composent la statue avant assemblage (30 analyses). Les 18

analyses restantes correspondent principalement au métal utilisé pour souder ces différentes pièces entre elles (coulées secondaires, cf. § 3.5). Quatre statues supplémentaires ont été ajoutées au corpus (6 analyses), à partir de résultats publiés dans la littérature, ce qui permet d'augmenter le nombre total de compositions disponibles pour l'analyse statistique (voir annexe E).

Presque toutes les statues et statuettes analysées sont en bronze au plomb (Figure 132). La composition sudarabique la plus fréquente correspond à un bronze à faible étain (en moyenne 7 %) et contenant une importante quantité de plomb (en moyenne 14 %). La composition des alliages semble demeurer très stable au fil du temps, il faudrait cependant compléter l'enquête par un plus grand nombre d'analyses pour la période archaïque. Ni le type d'alliage (bronze au plomb), ni la teneur moyenne d'étain et de plomb ne montrent d'évolution significative de la période archaïque à la période hellénistique puis romaine. Il n'y a qu'une seule exception notable : la statuette féminine de Jabal al-Awd (Figure 125h). Considérée stylistiquement comme une importation méditerranéenne, cette statuette est un bronze binaire simple, avec un taux d'étain relativement élevé (environ 10 % en poids). La statuette homologue, mais de style mixte sudarabique / hellénistique (Figure 125i) a également été analysée, il s'agit au contraire d'un bronze fortement allié au plomb. Cette stabilité de composition dans le temps est une surprise, au regard de la très longue durée pendant laquelle les grands bronzes sudarabiques ont été produits (du 7e s. av. J.-C. au 3e s. ap. J.-C.). On ne peut s'empêcher de rapprocher la très grande finesse des parois métalliques des statues et ce fort ajout de plomb : dès la période archaïque, les bronziers sudarabiques maîtrisaient les parois fines en pratiquant le fort ajout de plomb pour améliorer la coulabilité du bronze (cf. troisième partie). Nous reviendrons sur ce point très important lorsque nous comparerons les techniques des grands bronzes de l'Égypte, de Grèce et du Yémen (cf. Chapitre 7 p. 353).

La variabilité de la composition des alliages au sein d'une même statue est en revanche particulièrement remarquable. Généralement, elle n'affecte que l'un des deux éléments d'alliage, plus rarement à la fois l'étain et le plomb. Ainsi par exemple, le corps de Hawtar'athat renferme 12 % d'étain alors que les jambes, les bras et la tête en comptent seulement 6 à 8% ; l'applique de lion fragmentaire du

musée national de Sanaa (Figure 124e) illustre le cas de teneurs variables, aussi bien pour le plomb (4.2 % à 24 %) que pour l'étain (2.9 à 7.9 %). Nous reviendrons sur cette caractéristique particulièrement importante de la statuaire de bronze sudarabique dans la partie suivante, consacrée au soudage (cf. § 3.5).

La discussion *in extenso* de la provenance et du mode d'approvisionnement en métal de la statuaire sudarabique n'entre pas dans le cadre de ce travail. Nous soulignerons seulement que les niveaux de cobalt sont très élevés dans un grand nombre de statues, et qu'ils sont souvent fortement corrélés au nickel. Ce schéma de composition en impuretés est compatible avec les minéralisations cuprifères d'origine ophiolitique, tel que ce qui est rencontré en Oman (Hauptmann, 1985; Weeks, 2003).

3.5. Soudage par fusion au bronze liquide : une spécificité sudarabique, la forme en anneau

Toutes les grandes statues sudarabiques étudiées utilisaient un procédé de soudage par fusion au bronze liquide afin de joindre entre elles les différentes pièces fabriquées individuellement lors des coulées primaires. Même certaines statuettes, du moins les plus grandes telles celle du lion de Jabal al-awd (Figure 123, haut), ont eu recours à cette technique d'assemblage. Rappelons que le soudage par fusion au bronze liquide est un type spécifique de coulée secondaire[71] où du bronze liquide est versé entre les deux pièces à joindre jusqu'à aboutir à une liaison formée grâce à la fusion locale des bords des deux pièces à joindre (cf. Chapitre 4 § 3.3.4 p. 243 et Chapitre 5 § 2.3 p. 302).

Les soudures de la statue de Hawtar'athat sont visibles en surface, elles prennent la forme d'anneaux d'une largeur de 40 à 50 mm (Figure 129). La radiographie X a établi que ces anneaux sont considérablement plus épais que les parois métalliques (15 à 25 mm, Figure 128). Les restes d'une jonction sont présents entre la tête et le corps de la seconde statue archaïque étudiée (Figure

[71] D'autres types de coulée secondaire ont été documentées sur les bronzes sudarabiques, qui peuvent ainsi avoir été mises en œuvre pour la réparation de grands défauts de coulée (surtout sur l'applique de lion « à l'oriental » de Tamna, ainsi que sur Hawtar'athat), et la surcoulée, c'est-à-dire l'ajout par coulée d'un élément sur une pièce pré-existante (par exemple les tenons de soclage de Hawtar'athat, qui ont été coulés en ménageant un orifice sous les pieds).

124a), ils suggèrent également que la soudure forme un anneau large et épais. L'applique fragmentaire de lion du musée national de Sanaa (Figure 124e) et la paire de lions chevauchés de Tamna (Figure 126) illustrent une variante de cette technique, où les soudures sont cette fois en demi-anneaux. La technique de *soudage en anneau* est une spécificité des bronzes sudarabiques des périodes les plus anciennes.

Les autres statues sudarabiques, toutes datées des périodes hellénistique et romaine, témoignent d'une autre forme de cette technique d'assemblage, le *soudage en cordon*. Dans la plupart des cas, cela se manifeste par la présence de simples cordons linéaires (cas par exemple de l'applique de lion « à l'oriental » de Tamna et de la grande statue drapée du musée national de Sanaa, Figure 123, haut et Figure 125b). Une exception notable est le *soudage par points* réalisé pour joindre les deux parties de la statuette de lion de Jabal al-awd. L'usage de la technique du soudage par points dans l'Antiquité était totalement inconnu avant cette étude.

Le *soudage en cuvettes* mérite également d'être discuté. Il s'agit de la forme de soudure emblématique des grands bronzes grecs et romains, cette variante ayant été employée depuis au moins le Ve siècle avant notre ère jusqu'au IVe siècle de notre ère (cf. Chapitre 5 § 2.3.2 p. 306). Le soudage en cuvettes est totalement sous-représenté au Yémen. Parmi les 53 statues et statuettes sudarabiques examinées, seules trois affichaient ce type d'assemblage : une patte de léopard de Jabal al-Awd (MI70), la statue du roi Dhamar alay Yuhabirr, et celle de son fils Tharan. Ces deux dernières sculptures de 2.4 m de hauteur datent du IIIe ou IVe siècle de notre ère et ont été découvertes à Naklat al-Hamra (musée national de Sanaa, YM196 et YM306, Weidemann, 1983). Nous savons d'après les inscriptions portées par ces deux statues que leur fabrication résulte de la coopération de deux fondeurs : le premier est nommé Phokas, il est d'origine grecque, le second est un certain Lahay'Amm, natif d'Arabie Heureuse. Il n'est donc pas étonnant de trouver certaines caractéristiques techniques typiques du monde méditerranéen sur ces deux statues.

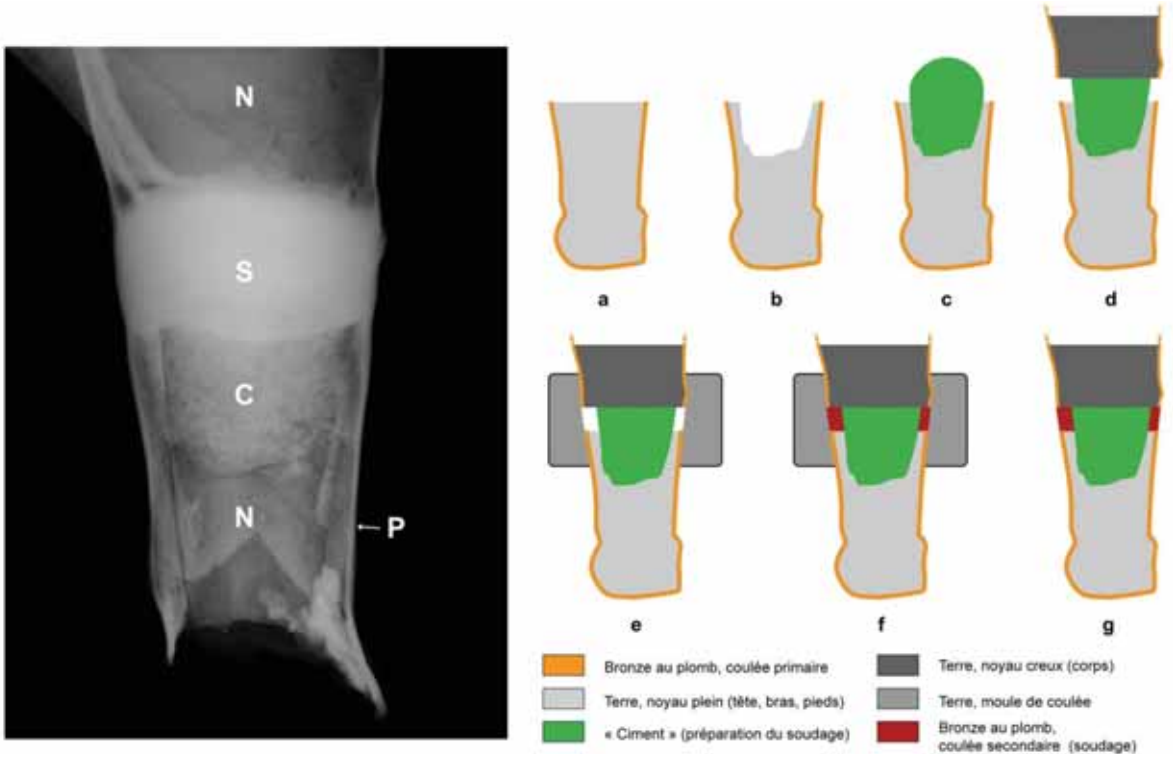


Figure 133 : La technique de *soudage en anneau*. À gauche: Hawtar-athat, radiographie du pied gauche, P : paroi métallique, N : noyau, S : soudure en anneau, C : "ciment" (matériau de type plâtre). À droite : Proposition de reconstitution des différentes étapes du soudage du pied gauche sur le corps,vue en coupe sagittale.

Les techniques sudarabiques de soudage ne sont pas seulement caractérisées par une géométrie distincte de la soudure, ainsi que nous l'avons montré pour les statues archaïques avec les formes en anneaux, mais aussi par une préparation plus complexe des pièces avant leur assemblage. En examinant attentivement la radiographie des assemblages sur la statue de Hawtar'athat, nous avons mis en évidence un type de préparation très particulier pour la réalisation de ces soudures en anneaux (Figure 128 et Figure 133). Les noyaux pleins des cinq pièces assemblées sur le corps ont en effet été recreusés au niveau de leur ouverture sur une profondeur de 60 à 90 mm pour les bras et les pieds (Figure 133a), 10 mm au plus pour la tête. Les cavités ainsi constituées ont ensuite été remplies d'un « ciment » (Figure 133b), de telle manière que celui-ci dépasse et forme une sorte de boule (Figure 133c), que l'on est venu ensuite presser sur le noyau du corps, dans l'ouverture prévue à cet effet (Figure 133d). La fonction d'un tel ciment serait à la fois de servir de collage temporaire, fournissant un support pour le positionnement et le maintien des pièces à souder, et de noyau pour la coulée à venir. L'étape suivante a consisté à construire un moule de coulée pour enrober ce montage (Figure 133e), puis à couler le métal de soudure dans l'espace

laissé vacant (Figure 133f). Après solidification, le moule est décoché, et il ne reste plus qu'à vérifier si la soudure est effective (Figure 133g). La statue archaïque acéphale (Figure 124a) a permis l'observation directe de ce dispositif, avec traces visibles de creusement dans le noyau au niveau de l'ouverture du cou et restes d'un matériau de type plâtre dans le trou correspondant. La statuette de lion de Jabal al-Awd fournit un autre exemple d'utilisation d'une pièce de plâtre pour les phases préparatoires de la soudure (voir la radiographie sur la Figure 123). Dans cette statue, le «plâtre» a été directement observé et analysé (Mille*, et al.*, 2010, figure 29). Il correspond à un mortier de chaux chargé de volumineuses inclusions ferrugineuses. Cette préparation complexe du soudage n'a pas été observée pour les soudures en cordon linéaire des statues sudarabiques des périodes hellénistique et romaine.

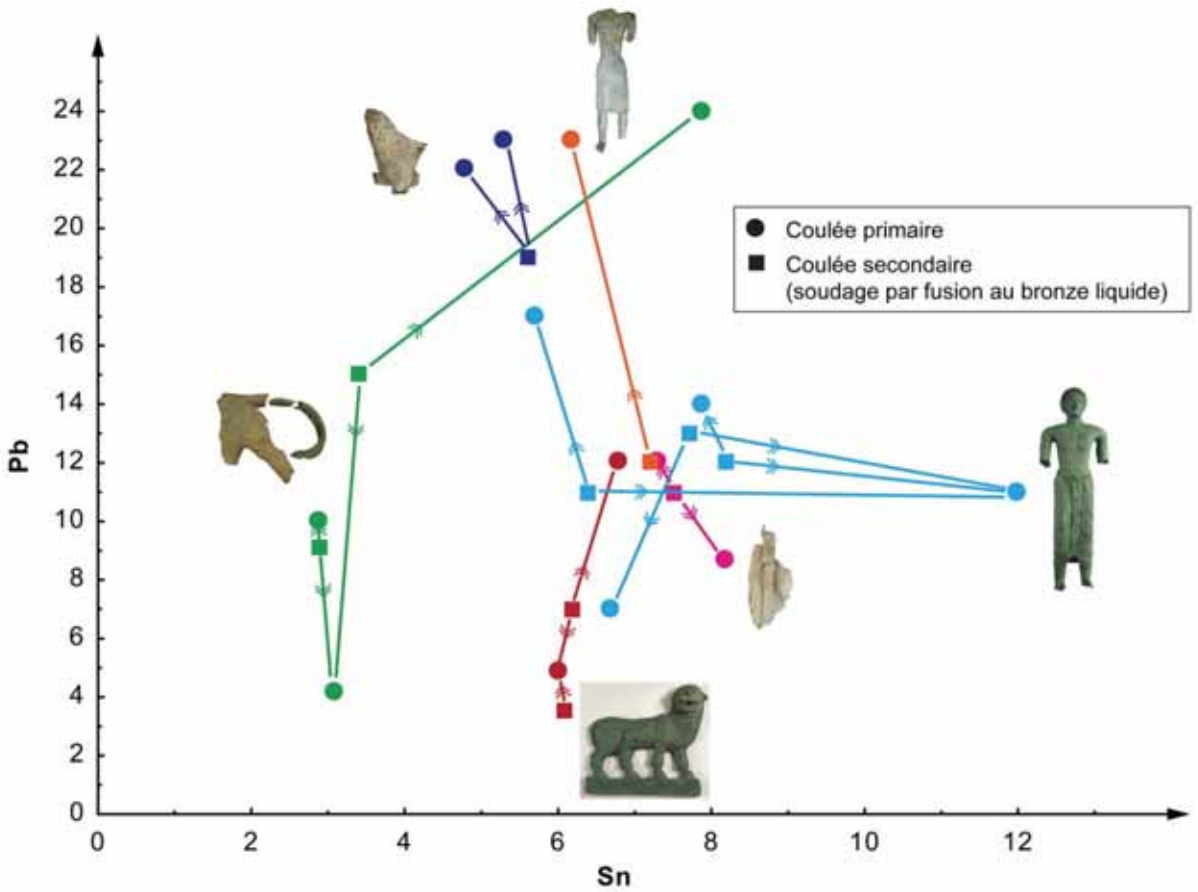


Figure 134 : comparaison de la composition des alliages sudarabiques utilisés pour le soudage par rapport aux alliages des coulées primaires correspondantes. On notera que la composition du métal de soudage est généralement un intermédiaire de celle des deux pièces à assembler.

Un dernier point reste à discuter au sujet des techniques sudarabiques de soudage au bronze liquide, celui de la composition élémentaire du métal d'apport.

Nous avons précédemment souligné la forte variabilité de composition des alliages pour les différentes coulées primaires d'une même statue (cf. § 3.4 p. 344 et Figure 132). Cependant, si l'on superpose les alliages des coulées primaires à ceux utilisés pour le soudage, une logique se dégage, laissant penser que les compositions étaient plus contrôlées que ce que nous supposions initialement (Figure 134). Très souvent en effet, le métal de soudage a une composition intermédiaire de celles des deux pièces qu'il assemble. Le phénomène est particulièrement net pour l'applique fragmentaire de lion du musée national de Sanaa (Figure 124e) : la queue (24 % Pb) est assemblée au corps (4 % Pb) par une soudure à 15 % Pb ; ainsi que la patte arrière-droite (10 % Pb) mais par une soudure à 9 % Pb. Un raisonnement analogue s'applique à l'applique de lion « à l'oriental » de Tamna, ainsi que pour la statue de Hawtar'athat (pour cette dernière le fondeur a surtout joué sur les teneurs en étain). La tendance observée est nette, mais déroutante, car la règle, si règle il y avait, n'est pas simple à appréhender. Cette question mériterait d'être approfondie en conduisant des recherches complémentaires : augmenter le corpus d'analyse et procéder à quelques examens métallographiques des zones soudées. L'explication pourrait être liée à l'ordre séquentiel du soudage, car les variations de composition d'alliage ont un effet sur la température de fusion : plus le cuivre est allié, plus la température de fusion est basse. Dans cette hypothèse, la pièce sur laquelle se ferait la première soudure correspondrait alors à la coulée primaire la moins alliée (Azéma, 2013, fig. 2.45, p.167). À titre d'exemple, on note ainsi les températures de *liquidus* suivantes pour l'applique fragmentaire de lion (Figure 124e) : corps (1035° C), patte (1010° C), queue (900° C), soudure patte-corps (1015° C), soudure queue-corps (980° C).

3.6. Réparures et finitions

D'une manière générale, les bronzes sudarabiques ne comportent que très peu de défauts de fonderie. En conséquence, les opérations de réparure étaient globalement beaucoup plus limitées que ce qui est classiquement observé sur les bronzes grecs et romains (cf. Chapitre 5, § 2.5 p. 314). Le plus gros du travail consistait à arracher les clous distanciateurs et à boucher les trous résultants. Dans certains cas, les clous distanciateurs n'étaient d'ailleurs pas retirés.

Sur la statue de Hawtar'athat, des trous circulaires de 2,5 mm de diamètre ont été forés au niveau de chaque emplacement de clou, et de petites tiges de bronze ont été serties à froid pour boucher ce forage. Cette technique, qui se rapproche beaucoup des pratiques actuelles en fonderie d'art, est complètement différente des techniques égyptienne, grecque ou romaine où le bouchage était effectué en entaillant à mi-épaisseur la paroi de bronze pour apposer des petites plaquettes de forme rectangulaire (cf. Chapitre 4, § 3.3.6 p. 249). Le recours aux tiges serties a été documenté sur plusieurs autres statues sudarabiques, un système de rivets coulés a même été remarqué sur la grande statue drapée (Figure 125b et annexe D fiche Y010/238), il permettait à la fois de dissimuler le trou laissé par le clou et de continuer à maintenir le noyau creux dans la statue. Il semble en tout cas que le système méditerranéen faisant appel aux plaquettes de réparure n'est jamais utilisé.

Un polissage de l'ensemble des surfaces était ensuite réalisé, nous avons noté qu'il était parfois inachevé, notamment dans les zones les moins visibles des statues (Mille*, et al.*, 2010, p. 45). Dans le cas des statues grecques et romaines, le polissage était plus approfondi ; il faut aussi reconnaître que cela était sans doute rendu indispensable car il convenait de dissimuler au mieux les nombreuses réparures.

4. Conclusion : une longue tradition de grandes statues de bronze en Arabie Heureuse

Les statues sudarabiques présentées dans ce travail sont les premières à avoir bénéficié d'une étude technologique approfondie. Nous posons donc avec elles les bases d'un nouveau référentiel. Nombre de questions demandent encore de plus amples recherches, notamment pour décrire finement l'évolution des techniques sudarabiques tout au long de la longue période de fabrication de ces statues, qui rappelons-le s'étend au moins depuis le VIIe s. av. J.-C. jusqu'au IIIe s. ap. J.-C. Nous révélons une fabrication virtuose, particulièrement complexe et aux multiples étapes, depuis la sculpture du modèle initial jusqu'au rebouchage du dernier défaut de fonderie. La fabrication d'œuvres aussi élaborées présuppose l'acquisition d'un important capital de connaissances et de savoir-faire métallurgiques, qui plaide en faveur d'une tradition proprement sudarabique de la grande statuaire de métal. Le grand nombre de bases de statues métalliques retrouvées dans le temple d'Awam à Marib vient à l'appui de ces propos, et donne l'image d'un artisanat de la grande sculpture de bronze particulièrement florissant en Arabie méridionale, dès le VIIe av. J.-C.

La fabrication de toutes les grandes statues sudarabiques s'appuie sur deux techniques dont les principes ont été transmis de génération en génération sur près d'un millénaire : un procédé de fonte en creux à la cire perdue sur négatif (dit aussi procédé indirect), et le soudage par fusion au bronze liquide. Nous avons vu que ces deux techniques sont également à la base de la fabrication des grands bronzes du monde égéen (cf. Chapitre 5 § 2.3p. 302), et d'une partie des grands bronzes d'Égypte (cf. Chapitre 4 § 3.3.4 p. 243).

Dans le cas de la grande statuaire sudarabique, la chaîne opératoire est restée pratiquement inchangée pendant toute la période de production, suggérant un artisanat très stable et conservateur. Les techniques mises en œuvre sont parfaitement au point dès les plus anciennes statues, et permettent aux fondeurs sudarabiques de produire des œuvres aux parois métalliques extraordinairement fines. Le système de noyau creux est très original, il est utilisé des plus anciennes aux plus récentes statues que nous avons étudiées. La composition de l'alliage ne

voit pas non plus d'évolution, l'usage du bronze au plomb est une règle intangible. Le seul changement que l'on devine concerne les techniques de soudage. Le soudage en anneau, technique ici encore très originale, est utilisé tout au long de la période de production. En revanche, le soudage en cordon linéaire n'est attesté qu'à partir de la période hellénistique. Grâce à cette nouvelle forme de joint soudé, les fondeurs sudarabiques ont considérablement simplifié la préparation du soudage, rendant inutile les manipulations complexes de noyau que nous avons décrites (Figure 133). Nonobstant cette évolution, le soudage sudarabique conserve une particularité du point de vue de la composition des alliages. Il apparaît en effet que le métal d'apport utilisé pour la soudure avait une composition intermédiaire de celle des deux pièces à assembler.

Nous savons que du point de vue du style et de l'iconographie, la statuaire sudarabique est fortement influencée par le monde méditerranéen à partir de la période hellénistique. Cette influence n'est pas perceptible dans la technique. Si toutes les grandes statues sudarabiques ont été fabriquées selon des principes communs aux grands bronzes des mondes égyptien, égéen puis romain (procédé indirect et soudage par fusion au bronze liquide), nous venons de voir que la mise en œuvre de ces techniques est ici totalement différente. Selon nous, ces particularités, et la grande stabilité de cet artisanat, définissent une méthode proprement sudarabique de la grande statuaire de bronze.

Nous allons devoir revenir sur ces différents sujets. Les résultats auxquels nous avons aboutis soulèvent en effet différents problèmes :

- Les techniques égyptiennes, grecques et sudarabiques dérivent-elles d'un même modèle ? Autrement dit, les grandes civilisations de l'Antiquité partagent-elles une seule et unique source à l'origine des techniques de la grande statuaire de bronze ?

- Comment ces techniques se sont-elles transmises, est-on en particulier en mesure de montrer qui a influencé l'autre (si influence il y a eu) ?

Il convient pour cela de confronter les techniques égyptiennes, grecques et sudarabiques de la première moitié du 1er millénaire av. notre ère. Ce sera l'objet du dernier chapitre de cette deuxième partie.

Chapitre 7 : la question de l'origine des techniques de la grande statuaire antique en bronze

Les chapitres 4 a 6 ont mis en évidence trois méthodes de fabrication des grands bronzes antiques, chacune caractérise une aire de production : monde égyptien, monde sabéen, monde égéen. Ce chapitre va dans un premier temps comparer les principaux traits marquants de ces trois méthodes. Cela nous amènera à discuter, dans une deuxième et dernière partie, de la possibilité que ces trois méthodes aient une origine commune.

1. Technique comparée des grands bronzes égyptiens, sudarabiques et grecs.

Les premières grandes statues de bronze égyptiennes (par exemple Bepeches et le prêtre, -750 / -650), sudarabiques (par exemple Hawtar'athat et la statue acéphale, -650 / -550), et grecques (par exemple la statue A de Riace, -480 / -450 ; peut-être également le Zeus d'Ugento dès -520) partagent deux techniques qui forment une véritable base de fabrication commune : le procédé indirect de fonte à la cire perdue et le soudage par fusion au bronze liquide. Cette base de fabrication restera une règle intangible, jusqu'à la fin de la période de production de la grande statuaire de bronze antique (env. +300 au Yémen, env. +500 dans le monde romain).

Si la base commune est partagée au travers de ces deux principales techniques, presque tout diffère dans le détail, définissant pour chaque aire géographique une méthode spécifique de fabrication (Tableau 12).

Monde égyptien*	Monde sabéen	Monde égéen
Premières grandes statues de bronze vers -700	Premières grandes statues de bronze: vers -600	Premièresgrandes statues de bronze vers -550
Procédé indirect	Procédé indirect	Procédé indirect
Soudage par fusion au bronze liquide	Soudage par fusion au bronze liquide	Soudage par fusion au bronze liquide
	Fréquent habillage du modèle en cire par des détails sculptés sur positif tout au long de la période de production	Profusion de détails ajoutés par un travail de la cire sur positif à la période du style sévère ; beaucoup moins fréquent ensuite
Parois métalliques d'épaisseur moyenne (3-7 mm)	Parois métalliques très fines (1-3 mm), depuis -600 jusque +300	Parois métalliques épaisses (6 à 12 mm), diminuent fortement après -300 (2 à 4 mm)
Echelle 1/2 (max 100 cm)	Echelle 1 (max 150 cm)	Echelle 1/2 max (-550 / -450), puis échelle 1 et plus dès -480 (200 cm)
Noyau creux attesté. Noyau laissé en place	Noyau creux aussi souvent que possible. Systématiquement laissé dans la statue	Noyau plein. Retiré au moins partiellement pour le soudage, toujours enlevé après -300
Armatures et clous distanciateurs	Clous distanciateurs uniquement	Armatures et clous distanciateurs, puis clous distanciateurs uniquement (dès -450 ?)
Bronze à fort taux de plomb	Bronze à fort taux de plomb pendant toute la période de production (-600 à +300)	Bronze à 10% Sn, puis bronze à fort taux de plomb, mais d'usage non systématique (à partir de -300).
Préparation du soudage complexe, réservoirs de métal de soudure créés dès l'étape cire	Préparation du soudage complexe nécessitant de réserver des espaces à l'étape cire (anneaux), puis de mettre en place un noyau intermédiaire en plâtre, juste avant le soudage	Simple ajustage mécanique des bords à joindre (cordon linéaire), éventuellement complété par la découpe de demi-ovales en vis-à-vis (cuvettes)
Soudage en boîtes, peu performant	Soudage en anneaux, assez performant ; soudage en cordon linéaire très performant ensuite et de préparation simplifiée (influence du monde hellénistique ?)	Soudage en bout à bout ; soit en cordon linéaire, assez performant (-480 / -450), puis très performant (à partir de -300 ?) ; soit en cuvettes, hyper performant (dès -480)
Métal d'apport pour le soudage = métal des coulées primaires	Métal d'apport pour le soudage ≠ métal des coulées primaires	Métal d'apport pour le soudage = métal des coulées primaires
Nombreux défauts de fonderie	Peu de défauts de fonderie	Nombreux défauts de fonderie
* Pour la méthode égyptienne, la confrontation n'est pas complète, les statues égyptiennes tardives (p. e. hellénistiques) adoptent les techniques de fabrication du monde égéen.		

Tableau 12 : comparaison des méthodes de fabrication égyptienne, sudarabique et grecque de la grande statuaire antique en bronze. La comparaison se fait sur la base de statues coulées en pièces séparées (coulées primaires), ensuite assemblées par un procédé de soudage par fusion au bronze liquide.

Les différences les plus marquantes entres les trois méthodes de manufacture des grands bronzes antiques sont les suivantes :

- Les parois métalliques des grands bronzes grecs de la fin du VIe et de la première moitié du Ve av. J.-C. sont environ deux fois plus épaisses que les parois égyptiennes, le facteur est même de l'ordre de trois pour les statues sudarabiques. Dans le monde grec, ce n'est qu'à la fin de l'époque hellénistique, et surtout à la période romaine que les parois métalliques deviennent réellement très minces.

- L'alliage utilisé dans le monde égyptien et dans le monde sabéen est le bronze à fort taux de plomb dès les plus anciennes grandes statues que nous connaissons (VIIe siècle) ; au Yémen, la composition moyenne de l'alliage est restée constante au cours du temps. En revanche, les grandes statues grecques des périodes archaïque et classique sont faites à partir d'un bronze binaire (cuivre-étain) ; l'utilisation de bronzes ternaires à fort ajout de plomb n'est observée qu'à partir de la période hellénistique.

- Les noyaux étaient beaucoup plus élaborés dans le cas des statues sudarabiques, comme en témoigne l'utilisation de noyaux creux dès que le volume de la cavité interne le permet. Cette technique n'est jamais documentée dans le monde gréco-romain, alors qu'elle a eu cours tout au long de la période de production des grands bronzes sudarabiques. En outre, dans ces derniers, les noyaux sont toujours laissés dans la statue après la fabrication, probablement pour renforcer la structure compte tenu de l'extrême minceur des parois en bronze. C'est le contraire de la méthode la plus habituelle, utilisée pour les grands bronzes grecs et romains, où les noyaux d'argile sont éliminés après la coulée.

- Les grandes statues de bronze grecques et romaines sont assemblées après une soigneuse préparation par travail à froid au niveau du bord des deux pièces métalliques à joindre ; la soudure est ensuite effectuée en bout à bout, ce qui donne une très grande liberté au fondeur, quant à la géométrie des zones à assembler. Les soudures correspondantes sont très discrètes, prenant la forme de cordons éventuellement ponctués de cuvettes servant de réservoir de

chaleur. Cette méthode de soudage très performante a été rendue possible par une innovation inédite ailleurs, la coulée avec échappatoire (Figure 118). En Égypte, la préparation au soudage est beaucoup plus contraignante, elle présuppose l'aménagement d'une boîte dès l'étape de la construction du modèle en cire (Figure 93). Cette boîte servira de réservoir, permettant d'accumuler le métal d'apport au contact de la zone à souder. Le procédé n'est ni très versatile, ni très efficace : les fondeurs égyptiens n'ont pas cherché à souder autre chose que les bras. Le procédé de soudage des plus anciennes statues sudarabiques, en anneau, est lui aussi contraignant, tant en terme de préparation que de mise en œuvre (Figure 133). Il est en revanche plus performant que la technique égyptienne ; la meilleure preuve est que les fondeurs sudarabiques n'hésitent pas à multiplier les assemblages soudés sur une statue.

- On notera enfin que la composition élémentaire du métal de soudure est un paramètre permettant de très facilement mettre en évidence la méthode sudarabique. Il apparaît en effet que le métal d'apport a toujours une composition différente de celle des deux pièces qu'il assemble (Figure 134) ; une gradation des températures de fusion a même été mise en évidence, qui indiquerait que le soudage se faisait de façon séquentielle, en commençant par les pièces les moins alliées. Pour ce qui concerne les statues grecques et égyptiennes, la règle est très clairement de souder avec un alliage de même composition que celui des pièces à souder (Figure 94 ; Figure 119). Cette composition homogène de toute la statue est probablement liée à la recherche d'une couleur et d'un aspect homogènes ; la règle semble avoir été particulièrement bien respectée pour les statues des période les plus anciennes (Égypte des VIIIe et VIIe s., Grèce des VIe et Ve s.) ; elle donne écho au texte de Diodore de Sicile, qui vante la méthode égyptienne pour sa capacité à créer une statue à partir de pièces assemblées qui ne semble être qu'une seule œuvre (cf. Chapitre 5 § 1.3.1 p. 257).

2. L'hypothèse du dernier ancêtre commun

Du point de vue strict de la chronologie, il est certain que la Grèce ne peut être à l'origine du principe commun de fabrication d'une grande statue de bronze (procédé indirect et soudage par fusion au bronze liquide). Les premières grandes statues y apparaissent 50 à 200 ans plus tard que dans les deux autres aires culturelles considérées. Par ailleurs, notre analyse de l'émergence des techniques de la grande statuaire dans le monde égéen a mis en évidence d'une part une longue période de tâtonnements (statues en tôle, fontes pleines, essais par le procédé sur positif), et d'autre part le poids des influences exogènes (contacts avec l'Égypte et le Proche-Orient).

Le cas du Yémen n'est pas simple à discuter. Contrairement aux deux autres aires géographiques, les phases de mise au point de la méthode sudarabique ne sont pas visibles. Ainsi, rien ne permet de décrire dans cette zone un passage progressif de la petite à la grande statuaire, comme nous avons pu le faire pour les mondes égyptien et égéen ; tout se passe comme si le procédé apparaissait *ex nihilo*. Les fondeurs sudarabiques semblent en mesure de couler des statues à la taille naturelle, de maîtriser une technique de soudage très complexe, et de produire des parois extrêmement fines sans que cela passe par une ou plusieurs phases de transition. La piste la plus vraisemblable serait donc plutôt celle d'un emprunt, non par imitation et tâtonnements comme cela a pu être le cas dans le monde égéen, mais par transmission complète d'un savoir-faire venu de l'extérieur.

Reste alors le cas de l'Égypte. Il se trouve effectivement que l'Égypte a au moins deux bons arguments à faire valoir. Le premier est de nature chronologique, les plus anciennes grandes statues en bronze que nous connaissons conçues *via* le procédé indirect et le soudage par fusion au bronze liquide sont originaires de Basse-Égypte. De surcroît, le fait même de l'existence de ces statues sur le sol égyptien dès le VIIe s. av. notre ère, donne plus de poids au second argument, celui du récit des auteurs antiques attribuant l'invention de la grande statuaire de bronze à l'Égypte. Il paraît effectivement assez probable que des sanctuaires tel celui de Samos (ou d'Olympie) aient joué un rôle important dans la transmission de ces savoir-faire aux bronziers grecs. Mais l'Égypte n'est alors pas le seul candidat, les

contacts avec le monde proche-oriental sont étroits à cette période (le VIIe siècle est même qualifié d'orientalisant dans le monde égéen). Surtout, l'examen des deux statues de la collection Posno engage plutôt à considérer qu'un artisan a adapté et transformé sa façon de travailler sous l'influence d'un stimulus externe. La base de la fabrication des deux statues est indubitablement révolutionnaire : procédé indirect, soudage par fusion au bronze liquide. Mais le fondeur ne l'a pas complètement assimilée : la mise en place d'armatures et le choix de ne souder que les bras semblent bel et bien constituer une forme de conservatisme.

La confrontation des méthodes égyptiennes, sudarabiques et égéennes, et l'étude de leurs caractéristiques respectives, engagent donc à plutôt considérer l'existence d'un « ancêtre commun » (Figure 135). Cela semble être la seule hypothèse en mesure d'expliquer à la fois l'existence de cette base de savoir-faire partagée (procédé indirect et soudage par fusion au bronze liquide), l'existence de ces méthodes qui se transmettent de génération en génération au sein d'une même aire culturelle (plus d'un millénaire dans le monde gréco-romain, 800 ans au Yémen !), et dans le même temps, la spécificité du détail de la mise en fabrication d'une grande statue selon l'aire culturelle considérée. Concernant l'identification de cet ancêtre commun, nous ne pouvons qu'émettre des hypothèses. Pour les raisons précédemment évoquées, cela ne peut pas être le monde égéen ; l'Égypte ou le Yémen semblent des candidats peu vraisemblables. L'hypothèse la plus séduisante serait alors le Proche-Orient, d'autant plus que nous avons mis en évidence l'existence d'une très ancienne tradition de grande statuaire métallique (cf. Chapitre 3 § 3 p. 197 et § 5p. 207).

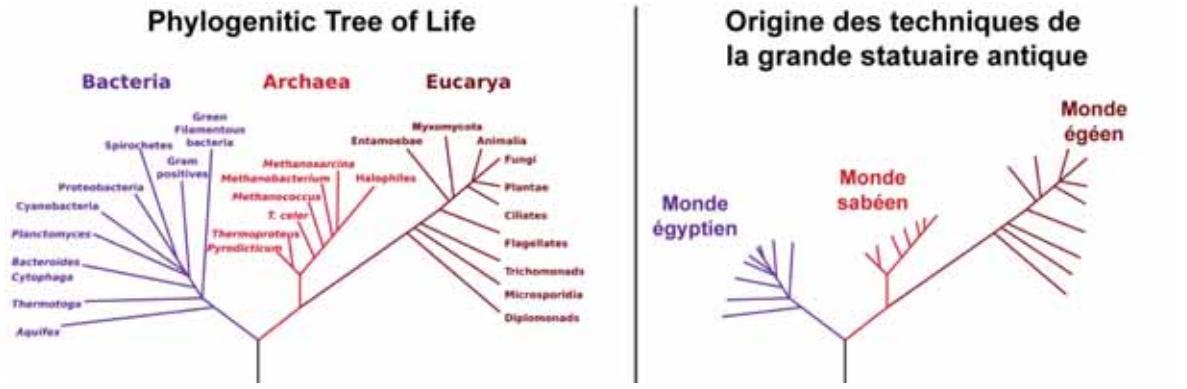


Figure 135 : Arbres phylogénétiques. À gauche : l'hypothèse LUCA (Last Universal Common Ancestor) proposée par Carl Woese pour expliquer l'origine de la vie. À droite: analogie avec l'hypothèse d'un ancêtre commun à l'origine des techniques de la grande statuaire de l'Antiquité.

D'après NASA Astrobiology, wikimedia commons

Nous avons précédemment constaté que la production de grandes statues fabriquées par fonte à la cire perdue semble s'éteindre au Proche-Orient à compter du début du 2e millénaire. Toutefois, le hiatus que nous avons souligné n'est peut-être qu'une apparence : les grands bronzes ont vocation à être refondus, surtout dans le contexte mouvementé du 2e millénaire proche-oriental. Parmi l'éventail des possibles, ce n'est peut-être pas du côté de l'Assyrie qu'il faut rechercher : l'intensité des fouilles archéologiques menées dans cette région aurait sans doute livré quelques traces de cette population disparue de grandes statues de métal. De plus, nous avons vu que l'influence assyrienne à Olympie se manifeste plutôt dans la métallurgie du métal en feuille : remploi de grands fragments de tôle arrachés à un décor de palais pour l'élaboration de *koré* monumentales, grands chaudrons et protomés de griffons, etc. L'hypothèse du royaume d'Urartu (territoire de l'Arménie actuelle) mériterait par contre un examen approfondi. Il n'y a pas plus de vestiges tangibles de grands bronzes sur le territoire d'Urartu qu'en Assyrie. Cependant, deux faits sont à prendre en considération : les échanges du monde égéen avec le royaume d'Urartu sont avérés, par la présence de petite statuaire de bronze en offrande dans les sanctuaires, dont en particulier à l'Héraion de Samos. Ces statuettes, dans le contexte des VIIIe et VIIe siècles, font preuve d'une très grande maîtrise des procédés de fonte à la cire perdue (Figure 136). Enfin, un très long texte inscrit sur une grande tablette d'argile décrit la campagne militaire que Sargon II, roi d'Assyrie (-722/-705), a effectué en 714 av. J.-C. ; ce texte donne en particulier l'inventaire des biens pillés à Musasir, une cité alors sous domination urartienne : pas moins d'une quinzaine de grandes statues figurent dans la liste, avec une mention particulière au fait que les statues en question sont en bronze coulé (Thureau-Dangin, 1912, p. XVII-XVIII et 63).

Figure 136 : statuette de déesse coiffée d'une haute tiare (*polos*) à cornes, royaume d'Urartu, découverte sur l'Héraion de Samos, hauteur non précisée, VIIIe – VIIe s. av. J.-C., musée archéologique de Samos.

d'après (Tsakos & Viglaki-Sofianou, 2012, p. 134)

Troisième partie : pourquoi tant de plomb ?

L'ajout de très fortes quantités de plomb dans les alliages à base de cuivre est une régularité qui traverse des périodes et des territoires très différents les uns des autres, et qui intrigue toujours de nombreux spécialistes[72]. Il s'avère par exemple que la plupart des objets que nous avons présentés dans les deux premières parties de ce travail ont été élaborés à partir de tels alliages. Cette coïncidence troublante nous conduit à formuler une hypothèse : les forts ajouts de plomb dans les alliages cuivreux ne seraient-ils pas liés au développement des techniques de fonderie, et en particulier à celui de la fonte à la cire perdue ?

Cette hypothèse n'est pas totalement nouvelle, il est en effet souvent invoqué que les ajouts de plomb améliorent la coulabilité des alliages cuivreux. Ainsi a-t-on pu récemment lire au sujet de la métallurgie grecque et romaine (Rehren, 2013, p. 1):

Cast objects often include a varying proportion of lead, which increases the castability of the alloy.

Mais cette proposition n'a jamais été démontrée, ni par la détermination du mécanisme physico-chimique qui serait responsable de cette amélioration de la coulabilité, ni par une simulation expérimentale en mesure de reproduire le phénomène.

Dans cette troisième partie, nous préciserons tout d'abord ce que nous entendons par alliages cuivreux à fort taux de plomb en passant en revue les principaux cas d'objets élaborés à partir de ces alliages. Nous définirons ensuite le concept de coulabilité, et nous présenterons enfin les résultats de nos deux séries d'expérimentation.

[72] Nous emploierons le terme régularité pour désigner un phénomène qui se reproduit, qui revient à des moments déterminés du temps ; sur l'intérêt de mettre en évidence des « régularités » dans le cadre d'une analyse technologique, voir notamment les travaux récents de V. Roux (Roux*, et al.*, 2013; Roux, 2016).

Chapitre 8 : l'usage des alliages cuivreux à fort taux de plomb dans les sociétés pré-industrielles

Nous restreignons ici volontairement notre propos à la classe d'alliages à base de cuivre qui pose problème, c'est-à-dire celle qui se définit par des taux de 10 à 30 % massique de plomb (parfois davantage encore). Nous verrons en effet que du point de vue de la coulabilité, si les vertus d'un faible ajout de plomb (inférieur à 5 %) sont simples à démontrer, il n'en va pas du tout de même pour ce qui concerne les très fortes quantités de plomb.

1. Le cuivre au plomb des premières fontes à la cire perdue au Proche-Orient ancien

Nous avons vu dans la première partie que la plus ancienne attestation d'une addition massive de plomb dans le cuivre est associée aux petites amulettes de Mehrgarh (Balochistan, Pakistan) datées de la fin du 5e millénaire av. J.-C (cf. en particulier Chapitre 2 § 2 p. 150). Nous rappellerons ici que ces amulettes correspondent aux plus anciens témoignages connus d'objets fabriqués par fonte à la cire perdue, ce qui nous a d'ailleurs amené à proposer de lier l'invention de la fonte à la cire perdue à celle des alliages cuivre-plomb. Nous avons également montré que le développement des techniques de fonte à la cire perdue peut être suivi au Balochistan par le biais d'objets découverts sur les sites de Mehrgarh, Nausharo, Shahi-Tump fabriqués selon cette technique et toujours à partir de cuivre au plomb : avènement de la fonte en creux dès la fin du 4e millénaire, apparition de la petite statuaire en creux au milieu du 3e millénaire (cf. Chapitre 2 § 3 p. 157 et § 4 p. Chapitre 24174).

La synthèse de nos analyses a par ailleurs clairement montré qu'au Balochistan, la relation entre cuivre au plomb (10 à 40 % massique de plomb) est tellement forte qu'elle était pratiquement bijective (cf. Chapitre 3 § 1.1 p. 186).

Enfin, lorsque nous avons élargi l'enquête à l'échelle du Proche-Orient ancien, nous avons montré que l'usage de l'alliage binaire cuivre-plomb s'est généralisé à l'ensemble du monde indo-iranien, mésopotamien et de l'Asie centrale pendant les 4e et le 3e millénaires (cf. Chapitre 3 § 2 p. 191). Si nous avons également répertorié d'autres alliages cuivreux pour la fabrication à la cire perdue, il n'en reste pas moins que le cuivre au plomb est bel et bien exclusivement réservé à la fonte à la cire perdue (relation surjective, Figure 79 p. 195).

Dans le monde indo-iranien, un alliage à très fort taux de plomb a donc spécifiquement été mis au point pour la fonte à la cire perdue, et utilisé pendant pratiquement trois millénaires.

2. La fin de l'âge du Bronze en Europe atlantique

La fin de l'âge du Bronze en Europe est également une période où le plomb sera ajouté en très forte teneur dans le métal, ici du bronze. Dans la zone atlantique en particulier (frange littorale du continent européen et Royaume-Uni), entre le XIe et le IXe s. av. J.-C, les alliages sont marqués par des compositions dépassant fréquemment 20 % de plomb (Figure 137).

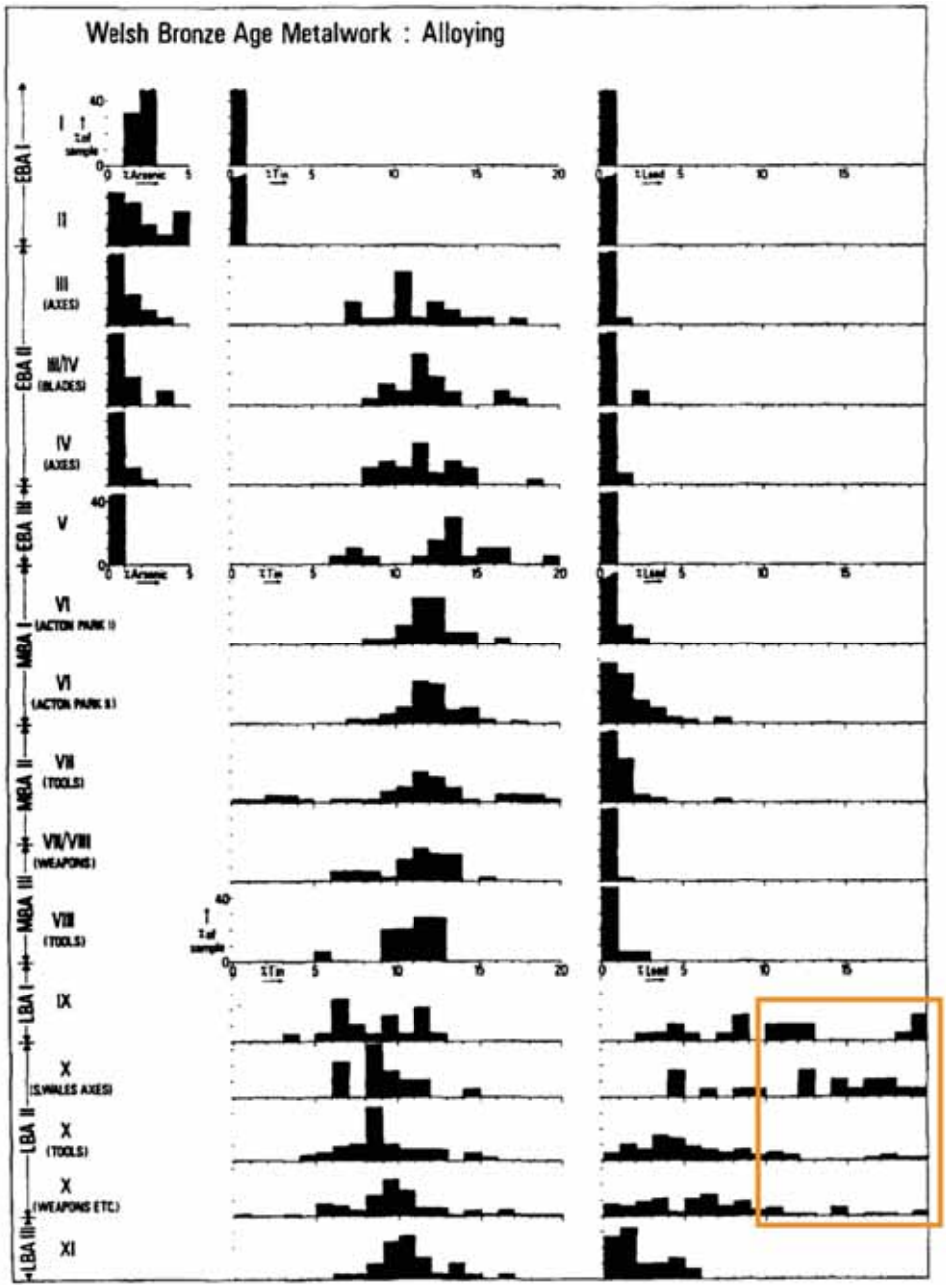


Figure 137 : variation des teneurs en éléments d'alliage (étain et plomb) à l'âge du Bronze au pays de Galle. Remarquer le groupe des objets à plus de 10 % de plomb des XIe et Xe s. av. J.-C. (LBA I et LBA II ; cadre orange).

(D'après Northover, 1982)

De nombreux auteurs interprètent les forts ajouts de plomb de la fin de l'âge du Bronze européen en terme économique : le plomb permettrait de suppléer une pénurie d'étain et/ou de cuivre (voir par exemple Briard *et al.*, 1998; Rovira & Gomez-Ramos, 1998; Trampuz-Orel *et al.*, 1998). D'autres auteurs, à l'image de P. Northover sont plus mesurés, et mettent sur le même plan les hypothèses technologique et économique (Northover, 1982, p. 63) :

« The use of large quantities of lead may have been intented simply to lower the liquidus temperature and viscosity of melts to assist the filling of complex moulds, but it would also have been a significant factor in extending the metal supply ».

Du point de vue technologique en effet, il est assez troublant de remarquer que la fin de l'âge du Bronze est marquée par une très haute sophistication des techniques de fonderie, avec pour but explicite l'obtention d'objets creux et à parois minces (Figure 138) et la production de formes complexes, voire spectaculaires (Figure 139).

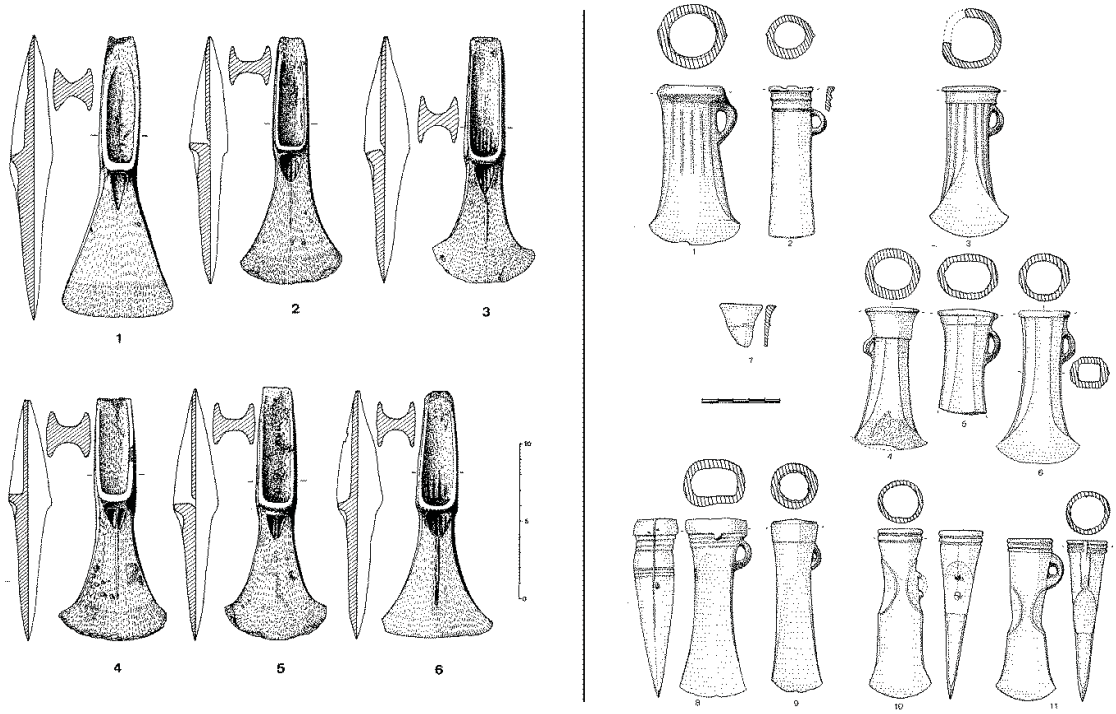


Figure 138 : de l'objet plein à l'objet creux : évolution de la forme des haches à l'âge du Bronze.

À gauche : dépôt de Dommiers (Aisne), Bronze Moyen (XIIIe s. av. J.-C.), haches à talon, composition moyenne Sn 14 wt% Pb 0,1 wt%.

À droite : dépôt de Vénat (Charente), Bronze Final (IXe s. av. J.-C.), haches à douille (épaisseur des parois métalliques 3 à 5 mm), composition moyenne : Sn 10 wt% Pb 20 wt%.

(D'après Coffyn et al., 1980; Blanchet, 1984)

Figure 139 : roue de char découverte à Fa dans l'Aude et datée de la fin de l'âge du Bronze (env. IXe s. av. J.-C.). Cet objet, entièrement creux, possède des parois métalliques remarquablement fines et régulières (5 mm en moyenne) et a été coulé en un seul jet. Fabriqués par fonte à la cire perdue, les roues de char symbolisent une période d'apogée des techniques de fonderie, © C2RMF, D. Bagault.

Musée Saint-Raymond de Toulouse, n° inv. 25518

3. La grande statuaire antique, et le cas particulier de la Grèce

Nous avons précédemment examiné en détail la technique de fabrication des grandes statues métalliques de la première moitié du premier millénaire av. J.-C. (Égypte, Yémen, Grèce),cf. 2e partie. Nous avons en particulier mis en évidence que pour ces trois civilisations, le succès de la réalisation d'une statue reposait sur l'adoption de deux innovations majeures : le procédé indirect de fonte à la cire perdue et le soudage par fusion au bronze liquide. En revanche, si l'on se place du point de vue des alliages composant ces statues, une plus grande diversité des situations est remarquée.

Dans le cas de la statuaire sudarabique, la situation est claire et simple : depuis le VIIe s. av. J.-C. jusqu'au IIIe s. ap. J.-C., les bronzes à fort taux de plomb

ont été privilégiés (autour de 7 % d'étain et 15 % de plomb), et la formulation de cet alliage ne semble pas évoluer de façon notable (cf. Chapitre 6 § 3.4 p. 343). Il est bien sûr particulièrement tentant de mettre en relation ce recours aux forts ajouts de plomb à l'exceptionnelle finesse des parois métalliques de la grande statuaire sudarabique (1 à 3 mm, Tableau 11 p. 327).

Le cas de la statuaire égyptienne est plus délicat à commenter étant donné le faible nombre de statues qui nous sont parvenues. Cela ne permet notamment pas de discuter d'une éventuelle évolution des techniques sur l'ensemble de la période. Nous avons tout de même vu qu'au cours de la première moitié du 1er millénaire avant notre ère, deux traditions techniques se sont opposées pour la fabrication de la grande statuaire métallique (cf. Chapitre 4 § 4 p. 255) : la première qui aurait adopté toutes les innovations techniques (procédé indirect, assemblage par soudures), tandis que la seconde, plus conservatrice, aurait cherché à fabriquer de grandes statues selon les techniques préexistantes de la petite statuaire (procédé direct, assemblages mécaniques). Dans un cas comme dans l'autre, le fort ajout de plomb est pratiqué, cet alliage était donc considéré comme étant adapté à la grande statuaire.

Il est plus intéressant encore de s'attarder sur le cas de la Grèce. À partir de la deuxième moitié du VIe s. av. J.-C., les fondeurs grecs fabriquent les premiers grands bronzes, en ayant recours au procédé indirect de fonte à la cire perdue et à l'assemblage par soudage au bronze liquide. En ce qui concerne les alliages en revanche, ces mêmes fondeurs refusent d'ajouter du plomb dans le bronze. Cela interpelle d'autant plus que le bronze à fort taux de plomb a été employé dans la petite statuaire égéenne dès la période géométrique (cf. Chapitre 5 § 2.4 p. 311). Et de fait, les parois métalliques des statues grecques des périodes archaïque et classique sont nettement plus épaisses que leurs homologues sudarabiques (6 à 10 mm en moyenne, cf. Chapitre 7 § 1 p. 353).

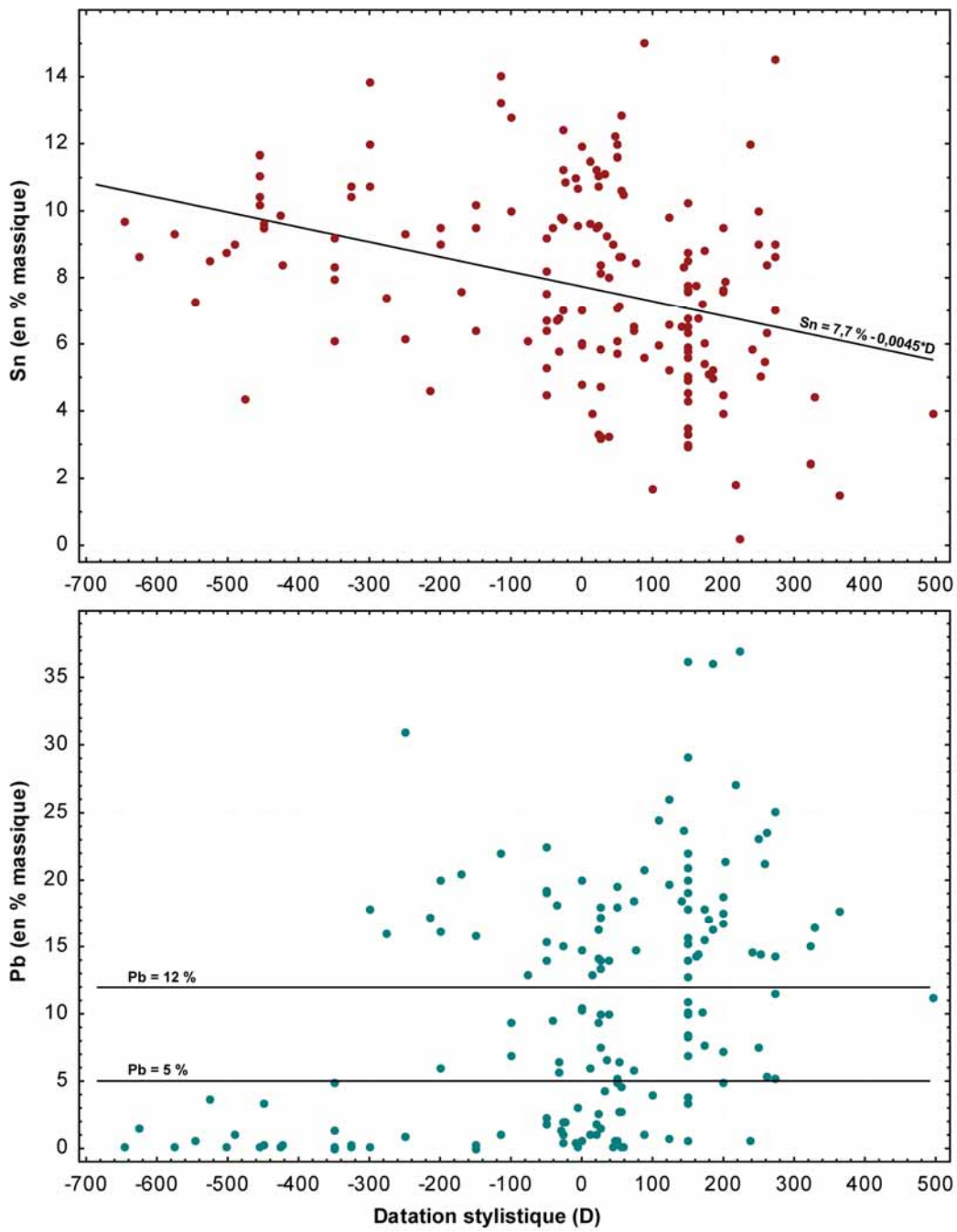


Figure 140 : Teneurs en plomb, étain et zinc en fonction de la datation stylistique des grands bronzes pour les périodes grecques et romaines. Résultats compilés à partir des données de la base de données HEPHAISTOS, 165 statues sont ici représentées. Remarquer que les forts ajouts de plomb démarrent au cours du IIIe s. av. J.-C.

(D'après Mille, et al., 2012)

Mais le raisonnement peut être poussé plus loin si l'on examine ce qui se passe à partir de la période hellénistique. C'est en effet à partir de cette époque que les bronzes à fort taux de plomb sont adoptés (Figure 140). C'est aussi à partir de ce moment que l'épaisseur des parois métalliques des grands bronzes sera divisée par deux (Figure 141) ; cela ne semble pas être le seul fait du hasard… L'utilisation

d'un bronze à fort taux de plomb restera de mise pendant l'ensemble de la période romaine[73] ; quant à la finesse des parois métalliques, elle est pratiquement une « marque de fabrique » de ces statues (voir par exemple l'extraordinaire finesse et régularité des parois métalliques de la statue colossale récemment découverte à Clermont-Ferrand, (Darblade-Audoin & Mille, 2008; Mille & Darblade-Audoin, 2012).

Figure 141 : ces deux têtes résument à leur manière une partie de l'évolution des techniques des grands bronzes grecs et romains : à partir de la période hellénistique, les parois métalliques deviennent plus fines, les chevelures sont moins détaillées car intégralement traitées en creux par le procédé indirect de fonte à la cire perdue. Enfin, on ajoute fréquemment de très fortes quantités de plomb dans l'alliage.

À gauche : Apollon Chatsworth, Tamassos (Chypre), Ve s. av. J.-C., British Museum inv. 1958.4-18.1, (Bouquillon, et al., 2006)

À droite : Enfant royal, Agde (France), Ier s. av. – Ier s. ap. J.-C., musée du Cap d'Agde inv. 2887, (Mille, et al., 2012)

Le cas général de la grande statuaire métallique antique, et plus particulièrement celui des changements qui se sont opérés en Grèce au cours de la période hellénistique, est donc particulièrement éclairant pour la question du plomb : son ajout en forte teneur dans le bronze offrirait la possibilité de diminuer de façon significative l'épaisseur des parois métalliques d'une statue.

[73]Il faut cependant souligner que le bronze à fort taux de plomb n'est pas systématiquement utilisé à la période romaine. Les cas de grands bronzes romains sans plomb sont avérés, il reste à en donner une interprétation. En raison de la dorure (cf. statuaire khmer) ? Cela n'est pas réellement convaincant ici car nombre de statues en bronze au plomb étaient dorées. Un motif économique ? Il s'agirait alors d'une surabondance de cuivre et/ou d'une pénurie de plomb, ce qui ne paraît pas très vraisemblable. Conservatisme ? Certains bronziers romains ne pourraient-ils pas avoir délibérément choisi de ne pas ajouter de plomb dans leurs grands bronzes, emboîtant ainsi le pas de leurs illustres prédécesseurs des VIe et Ve siècles ?

4. La statuaire khmère

Pendant près d'un millénaire, du Ve s. au XVe s. ap. J.-C., la civilisation khmère a produit à des fins religieuses un grand nombre de statues de métal. D'un point de vue technologique, cette moyenne et grande statuaire khmère est à bien des égards comparable à la grande statuaire antique. Si les procédés de fonte à la cire perdue et d'assemblage sont dans une large mesure encore à étudier, il n'en reste pas moins que la très grande qualité des fontes étonne encore aujourd'hui : peu voire pas de défauts de fonderie, parois métalliques très fines, et un exceptionnel rendu des détails et des reliefs (Figure 142).

Figure 142 : détail d'une statue khmère, remarquer la qualité et la très grande complexité de cette fonte; bronze à fort taux de plomb (Sn : 7,3 wt%, Pb : 22,4 wt%).

Visnu-Vāsudeva-Nārāyana, Angkor-Kapilapura (Cambodge), 1ère moitié du XIIe s. ap. J.-C., Musée National du Cambodge, inv. Ga5291, d'après (Woodward, 2010, pp. 51-53).

Une première étude de grande envergure de cette métallurgie avait mis en évidence sur l'ensemble de ce millénaire d'activité un grand conservatisme, tant pour ce qui concerne les procédés de fabrication, que pour les sources

d'approvisionnement en métal (Bourgarit *et al.*, 2003). Dans le même temps, cette étude révélait un étonnant paradoxe : le bronze binaire et le bronze à fort taux de plomb avait été utilisés indifféremment pour élaborer les statues, sans qu'il soit possible de déceler une quelconque logique pouvant expliquer ces choix.

Une enquête plus approfondie est récemment venue lever le voile sur ce point (Vincent *et al.*, 2012). Un corpus élargi et recontextualisé de statues datant de la période angkorienne a été analysé. Cette période, qui correspond au moment de la plus intense activité de la métallurgie khmère, peut être subdivisée en deux sous-périodes, Angkor Vat (1100-1175) et le Bayon (1180-1230). La nouvelle étude a mis en évidence que les bronzes au plomb, majoritaires à la période Angkor-Vat, avaient pour la plupart été remplacés par le bronze sans plomb à la période du Bayon (Figure 143).

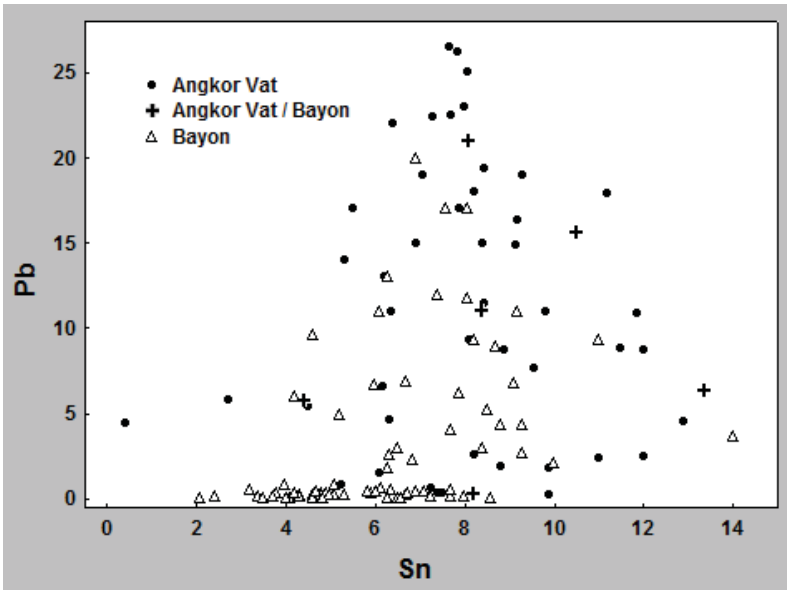


Figure 143 : teneurs en étain et en plomb (en wt%) de la statuaire khmère en fonction de la période considérée

(D'après Vincent, et al., 2012)

Pour les auteurs de cette étude, le plomb aurait été ajouté pour faire face à une pénurie de cuivre à la période Angkor Vat, et il aurait ensuite été abandonné à la période du Bayon en raison d'une nouvelle technique de dorure, à l'amalgame de mercure. La dorure au mercure s'accommode en effet très mal du plomb qui peut former des taches blanches sur la surface dorée.

Si l'explication semble très convaincante pour ce qui concerne l'abandon du plomb à la période du Bayon, elle l'est beaucoup moins pour ce qui concerne

l'hypothèse de la pénurie de cuivre à la période Angkor Vat. Les auteurs rejettent en effet *a priori* l'autre possibilité, c'est-à-dire la recherche d'une amélioration de la coulabilité par fort ajout de plomb, au prétexte qu'aucune étude n'a jusqu'ici pu montrer que le plomb augmentait la fluidité du mélange au-delà de 2 % (Vincent*, et al.*, 2012, p. 140 et note 14).

La variété et le grand nombre de contextes chrono-culturels où les fontes complexes sont systématiquement associées à de forts ajouts de plomb devrait, selon nous, inciter à ne pas rejeter de façon aussi catégorique la motivation technologique. Pour discuter l'hypothèse de la recherche d'une amélioration de la coulabilité, ce n'est pas aux statues du Bayon mais aux fontes des périodes précédentes qu'il fallait en fait comparer les statues de la période Angkor Vat et rechercher les marqueurs caractéristiques d'une coulabilité améliorée (reliefs plus riches et plus complexes, diminution des épaisseurs des parois et/ou du nombre de défauts). Et lorsqu'à la période du Bayon les bronziers khmers supprimèrent le plomb de la formulation de leur alliage pour faciliter la dorure, ne pourrait-on aussi conclure que leur savoir-faire de fondeur était tel qu'ils étaient désormais en mesure de couler sans plomb ?

5. L'Europe médiévale et moderne (XIIIe – XVIIIe s.)

Nous ne présenterons pas un panorama complet des alliages à base de cuivre utilisés pour la fonderie des périodes médiévale et moderne en Europe ; à vrai dire une telle revue serait d'ailleurs difficile à rassembler, les données analytiques et technologiques sur le sujet restant très lacunaires. Notre intérêt pour ces objets réside dans le fait que les techniques de fonderie sont ici résolument différentes de celles que nous avons jusqu'ici présentées : lorsque de forts ajouts de plomb ont été effectués dans l'alliage, cela ne semble pas corrélé à la recherche d'une meilleure coulabilité.

Dans ce contexte, l'exemple de la métallurgie mosane se révèle particulièrement intéressant. À compter du XIIIe siècle en effet, les villes mosanes de Dinant et Bouvignes produisent non seulement des objets liturgiques de très

grande qualité (lutrins, aquamaniles), mais inondent aussi et surtout le marché européen de productions plus communes, telles que poêles, chaudrons tripodes, chandeliers, aiguières (Thomas & Bourgarit, 2013). L'analyse élémentaire d'un large échantillonnage des productions mosanes a permis aux auteurs de montrer que la teneur en plomb est ici inversement proportionnelle à la valeur marchande de l'objet : les laitons très purs sont réservés aux objets les plus prestigieux, tandis que le plomb est ajouté jusqu'à 30 % en masse dans le laiton ou dans le bronze des objets plus communs (Thomas & Bourgarit, 2013, p. 177). La motivation économique est donc ici très clairement le moteur de ces ajouts de plomb.

Le cas des « bronzes français », c'est-à-dire la grande statuaire métallique produite en France depuis le début de la Renaissance jusqu'au siècle des Lumières, est lui aussi riche d'enseignements. Les statues en question font actuellement l'objet d'un projet de recherche mené par un panel de chercheurs français et américains (cf. exposition « Les bronzes français » en 2008 et 2009 aux musées du Louvre, au Metropolitan Museum of Art et au J. Paul Getty Museum, et conférence internationale à Paris en 2012 (Bresc-Bautier & Scherf, 2008; Bourgarit, *et al.*, 2014). Les études menées concernent tant l'étude des techniques de fabrication de ces statues que la composition élémentaire des alliages. Les analyses réalisées montrent que si le plomb est souvent ajouté comme élément d'alliage, ce n'est jamais en très forte teneur (moins de 10 %, Figure 144). Dans le même temps, les examens technologiques ont révélé que les parois métalliques des bronzes français sont beaucoup plus épaisses que celles de leurs homologues antiques, la fourchette étant généralement comprise entre 10 et 50 mm (comm. pers. D. Bourgarit, mai 2012), à comparer aux 2 à 4 mm des statues romaines…

L'ajout de fortes quantités de plomb n'est donc plus pratiqué par les fondeurs de la Renaissance et de la période Moderne. Faut-il mettre cela en relation avec l'importante épaisseur des parois métalliques des statues coulées à cette période ?

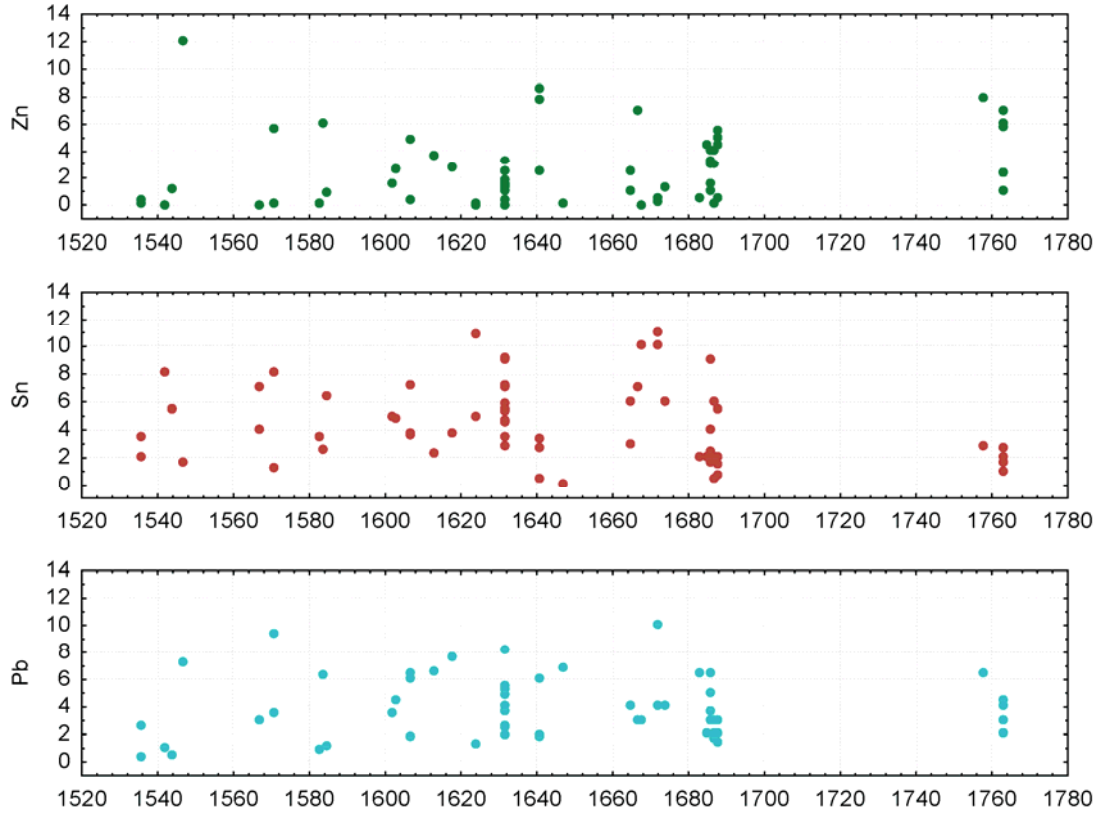


Figure 144 : Bronzes français. Teneurs en plomb, étain et zinc en wt%, exprimées en fonction de la date de coulée. Remarquer que le plomb ne dépasse jamais 10 %.

Elaboré à partir de données analytiques inédites communiquées par D. Bourgarit en octobre 2013.

6. Alliages cuivreux à fort taux de plomb : une régularité dans les fonderies des sociétés pré-industrielles.

L'ajout de fortes quantités de plomb dans un alliage à base de cuivre serait donc une pratique quasi-universelle des fonderies artisanales anciennes. Au-delà de ce fait, le fort ajout de plomb recouvre deux motivations bien distinctes qu'il s'agit de distinguer.

La première est de nature économique : le plomb, qui est dans tous les cas le métal le moins onéreux, permettait de diluer l'alliage, c'est-à-dire d'augmenter le volume global disponible sans mobiliser davantage de cuivre, d'étain ou de zinc. L'exemple de la métallurgie mosane est à ce titre sans aucune ambigüité : le plomb a été ajouté pour abaisser le coût de fabrication des objets. L'alliage à bas coût participait d'ailleurs à la recherche d'une rentabilité maximale de la production

(normalisation des chaînes opératoires, optimisation des coûts d'approvisionnement en matières premières, …), soulignée par les auteurs de cette étude (Thomas & Bourgarit, 2013, p. 180). L'intérêt primordial des objets mosans est aussi de montrer qu'ils se placent en décalage avec tous les autres exemples que nous avons présentés, pour lesquels une interprétation purement économique s'accommode très mal des données que nous avons présentées.

Nous croyons en effet que les cas où le fort ajout de plomb dans le cuivre répond à une motivation technologique, c'est-à-dire la recherche d'une meilleure coulabilité, ont jusqu'à maintenant été très nettement sous-estimés. Deux raisons peuvent expliquer cela. D'une part il n'a jamais été démontré que le fort ajout de plomb améliorait la coulabilité, ce qui évidemment n'engage pas à favoriser cette interprétation -le cas de la métallurgie khmère est à ce titre éloquent. D'autre part, la coulabilité n'a aucune raison d'être la seule vertu du fort ajout de plomb. Autrement dit, la motivation technologique peut parfaitement se combiner avec une motivation économique : on peut avoir ajouté du plomb à la fois pour améliorer la coulabilité des alliages cuivreux <u>et</u> pour augmenter le volume de métal disponible à moindre coût. Les productions de la fin de l'âge du Bronze atlantique relèvent possiblement de ce cas de figure, ce qui explique sans doute que l'on ait longtemps uniquement envisagé l'interprétation économique.

Il n'est en tout cas pas anodin de constater que le savoir-faire exceptionnel des fondeurs revient comme une régularité dans les exemples que nous avons présentés, et que ce savoir-faire va toujours de pair avec de forts ajouts de plomb : fin de l'âge du Bronze atlantique, royaumes sudarabiques, Grèce hellénistique, monde romain, période angkorienne. Dans tous ces cas, on reste impressionné par la maîtrise technique que les artisans avaient atteinte dans l'art de reproduire une forme par un moulage de métal creux aux parois remarquablement fines et sans défauts, au point même que l'on est en droit de se demander si la reproduction de ces objets serait encore possible aujourd'hui. Les forts ajouts de plomb faciliteraient grandement la circulation de l'alliage cuivreux dans le moule, et amélioreraient ainsi la coulabilité des alliages à base de cuivre. Mais cette information provient de l'étude et de l'analyse des objets anciens, sans que nous soyons en mesure ni de l'expliquer, ni même de le reproduire ! Il devient alors évident que le savoir-faire en

question ne se limite pas à une addition de plomb. S'il suffisait d'ajouter 30 % de plomb dans un alliage à base de cuivre pour obtenir une coulabilité exceptionnelle, nul doute que cela aurait également été pratiqué par les bronziers de la Renaissance qui n'avaient aucun intérêt à couler des statues au parois métalliques aussi épaisses. De surcroît, les quelques expérimentations archéométallurgiques effectuées depuis le début des années 70 sur le sujet n'auraient pas été en peine de reproduire le phénomène, et le sujet serait clos depuis longtemps…

À partir de cette revue de l'usage des forts ajouts de plomb, nous pouvons donc préciser le cahier des charges des expérimentations à mettre en place pour étudier l'influence du plomb sur la coulabilité des alliages à base de cuivre :

La teneur en plomb devra être testée sur une large échelle de variation : nous allons voir que l'amélioration de coulabilité provoquée par l'ajout de quelques pourcents de plomb dans le cuivre est bien connue et documentée. Les expérimentations ne devront pas se limiter à cela, l'effet recherché doit être de plus grande ampleur, et ne doit survenir de façon tangible que pour les très fortes teneurs en plomb (supérieures à 10, voire 15 %). Il est aussi probable que cette amélioration de la coulabilité soit une fonction monotone croissante sur l'intervalle de teneur en plomb à tester (0 à 30 %),

Le savoir-faire requis pour obtenir une amélioration de la coulabilité par de forts ajouts de plomb a été perdu. Les artisanats métallurgiques qui ont pratiqué le fort ajout de plomb dans les alliages cuivreux pour améliorer leur coulabilité sont chronologiquement très éloignés de nous. Nous remarquons par ailleurs que dans les ateliers médiévaux européens, l'ajout de forts taux de plomb ne s'explique pas pour des raisons technologiques, et que les fondeurs de la Renaissance n'avaient pas non plus connaissance de cette possibilité. Le système technique associé aux coulées était donc certainement différent de ce que nous observons dans une fonderie d'art contemporaine, dont le savoir-faire est plus ou moins directement hérité des pratiques de la Renaissance, voire de celles du Moyen-âge, mais certainement pas au-delà.

Chapitre 9 : état des connaissances de l'effet du plomb sur la coulabilité du cuivre et du bronze.

Avant de d'entamer nos propres essais de coulabilité, il convient de rassembler les données dont nous aurons besoin. Il s'agit tout d'abord de confronter les mécanismes de solidification des différents alliages cuivreux ici concernés (cuivre non allié, cuivre au plomb, bronze, bronze au plomb). Il est ensuite nécessaire de précisément définir ce que recouvre le terme coulabilité et d'identifier les principaux paramètres qui exercent une influence sur cette coulabilité. Il faut enfin passer en revue les précédentes études archéométallurgiques déjà réalisées sur le sujet et en dégager les acquis.

1. Considérations générales sur la solidification du cuivre, du bronze, du cuivre au plomb, et du bronze au plomb

Le cuivre a une capacité solvante exceptionnelle : le nickel peut par exemple être ajouté en toutes proportions, le zinc jusqu'à 39 %, l'étain jusqu'à 15,8 %. Cela explique d'une part que le cuivre soit un métal de base de première importance, et cela conduit d'autre part aux nombreuses déclinaisons des alliages que nous connaissons aujourd'hui (Arnaud *et al.*, 1985). De tels alliages sont monophasés à l'état solide, conservent la structure cubique à face centrée du cuivre, et de ce fait la grande capacité de déformation de ce métal. Dans le même temps, ces additions modifient nombre de propriétés, et l'art du métallurgiste réside en partie dans sa capacité à choisir le mélange en fonction des caractéristiques recherchées : durcissement, couleur, densité, conductivité thermique et électrique, sans oublier les propriétés chimiques.

Pour la mise en forme par moulage, la « barrière » de l'alliage polyphasé peut être franchie sans difficultés, et de ce fait, la liberté de choix est encore plus

grande. Il n'est pas dans l'objectif de ce travail de dresser l'inventaire des alliages à base de cuivre utilisés en fonderie, quand bien même cela ne concernerait que les périodes préindustrielles : la diversité y serait aussi grande que la créativité des anciens métallurgistes ! En revanche, il nous semble opportun d'examiner les mécanismes de solidification des principaux alliages que nous testerons par la suite. Comme nous allons en effet le voir, ces conditions sont en mesure d'avoir une grande influence sur la coulabilité.

1.1. Cuivre non allié

Si l'on se fie aux Techniques de l'Ingénieur, le cuivre non allié « est assez peu utilisé en moulage en raison des difficultés d'élaboration (réactivité avec l'oxygène et l'hydrogène) et de ses mauvaises propriétés de fonderie (coulabilité médiocre et forte tendance à la crique) », (Arnaud, 1989, p. 8). Il n'en reste pas moins que de très nombreux objets anciens, notamment ceux des périodes dites chalcolithiques, ont été fabriqués par moulage à partir de cuivre non allié. Il ne sera donc pas inutile de revenir sur ce point et de réaliser nos propres expérimentations.

1.2. Bronze

En conditions usuelles de fonderie, la solidification du bronze est beaucoup trop rapide pour que les conditions prévues par le diagramme des phases à l'équilibre soient respectées. En conséquence, la limite de solubilité pratique de l'étain dans le cuivre est généralement beaucoup plus basse que 15,8 %, elle dépend de la vitesse de solidification, mais souvent ne dépasse pas 7 % (Figure 145).

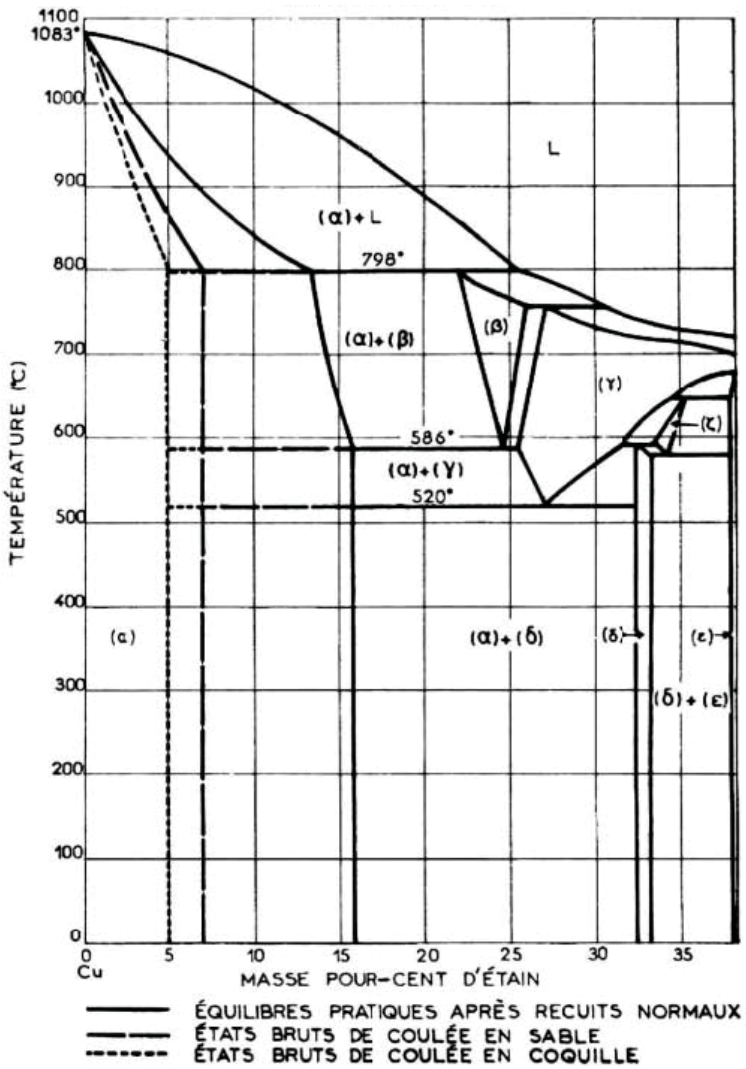


Figure 145 : diagramme de phase pour le système cuivre-étain (bronze) : en trait plein, situation proche de l'équilibre obtenue soit par un refroidissement extrêmement lent, soit par un très long recuit. En traits pointillés, diagrammes pratiques observés en condition industrielle (fonte au sable ou fonte en moule métallique).

(D'après Arnaud, 1989)

Il en résulte que la plupart des bronzes moulés ne sont pas monophasés, mais biphasés, l'état structural final correspondant généralement en une matrice de phase α dans laquelle viendra s'insérer le mélange eutectoïde α + δ. La microstructure biphasée modifie totalement les propriétés mécaniques attendues, la phase δ étant beaucoup plus dure et cassante que la phase α. Mais la modification des propriétés mécaniques n'est pas la seule conséquence de cette réaction hors équilibre : la solidification n'emprunte plus le chemin du bronze monophasé tel que prévu par le diagramme d'équilibre, mais celui plus long et plus complexe des bronzes biphasés, ce qui augmente de façon importante l'intervalle de solidification (différence de température entre début et fin de solidification). Et cela n'est pas

sans conséquence sur la réalité des phénomènes survenant au sein du moule. Parmi ces phénomènes, il convient de citer tout particulièrement la ségrégation inverse, c'est-à-dire la rejection du dernier liquide à se solidifier (très riche en étain) depuis le cœur déjà solide vers l'extérieur (Hanson & Pell-Walpole, 1951, pp. 211-240). La ségrégation inverse conduit ici à la formation d'une « peau d'étain ». Ce phénomène est extrêmement difficile à contrôler, mais on comprend aisément qu'il peut avoir une influence sur la coulabilité et qu'il devra donc être considéré avec attention.

1.3. Cuivre au plomb

Le cuivre au plomb n'est pas un alliage très documenté, tant dans la littérature archéologique, que dans la littérature industrielle. Sa prise en compte est ici dictée par la récente découverte que nous avons effectuée : cet alliage aurait été inventé au Balochistan afin de pouvoir réaliser les premières fontes à la cire perdue (cf. première partie). Il est important de souligner que le cuivre au plomb est dans ce cas choisi comme seule alternative au cuivre non allié[74]. On constate en particulier que l'utilisation de cet alliage n'est jamais postérieure à la généralisation du bronze. Autrement dit, il faut peut-être attendre une meilleure coulabilité pour les bronzes binaires que pour les cuivres à fort ajout de plomb. Aujourd'hui, l'utilisation des cuivres à fort taux de plomb (10 à 40 %, accompagné ou non d'étain et/ou de zinc) est marginale : le plomb est ajouté pour conférer des propriétés antifriction à l'alliage. Cela concerne donc les pièces soumises à d'importants frottements en conditions de lubrification difficile, telles que des pièces de moteur (Arnaud*, et al.*, 1985, p. 38)

[74] Cela n'est pas tout à fait exact car le cuivre plus ou moins arsénié est également attesté au Proche-Orient à ces périodes ; il a d'ailleurs également été utilisé pour la cire perdue (Chapitre 3 § 2 p. 194). Néanmoins, il ne peut se préparer que par cémentation. Pour cette raison, il est très difficile de réaliser de forts ajouts, et de facilement contrôler la teneur de cet alliage (Budd *et al.*, 1993). Le cuivre au plomb est quant à lui un alliage beaucoup plus conventionnel : il est élaboré de façon très précise en dosant au préalable les deux métaux à mélanger.

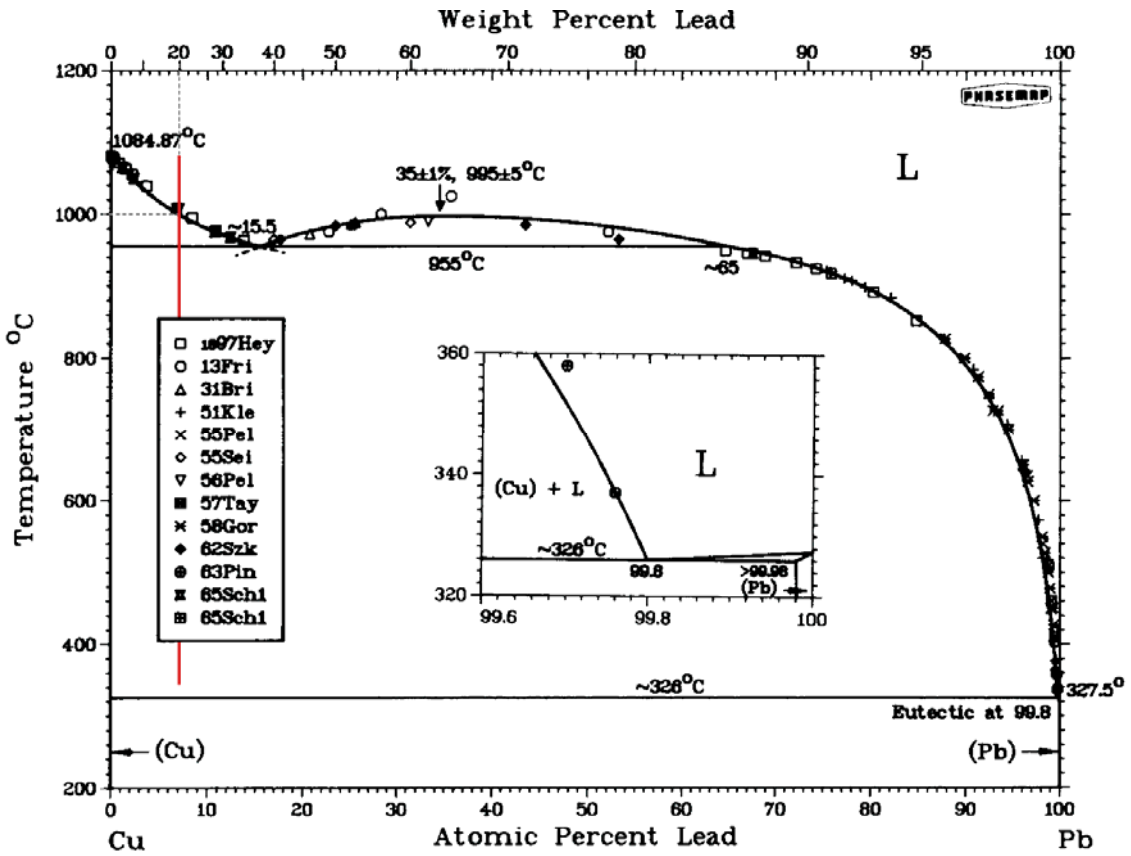


Figure 146 : diagramme de phase à l'équilibre pour le système cuivre-plomb. Exemple de la solidification d'un cuivre à 20 wt% de plomb.

(D'après Chakrabarti & Laughlin, 1984)

À l'état solide, la solubilité du plomb dans le cuivre est extrêmement faible (Vaajamo *et al.*, 2013), la microstructure rencontrée pour cet alliage est toujours biphasée, cuivre d'un côté, plomb de l'autre. Ainsi, pour un cuivre à 20 % de plomb qui passerait de 1200° C à l'ambiante (Figure 146), la solidification débute par la cristallisation du cuivre aux alentours de 1000° C (intersection avec le *liquidus*)[75], qui se sépare ensuite du plomb selon une réaction monotectique à 955° C et conduisant à la formation d'une matrice de cuivre solide dans laquelle s'insère un liquide très riche en plomb dont la solidification ne s'achèvera qu'à 327,5° C. L'intervalle de solidification des cuivres contenant 10 à 30 % de plomb en masse est par conséquent considérable, étant compris entre 600° et 700° C ! Plus encore que pour les bronzes biphasés, la solidification des cuivres au plomb sera donc dépendante de la vitesse de refroidissement. En corollaire, ces alliages seront encore plus facilement sujets à la ségrégation inverse, c'est-à-dire le rejet de la

[75] *Liquidus* : température de début de solidification. *Solidus* : température de fin de solidification. Intervalle de solidification : différence de température séparant le *solidus* du *liquidus*.

phase liquide riche en plomb depuis le cœur vers l'extérieur, pouvant créer une « peau de plomb », analogue de la « peau d'étain » des bronzes.

1.4. Les bronzes au plomb

Les travaux de référence sur le système Cu-Pb-Sn sont peu nombreux. On décrit généralement ce système comme étant la solidification d'un bronze binaire, auquel on ajoute une dernière étape, celle de la cristallisation du plomb. Deux raisons à cela : d'une part la solubilité du plomb est extrêmement faible dans le cuivre comme dans l'étain (à l'état solide), d'autre part l'étain ne peut réagir avec le plomb lors d'une solidification de Cu-Pb-Sn car la réaction eutectique à 185° C ne se produira pas, tout l'étain ayant déjà réagi avec le cuivre. Les quelques microstructures publiées notamment dans la littérature archéométallurgique (voir par exemple Staniaszek & Northover, 1982) s'accordent très bien avec le mécanisme de solidification proposé. Le plomb apparaît sous la forme de nodules isolés, dont la dimension est inversement proportionnelle à la vitesse de solidification : plus le bronze se solidifiera rapidement et plus les nodules de plomb seront petits et uniformément répartis. *A contrario*, en cas de refroidissement lent, le plomb aura le temps de se rassembler en inclusions de plus grande taille, qui auront tendance à se ségréger par gravitation dans les parties basses du moule.

Le diagramme de phase ternaire du système Cu-Pb-Sn pour les températures de *liquidus* a été publié relativement récemment (Villars *et al.*, 1995), ce qui explique sans doute pourquoi il n'en est pas souvent fait mention dans la littérature archéométallurgique. Ce diagramme permet en particulier d'inférer les températures de début de solidification des bronzes au plomb (Figure 147).

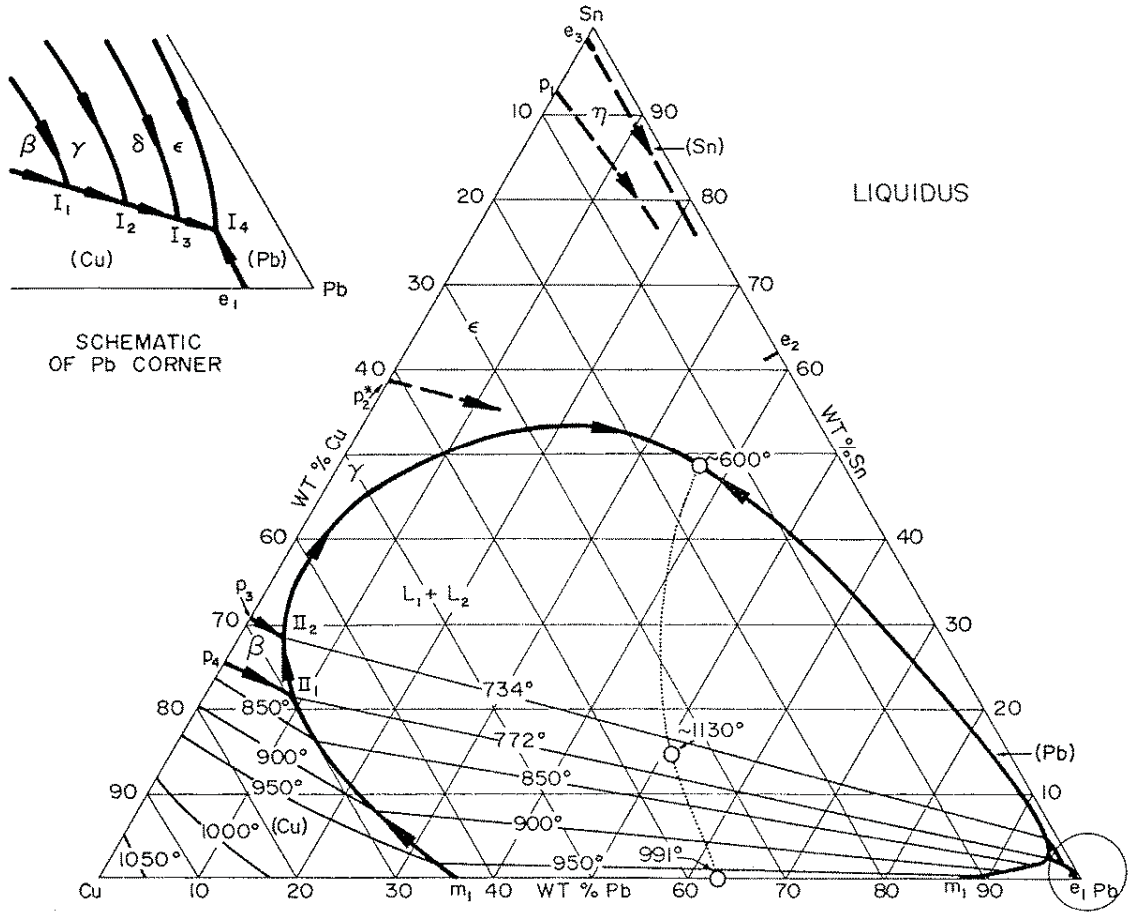


Figure 147 : diagramme de phase du sytème Cu-Pb-Sn, les isothermes sur liquidus sont présentées en trait fins, les traits épais correspondent aux courbes monovariantes.

(D'après Villars, et al., 1995, p. 637)

Par ailleurs, on peut obtenir les mêmes données pour le bronze et le cuivre au plomb en se reportant aux diagrammes de phase précédemment présentés (Figure 145 et Figure 146), ce qui permet de déduire avec une assez bonne précision les températures de *liquidus* pour une très large gamme de composition d'alliages à base de cuivre contenant du plomb et/ou de l'étain (Tableau 13).

Dans le domaine de composition considéré, on constate que l'effet du troisième élément d'addition (plomb ou étain) sur la température de *liquidus* est globalement cumulatif. Ainsi par exemple, alors que le point de fusion du cuivre vaut 1084° C, les *liquidi* d'un bronze à 10 % d'étain (Cu10Sn) et d'un cuivre à 20 % de plomb (Cu20Pb) valent respectivement 1010° C et 1000° C. Le *liquidus* du

bronze au plomb correspondant (Cu20Pb10Sn) se situe quant à lui aux alentours de 900°C.

Cuivre / Bronze	T_{Liq} (°C)	Cuivre au plomb	T_{Liq} (°C)	Bronze au plomb	T_{Liq} (°C)
Cu	1085	Cu5Pb	1055	Cu10Pb5Sn	990
Cu5Sn	1055	Cu10Pb	1035	Cu20Pb5Sn	965
Cu10Sn	1010	Cu20Pb	1000	Cu30Pb5Sn	930
Cu15Sn	960	Cu30Pb	975	Cu10Pb10Sn	965
Cu20Sn	890			Cu20Pb10Sn	900
				Cu30Pb10Sn	880

Tableau 13 : température de *liquidus* (T_{Liq}) des alliages à base de cuivre. Le domaine de composition a été choisi de façon à balayer l'ensemble des objets archéologiques présentés dans ce travail. Données obtenues par exploitation graphique des Figure 145 à Figure 147.

Dans la gamme des alliages à base de cuivre, on peut donc considérer que le bronze à fort taux de plomb est un alliage à relativement bas point de fusion, dont le *liquidus* sera compris entre 900 et 1000° C. Les données concernant les températures de *solidus* n'ont malheureusement jamais été déterminées, ce qui ne permet pas de calculer l'intervalle de solidification des différentes nuances de cet alliage. Toutefois, au vu des microstructures rencontrées dans ces bronzes, il ne fait pas de doute que, tout comme le bronze et *a fortiori* le cuivre au plomb, un très long intervalle de température sépare début et fin de solidification du bronze au plomb, et que le plomb est le dernier élément à cristalliser. D'importantes ségrégations inverses sont donc également à prévoir pour les bronzes au plomb, sans qu'il soit possible de prévoir si la conjugaison des deux éléments d'addition tendra à favoriser ou à défavoriser ce phénomène.

2. Qu'est ce que la coulabilité, comment la mesure-t-on ?

2.1. Coulabilité : un concept mal défini ?

En terminologie scientifique française, la coulabilité est une notion simple et non ambiguë. La coulabilité se définit en effet comme étant l'aptitude d'un métal ou

d'un alliage à remplir un moule dans tous ses détails, lorsqu'on le verse dans ce moule à l'état liquide et qu'il se solidifie (Larousse, 1982).

La terminologie anglo-saxonne est en revanche moins précise et pose problème. Sous le terme *Castability*, on peut ainsi lire dans le *Metals Handbook* (Schmidt & Schmidt, 1998, pp. 1154-1155) :

« Castability should not be confused with fluidity, which is only a measure of the distance to which a metal will flow before solidifying. Fluidity is thus one factor determining the ability of a molten alloy to completely fill a mold cavity in every detail. Castability, on the other hand, is a general term relating to the ability to reproduce fine detail on a surface. Colloquially, good castability refers to the ease with which an alloy responds to ordinary foundry practice without requiring special techniques for gating, risering, melting, sand conditioning, or any of the other factors involved in making good castings. High fluidity often ensures good castability, but it is not solely responsible for that quality in a casting alloy. »,

Autrement dit la coulabilité serait un concept global non mesurable pour qualifier la facilité de mise en œuvre d'une coulée, et la fluidité un test mesurant la distance que le métal liquide peut parcourir. J. Campbell quant à lui utilise uniquement le terme *fluidity*, tout en soulignant l'ambigüité que cela entraîne (Campbell, 2003, p. 74) :

« The use of the foundry term fluidity should not be confused with its use in physics, where fluidity is defined as the reciprocal of viscosity »

On notera d'ailleurs que D. Hanson et W.-T. Pell-Walpole exprimaient déjà quelques réticences à cet emploi du terme *fluidity*, lui préférant l'expression *feeding power*, c'est-à-dire la capacité d'un métal à alimenter un moule (Hanson & Pell-Walpole, 1951, pp. 151-152).

P. Beeley est l'auteur qui donne la description la plus approfondie de la notion de « fluidité » telle qu'employée par les métallurgistes anglo-saxons (Beeley, 2001, pp. 15-16). Il rappelle tout d'abord que d'autres termes, tels que *castability* ont été utilisés, mais que *fluidity* est celui qui remporte le plus de suffrages. Il explique ensuite en quoi le terme *fluidity* ne peut simplement se résumer comme étant l'inverse de la viscosité :

« One of the fundamental characteristics of the liquid state is the ability of any liquid, however viscous, to conform in time to the shape of its container. This would occur rapidly in the case of liquid metal held at

constant temperature since viscosities of liquid metals are very low. Under casting conditions failure to fill the mould cavity results not from high viscosity but from premature solidification. […] A further parameter in such tests is the flow time or fluid life. »

P. Beeley résume donc bien le point de vue des métallurgistes anglo-saxons : puisque la viscosité des métaux est dans tous les cas très faible, ce paramètre ne peut être le responsable d'une coulée défaillante. La *fluidity* ne peut donc seulement se définir comme l'inverse de la viscosité. Et P. Beeley de proposer une nouvelle expression résumant son point de vue : pour réussir une coulée, il faut réussir à prolonger la durée de vie du métal à l'état liquide (*fluid life*). On le comprend bien au travers de cette revue bibliographique, l'ambigüité anglo-saxonne réside en fait dans une définition trop imprécise du terme *castability*, ce qui les a conduits à choisir l'emploi du terme *fluidity*, laquelle *fluidity* ne doit pas être comprise au sens strict que les physiciens lui accordent…

Nous rétorquerons aux métallurgistes anglo-saxons que le problème pouvait aussi être plus simplement résolu en se restreignant à la définition de la coulabilité « à la française », ce qui permet de plus de pouvoir continuer d'employer le terme « fluidité » avec la même acception que toutes les autres disciplines scientifiques (Benard *et al.*, 1991, p. 571) :

« Alliage de fonderie et coulabilité : les opérations de fonderie nécessitent un remplissage parfait des moules, aussi choisit-on les métaux ou alliages d'après leur aptitude à remplir les moules, d'après leur coulabilité. La coulabilité d'un alliage dépend de sa composition qui fixe l'intervalle de solidification, et de la température de coulée qui fixe la fluidité. Cette coulabilité se détermine par un essai technologique qui consiste à mesurer la longueur d'une spirale que le métal a pu développer au cours de la coulée. La coulabilité est représentée par cette longueur. »

Lorsque nous emploierons le terme « coulabilité », il faudra donc comprendre « aptitude à remplir un moule », et lorsque nous utiliserons l'adjectif « fluide », ce sera le sens commun, c'est-à-dire « non visqueux ».

2.2. Mesure de la coulabilité

Au-delà du problème terminologique anglo-saxon, la coulabilité reste un paramètre particulièrement complexe à modéliser. En métallurgie, les problèmes de

coulabilité sont ainsi parmi les derniers à continuer d'être traités de façon empirique : des essais expérimentaux sont effectués de façon à déterminer les conditions dans lesquelles une bonne coulabilité sera obtenue, mais on ne cherche pas à prévoir *a priori* ces conditions par calcul ou par simulation. Plus ennuyeux encore, il n'y a pas véritablement de norme pour la conduite de ces essais. Ce qui est ici en cause, dans l'absence de modélisation et de normalisation, ce n'est ni un quelconque manque d'intérêt de la communauté scientifique, ni une absence de concertation, mais le très grand nombre de paramètres qui interviennent, dont certains ne peuvent être facilement prédits et/ou transposés d'une situation à une autre. Les essais de coulabilité sont donc généralement réalisés selon les conditions les plus proches possibles des pièces que l'on souhaite réaliser.

Dans le cas de la métallurgie industrielle, l'essai le plus communément réalisé est celui de la coulée en spirale ; le modèle de moule à triple spirales que nous avons utilisé pour notre première série d'essais s'inspire de ce protocole (p. 406). De très nombreux autres essais ont été imaginés, parfois très différents de l'essai en spirale, à l'image de ce qui se pratique pour la fonderie de précision en métallurgie dentaire (Figure 148).

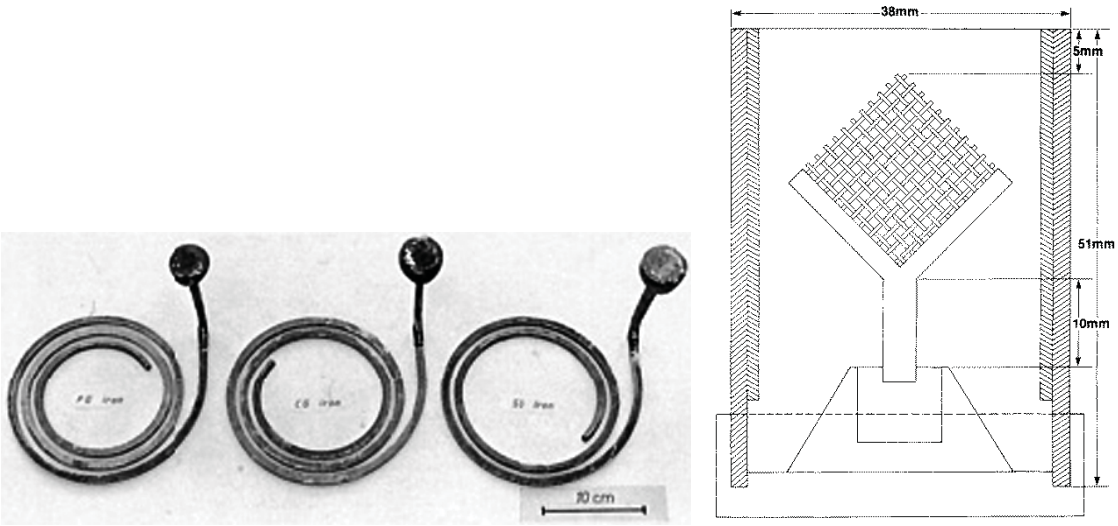


Figure 148 : À gauche : essais de coulée en spirale pour tester la coulabilité des trois variantes principales de fonte grise. À droite : protocole d'essai sur grille de nylon pour tester la coulabilité des alliages dentaires. Remarquer la différence d'échelle (à gauche tige de 7 mm de côté, à droite fils d'environ 300 µm de diamètre).

(D'après Stefanescu et al., 1998, p. 1467) et (Hinman et al., 1985, p. 134).

2.3. Paramètres influençant la coulabilité

De nombreux paramètres physiques et chimiques sont susceptibles de jouer un rôle sur la coulabilité. Ces facteurs peuvent être classés en deux groupes principaux, les paramètres liés aux caractéristiques du métal, et les paramètres liés aux caractéristiques du moule (Lesoult, 1989; Beeley, 2001, pp. 17-25; Campbell, 2003, pp. 75-95) ; Tableau 14:

Métal	Moule
Température de coulée (surchauffe)	Mouillage et rugosité de surface
Composition et mode de cristallisation	Propriétés thermiques
Viscosité	Température de préchauffage
Tension de surface	

Tableau 14 : principaux paramètres influençant la coulabilité

2.3.1. Paramètres liés au métal :

<u>Température de coulée (surchauffe)</u> : la température de coulée influe directement sur la coulabilité, puisque couler plus chaud permet de garder plus longtemps le métal à l'état liquide. Le paramètre déterminant est donc la température de surchauffe (ΔT), qui correspond à la différence entre la température de coulée T_C et la température de *liquidus* T_{Liq} :

$$\Delta T = T_C - T_{Liq}$$

Toutes les études montrent que pour un métal ou un alliage de composition donné, la coulabilité croît linéairement avec la surchauffe (Figure 149).

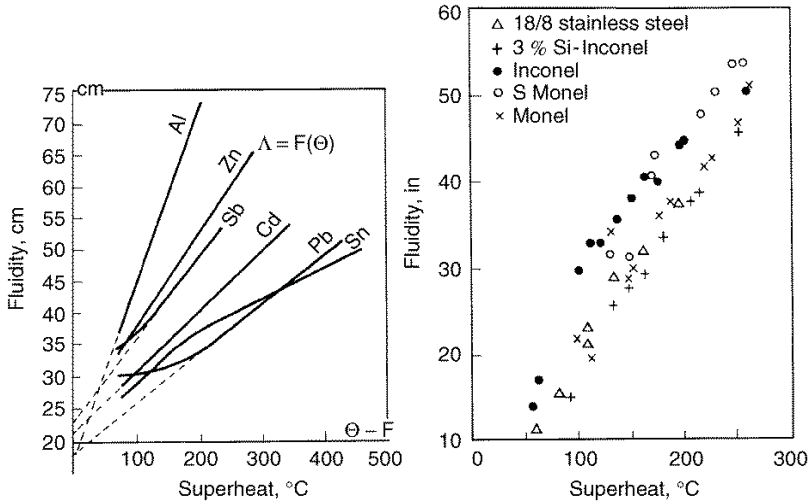


Figure 149 : influence de la température de surchauffe sur la coulabilité. À gauche : métaux purs ; à droite : alliages.

(D'après Beeley, 2001, p. 57)

<u>Composition et mode de cristallisation</u> : à température de surchauffe égale et dans les conditions testées pour des applications industrielles (cas typique des essais en spirale), les coulabilités élevées sont associées aux métaux purs et aux alliages eutectiques qui se solidifient à température constante. En revanche, les alliages qui présentent des solutions solides, et tout particulièrement ceux dont l'intervalle de solidification est important, sont affectés d'une mauvaise coulabilité. Ces résultats sont liés au fait que les métaux purs et les alliages eutectiques cristallisent de façon totalement différente des alliages à long intervalle de solidification.

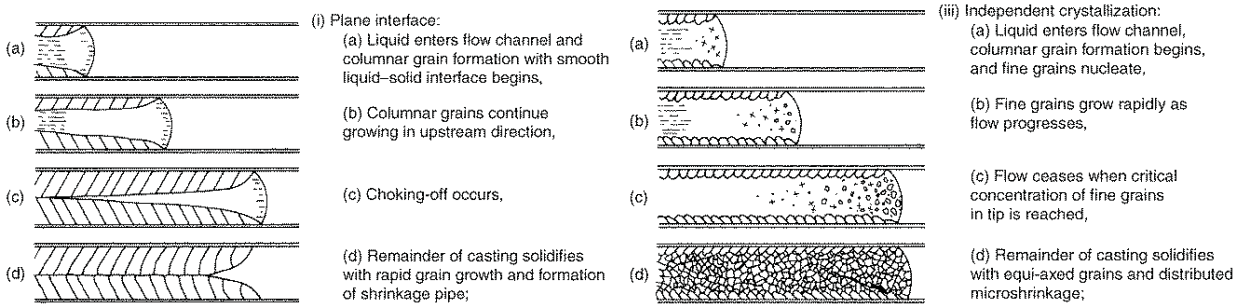


Figure 150 : modélisation d'une solidification dans un canal où le métal s'écoule. À gauche : métaux purs et eutectiques. À droite : alliages à grand intervalle de solidification.

(D'après Beeley, 2001, p. 21)

Dans le cas d'un métal pur ou d'un alliage eutectique (Figure 150, à gauche), la solidification se propage depuis les parois du moule vers le centre, et la

cristallisation est colonnaire. Il se développe une interface solide-liquide lisse au centre de laquelle le liquide peut continuer de circuler aussi longtemps que la solidification ne sera pas complète à 100 %. On parle alors d'un mode de cristallisation « en peau ». De surcroît, même si le métal pur (ou l'eutectique) est coulé à sa température de *liquidus*, le temps d'écoulement sera prolongé jusqu'à dissipation complète de la chaleur latente de cristallisation. Le bouchage intervient donc progressivement, et en amont.

Dans le cas d'un alliage à long intervalle de solidification (Figure 150, à droite), une première phase solide se forme sous la forme de cristaux dendritiques au contact des parois du moule. Ces cristaux allongés et plus fragiles ont tendance à se fragmenter, ils sont alors entraînés par le liquide. Très rapidement, la concentration de cristaux en suspension au niveau du front d'avancement du liquide augmente, de plus les cristaux en question grossissent, au point que le mélange devient tellement visqueux que le métal est bloqué dans son avancée. L'écoulement cessera donc brutalement, et loin en aval de l'entrée du métal, contrairement au cas précédent. D'après Campbell, l'écoulement est stoppé alors que la solidification n'a pas encore atteint 20 à 50 %.

Nous avons vu précédemment que les cuivres au plomb sont des alliages à très long intervalle de solidification (cf. p. 381), ce qui les place *a priori* dans une situation très défavorable du point de vue de la coulabilité selon le mode de solidification ici examiné. Nous aurons évidemment l'occasion de revenir sur cet étonnant paradoxe.

Viscosité : la viscosité se définit comme étant la résistance d'un fluide à l'écoulement uniforme et sans turbulence. La grandeur physique généralement mesurée est la viscosité dynamique η. Rappelons aussi que lorsque nous employons le terme fluidité, c'est au sens de l'inverse de la viscosité (1/η). La viscosité dynamique se mesure en pascal.seconde (Pa.S) et est fortement dépendante de la température du fluide. Pour donner un exemple, la viscosité de l'eau à 20° C vaut 1 mPa.S.

La viscosité des métaux est généralement mesurée par la méthode du creuset oscillant pour pallier au problème des hautes températures. La plupart des métaux ont des viscosités faibles, et relativement peu différentes les unes des autres, comprises entre 0,5 et 8 mPa.S à la température de *liquidus* (Lucas, 1984) et Tableau 15. On se rend ainsi compte que les viscosités des métaux sont du même ordre de grandeur que celle de l'eau, on comprend mieux pourquoi Beeley et Campbell estiment que la viscosité n'est pas responsable des problèmes de coulabilité.

Néanmoins, de plus en plus de travaux s'attachent à étudier la viscosité des alliages en fonction de leur diagramme de phase. Cette corrélation a récemment été recherchée pour le système Cu-Sn, et les résultats montrent que la viscosité peut varier du simple au triple selon la phase considérée (Tan *et al.*, 2007), nous aurons l'occasion d'y revenir lorsque nous discuterons les résultats de nos expérimentations (cf. Chapitre 10 § 1.4 Coulabilité du bronze : résultats et discussion, p. 410) ; l'étude correspondante pour le système Cu-Pb n'a malheureusement pas été réalisée.

Elément	T_{Liq} (° C)	η à T_{Liq} (mPa.S)
Cu	1084,5	4,62 (calculée d'après Tan, *et al.*, 2007)
Sn	232	1,81 (d'après Lucas, 1984)
Pb	327,4	2,47 (d'après Lucas, 1984)

Tableau 15 : viscosité au *liquidus* du cuivre, de l'étain et du plomb

Tension de surface : une propriété fondamentale des liquides est leur tendance à se contracter de façon à présenter la surface la plus faible possible. Cette propriété est directement liée au phénomène de tension superficielle, également appelé énergie de surface, et qui se définit comme étant l'énergie libre d'excès d'une mole de liquide placée dans la couche superficielle, par rapport ladite mole située à l'intérieur du liquide (Eustathopoulos *et al.*, 1999). Cette grandeur influence l'aptitude à mouiller la surface d'un solide, elle joue donc un rôle important dans la coulabilité (mouillage de la surface du moule par le métal et infiltrations

capillaires), nous y reviendrons lorsque nous envisagerons les paramètres liés au moule.

Elément	T_{Liq} (° C)	γ à T_{Liq} ($mN.m^{-1}$)
Cu	1084,5	1355
Sn	232	570
Pb	327,4	462

Tableau 16 : valeurs expérimentales de la tension de surface γ pour le cuivre, l'étain et le plomb à la température du *liquidus*

(D'après Eustathopoulos, et al., 1999, pp. 4-5)

La tension de surface est une grandeur difficile à mesurer pour les métaux, étant donné leur forte tendance à l'adsorption d'impuretés à haute température. L'effet tensio-actif de ces impuretés affecte en effet fortement la valeur à mesurer. Les tensions de surface des trois métaux auxquels nous nous intéressons font bien entendu partie de celles qui ont été déterminées expérimentalement (Tableau 16). On notera à ce sujet que la tension de surface de l'étain et du plomb est 2,5 fois plus faible que celle du cuivre.

Mais ce qui est encore plus intéressant pour notre étude de la coulabilité des alliages à base de cuivre, c'est que de nombreuses recherches ont été effectuées pour étudier l'effet d'une impureté ou d'un élément d'addition sur la tension de surface d'un métal. Ainsi, il a été déterminé que la tension de surface du fer liquide diminue de près de 30 % si le métal renferme 0,05 wt% d'oxygène (Figure 151, à gauche) ; le même type de comportement étant observé pour le cuivre, le nickel, ou le cobalt. L'ajout d'un élément permettant la désoxydation du cuivre liquide est donc un paramètre important dont il faudra tenir compte.

Par ailleurs, il se trouve que le système Cu-Pb a été étudié du point de vue des tensions de surface (Figure 151, à droite), les données expérimentales sont riches d'enseignement. On constate en effet que l'ajout de plomb dans le cuivre permet d'abaisser considérablement la tension de surface de l'alliage, et qu'à partir de 10 at% de plomb (équivalent à 25 wt%), la valeur n'évolue pratiquement plus et correspond *grosso modo* à la tension de surface du plomb. Un autre point très important est que l'effet de l'ajout de plomb n'est pas linéaire : si la tension de surface est fortement diminuée par un faible ajout (baisse de 20 % dès 0,6 wt% de

Pb), l'effet se ralentit fortement ensuite, notamment pour les teneurs supérieures à 5 wt% de Pb. Autrement dit, l'ajout de plomb peut potentiellement jouer un rôle important sur la coulabilité en abaissant la tension de surface du cuivre, mais cela ne peut expliquer les forts ajouts de plomb, l'effet étant déjà obtenu pour des teneurs inférieures à 5 wt%.

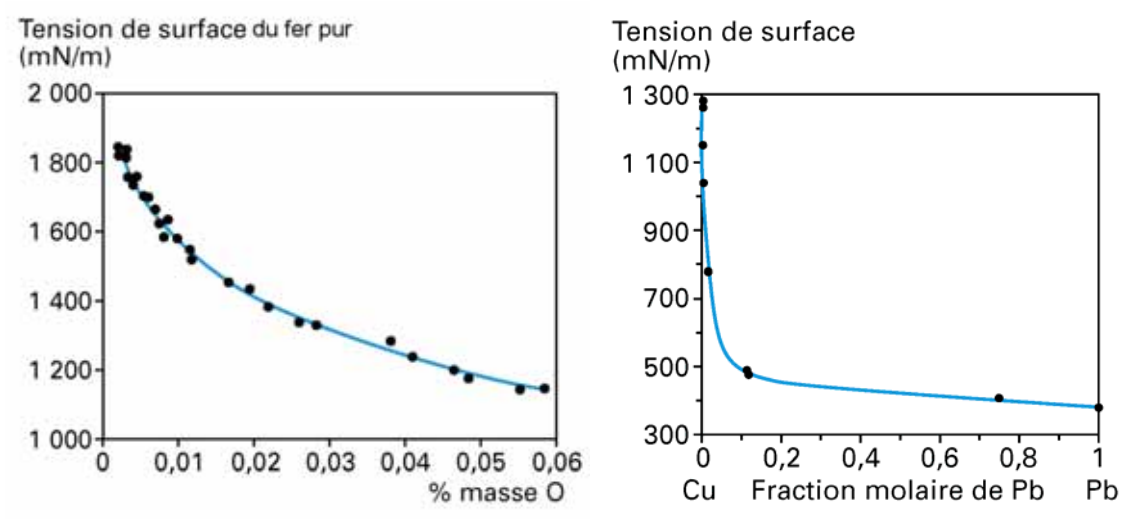


Figure 151 : À gauche, effet de l'oxygène sur la tension de surface du fer liquide à 1600°C. À droite, effet d'une addition de plomb sur la tension de surface du cuivre à 1100°C : l'introduction de 0,2 at% de plomb (0,6 wt%) diminue déjà de 20 % la tension de surface du cuivre ; pour une addition de 1,6 at% de plomb (5 wt%), la tension de surface de cuivre est abaissée à 775 $nM.m^{-1}$.

(D'après Eustathopoulos, et al., 1999)

2.3.2. Paramètres liés au moule :

<u>Mouillage et rugosité de surface</u> : le mouillage désigne la capacité d'un liquide à épouser la forme d'un solide (Quéré, 2003). On parlera de mouillage total lorsque le liquide s'étale totalement sur le solide, de mouillage partiel lorsque le liquide forme une goutte incomplètement étalée, et de mouillage nul dans le cas où la goutte reste parfaitement sphérique sur le solide (Figure 152). Sans rentrer davantage dans le détail, nous signalerons que le mouillage dépend en particulier de la tension superficielle du liquide, de la nature et de la rugosité du solide, et que la connaissance des lois de mouillage permet de prévoir les conditions de la montée capillaire et de l'imprégnation. À titre de règle pratique, on retiendra aussi qu'un moule métallique sera facilement mouillé par du métal liquide (mouillage

métal-métal facile), alors qu'un moule élaboré à partir de matériaux argileux ou sableux ne sera pas mouillé par le métal (mouillage oxyde-métal difficile)[76].

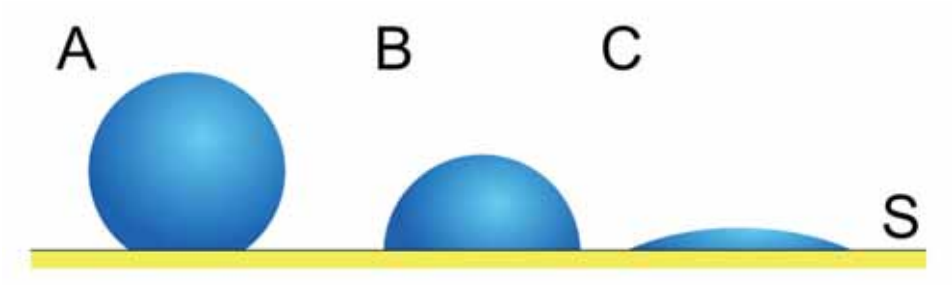


Figure 152 : Gouttes de différents liquides sur le même solide. A : mouillage quasi-nul (grand angle de contact) ; B : mouillage partiel ; C : mouillage quasi-total (angle de contact faible).

(D'après Wikimedia Commons)

Si le métal mouillait le moule sous l'effet d'infiltrations capillaires, il y aurait collage, c'est-à-dire que l'on ne pourrait plus séparer le moule de l'objet. Ce n'est évidemment pas l'effet recherché, et, d'une façon générale, le matériau du moule (ou son éventuel poteyage[77]) est choisi pour son aptitude à ne pas être mouillé par le métal. Mais cette résistance à l'infiltration capillaire peut se révéler néfaste si l'on cherche à fabriquer des parois métalliques très fines. Elle se traduit en effet par l'existence d'une pression qui empêche le métal de progresser dans le moule. Si l'on se place dans le cas d'une paroi fine et que l'on suppose que le mouillage du moule par le métal est nul, on peut calculer la pression hydrostatique à appliquer pour vaincre la répulsion capillaire à partir de l'équation suivante (Campbell, 2003, p. 88) :

$$\rho g h = \gamma / r$$

avec ρ : masse volumique du métal ; g : accélération de la pesanteur terrestre ; h : hauteur depuis laquelle le métal est coulé ; γ : tension de surface du métal liquide ; r : rayon de courbure du ménisque qui se forme au niveau du front d'avancement du métal entre les deux parois du moule.

[76] Communication personnelle N. Eustathopoulos, mai 2010

[77] Le poteyage est une action surtout effectuée lorsqu'un moule métallique est employé. Le poteyage consiste à déposer un film protecteur sur les zones du moule qui seront en contact avec le métal ; les composés les plus communs sont le graphite et l'alumine. Le poteyage permet à la fois de limiter les problèmes de mouillage et d'isoler thermiquement le métal (alors utilisé pour prévenir une solidification trop rapide).

Dans cette équation, le terme ρgh correspond à la pression hydrostatique du métal. L'épaisseur minimum de la paroi métallique E, en-dessous de laquelle le métal ne pénètrera pas dans le moule, vaut quant à elle 2r. On en déduit que :

$$E = 2\gamma / \rho gh$$

Dans le cas d'un cylindre (cas de la coulée d'une tige), la pression exercée sur le métal par la répulsion capillaire sera doublée, le diamètre minimum D que l'on pourra couler est donc diminué de moitié. Ce qui peut également s'exprimer par le fait que la coulabilité de la tige en question est réduite de moitié. L'équation devient :

$$D = \gamma / \rho gh$$

Ces équations sont très intéressantes dans le problème qui nous préoccupe, non pas tant pour calculer les épaisseurs limites que l'on peut espérer atteindre, que pour identifier les paramètres sur lesquels nous pouvons jouer pour améliorer la coulabilité des produits fins (tels que les parois des grands bronzes antiques). Pour réussir à couler des parois minces, on pourra donc soit chercher à diminuer la tension de surface du métal (cf. p. 393), soit augmenter la pression hydrostatique en remontant la hauteur depuis laquelle le métal est versé. On notera enfin qu'en jouant sur le matériau du moule de façon à se placer dans le domaine du mouillage partiel, on accèdera à des épaisseurs nettement plus faibles que celles prévues par l'équation de Campbell (qui n'est valable que dans le cas du mouillage nul), mais il faut alors accepter le risque de voir le métal coller au moule.

Propriétés thermiques du moule : lors de la solidification d'un métal, les principales résistances thermiques à considérer sont le métal liquide, le métal solide, l'interface métal solide / moule, le moule, et l'interface moule / environnement. Dans de nombreux procédés de fonderie, le métal est bien meilleur conducteur de la chaleur que le moule (cas du sable, du plâtre, de la terre, …). La résistance thermique du moule est alors la grandeur prépondérante, et on considère que la vitesse de refroidissement est contrôlée par le moule (Lesoult, 1989, p. 4). Plus le moule dissipera rapidement la chaleur du métal liquide, et plus

rapide sera la solidification. Les propriétés thermiques du moule sont définies par le coefficient de diffusivité thermique α, dont les valeurs sont tabulées pour les matériaux constituant les moules de fonderie usuels (Tableau 17) :

$$\alpha = k / \rho c_p$$

k : conductivité thermique, ρ : masse volumique du moule, c_p : capacité thermique massique

Matériau du moule	α ($m^2.s^{-1}$)
Mullite (cire perdue)	$3{,}2.10^{-9}$
Sable	$3{,}6.10^{-9}$
Plâtre	$3{,}8.10^{-9}$
Fer non allié	20300.10^{-9}
Graphite	44100.10^{-9}
Aluminium	96100.10^{-9}
Cuivre	114800.10^{-9}

Tableau 17 : Diffusivité thermique des moules de fonderie usuels
(D'après Campbell, 2003, p. 124)

Température de préchauffage du moule (Campbell, 2003, pp. 87-88) : le préchauffage d'un moule est une tâche aujourd'hui coûteuse et techniquement difficile à mettre en place. Pour cette raison, la plupart des coulées se font dans un moule à température ambiante, en particulier dans le cas des moules métalliques ; pour des applications bien particulières, on peut parfois porter ce type de moule à 300 ou 400° C, ce qui améliore quelque peu la coulabilité.

Dans le cas de la cire perdue, le moule est en céramique, et Campbell signale que cela permet de choisir une gamme de température de préchauffage beaucoup plus large. On peut par ailleurs facilement montrer que la vitesse de solidification est proportionnelle à la différence de température existant entre le *liquidus* de l'alliage et la température du moule. En poussant ce raisonnement un peu plus loin, des procédés ont été mis au point ces dernières années pour couler des objets à parois très minces en alliages à base d'aluminium : le moule est préchauffé à une température supérieure au point de fusion de l'alliage, la

coulabilité devient alors infinie ! On en conclura que le préchauffage du moule est un moyen très efficace de prolonger la « durée de vie » du métal à l'état liquide, et que ce paramètre sera à considérer avec la plus grande attention lors de nos expérimentations.

3. L'effet du plomb : premiers essais expérimentaux

Notre travail n'est pas le premier du genre à expérimenter l'effet d'un fort ajout de plomb sur la coulabilité des alliages à base de cuivre. Déjà Louis Siret, après avoir fait réaliser des analyses élémentaires sur des objets de la fin de l'âge du Bronze ibérique et français, s'était longuement interrogé sur les motivations pour les fortes teneurs en plomb (Siret, 1913, p. 353). Cela l'avait conduit à mener ses propres expériences en coulant des haches à talon dans des moules bivalves : il procédait en ajoutant le plomb en fin de coulée, ayant imaginé que la ségrégation du plomb était due à un mauvais mélange. On sait désormais que le présupposé de Siret était totalement erroné, et que cette ségrégation est due à l'insolubilité du plomb dans le cuivre. Il faudra en fait attendre les années 1970-1980 pour que des recherches archéométallurgiques se consacrent spécifiquement aux propriétés des bronzes à forts taux de plomb.

3.1. Essais effectués par J. Young (1972)

Le premier travail est un simple mémoire de *Bachelor of Science « The addition of lead to alloys in the Late Bronze Age »* réalisé par Judith Young, non publié, et qui circule comme tel depuis plus de 40 ans (Young, 1972). Le but de l'étude était d'essayer de comprendre la raison pour laquelle on avait ajouté du plomb dans pratiquement tous les bronzes de la fin de l'âge du Bronze britannique, en examinant d'une part l'effet du plomb sur les propriétés mécaniques de l'alliage, et d'autre part son influence sur la coulabilité.

La première tâche de J. Young a consisté à couler des tiges d'environ 10 mm de diamètre et 100 mm de long dans trois types de moule (en cuivre, en sable

pressé, et en argile cuite). L'alliage est un bronze à 10 wt% d'étain renfermant 0, 1, 2, 5, 7 ou 10 wt% de plomb. Les 18 tiges obtenues ont subi une batterie d'essais mécaniques : dureté Vickers, test d'impact et mesure de l'écrouissage provoqué, test d'élasticité et de résistance à la rupture, test de résistance à l'usure. Certains échantillons ont ensuite fait l'objet d'une caractérisation métallographique. Les résultats obtenus ont permis à J. Young de proposer des critères permettant de distinguer *a posteriori* le moyen de reconnaître le type de moule ayant servi à couler les bronzes au plomb. Elle constata aussi que malgré les additions de plomb effectuées, le bronze conservait de bonnes propriétés mécaniques.

Dans la seconde partie de son travail expérimental, J. Young a réalisé les fameux tests de coulabilité déjà évoqués, en se basant cette fois sur une gamme de huit bronzes à 10 wt% d'étain et contenant 0, 1, 2, 5, 10, 12 ou 15 wt% de plomb. Dans un premier temps, elle essaya de faire couler ces alliages sur une plaque d'acier dans laquelle des gouttières en forme de V de 2 mm d'ouverture avaient été creusées puis poteyées au graphite. Ce fut un échec complet, le moule dissipait tellement rapidement la chaleur que le bronze se figeait immédiatement, même dans le cas où le moule avait été préchauffé en le portant au rouge. Par ailleurs, le bronze avait tendance à se répandre sur la plaque plutôt que d'emprunter les gouttières. Le même type de montage fut réalisé en graphite, avec cette fois des gouttières en U de 3 mm d'ouverture. Le métal coulait cette fois si bien que pour certains alliages les canaux étaient trop courts (aux alentours de 7,5 cm). Le troisième et dernier montage de ce type fut réalisé en amiante avec une plaque plus grande (gouttières d'environ 25 cm de longueur). Le métal troua malheureusement la plaque après les premiers essais. J. Young abandonna alors totalement le modèle des gouttières horizontales, pour un nouveau concept où le but était de couler verticalement des tiges. Le premier moule fut réalisé en argile et perforé de trous de 1,5 mm de diamètre. Ce diamètre s'avéra insuffisant, certains alliages ne pénétrant pas du tout dans les canaux.

Les derniers essais de coulabilité, enfin couronnés de succès, furent réalisés dans un moule en sable basé exactement sur le même modèle que le moule précédent, mais avec des canaux de 3 mm de diamètre. Le dessin de ce modèle est malheureusement manquant, mais la description donnée dans le texte permet

d'en proposer une reconstitution (Figure 153, à gauche). J. Young montra que l'addition de plomb avait un effet positif pour plusieurs raisons. Tout d'abord, grâce à l'ajout de plomb, le métal fond plus rapidement (le *liquidus* étant diminué). De surcroît, elle constata que le métal mettait plus longtemps à se solidifier. Elle démontra également que l'ajout de plomb améliorait la coulabilité, puisque des tiges plus longues avaient été obtenues lorsque du plomb était ajouté (Figure 153, à droite). Elle remarqua enfin que la coulabilité maximum était atteinte pour une addition de 2 % de plomb, et qu'elle n'évoluait plus par la suite. Ces conclusions, maintes fois reprises ensuite, firent le succès de la recherche de J. Young.

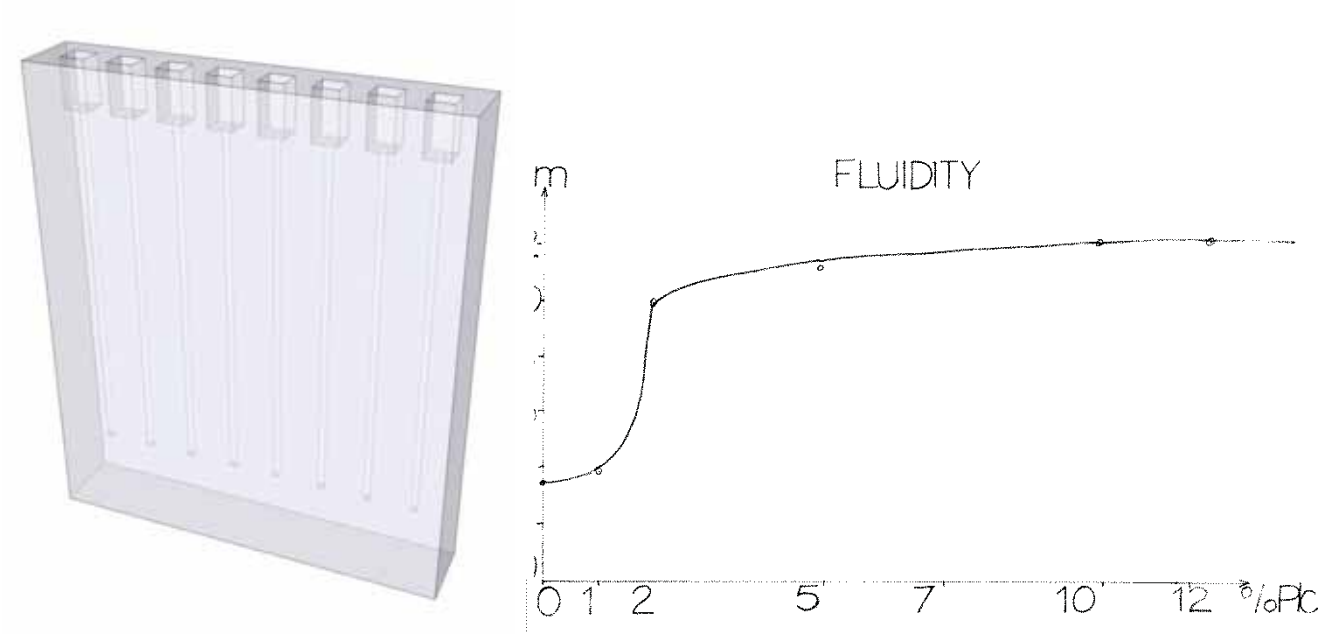


Figure 153 : À gauche, reconstitution du moule utilisé pour les essais de coulabilité d'après la description donnée dans le texte de J. Young (dessin B. Mille) : le moule est à base de sable et mesure 15x20x3 cm (LxHxP). Huit creux de 1x1x2 cm ont été aménagés sur la face supérieure, et un trou de 3 mm de diamètre a été foré au centre de chaque dépression. Une variante différente d'alliage a été coulée dans chaque canal. Il n'est pas signalé que le moule a été préchauffé, la température de coulée est la même pour tous les alliages (1250° C).

À droite, résultat des tests effectués : sur les huit alliages testés (bronzes à 10 wt% Sn et 0, 1, 2, 5, 7, 10, 12 ou 15 wt% Pb), seuls 5 résultats ont été reportés. L'échelle de gauche correspond à la longueur des tiges obtenue, malheureusement non reproduite sur l'exemplaire que nous avons consulté.

À droite : (Young, 1972, figure 9.3)

Les résultats obtenus par J. Young posent pourtant quelques problèmes. Le premier est que le vocabulaire employé par J. Young a probablement créé une certaine confusion. Les essais ont en effet été effectués dans le laboratoire de métallurgie de Warwick, sous la houlette de K. Bowen, éminent métallurgiste anglo-saxon. Lorsque J. Young emploie le terme *fluidity*, les archéométallurgistes n'ont en

général pas compris que cela recouvrait le concept entier de la coulabilité (cf. p. 385). On trouvera donc souvent que J. Young a prouvé que la fluidité au sens physique du terme, c'est-à-dire l'inverse de la viscosité, était abaissée par un ajout allant jusqu'à 2 wt% de plomb, voir par exemple (Staniaszek & Northover, 1982) ou dernièrement (Vincent*, et al.*, 2012). Or le paramètre responsable de cette amélioration de la coulabilité n'est probablement pas la viscosité, mais une diminution de la tension de surface de l'alliage. En effet, on observe que l'amélioration est obtenue dès les faibles teneurs, mais que le plafond est rapidement atteint, dès 2 wt% de plomb. Les résultats obtenus par J. Young rappellent tout à fait ce que nous avons précédemment présenté pour les tensions de surface du système Cu-Pb (Figure 151 à droite).

Il nous semble par ailleurs que le dernier montage utilisé par J. Young est affecté du même problème que celui qu'elle avait rapporté lorsque les essais en moule graphite avaient été réalisés. En effet, comment être certain que le maximum de coulabilité se trouve réellement à 2 wt% de plomb, puisque la longueur maximale du canal était déjà atteinte ? Les alliages plus chargés n'auraient-ils pas pu couler plus loin si les canaux avaient été plus longs ? D'une façon plus globale, il est manifeste que le temps manquait pour terminer les essais de coulabilité tels que J. Young les avait initialement souhaités. Ainsi, alors que le mode opératoire des tests mécaniques est très bien décrit, que les tests en question ont été répétés pour évaluer les erreurs de mesure, que les différentes étapes de la mise au point du modèle expérimental sont relatées en détail, les tests de coulabilité ont quant à eux été conduits une seule fois. Une seule température de coulée a été testée (1250 °C), la température de préchauffage du moule n'est pas précisée (à température ambiante ?), et surtout, sur les huit alliages testés, seuls cinq résultats sont reportés sans que cela soit justifié (Figure 153 à droite). Il semble donc que la mise au point d'un système pour les essais de coulabilité se soit faite au détriment des tests eux-mêmes. Il ne s'agit pas de remettre en question les résultats obtenus, il est indéniable que J. Young a observé une amélioration de la coulabilité pour un ajout de 2 wt% de plomb. Nous faisons simplement remarquer que les conditions opératoires ne sont pas suffisamment décrites, que l'influence de certains paramètres n'a pas été testée (en particulier températures de préchauffage du moule et de coulée des alliages), et que l'effet des forts ajouts de plomb (15 wt% et

au-delà) ne pouvait sans doute pas être correctement évalué avec le protocole adopté.

3.2. Essais effectués par B.E.P. Staniaszek et P. Northover (1982)

EN 1982, B.E.P. Staniaszek et P. Northover ont entrepris de nouvelles recherches sur les propriétés des bronzes au plomb au département de métallurgie de l'université d'Oxforfd (Staniaszek & Northover, 1982). Ils élargirent la gamme des bronzes au plomb testés (10 wt% d'étain, et 0, 2, 5, 10, 15 et 20 wt% de plomb). Des barres de 12 mm de diamètre pour 100 et 150 mm de longueur furent coulées, soit en moule métallique (acier), soit en moule creusé dans la pierre (serpentine), soit en moule façonné en argile ; la température de préchauffage des moules était dans tous les cas de 100° C, la température de coulée des alliages était de 1200° C, après la coulée les moules ont été laissés à refroidir à l'air ambiant. Les recherches entreprises ne sont malheureusement pas focalisées sur la coulabilité, B.E.P. Staniaszek et P. Northover considérant que le problème avait déjà été résolu par J. Young :

Some work was done about 10 years ago (Young, 1972) with a limited range of compositions. The influence of casting conditions was well established and the effect of lead on the viscosity of the melt determined.

Le travail a donc surtout consisté à effectuer de nouveaux essais mécaniques et des tests de mise en forme par déformation plastique, à caractériser en métallographie les échantillons résultant de ces essais, et à cartographier à la microsonde la répartition du plomb.

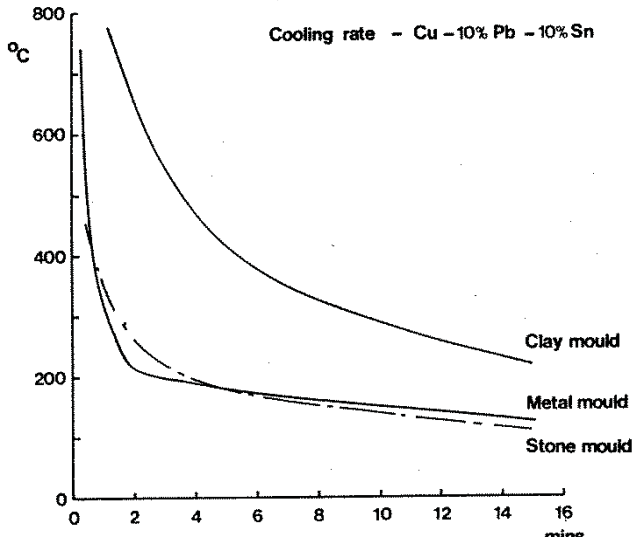


Figure 154 : courbes de refroidissement d'un bronze à 10 wt% de Sn et de Pb coulé dans le métal, dans la pierre ou dans l'argile, moules préchauffés à 100° C et refroidis à l'air après coulée.

(D'après Staniaszek & Northover, 1982, figure 4)

Cependant, même s'il n'y a pas eu à proprement parler d'essais de coulabilité, B.E.P. Staniaszek et P. Northover ont observé et rapporté quelques informations intéressantes sur les bronzes à fort taux de plomb. Ils remarquèrent en particulier que pour un bronze à 10 wt% d'étain et de plomb, la solidification était quasiment immédiate pour les moules en acier et en serpentine, alors qu'il fallait plus de sept minutes pour passer sous la température de *liquidus* du plomb dans le cas des moules en argile (Figure 154). Ils conclurent d'ailleurs leur article sur le fait que les propriétés des bronzes au plomb dépendaient en grande partie de la vitesse de refroidissement, et que cette dernière était à la fois fonction de la température de coulée, du matériau du moule, de la masse du moule, et de la température de préchauffage.

4. Effet du plomb sur la coulabilité du cuivre et du bronze : bilan de nos connaissances.

Le point le plus remarquable de cette revue des propriétés physico-chimiques est un étonnant paradoxe : les alliages cuivreux à fort taux de plomb se classent parmi les alliages à long intervalle de solidification, qui en métallurgie moderne sont réputés posséder une mauvaise coulabilité. Or lorsque nous avons

passé en revue les usages de ces alliages au cours des périodes préindustrielles (cf. Chapitre 8), nous avons formulé une hypothèse totalement antagoniste à l'opinion moderne : les artisans fondeurs des temps anciens pratiquaient le fort ajout de plomb pour améliorer la coulabilité des alliages cuivreux, cela leur aurait par exemple permis de diminuer très significativement l'épaisseur des parois métalliques de la grande statuaire.

Si l'on revient aux tests modernes de coulabilité, nous avons vu que la mauvaise réputation des alliages à long intervalle de solidification vient de leur mode de solidification (Figure 150). Pour sortir de l'apparente contradiction dans laquelle nous nous trouvons, il ne faudra donc pas hésiter à explorer des conditions de solidification assez différentes de celles pratiquées pour ces tests modernes de coulabilité. Ces tests sont généralement effectués dans un moule métallique permanent, ce qui induit des vitesses de refroidissement très élevées (Tableau 17), souvent encore renforcées par le fait que ces moules métalliques ne sont pas ou peu préchauffés. Les essais de coulée de bronze au plomb réalisés d'une part par Young, et d'autre part par Staniaszek et Northover ont déjà montré la très grande importance de la vitesse de solidification de ces alliages, et les meilleurs résultats ont été obtenus avec les moules dont le matériau permettait de ralentir la vitesse de refroidissement. Au final, on notera cependant que J. Young est la seule à avoir mené de véritables essais de coulabilité, et que personne ne s'est finalement intéressé à la question principale de notre présent travail : comment un fort ajout de plomb peut-il améliorer la coulabilité ?

Chapitre 10 : étude expérimentale de l'effet du plomb sur la coulabilité du cuivre et du bronze

Nous faisons face à une véritable régularité : les Anciens pratiquaient le fort ajout de plomb dans les alliages cuivreux, et tout indique que cet ajout a été effectué pour en améliorer la coulabilité. Le but de nos simulations expérimentales sera donc de découvrir les conditions selon lesquelles il faut opérer pour obtenir ces caractéristiques exceptionnelles, et éventuellement d'essayer de comprendre le mécanisme en jeu.

Nous avons par ailleurs identifié les principaux paramètres susceptibles d'exercer une influence sur la coulabilité et tiré les enseignements des recherches précédentes sur le sujet. Cela permet de définir le cadre des essais de coulabilité à mener, en gardant pour fil conducteur le précepte de *fluid life* de P. Beeley : si l'on souhaite améliorer la coulabilité des alliages cuivreux à fort taux de plomb, il faut réussir à prolonger leur durée de vie à l'état liquide.

Pour ce qui concerne les types d'alliages cuivreux à expérimenter, nous comparerons d'une part la coulabilité du cuivre non allié à la coulabilité du cuivre au plomb, puisque nous avons vu que cet alliage aurait été inventé au Balochistan afin de pouvoir réaliser les premières fontes à la cire perdue dès la fin du 5e millénaire av. J.-C (cf. p.363). Nous confronterons également le bronze au bronze au plomb, ce dernier alliage semblant être la clé de la réussite des fontes à parois très fines (cf. p. 367).

La teneur en plomb sera testée sur une plus large échelle de variation que les essais qui avaient été effectués par J. Young, qui n'avaient pas dépassé le seuil de 12 %, alors que 15 % semble être le minimum requis pour obtenir un effet important sur la coulabilité si l'en s'on tient aux données issues des analyses de composition que nous avons rassemblées.

Tout indique enfin que la vitesse de solidification joue un rôle prépondérant sur la coulabilité des alliages cuivreux à fort taux de plomb. Nous avons vu lorsque nous avons discuté les propriétés thermiques des moules que la vitesse de refroidissement est d'abord et avant tout contrôlée par le matériau du moule. Afin de mesurer cette influence, nous effectuerons deux types d'essais. Le premier type sera réalisé en moule métallique permanent en conditions proches de ce qui est pratiqué pour les tests modernes de coulabilité (vitesse de refroidissement très rapide). Le second type d'essai tendra quant à lui à se rapprocher le plus possible des techniques de fabrication des objets anciens que nous étudions, c'est-à-dire que nous procèderons par une fonte à la cire perdue effectuée en moule non permanent fait de plâtre (vitesse de refroidissement beaucoup plus lente).

1. Expérimentations en moule métallique permanent

1.1. Le moule en triple spirale

Les expérimentations en moule métallique permanent ont été conduites en collaboration avec P. Piccardo, professeur de métallurgie au département de chimie et chimie industrielle de l'université de Gênes (Italie). Le modèle que nous avons choisi pour les tests de coulabilité est un moule d'un nouveau type, dit en triple spirale, et qui a été mis au point dans ce même laboratoire au cours de la thèse de R. Amendola (Figure 155). L'intérêt de multiplier le nombre de spirales est à la fois d'améliorer la répétabilité des mesures et d'effectuer plus rapidement un grand nombre d'essais. L'objectif principal de la thèse de R. Amendola était de tester la coulabilité du bronze binaire cuivre-étain ; l'effet du plomb a également été évalué, mais pour des teneurs ne dépassant pas 10 wt% (Amendola, 2010).

Afin que les essais déjà réalisés puissent être intégrés dans notre problématique, nous avons étendu la gamme des alliages cuivre-plomb par la réalisation de nouveaux essais pour des ajouts allant jusque 30 wt% de plomb. Ainsi en 2009, A. Adobati, R. Amendola et P. Piccardo avaient réalisé 48 essais de coulabilité : 3 pour le cuivre non allié, 31 pour le bronze et 14 pour le cuivre au

plomb. Pour compléter les conditions et les alliages testés, A. Adobati, B. Mille et P. Piccardo ont procédé à 19 essais supplémentaires : 13 en 2010 pour le cuivre au plomb, et 6 en 2011 en changeant de poteyage.

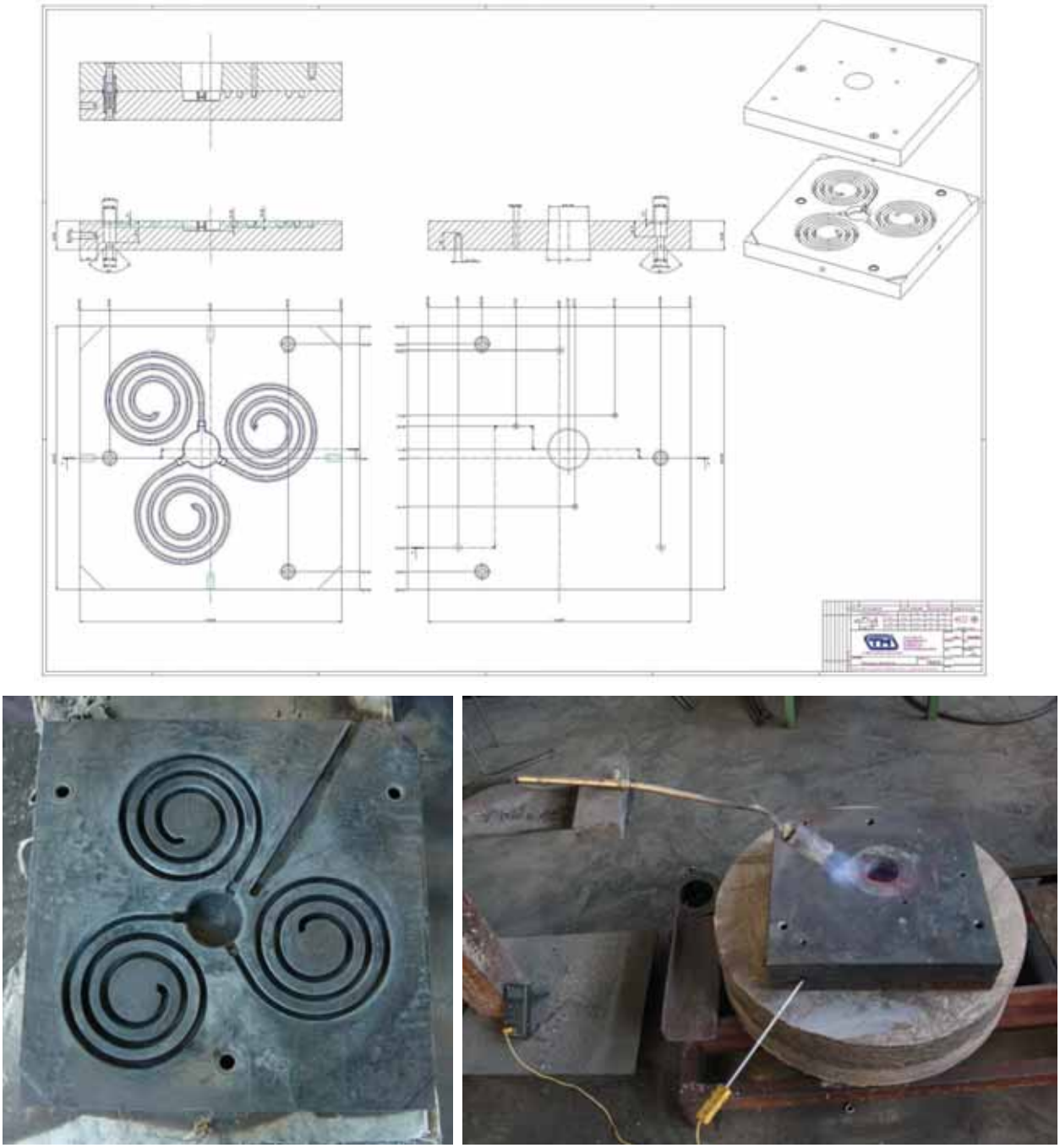


Figure 155 : en haut : dessin technique du moule permanent en acier C45. Chaque spirale mesure 95 cm de longueur, les canaux sont de section trapézoïdale pour faciliter le démoulage, la superficie de cette section vaut 0,75 cm². Le métal est coulé par le puits central d'alimentation, des évents placés aux extrémités des spirales permettent de chasser l'air et les gaz pendant la coulée. En bas à gauche : détail du moule. En bas à droite : préchauffage du moule muni de son couvercle à 320° C au moyen d'un chalumeau.

En haut, (Amendola, 2010, figure 5.10)

Tous les essais ont été effectués à la fonderie Metal Leghe située à Urgnano (Italie) sous la direction d'Andrea Adobati, directeur de la fonderie (Figure 156).

Figure 156 : à gauche, prise de température de l'alliage dans le creuset en sortie de four ; à droite, coulée par A. Adobati.

1.2. Conditions des coulées

Les conditions des coulées ont été fixées comme suit :

Coulée : quantité fixée à 4 kg d'alliage préparé et mis à fondre dans un creuset placé dans un four à gaz.

Température de coulée : surchauffe ΔT de 50 à 250° C au-dessus de la température du *liquidus*. Au minimum, trois températures distinctes ont été testées, de façon à vérifier qu'il existe bien une relation linéaire entre coulabilité et surchauffe.

Désoxydation du métal liquide : du phosphure de cuivre Cu_3P a été ajouté dans le creuset afin de limiter l'oxydation du bain. Cette désoxydation des alliages cuivreux est une pratique habituelle des fonderies modernes. Pour mesurer l'éventuelle influence du phosphore sur la coulabilité, les derniers essais (ceux de 2011) ont été effectués sans Cu_3P, le métal liquide étant alors protégé de l'oxygène de l'air par des charbons de bois déposés en surface du bain.

Poteyage du moule : le moule étant métallique, il est susceptible d'être mouillé par le métal liquide et a donc besoin d'un revêtement de protection, le poteyage (cf. Chapitre 9 § 2.3, mouillage et rugosité de surface, p. 394). Le poteyage utilisé a été une solution de graphite colloïdal en suspension dans l'alcool, hormis pour les 6 derniers essais de 2011 pour lesquels du kaolin en suspension dans l'eau a été appliqué dans le moule.

Préchauffage du moule : fixé à 300-320 °C.

1.3. Evaluation de la coulabilité : la longueur équivalente

L'évaluation de la coulabilité se fait en mesurant la longueur de chaque spirale (L, exprimé en cm). Cette longueur n'est cependant pas toujours simple à mesurer, le métal ne remplissant pas toujours complètement le canal, notamment au niveau des extrémités des spirales (Figure 157). Pour pallier à cette difficulté, R. Amendola a proposé de remplacer la longueur par le concept de longueur équivalente L_{eq}, qui se définit comme étant la longueur théorique que ferait une spirale si le volume V de métal remplissait de façon homogène la section S du canal (Amendola, 2010, p. 94) :

$$L_{eq}(cm) = \frac{V\ (cm^3)}{S\ (cm^2)}$$

La détermination du volume V s'effectue en pesant d'une part chaque spirale, et en déterminant d'autre part la masse volumique de chaque nuance d'alliage (en utilisant une balance et en effectuant une pesée dans l'air puis une pesée dans l'eau), l'équation précédente devient alors :

$$L_{eq}(cm) = \frac{m\ (g)/\ \rho\ (gcm^{-3})}{S\ (cm^2)}$$

Pour exprimer les résultats des expérimentations en moule permanent, nous adopterons ce nouveau concept proposé par R. Amendola, qui ne présente que des avantages. En revanche, nous ferons observer que les résultats des essais dans la thèse de R. Amendola n'expriment pas la longueur équivalente d'une spirale, mais la somme des longueurs équivalentes :

$$\Sigma L_{eq} = L_{eq}\ (spirale\ 1) + L_{eq}\ (spirale\ 2) + L_{eq}\ (spirale\ 3)$$

Pour connaître la longueur équivalente moyenne d'une spirale, il aurait fallu diviser ΣL_{eq} par le nombre de spirales

$$\overline{L_{eq}} = \frac{\Sigma L_{eq}}{3}$$

Par souci d'homogénéité de nos résultats avec ceux de R. Amendola, nous présenterons également nos résultats en fonction de ΣL_{eq}.

Figure 157 : résultat d'un essai de coulabilité, remarquer l'amincissement de l'extrémité des spirales.

1.4. Coulabilité du bronze : résultats et discussion

Nous avons déjà exposé les propriétés du bronze, et en particulier son important intervalle de solidification, ce qui du point de vue de la coulabilité devrait le désavantager vis-à-vis du cuivre non allié. Et pourtant, cet alliage est étroitement associé au formidable développement des techniques de mise en forme par fonderie des périodes préindustrielles. Le paradoxe souligné pour les forts ajouts de plomb dans le cuivre s'applique donc également aux additions d'étain. Voyons alors si les résultats obtenus en moule métallique permanent sont plutôt en accord avec le savoir-faire empirique des anciens fondeurs, ou s'ils confirment les préceptes de la métallurgie moderne.

Figure 158 : exemples de spirales classées par teneur croissante en étain

Une comparaison des spirales obtenues est présentée en Figure 158. La totalité des résultats, incluant les conditions particulières de chaque essai et la détermination de la somme des longueurs équivalentes des spirales figure sur le Tableau 18. À partir de ces données, il est possible de tracer le graphique de la coulabilité pour chacune des nuances de bronze (Figure 159). Avant d'aller plus loin, il est nécessaire de discuter la situation du bronze à 10 wt% d'étain. Nous avons en effet remarqué que R. Amendola avait effectué une erreur de calcul ayant conduit à minorer d'un facteur 3 la coulabilité de cet alliage. Une fois corrigés de cette erreur, les résultats sont en décalage total vis-à-vis des autres essais : d'une part cette tendance à la très bonne coulabilité ne se retrouve pas sur les nuances voisines (cf. 8 wt% et 11 wt%), et d'autre part les essais complémentaires que nous avons réalisés en 2011 sont eux aussi en désaccord. Nous avons donc préféré exclure les essais effectués pour Cu10Sn[78].

[78] Les 6 essais qui posent problème auraient tous été effectués le même jour (comm. personnelle P. Piccardo janvier 2014). Les résultats aberrants sont reportés en « barré » dans le Tableau 18.

Alliage	T_c (°C)	T_{liq} (°C)	ΔT (°C)	Désoxydant	Poteyage	Date	Σm (g)	ρ (gcm^{-3})	$ΣI_{eq}$ (cm)
Cu	1146	1085	61	Cu_3P	Graphite	2009	852	8,9	127
Cu	1155	1085	70	Cu_3P	Graphite	2009	904	8,9	135
Cu	1167	1085	82	Cu_3P	Graphite	2009	982	8,9	147
Cu	1226	1085	141	CdB	Graphite	2011	702	8,9	105
Cu	1200	1085	115	CdB	Kaolin	2011	1027	8,9	154
Cu 1Sn	1151	1080	71	Cu_3P	Graphite	2009	154	8,9	23
Cu 1Sn	1163	1080	83	Cu_3P	Graphite	2009	170	8,9	26
Cu 1Sn	1200	1080	120	Cu_3P	Graphite	2009	236	8,9	36
Cu 2Sn	1135	1075	60	Cu_3P	Graphite	2009	155	8,8	23
Cu 2Sn	1179	1075	104	Cu_3P	Graphite	2009	240	8,8	36
Cu 2Sn	1212	1075	137	Cu_3P	Graphite	2009	305	8,8	46
Cu 4Sn	1140	1063	78	Cu_3P	Graphite	2009	172	8,8	26
Cu 4Sn	1151	1063	89	Cu_3P	Graphite	2009	177	8,8	27
Cu 4Sn	1182	1063	120	Cu_3P	Graphite	2009	261	8,8	39
Cu 6Sn	1166	1047	119	Cu_3P	Graphite	2009	165	8,9	25
Cu 6Sn	1170	1047	123	Cu_3P	Graphite	2009	200	8,9	30
Cu 6Sn	1177	1047	130	Cu_3P	Graphite	2009	223	8,9	34
Cu 8Sn	1145	1032	113	Cu_3P	Graphite	2009	261	8,9	39
Cu 8Sn	1164	1032	132	Cu_3P	Graphite	2009	348	8,9	52
Cu 8Sn	1167	1032	135	Cu_3P	Graphite	2009	355	8,9	53
Cu 10Sn	1066	1012	54	Cu_3P	Graphite	2009	566	8,9	~~85~~
Cu 10Sn	1100	1012	88	Cu_3P	Graphite	2009	1064	8,9	~~160~~
Cu 10Sn	1117	1012	105	Cu_3P	Graphite	2009	1319	8,9	~~198~~
Cu 10Sn	1120	1012	108	Cu_3P	Graphite	2009	1354	8,9	~~204~~
Cu 10Sn	1138	1012	126	Cu_3P	Graphite	2009	1615	8,9	~~243~~
Cu 10Sn	1145	1012	133	Cu_3P	Graphite	2009	1724	8,9	~~259~~
Cu 10Sn	1215	1012	203	CdB	Graphite	2011	392	8,9	59
Cu 10Sn	1162	1012	150	CdB	Kaolin	2011	820	8,9	123
Cu 11Sn	1149	1000	149	Cu_3P	Graphite	2009	151	8,9	23
Cu 11Sn	1171	1000	171	Cu_3P	Graphite	2009	219	8,9	33
Cu 11Sn	1188	1000	188	Cu_3P	Graphite	2009	326	8,9	49
Cu 12Sn	1147	995	152	Cu_3P	Graphite	2009	274	8,9	41
Cu 12Sn	1167	995	172	Cu_3P	Graphite	2009	304	8,9	46
Cu 12Sn	1214	995	219	Cu_3P	Graphite	2009	358	8,9	54
Cu 13Sn	1077	985	92	Cu_3P	Graphite	2009	307	8,8	47
Cu 13Sn	1122	985	137	Cu_3P	Graphite	2009	314	8,8	48
Cu 13Sn	1215	985	230	Cu_3P	Graphite	2009	342	8,8	52
Cu 14Sn	1115	973	143	Cu_3P	Graphite	2009	214	8,8	32
Cu 14Sn	1158	973	186	Cu_3P	Graphite	2009	246	8,8	37
Cu 14Sn	1212	973	240	Cu_3P	Graphite	2009	301	8,8	46

Tableau 18 : résultats des essais de coulabilité en moule métallique pour le cuivre et le bronze. T_C : temp. de coulée, T_{liq} : liquidus, ΔT : surchauffe, Cu_3P : phosphure de cuivre, CdB : charbon de bois, Σm : masse des 3 spirales, ρ : masse volumique du métal, $ΣI_{eq}$: somme des longueurs équivalentes.

(D'après Amendola, 2010, complété par les essais de 2011 et calculs corrigés pour Cu10Sn)

La première information que nous pouvons tirer de ces résultats est que la relation linéaire entre surchauffe et coulabilité rapportée par P. Beeley pour les métaux purs et les alliages (Figure 149) est très bien respectée pour les essais réalisés sur le cuivre et le bronze (Figure 159). Dans tous les cas la coulabilité Σl_{eq} croît avec la surchauffe ΔT, et le coefficient de corrélation entre les deux variables est meilleur que 0,95, hormis pour Cu6Sn (0,93), mais cela est sans doute plus lié à la faible étendue des surchauffes (de 119 à 130° C), qu'à un réel problème de linéarité.

La seconde information est que le cuivre possède une bien meilleure coulabilité que le bronze en moule métallique. Les photographies présentées (Figure 158) sont tout à fait évocatrices des résultats que nous avons obtenus : les spirales ont systématiquement été nettement plus complètes pour le cuivre que pour le bronze, quelle que soit la teneur en étain.

À partir des équations de droite de régression calculées pour chaque variante de bronze (Figure 159), il est possible d'extrapoler les résultats pour n'importe quelle température de surchauffe. Nous avons ainsi recalculé la coulabilité Σl_{eq} pour des températures de surchauffe ΔT constantes, allant de +100 à +400° C (Figure 160, à gauche). Cela permet d'une part de comparer la coulabilité des différents alliages pour une même surchauffe, et d'autre part cela met plus facilement en évidence d'éventuelles tendances. On constate ainsi que si la surchauffe améliore effectivement la coulabilité du bronze en moule métallique, il est illusoire de penser que cela peut constituer la solution de notre problème. En effet, quelle que soit la surchauffe, aucun bronze ne peut rivaliser avec le cuivre non allié. Dans le détail, on observe que la coulabilité est très basse pour Cu1Sn à Cu4Sn ($\Sigma l_{eq} \approx 60$ cm pour un ΔT de 200° C), qu'elle monte aux alentours de 100 cm pour Cu6Sn et Cu8Sn, avant de s'effondrer à nouveau pour Cu11Sn à Cu14Sn (moins de 50 cm) ; le cuivre non allié fixant quant à lui la barre à plus de 250 cm…

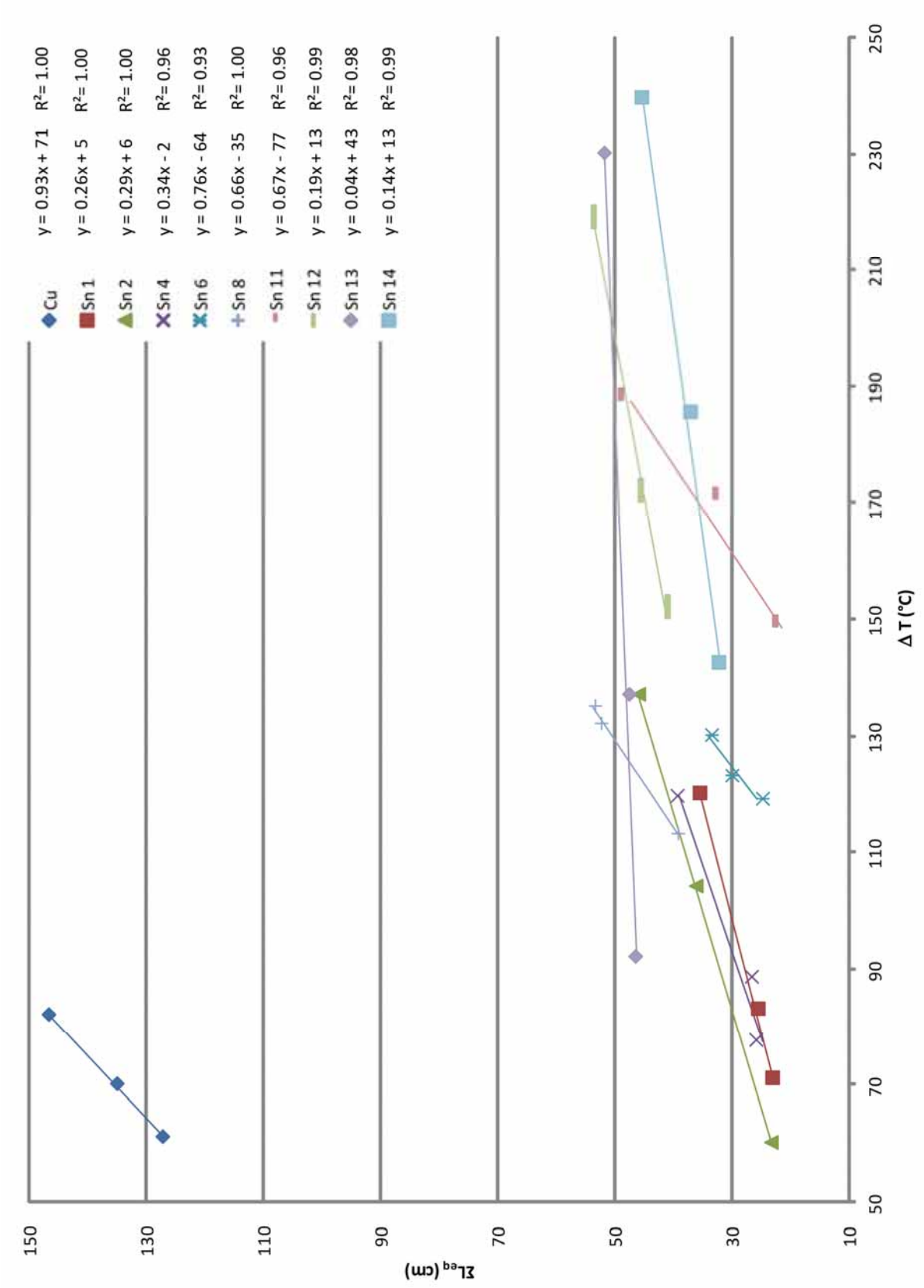


Figure 159 : résultats des essais de coulabilité en moule métallique poteyé au graphite pour le cuivre non allié et le bronze : somme des longueurs équivalentes des spirales en fonction de la température de surchauffe.

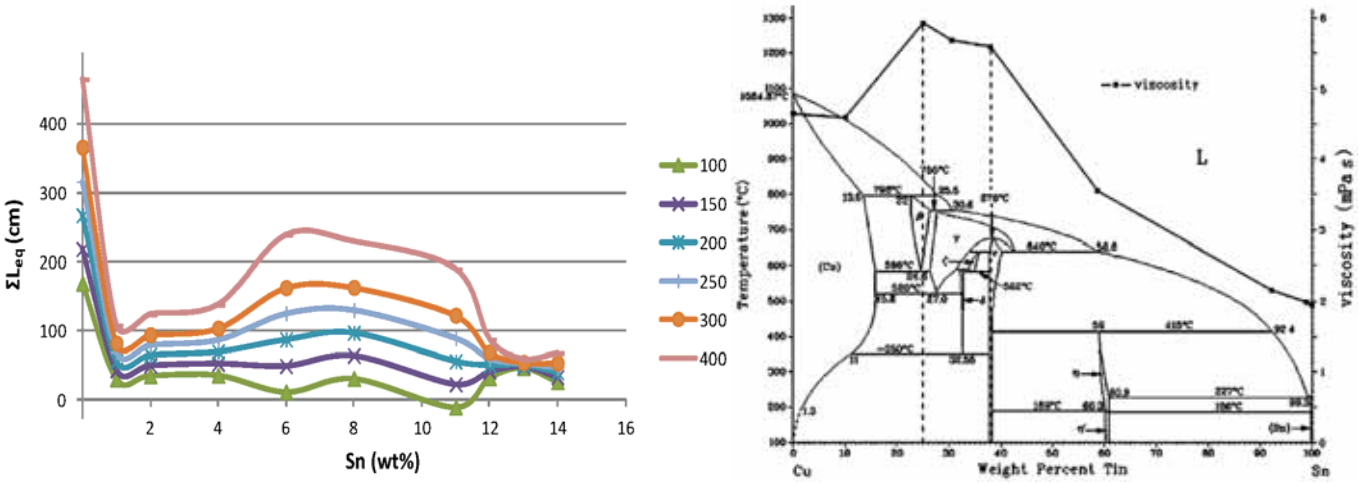


Figure 160 : À gauche, coulabilité Σl_{eq} du bronze en moule métallique à surchauffe ΔT constante, données extrapolées à partir des équations de droite de la figure précédente. À droite, viscosité du bronze en fonction de la teneur en étain.

À droite,(d'après Tan, et al., 2007)

Les résultats sont donc non équivoques : en moule métallique et dans les conditions testées, la comparaison cuivre non allié / bronze est conforme à la prédiction de la métallurgie moderne selon laquelle une coulabilité élevée est associée aux métaux qui se solidifient à température constante (métaux purs et alliages eutectiques), tandis que les alliages dont l'intervalle de solidification est important, sont affectés d'une mauvaise coulabilité.

Grâce à l'ajout de phosphure de cuivre Cu_3P (désoxydant), la coulabilité du cuivre non allié n'a pas été trop gênée par les gaz dissous et par la formation de porosités, ce qui a rendu possible le mécanisme de cristallisation des métaux purs décrit dans la littérature. Le cuivre a donc bien continué de circuler au centre du canal, tandis que la périphérie se solidifiait progressivement, et cela jusqu'à dissipation complète de la chaleur latente de cristallisation.

Nous avons par ailleurs vérifié la mauvaise coulabilité du bronze, et là aussi le mécanisme proposé s'accorde parfaitement avec les résultats obtenus : les longs et fragiles cristaux dendritiques ont rapidement bloqué la circulation du métal dans le moule. Si nous avons constaté la mauvaise coulabilité du bronze, il reste cependant à expliquer les disparités observées. L'effondrement observé au-delà de 8 wt% se corrèle plutôt bien avec les données récemment publiées sur la viscosité du bronze, qui passe de 4.6 mPa.S. pour Cu10Sn à 5.8 mPa.S. pour Cu25Sn (Figure 160, à droite). Selon les auteurs de cette étude, l'augmentation de la

viscosité est liée à la formation de composés intermétalliques pendant la solidification, et en particulier de Cu_5Sn, c'est-à-dire la phase β (Tan*, et al.*, 2007, p. 4). Il est en revanche bien plus difficile d'expliquer la baisse très brutale de la coulabilité lorsque l'on passe de 0 à 1 wt% d'étain. Aucun des paramètres que nous avons listés (Tableau 14) ne semble pouvoir être responsable d'une chute aussi marquée : la différence de mode de cristallisation devrait jouer de façon beaucoup plus progressive, l'ajout d'étain ne peut que diminuer la tension de surface du métal liquide, la viscosité n'est pas modifiée, et les autres paramètres ne sont pas opérants. Le facteur responsable de la mauvaise coulabilité des bronzes à faible teneur en étain en moule métallique reste donc à identifier.

1.5. Coulabilité du cuivre au plomb : résultats et discussion

Le fort ajout de plomb dans les alliages à base de cuivre est le cœur de la problématique de cette dernière partie. Il semble que ces additions ont été effectuées pour améliorer la coulabilité du métal aux périodes préindustrielles. Dans un premier temps –celui de l'invention de la fonte à la cire perdue, l'ajout a été effectué dans le cuivre ; bien plus tard, alors que le bronze avait été universellement adopté, on a cherché à améliorer ce dernier alliage par la même pratique, celle de l'ajout de plomb. Pourtant, plus encore que pour le bronze, nous n'attendons pas de bons résultats pour les essais de coulabilité en moule métallique. Le cuivre au plomb possède en effet un intervalle de solidification encore bien supérieur à celui du bronze. Dans les conditions que nous testons, qui s'inspirent directement des protocoles standards des essais industriels de coulabilité, nous risquons cette fois également de vérifier la prédiction selon laquelle un tel alliage ne possède pas une bonne coulabilité.

Les essais ont été réalisés selon des conditions rigoureusement identiques à celles des essais effectués sur les bronzes, et la démarche sera semblable, c'est-à-dire que nous comparerons l'alliage (ici le cuivre au plomb pour des teneurs comprises entre 2 et 30 wt%) au métal pur (ici le cuivre non allié).

Alliage	T_c (°C)	T_{liq} (°C)	ΔT (°C)	Désoxydant	Poteyage	Date	Σm (g)	ρ (gcm^{-3})	$Σl_{eq}$ (cm)
Cu	1146	1085	61	Cu_3P	Graphite	2009	852	8,9	127
Cu	1155	1085	70	Cu_3P	Graphite	2009	904	8,9	135
Cu	1167	1085	82	Cu_3P	Graphite	2009	982	8,9	147
Cu	1226	1085	141	CdB	Graphite	2011	702	8,9	105
Cu	1200	1083	117	CdB	Kaolin	2011	1027	8,9	154
Cu 2Pb	1129	1075	54	Cu_3P	Graphite	2009	220	8,9	33
Cu 2Pb	1180	1075	105	Cu_3P	Graphite	2009	226	8,9	34
Cu 2Pb	1217	1075	142	Cu_3P	Graphite	2009	219	8,9	33
Cu 5Pb	1164	1055	109	Cu_3P	Graphite	2009	150	9,0	22
Cu 5Pb	1180	1055	125	Cu_3P	Graphite	2009	190	9,0	28
Cu 5Pb	1200	1055	145	Cu_3P	Graphite	2009	167	9,0	25
Cu5Pb	1210	1055	155	CdB	Kaolin	2011	522	9,0	78
Cu 8Pb	1130	1045	85	Cu_3P	Graphite	2009	124	9,0	18
Cu 8Pb	1164	1045	119	Cu_3P	Graphite	2009	180	9,0	27
Cu 8Pb	1181	1045	136	Cu_3P	Graphite	2009	234	9,0	35
Cu 8Pb	1242	1045	197	Cu_3P	Graphite	2009	307	9,0	45
Cu 10Pb	1134	1035	99	Cu_3P	Graphite	2009	118	9,0	17
Cu 10Pb	1160	1035	125	Cu_3P	Graphite	2009	102	9,0	15
Cu 10Pb	1175	1035	140	Cu_3P	Graphite	2009	167	9,0	25
Cu 10Pb	1224	1035	189	Cu_3P	Graphite	2009	193	9,0	29
Cu10Pb	1172	1035	137	CdB	Kaolin	2011	358	9,0	53
Cu 15Pb	1097	1015	82	Cu_3P	Graphite	2010	147	9,0	22
Cu 15Pb	1170	1015	155	Cu_3P	Graphite	2010	319	9,0	47
Cu 15Pb	1200	1015	185	Cu_3P	Graphite	2010	307	9,0	46
Cu 15Pb	1241	1015	226	Cu_3P	Graphite	2010	421	9,0	62
Cu 20Pb	1161	1000	161	Cu_3P	Graphite	2010	184	9,0	27
Cu 20Pb	1200	1000	200	Cu_3P	Graphite	2010	280	9,0	42
Cu 20Pb	1208	1000	208	Cu_3P	Graphite	2010	221	9,0	33
Cu20Pb	1190	1000	190	CdB	Kaolin	2011	419	9,0	62
Cu 25Pb	1130	985	145	Cu_3P	Graphite	2010	173	9,0	26
Cu 25Pb	1149	985	164	Cu_3P	Graphite	2010	134	9,0	20
Cu 25Pb	1179	985	194	Cu_3P	Graphite	2010	204	9,0	30
Cu 30Pb	1141	975	166	Cu_3P	Graphite	2010	287	9,1	42
Cu 30Pb	1167	975	192	Cu_3P	Graphite	2010	429	9,1	63
Cu 30Pb	1219	975	244	Cu_3P	Graphite	2010	522	9,1	76
Cu30Pb	1095	975	120	CdB	Kaolin	2011	457	9,1	67

Tableau 19 : résultats des essais de coulabilité en moule métallique pour le cuivre et le cuivre au plomb. T_C : temp. de coulée, T_{liq} : *liquidus*, ΔT : surchauffe, Cu_3P : phosphure de cuivre, CdB : charbon de bois, Σm : masse des 3 spirales, ρ : masse volumique du métal, Σleq : somme des longueurs équivalentes

(D'après Amendola, 2010, complété par les essais de 2010 et de 2011)

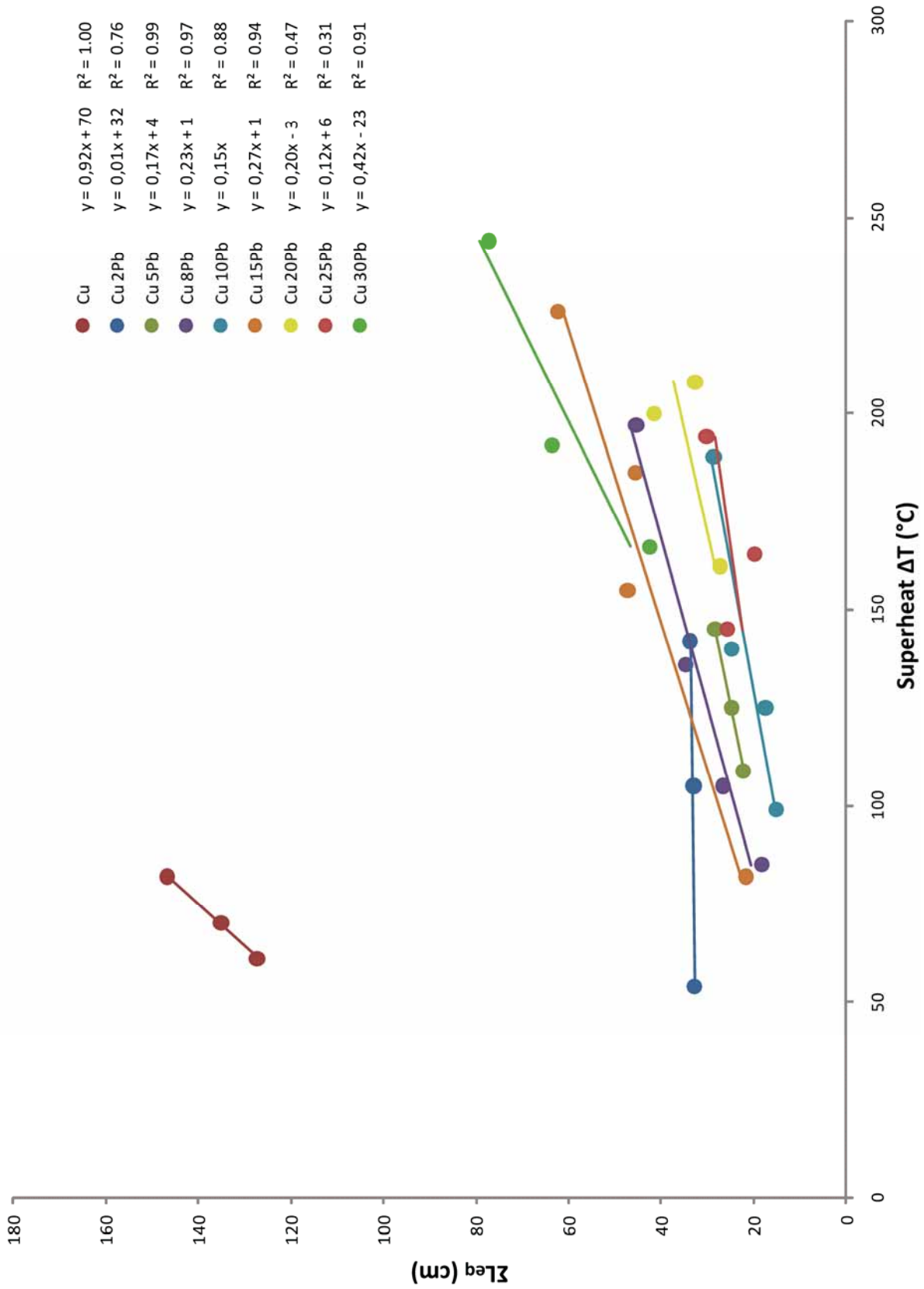


Figure 161 : résultats des essais de coulabilité en moule métallique poteyé au graphite pour le cuivre non allié et le cuivre au plomb : somme des longueurs équivalentes des spirales en fonction de la température de surchauffe

Figure 162 : exemples de spirales classées par teneur croissante en plomb

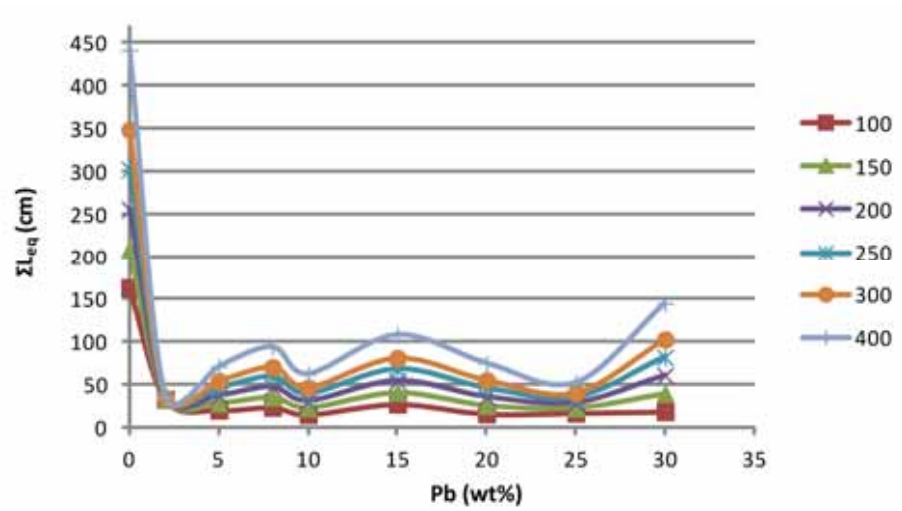


Figure 163 : coulabilité Σl_{eq} du cuivre au plomb en moule métallique à surchauffe ΔT constante, données extrapolées à partir des équations de droite de la Figure 161

L'interprétation des données se fonde à partir des mêmes types de documents que précédemment. La température de surchauffe ΔT a été déterminée pour chaque essai, les spirales ont été pesées, la masse volumique a été mesurée pour toutes les variantes de l'alliage, conduisant au calcul de la somme des longueurs équivalentes Σl_{eq} (Tableau 19). Le graphique de la coulabilité du cuivre

au plomb en fonction de la température de surchauffe est tracé à partir de ces données (Figure 161). Des exemples typiques des spirales obtenues sont également présentés de façon à permettre une confrontation directe des essais (Figure 162). Enfin, un dernier graphique permet de comparer la coulabilité recalculée de chaque alliage pour des températures de surchauffe constante (Figure 163).

La linéarité de la relation entre surchauffe ΔT et coulabilité Σl_{eq} est nettement moins bonne que pour le bronze (le coefficient de corrélation est par exemple inférieur à 0.5 pour Cu20Pb et Cu25Pb), mais la tendance reste tout de même globalement bien vérifiée. Les problèmes viendraient donc plus de la difficulté à reproduire les essais, qui seraient plus sensibles aux conditions de la coulée. On note également que la pente des droites de régression est beaucoup plus faible pour le cuivre au plomb (comprise entre 0,12 et 0,42), alors que les valeurs atteignaient 0,76 au maximum pour le bronze. Autrement dit, la surchauffe du métal est ici beaucoup moins efficace pour améliorer la coulabilité ; la pente de la droite est même nulle pour Cu1Pb.

En moule métallique, la coulabilité du cuivre au plomb est mauvaise : pour une surchauffe ΔT de +200° C, la coulabilité oscille entre 30 et 60 cm (3 « pics » à 8, 15 et 30 wt% de plomb). Ces valeurs sont à comparer aux 250 cm du cuivre non allié, et aux 50 à 100 cm du bronze. Les résultats confirment donc les craintes que nous avions initialement formulées : l'intervalle de solidification du cuivre au plomb étant plus important encore que celui du bronze, sa coulabilité en moule métallique est encore moins bonne.

Avant de modifier totalement le modèle expérimental, et notamment d'explorer d'autres modes de solidification du métal, nous avons voulu tester des conditions de mouillage différentes.

1.6. Coulabilité du cuivre au plomb dans un moule métallique poteyé au kaolin

En 2011, nous avons réalisé quelques essais supplémentaires. Nous avons tout d'abord vérifié que la méthode de désoxydation du métal n'était pas la cause de la mauvaise coulabilité. Deux essais ont pour cela été effectués en remplaçant le phosphure de cuivre Cu_3P par le dépôt de quelques charbons de bois en surface du creuset, cette technique étant de surcroît plus compatible avec les objets archéologiques que nous considérons (Tableau 18, un essai effectué avec le cuivre, un autre avec Cu10Sn). Cela n'a ni amélioré, ni dégradé la coulabilité, nous avons donc conservé ce mode de désoxydation pour la suite.

Nous avons par ailleurs voulu nous assurer que les mauvais résultats obtenus pour le plomb n'étaient pas liés à un problème de mouillage. Puisqu'il s'agit d'un moule métallique, rappelons en effet qu'il est susceptible d'être mouillé par le métal liquide si le poteyage au graphite que nous avons utilisé s'avère défaillant (cf. p. 394 § 2.3.2, Mouillage et rugosité de surface). L'idée générale étant de mettre le métal au contact d'un oxyde, nous avons choisi le kaolin, qui en plus d'être très réfractaire, nous rapproche des matériaux argileux des moules anciens (Figure 164).

Figure 164: poteyage du moule métallique par du kaolin en suspension dans l'eau

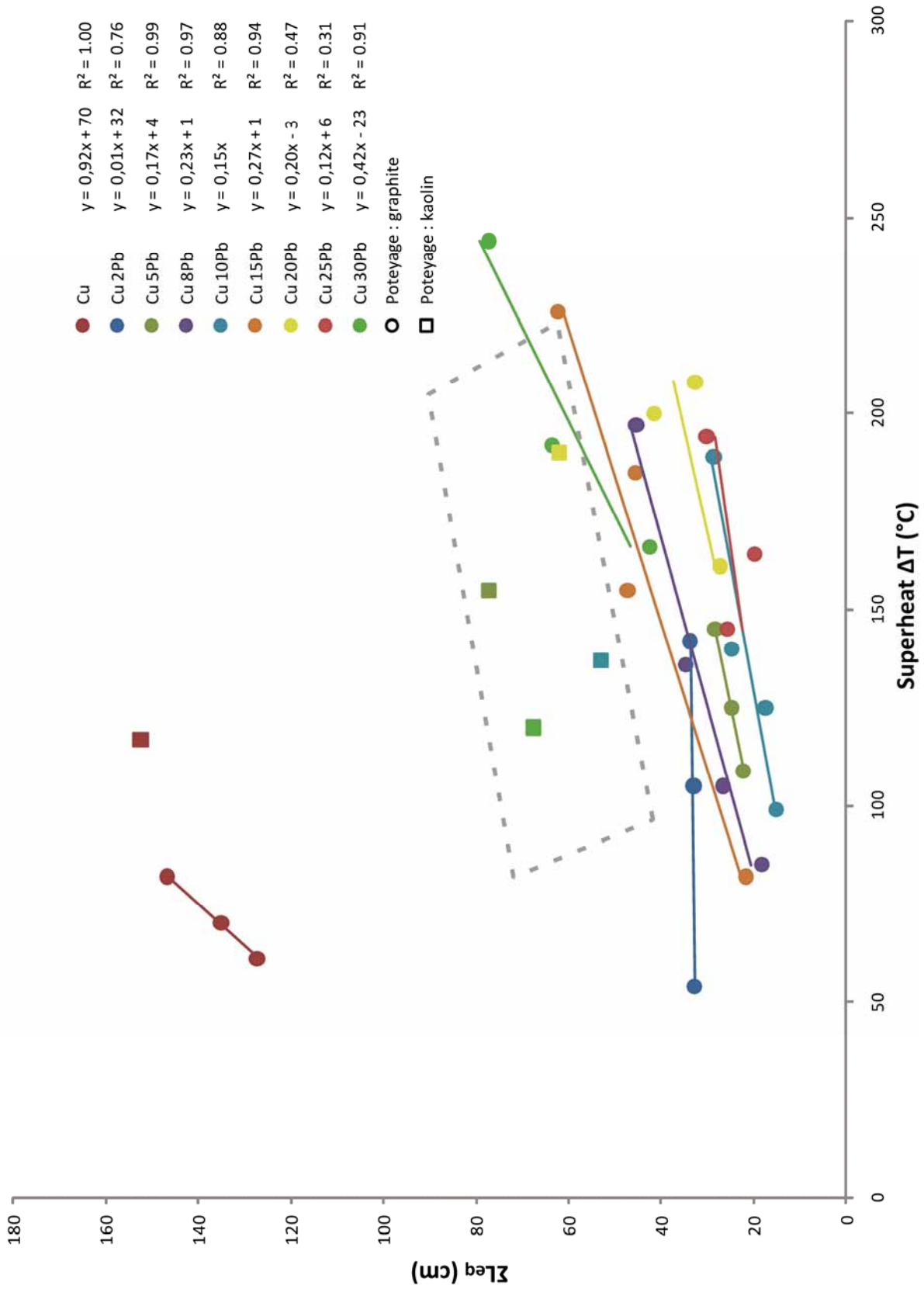


Figure 165 : coulabilité du cuivre au plomb en moule métallique, modifications induites par un poteyage au kaolin

Quatre essais ont été effectués pour le cuivre au plomb : Cu5Pb, Cu10Pb, Cu20Pb et Cu30Pb. Dans les quatre cas la coulabilité a été approximativement doublée. Nous n'avons pas multiplié les essais et fait varier la surchauffe, mais la tendance semble claire : le poteyage au kaolin translate le système dans un domaine de coulabilité améliorée. Cette amélioration reste cependant très insuffisante, en regard notamment de la coulabilité du cuivre non allié, qui reste beaucoup plus élevée que celle du cuivre au plomb (Figure 165).

1.7. Synthèse sur les expérimentations en moule métallique permanent.

La coulabilité des alliages métalliques est un sujet pour lequel de nombreuses recherches ont déjà été effectuées. Cependant, les règles établies, et en particulier celle qui attribue une mauvaise coulabilité aux alliages à large intervalle de solidification, sont fondées sur des essais qui ont été très majoritairement effectués en moule métallique. En effet ; les recherches sur la coulabilité ont généralement été initiées par des problèmes venus de la fonderie industrielle. Celle-ci utilise très majoritairement le moule métallique, car il combine plusieurs avantages dans ce type d'applications : d'une part il est réutilisable de très nombreuses fois, et d'autre part, il induit des vitesses de solidification très rapide étant donné la valeur très élevée du coefficient de diffusivité thermique des métaux (Tableau 17), ce qui permet entre autres d'accélérer la cadence de production.

Le protocole que nous avons adopté pour ces premiers essais sur le cuivre, sur le bronze et sur le cuivre au plomb, est directement issu de ces protocoles industriels (coulée en spirale en moule métallique). Nous avons donc assez logiquement vérifié les règles de coulabilité définies par la métallurgie moderne. Il apparaît ainsi que dans un canal métallique, le mode de cristallisation est le paramètre le plus influent sur la coulabilité. Dans le cas des métaux purs et des alliages, une peau solide se forme au cœur de laquelle le métal liquide continue de circuler sans entrave, tandis que pour les métaux à long intervalle de solidification, le métal liquide devient rapidement pâteux du fait de la forte concentration de cristaux en suspension au niveau du front d'avancement du liquide.

Dans les conditions testées, le cuivre non allié possède sans conteste possible la meilleure coulabilité, le bronze et le cuivre au plomb donnent des résultats médiocres. Le poteyage au kaolin s'est révélé efficace pour améliorer la coulabilité, mais ne permet certainement pas au bronze et au cuivre au plomb de passer devant le cuivre non allié. On retiendra donc que la coulabilité du cuivre au plomb est approximativement deux fois plus faible que celle du bronze, et cinq fois plus faible que celle du cuivre… Nous obtenons donc des résultats exactement inverses à l'effet que nous cherchons à reproduire !

Il convient toutefois de tempérer les bons résultats obtenus avec le cuivre non allié. Si la coulabilité s'est révélée très bonne, la qualité du produit est passablement mauvaise. Malgré la désoxydation au phosphure de cuivre ou au charbon de bois, les gaz absorbés par le métal à l'état liquide ont conduits à la formation de nombreuses porosités au cours de la solidification[79], et le cuivre ne peut être utilisé tel quel. Le bronze livre quant à lui des spirales de bien meilleure qualité, mais au prix d'une faible coulabilité. Malheureusement pour le cuivre au plomb, il ne rattrape pas sa piètre coulabilité avec la qualité des coulées, qui se révèle aussi mauvaise que celle du cuivre non allié (Figure 166).

Figure 166: Comparaison de la qualité des coulées : cuivre non allié (à gauche), bronze (au centre) et cuivre au plomb (à droite).

Pour ce qui concerne le fort ajout de plomb, le problème reste donc entier. Voyons avec notre seconde série d'essais si le changement de type de moule

[79] La forte réactivité du cuivre liquide vis-à-vis de l'oxygène et de l'hydrogène est bien documentée. Au cours de la solidification, l'oxygène et l'hydrogène absorbés vont réagir pour produire de la vapeur d'eau, cause de la formation de ces nombreuses porosités (Lesoult, 1986, p. 20; Arnaud, 1989, p. 8)

s'avèrera efficace : suffit-il de ralentir la vitesse de solidification pour réussir à obtenir l'excellente coulabilité des alliages cuivreux à fort taux de plomb ?

2. Expérimentations en moules de plâtre.

L'idée maîtresse de cette seconde série d'essais de coulabilité est de concevoir un nouveau modèle expérimental qui s'approchera des conditions de fabrication des objets étudiés dans les deux premières parties, pour en particulier opérer avec des vitesses de solidification plus lentes que celles imposées par un moule métallique. Le choix de procéder par fonte à la cire perdue s'est donc assez naturellement imposé. Le cahier des charges a été fixé comme suit :

- Concevoir un modèle en cire simple et facilement reproductible, de manière à ne pas introduire un facteur de variabilité supplémentaire,
- Tester la coulabilité lorsque l'épaisseur de la paroi métallique devient très fine,
- Utiliser un matériau de moulage dont les propriétés thermiques sont proches des terres argileuses utilisées pour les objets des périodes anciennes,
- Garder la possibilité de faire varier la température de coulée
- Offrir la possibilité de préchauffer le moule à beaucoup plus haute température.

2.1. Le modèle en araignée

Le nouveau moule a été conçu sur la base de discussions tenues avec P. Piccardo et J. Dubos, ancien directeur de la fonderie de Coubertin, en tenant compte à la fois du cahier des charges énoncé ci-dessus et de l'expérience que nous avions précédemment acquise dans ce domaine. Nous avons ainsi décidé de conserver l'idée d'un puits d'alimentation central, mais nous avons en revanche choisi de remplacer les spirales par des tiges, réparties en étoile autour du puits. Il en résulte un nouveau modèle dit « en araignée », où le but est de couler des tiges horizontales dont le diamètre varie de 1 à 6 mm, de façon à simuler le domaine de variation des épaisseurs de paroi des statues antiques (cf. § Chapitre 8 § 3 p. 367).

La coulabilité est déterminée pour chaque diamètre en mesurant la longueur de tige obtenue, les tiges étant disposées en paires opposées pour estimer la répétabilité des mesures. Afin de mieux appréhender les phénomènes relatifs aux faibles épaisseurs, nous avons favorisé les plus petits diamètres (coulée de deux paires de tiges pour les diamètres de 1 et 2 mm, une paire seulement pour les diamètres 3, 4 et 6 mm, soit 14 tiges au total). La longueur des tiges a été fixée à 125 mm, de façon à rester dans des dimensions de moule raisonnables (facilité de manipulation, optimisation des coûts du réfractaire). Enfin, chaque tige est surmontée d'un évent de façon à ce que l'air puisse facilement être chassé par le métal lorsqu'il entre dans le moule.

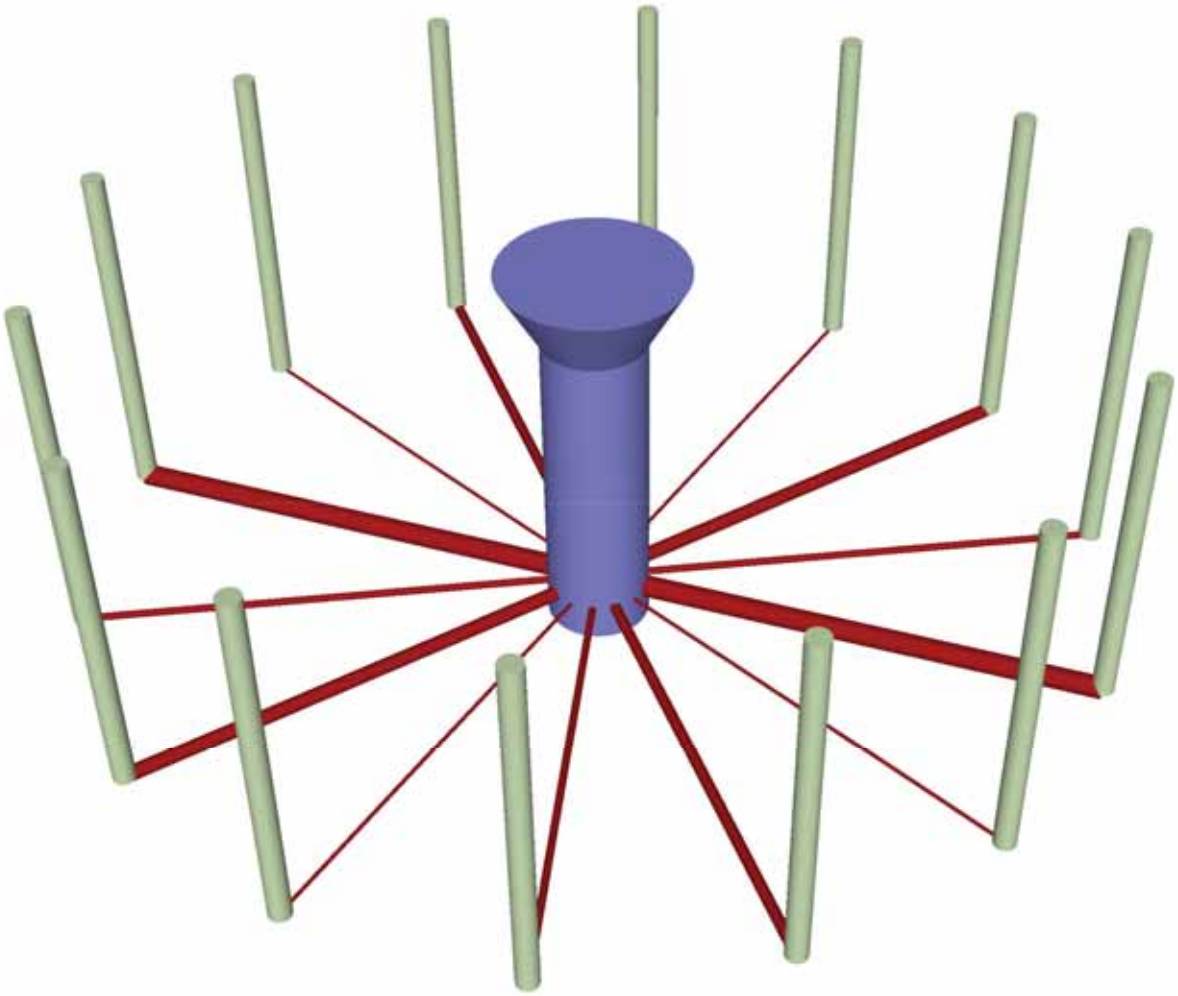


Figure 167 : modèle 3D du test de coulabilité "en araignée", vue en perspective. Le volume global du modèle est de 134 cm^3, qui se répartissent comme suit : tiges 14 cm^3, système d'alimentation 80 cm^3, évents 40 cm^3, soit 1200 g à couler si le moule est totalement rempli par un métal de masse volumique 9$g.cm^{-3}$.

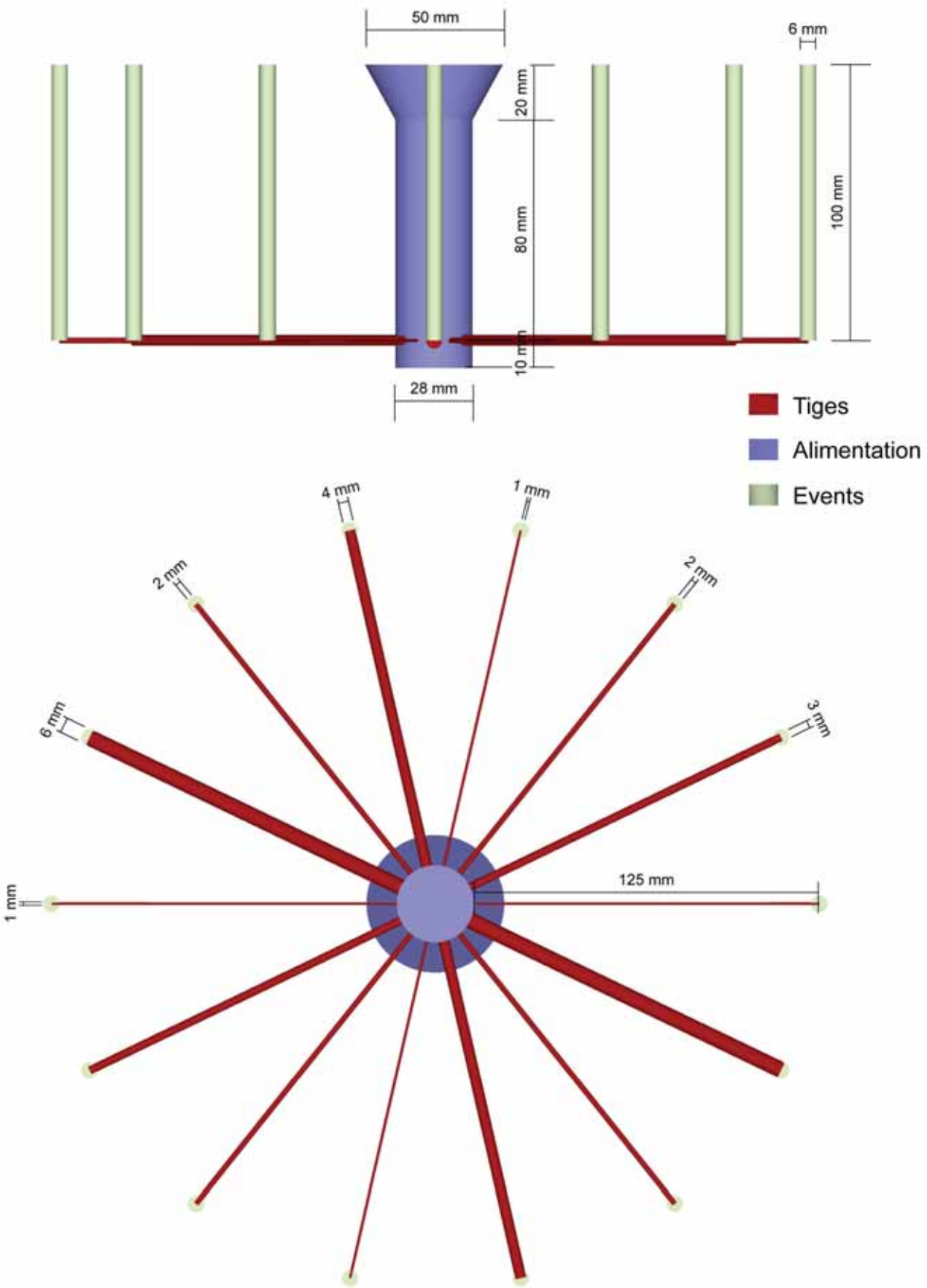


Figure 168 : modèle 3D du test de coulabilité "en araignée", vue de face et vue de dessous, échelle ½.

2.2. Préparation des moules (fabrication des modèles en cire, moulage des modèles, cuisson des moules).

Les essais ont été intégralement conduits à la fonderie de Coubertin, sous la supervision de Christophe Bery, sous-directeur de la fonderie. La première tâche a consisté à fabriquer les modèles en cire. Les tiges de 4, 6 et 28 mm de diamètre ainsi que les cônes d'alimentation ont été coulés en cire grâce à des moules élastomères existant sur place, les tiges de 1, 2 et 3 mm ont été obtenues à partir de bobines de fil de cire achetées auprès de Grobet USA. Tous les éléments ont ensuite été découpés à la bonne dimension et assemblés par soudage, à l'aide d'une lame de couteau chauffée et/ou d'un fer à souder, une plaque de cire de 290 mm de diamètre servant de support à l'ensemble. Au total, 21 modèles de cire identiques ont été fabriqués (Figure 169, A à F).

Figure 169 : Fabrication des modèles en cire et des moules à la fonderie de Coubertin. A : mise en place du système d'alimentation, des évents, et des tiges de 4 et 6 mm. B : préparation des fils de cire de 1, 2 et 3 mm. C : soudage des fils de cire. D : modèles de cire achevés. E : mise en place des cerclages métalliques. F : moules achevés. G : moulage au plâtre réfractaire. H : enfournement des moules. I : moules décirés et cuits.

Environ 15 kg de plâtre réfractaire a été coulé dans chaque moule. Les moules ont ensuite été enfournés 36 h dans un four à décirer, d'abord portés à 150° C pour évacuer la cire, puis à 450° C et enfin à 740° C de façon à brûler les derniers résidus de cire et à chasser toute trace d'humidité (Figure 169, G à I).

2.3. Les coulées

Les 21 coulées ont été effectuées le 11 mai 2012 sous la direction de C. Bery et B. Mille, et avec la participation d'A. Azéma (C2RMF), de P. Piccardo et V. Bongiorno (Université de Gênes) et de F. Mille.

Les conditions des coulées ont été fixées comme suit :

- Alliages : cinq compositions différentes ont été préparées : cuivre non allié (Cu), cuivres au plomb Cu10Pb et Cu19Pb, bronze Cu10Sn et bronze au plomb Cu10Sn17Pb.

- Elaboration des alliages et déroulement des coulées : dans un premier temps, 18 kg de cuivre ont été placés dans un creuset et mis à fondre dans un four à induction (Figure 170, A). Après avoir effectué les quatre premières coulées de cuivre non allié, le métal restant dans le creuset a été dilué avec du plomb pour obtenir Cu10Pb (4 coulées), puis Cu19Pb (4 coulées) ; enfin de l'étain a été ajouté ce qui a permis de préparer le bronze au plomb Cu10Sn17Pb (5 coulées). Le bronze Cu10Sn a quant à lui été préparé à part (5 kg) et mis à fondre dans un plus petit creuset placé dans un four à gaz (4 coulées).

- Préchauffage des moules : deux températures ont été choisies : 350 et 600 °C. Pour ce faire, 16 moules ont été maintenus dans un four à 350 °C et 5 moules dans un autre four à 600° C. Juste avant la coulée de chaque type d'alliage, trois moules à 350° C et un moule à 600° C étaient sortis des fours (Figure 170, B).

- Température de coulée : trois températures ont systématiquement été testées, chacune séparée de 50° C. Dans la mesure du possible, nous avons fixé la surchauffe ΔT à +100, +150 et +200° C (Figure 170, C). La séquence de coulée suivante a systématiquement été appliquée : deux coulées successives de

l'alliage surchauffé à +200° C dans un moule préchauffé à 350° C et dans un autre préchauffé à 600° C, temps d'attente, coulée à +150° C (moule à 350° C), temps d'attente, coulée à +100° C (moule à 350° C), Figure 170, D.

- Désoxydation du métal liquide : protection du métal liquide par des charbons de bois déposés en surface du bain.

Figure 170 : A : fonte des barres de cuivre dans le four à induction. B : transport de 3 moules préchauffés à 350° C vers le poste de coulée. C : contrôle de température du métal avant coulée. D : deuxième étape d'une séquence de quatre coulées (métal surchauffé à +200° C et moule préchauffé à 600° C). E : pesée du moule après coulée (mesure de la masse de métal effectivement versée). F : à l'issue des coulées, tous les moules ont été radiographiés au C2RMF.

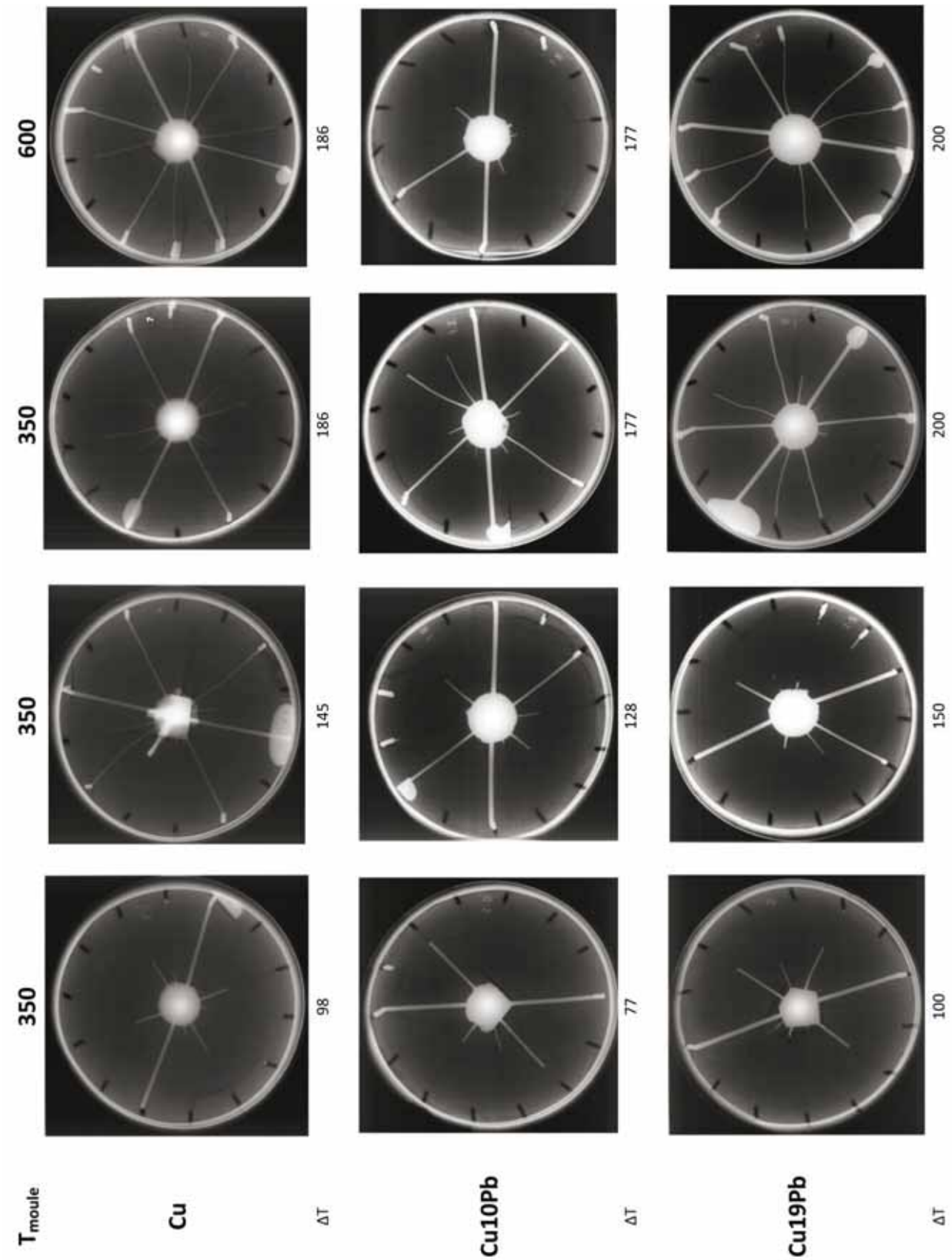


Figure 171 : radiographie des moules vus de dessus. Comparaison cuivre / cuivre au plomb. Essais classés par température de surchauffe ΔT du métal et par température de préchauffage des moules.

© C2RMF, J. Marsac

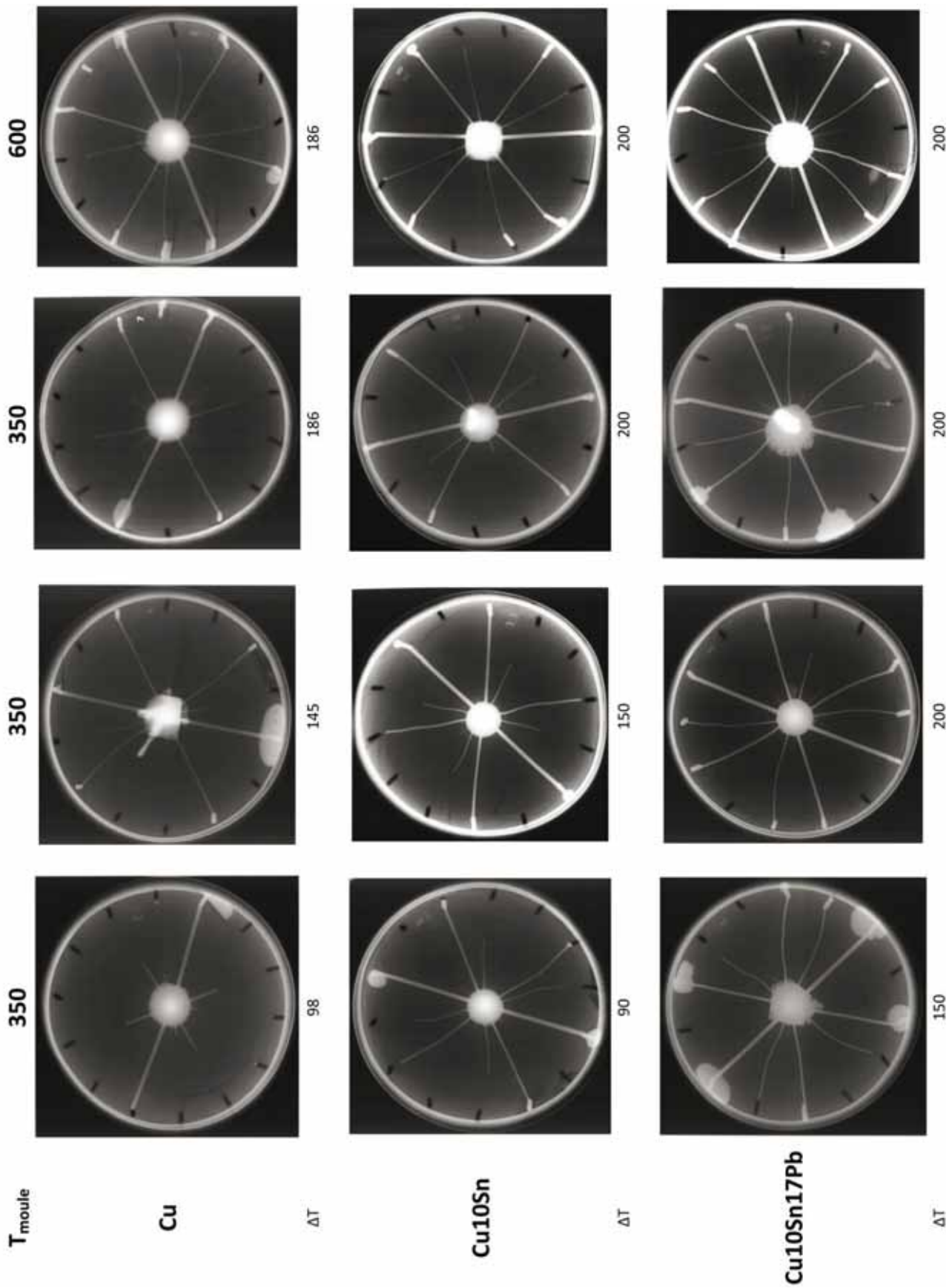


Figure 172 : radiographie des moules vus de dessus. Comparaison cuivre / bronze / bronze au plomb. Essais classés par ΔT du métal et par température de préchauffage des moules.

© C2RMF, J. Marsac

Alliage	n° moule	n° coulée	T_c (°C)	T_{liq} (°C)	ΔT (°C)	T_{moule} (°C)	Longueur des tiges (en mm)													
							6a	6b	4a	4b	3a	3b	2a	2b	2c	2d	1a	1b	1c	1d
Cu	21	4	1182	1084	98	350	125	125	53,8	48,8	58,8	51,3	28,8	27,5	26,3	10	0	0	0	0
Cu	4	3	1229	1084	145	350	125	125	125	125	125	125	45	43,8	20	73,8	20	0	0	0
Cu	7	1	1270	1084	186	350	125	125	125	125	76,3	82,5	62,5	42,5	53,8	42,5	12,5	12,5	17,5	15
Cu	8	2	1270	1084	186	600	125	125	125	125	125	125	101	106	125	97,5	22,5	15	33,8	10
Cu-10Pb	20	8	1112	1035	77	350	125	125	95	98,8	12,5	45	0	47,5	0	0	0	0	0	20
Cu-10Pb	19	7	1163	1035	128	350	125	125	125	125	48,8	63,8	0	51,3	23,8	15	0	0	0	0
Cu-10Pb	12	5	1212	1035	177	350	125	125	125	125	125	105	33,8	33,8	36,3	87,5	0	0	32,5	0
Cu-10Pb	18	6	1212	1035	177	600	125	125	20	125	0	45	23,8	36,3	0	0	0	0	0	0
Cu-19Pb	2	16	1100	1000	100	350	125	125	77,5	68,8	70	25	38,8	47,5	16,3	13,8	0	0	0	0
Cu-19Pb	15	15	1150	1000	150	350	125	125	125	66,3	35	27,5	22,5	58,8	0	38,8	0	0	0	0
Cu-19Pb	9	13	1200	1000	200	350	125	125	125	125	116	125	52,5	31,3	113	96,3	31,3	0	21,3	0
Cu-19Pb	14	14	1200	1000	200	600	125	125	125	125	125	125	125	125	106	125	0	0	0	0
Cu-10Sn	6	12	1100	1010	90	350	125	125	125	125	125	111	71,3	100	77,5	77,5	22,5	20	18,8	17,5
Cu-10Sn	11	11	1160	1010	150	350	125	125	125	125	118	115	63,8	62,5	67,5	66,3	6,25	12,5	26,3	10
Cu-10Sn	10	9	1210	1010	200	350	125	125	125	125	125	125	81,3	28,8	72,5	77,5	21,3	0	0	0
Cu-10Sn	16	10	1210	1010	200	600	125	125	125	125	125	125	109	121	125	125	21,3	26,3	43,8	0
Cu-10Sn-17Pb	3	21	1020	920	100	350	125	125	125	125	125	125	96,3	125	109	119	26,3	0	0	21,3
Cu-10Sn-17Pb	1	20	1070	920	150	350	125	125	125	125	125	125	125	125	125	125	28,8	27,5	36,3	32,5
Cu-10Sn-17Pb	5	19	1070	920	150	350	125	125	125	125	125	125	76,3	125	125	125	38,8	42,5	11,3	15
Cu-10Sn-17Pb	17	17	1120	920	200	350	125	125	125	125	125	125	125	109	125	111	42,5	0	37,5	45
Cu-10Sn-17Pb	13	18	1120	920	200	600	125	125	125	125	125	125	125	125	125	125	61,3	75	87,5	61,3

Tableau 20 : résultats des essais de coulabilité en moule de plâtre (cuivre, cuivre au plomb, bronze, bronze au plomb). T_C : temp. de coulée, T_{liq} : liquidus, ΔT : surchauffe. Les longueurs des tiges ont été mesurées sur les radiographies des moules. Les coulées dans les moules n°6, n°3 et n°1 se sont effectuées avec un jeter de métal plus franc que pour les autres coulées (arrivée de métal très brutale). Les résultats obtenus dans les moules n°6 et n°1 étant en décalage total avec le reste, nous n'en avons pas tenu compte dans l'exploitation des résultats.

2.4. Résultats des essais de coulabilité en moule de plâtre

Ici encore, la coulabilité est évaluée en mesurant la distance que le métal a parcourue dans le moule. Normalement, cela devrait pouvoir se faire très simplement en mesurant la longueur des tiges. Cependant, étant donné la très grande fragilité de certaines tiges (diamètres de 1 et 2 mm), le démoulage des 21 « araignées » aurait été extrêmement difficile et aurait demandé un temps considérable. Plutôt que de démouler pour mesurer la coulabilité, nous avons transporté les moules au C2RMF pour les faire radiographier (Figure 170, F). Les mesures ont été effectuées sur les radiographies en vue de dessus (Figure 171 et Figure 172). Afin de compenser les déformations géométriques de la radiographie (vue en projection), il a fallu opérer la correction suivante :

$$Longueur\ réelle\ tige\ (en\ mm) = \frac{Longueur\ radiographique\ tige}{Longueur\ radiographique\ empreinte}\ x\ 125$$

L'intégralité des mesures de longueur de tige, ainsi que les conditions de chaque coulée sont reportées dans le Tableau 20. À partir de ces résultats, nous pouvons donner une représentation graphique de la coulabilité en moule de plâtre pour chaque type d'alliage cuivreux (Figure 173 et Figure 174).

On peut annoncer dès le préambule que les résultats en moule de plâtre sont radicalement différents de ceux obtenus en moule métallique, et que les fameuses règles de coulabilité édictées par la métallurgie moderne ne sont plus du tout observées. Le fait de ralentir la solidification du métal a bel et bien totalement modifié la coulabilité des différents alliages cuivreux !

Les tiges de 6 mm de diamètre sont les seules à avoir été intégralement coulées, quelles que soient les conditions de coulée et la composition de l'alliage. Pour les diamètres allant de 1 à 4 mm, on constate que la relation qui lie surchauffe et coulabilité est globalement respectée, même si la présence de points aberrants, plus nombreux qu'en moule métallique, perturbe quelque peu la lecture des diagramme. Il n'en reste pas moins que des tendances se dégagent très nettement, que nous allons maintenant décrire alliage par alliage.

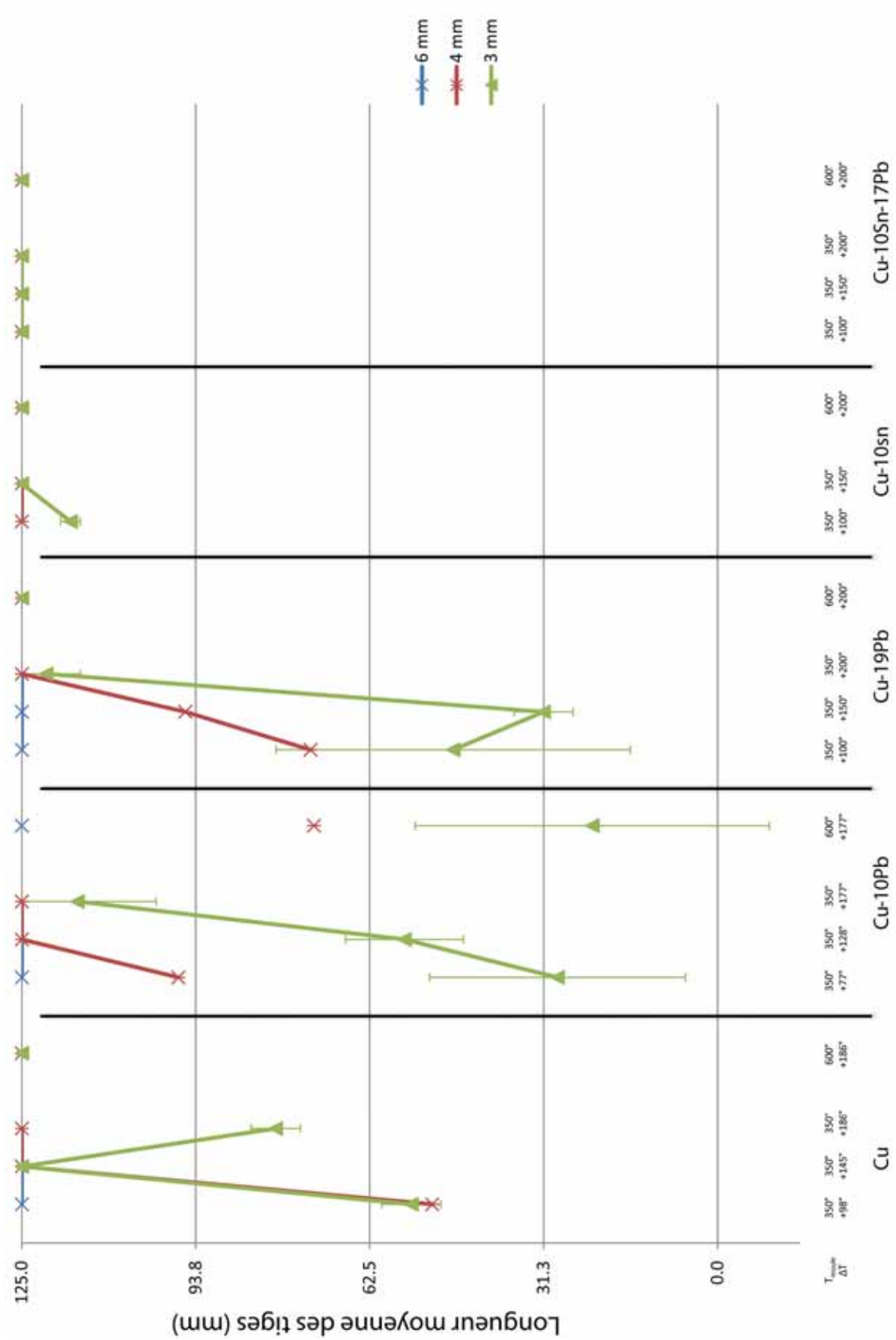


Figure 173 : coulabilité en moule de plâtre pour des tiges de 6, 4 et 3 mm en fonction du préchauffage des moules et de la surchauffe de l'alliage; présenté par type d'alliage cuivreux.

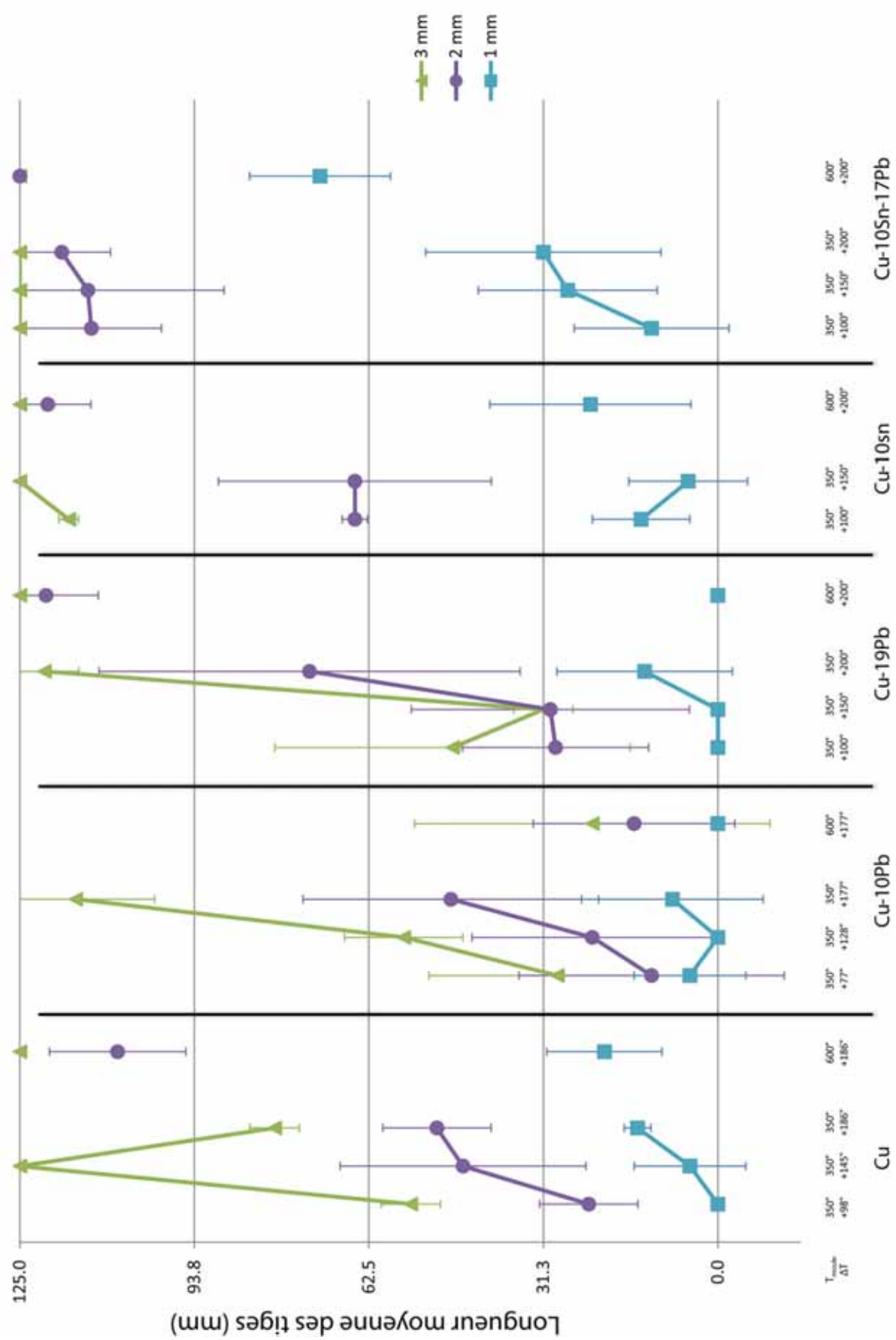


Figure 174 : coulabilité en moule de plâtre pour des tiges de 3, 2 et 1 mm en fonction du préchauffage des moules et de la surchauffe de l'alliage; présenté par type d'alliage cuivreux.

Le bronze au plomb Cu10Sn17Pb est de très loin l'alliage possédant la meilleure coulabilité : les tiges de 3 mm et 4 mm de diamètre sont par exemple complètes quelles que soient les conditions de coulée. C'est également le seul alliage pour lequel la longueur moyenne des tiges de 2 mm est systématiquement supérieure à 100 mm. La coulabilité des tiges de 1 mm est elle aussi meilleure que pour les autres alliages ; même si cela reste très limitée pour les moules préchauffés à 350° C. Mais le résultat le plus remarquable concerne le moule préchauffé à 600° C . C'est le seul cas où toutes les tiges sont complètes à l'exception du diamètre de 1 mm ; et concernant la longueur moyenne de ces dernières tiges, elle écrase littéralement la concurrence : 71 mm !

Le bronze Cu10Sn donne également des résultats intéressants. Les tiges de 4 mm sont toutes complètes, et il ne manque pas beaucoup pour que celles de 3 mm le soient aussi. La différence avec Cu10Sn17Pb se fait en revanche beaucoup plus ressentir pour les tiges de 2 mm de diamètre, notamment lorsque les moules ne sont préchauffés qu'à 350° C (65 mm au lieu de 110-120 mm pour Cu10Sn17Pb). Quant à la coulabilité des tiges de 1 mm de diamètre, elle reste faible, même lorsque le moule est préchauffé à 600° C.

Le cuivre non allié et les cuivres au plomb coulés dans le plâtre montrent une coulabilité assez comparable et globalement faible, même si la coulabilité des tiges de 4 mm semble un peu meilleure pour le cuivre au plomb. On remarquera que lorsque les diamètres deviennent plus faibles, le comportement est parfois erratique : coulabilité exagérément bonne pour Cu 3 mm à +145° C, coulabilité exagérément mauvaise pour Cu19Pb 3 mm à +150° C. Par ailleurs, Cu10Pb ne donne pas de bons résultat pour les tiges de 1 et 2 mm, y compris pour le moule préchauffé à +600° C. Cu19Pb reste lui aussi bien en peine, à l'exception des tiges de 2 mm pour le métal surchauffé à +200° C (tiges de 2 mm mieux remplies que pour Cu10Sn). On notera enfin que dans le cas du cuivre non allié, la coulabilité des tiges de 1 mm de diamètre est comparativement meilleure que pour les cuivres au plomb, au niveau de celle du bronze Cu10Sn.

2.5. Discussion et synthèse des résultats sur la coulabilité en moule de plâtre

Les essais de coulabilité en moule de plâtre, à partir de modèles élaborés à la cire perdue, ont permis de franchir une étape décisive. Pour la première fois en effet, la preuve expérimentale est faite que sous certaines conditions bien précises, les alliages cuivreux à long intervalle de solidification sont susceptibles de présenter une coulabilité bien meilleure que celle du cuivre non allié. Pour arriver à ce résultat, il nous aura d'une part fallu tirer les leçons des essais effectués en moule métallique, et d'autre part tenir compte des conseils prodigués par P. Beeley (cf. Chapitre 9 § 2.1, p. 387) : celui-ci rappelle en effet que lorsqu'un problème de mauvaise coulabilité est rencontré, cela provient d'une solidification prématurée, et la solution est alors de modifier les conditions des coulées pour chercher à prolonger la durée de vie du métal à l'état liquide (*fluid life*).

En passant du moule métallique au moule de plâtre, nous avons réussi à inverser cette fameuse règle pragmatique qui attribue une meilleure coulabilité aux métaux purs qu'aux alliages à long intervalle de solidification. Pour mieux comprendre ce résultat, il faut rappeler la valeur du coefficient de diffusivité thermique α des deux matériaux de moule que nous avons utilisés (Tableau 17). Ce dernier vaut 20300.10^{-9} $m^2.s^{-1}$ pour le fer, et seulement $3.8.10^{-9}$ $m^2.s^{-1}$ pour le plâtre. Autrement dit le plâtre dissipe 5000 fois moins vite la chaleur que le fer. On comprend mieux pourquoi la solidification a été fortement ralentie…

Du point de vue du mode de cristallisation, il est certain que la modification radicale des propriétés thermiques du moule a eu un impact majeur. Si l'on reconsidère la modélisation d'une solidification dans un canal (Figure 150), le mécanisme proposé est totalement modifié. Ce mécanisme reposait sur l'existence d'un gradient thermique très important dans le canal, le moule métallique froid agissant comme un très puissant radiateur. Le métal coulé était donc beaucoup plus froid en périphérie qu'à cœur, ce qui provoquait dans le cas des alliages à long intervalle de solidification, une cristallisation brutale au contact des parois du moule, avec la croissance de cristaux dendritiques fragiles qui avaient tendance à se détacher des parois et à venir se concentrer au niveau du front d'avancement du métal, rendant rapidement le métal pâteux dans cette zone, et bloquant la

progression du liquide dans le moule. Dans ce type de situation, d'après Campbell, l'écoulement est stoppé alors que la solidification n'a pas encore atteint 20 à 50 %.

Dans le cas du moule de plâtre, le gradient thermique en question est très fortement atténué : la solidification du métal au contact des parois du moule ne se fait plus de façon aussi brutale. Dans de telles conditions, les cristaux dendritiques des alliages à long intervalle de solidification sont beaucoup moins fragiles, ils restent accrochés à la paroi du moule au lieu de se fragmenter et se disperser dans le métal liquide : le métal peut continuer à s'écouler par le cœur de la paroi métallique tandis que la cristallisation progresse graduellement depuis la paroi. Grâce à cette solidification ralentie, les alliages à long intervalle de solidification bénéficient donc, au moins dans une certaine mesure, du même mode de cristallisation que les métaux purs et les alliages eutectiques (Figure 150, gauche). L'écoulement du métal liquide dans le moule continuera donc tant que la solidification ne sera pas complète à 100 %.

Ajoutons que si, pour un alliage cuivreux à long intervalle de solidification, on réussit à reproduire le même mode de cristallisation que pour le cuivre pur, l'alliage en question peut acquérir une meilleure coulabilité que le cuivre. En effet, alors que la solidification du cuivre pur est achevée lorsque la température passe en-dessous de 1084° C, cette solidification se prolonge à des températures beaucoup plus basses pour les alliages à l'étain ou au plomb (l'écoulement reste en théorie possible jusqu'à ce que la température passe sous le *solidus*).

Les résultats obtenus vont dans le sens du mécanisme que nous venons de décrire. La coulabilité du bronze au plomb est enfin exceptionnellement bonne, tandis que celle du cuivre non allié en moule n'est jamais la meilleure. Rappelons que la coulabilité du cuivre valait 2,5 fois celle du bronze et cinq celle du cuivre au plomb lorsque nous avions réalisé les essais en moule métallique. Toutefois, certains résultats se révèlent assez différents de ce qui était attendu, nous pensons en particulier au cuivre au plomb. Aussi, afin de pouvoir examiner les résultats de façon plus précise, nous avons construit une autre représentation graphique, qui permet de plus facilement comparer les différents alliages cuivreux que nous avons testés, et qui se focalise uniquement sur les diamètres de tiges les plus critiques, c'est à dire 2 et 1 mm (Figure 175).

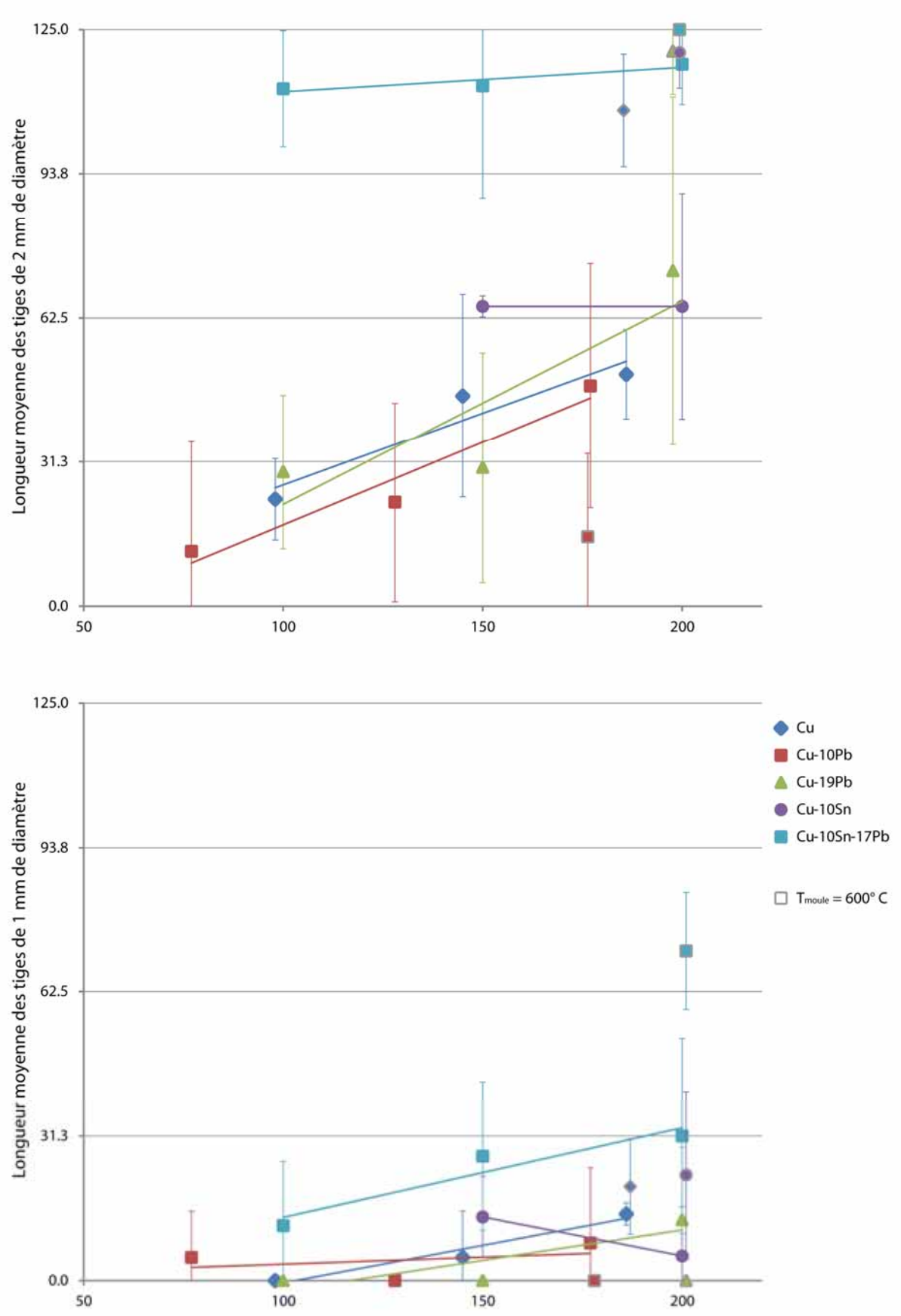


Figure 175 : coulabilité comparée des alliages cuivreux en moule de plâtre pour des tiges de 1 et 2 mm de diamètre en fonction de la température de surchauffe (bas : 1 mm, haut : 2 mm). Moules préchauffés à 350°C sauf symboles bordés de gris (600°C).

Sur ce graphique, deux problèmes sont à discuter. En premier lieu, le bronze Cu10Sn ne semble pas obéir à la loi qui relie par une fonction linéaire croissante la coulabilité et la surchauffe. Ici, la répétabilité est vraisemblablement en cause : plus encore que précédemment, les résultats obtenus avec le modèle en « araignée » ont été influencés par la façon dont on a coulé le métal. Nous avons en effet remarqué que les résultats dépendaient fortement du « jeter initial » du métal dans le moule. En d'autres termes, si le métal arrive avec une vitesse plus élevée dans le moule, les canaux se remplissent plus vite. Les essais avec le bronze se sont effectués avec un creuset plus petit, et nous avons noté que le « jeter » du métal était beaucoup plus difficile à reproduire d'une coulée à l'autre. Dans l'idéal, il faudrait donc trouver le moyen de contraindre le débit de la coulée pour qu'il soit constant et recommencer les expérimentations. Nous nous contenterons de faire observer que les essais effectués à +200° C s'inscrivent en bonne cohérence avec le reste des résultats, attribuant à Cu10Sn une coulabilité comparable à celle de Cu19Pb.

Le second problème est plus délicat à interpréter. En effet, à la notable exception du bronze au plomb, la coulabilité des alliages cuivreux n'est pas meilleure que celle du cuivre non allié, et les résultats ne sont donc pas tout à fait à la hauteur de ce que nous espérions, en particulier pour Cu10Pb et Cu19Pb. Si le plâtre a très fortement ralenti la solidification et atténué le gradient thermique dans le moule, l'effet ne semble pas suffisant : cela permet de se mettre au même niveau que le cuivre, ce qui est un net progrès (facteur 5 !), mais nous attendions davantage puisque le cuivre au plomb a remplacé le cuivre lorsque la cire perdue a été inventée. Nous reviendrons sur ce point dans la conclusion générale sur la coulabilité.

Heureusement, nous retiendrons surtout les excellents résultats obtenus par le bronze au plomb. La combinaison des deux éléments chimiques produit un effet synergique très spectaculaire. Les tiges de 1 et 2 mm de diamètre coulées en moule préchauffé à 350° C sont *a minima* deux fois plus longues que pour les autres alliages. Et lorsque le moule a été préchauffé à 600° C, l'effet devient encore plus marqué, la longueur moyenne des tiges de 1 mm de diamètre est plus que doublée pour Cu10Sn17Pb, atteignant plus de 70 mm de longueur, alors qu'elle ne

dépasse pas 20 mm pour le meilleur des autres alliages (Cu10Sn). Pour mieux comprendre ce résultat, il ne faut pas oublier que le bronze au plomb a un point de fusion nettement plus bas que les deux alliages binaires dont il est issu, l'effet de l'étain et du plomb pouvant approximativement être additionnés (Tableau 13). Le *liquidus* de Cu10Sn17Pb s'établit ainsi à 920° C, alors qu'il vaut au moins 1000° C pour les autres métaux essayés. La différence de température entre le *liquidus* de l'alliage et la température de préchauffage du moule est donc nettement réduite pour Cu10Sn17Pb. Dans le cas des moules préchauffés à 600° C, on commence même à s'approcher des fameux procédés de fonderie mis au point ces dernières années par la métallurgie de pointe afin de couler des objets à parois très minces, pour lesquels on peut considérer que la coulabilité est infinie puisque la température du moule est supérieure au point de fusion de l'alliage (cf. p. 393).

Signalons enfin que l'essai au bronze au plomb coulé dans un moule préchauffé à 600° C a été démoulé. Non seulement l'excellente coulabilité de cet alliage est confirmée, mais nous avons également constaté un très bon état de surface, avec en particulier un rendu parfait de tous les détails (voir par exemple la qualité de reproduction des coulures de cire qui avaient été produites par le soudage des tiges, le « 13 » qui apparaît tel qu'il avait été incisé dans la cire, ou encore la fine gerce sur la tige de 6 mm visible à gauche, Figure 176).

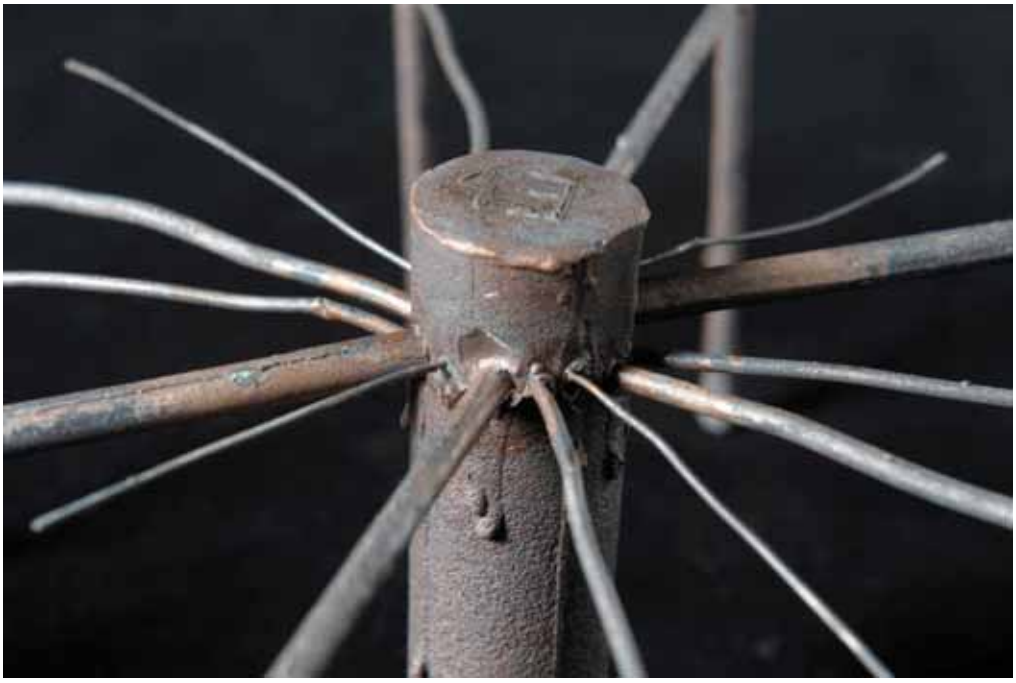


Figure 176 : détail de l'araignée de bronze n°13 après décochage du moule et sablage léger à la poudre de noyau d'abricot (Cu10Sn17Pb, ΔT :+200°C, T_{moule} : 600° C).

Chapitre 11 : pour conclure sur la coulabilité des alliages cuivreux et la question des forts ajouts de plomb

Les métallurgistes continuent de considérer la coulabilité des métaux et alliages comme un sujet difficile à traiter, ce fait n'est pas anodin en soi. Rappelons que le terme coulabilité fait lui-même débat et est source de confusions, du moins dans le monde anglo-saxon. La terminologie française que nous avons adoptée est heureusement plus précise sur ce point, et définit la coulabilité comme étant l'aptitude des métaux ou alliages à remplir les moules ; cette coulabilité se déterminant par un essai expérimental consistant à mesurer la longueur d'une spirale (ou d'une tige) que le métal a pu développer au cours de la coulée. Au-delà du problème de définition, la difficulté réside dans le nombre de paramètres exerçant une influence sur la coulabilité. Une étude approfondie des propriétés du système métal-moule permet de lister ces paramètres, de les tester individuellement, et on en déduit des règles de coulabilité. Certains paramètres sont cependant très difficiles à contrôler, ils sont alors source de variabilité et perturbent considérablement les mesures. Nous savons par exemple que la façon de renverser le creuset a exercé une influence sur nos essais : la vitesse de pénétration du métal dans le moule n'a pas toujours été la même. Ce facteur de variabilité ne pouvait être levé qu'au prix d'un surcoût très important, inenvisageable dans le cadre d'un tel travail. Toutes ces difficultés expliquent sans doute pourquoi la coulabilité des alliages cuivreux anciens, et la question cruciale du fort ajout de plomb, n'ont pas, ou très peu été traitées. En réussissant enfin à reproduire lors de nos essais expérimentaux une coulabilité exceptionnelle par de forts ajouts de plomb, nous croyons désormais que des pistes très sérieuses ont été tracées. Nous espérons que ces pistes faciliteront et encourageront les recherches ultérieures sur le sujet, car nous allons voir que les perspectives sont nombreuses.

Lorsque dans un premier temps nous avons expérimenté la coulabilité des alliages cuivreux en moule métallique, selon des conditions proches de celles qui sont généralement mises en œuvre pour les applications de la production

industrielle actuelle, nous avons vérifié le paradigme de la métallurgie moderne selon lequel les alliages à long intervalle de solidification sont affectés d'une mauvaise coulabilité. Les essais effectués dans le moule en acier ont ainsi montré que le cuivre pur coulait 2,5 fois plus loin que le bronze, et 5 fois plus loin que le bronze au plomb. Ce résultat nous entraîne dans un court aparté au sujet des moules métalliques permanents de la fin de l'âge du Bronze. En effet, on connaît quelques exemplaires de ces moules de bronze pour la fabrication des haches à douille du type précédemment présentées, et qui sont constituées de bronze au plomb (Figure 138). Au vu de nos résultats, nous doutons désormais fortement que les moules en question aient servi à couler du bronze au plomb pour fabriquer des objets creux. Il est plus vraisemblable que les haches à douille étaient coulées selon un procédé de fonte à la cire perdue à partir d'épreuves en cire tirées de ces moules métalliques permanents.

Dans un second temps, nous avons cherché à inverser le fameux paradigme de la mauvaise coulabilité des alliages à long intervalle de solidification. Il a pour cela fallu revenir aux objets archéologiques, et concevoir un nouveau test de coulabilité, plus proche des conditions selon lesquelles ils avaient été coulés. Nous avons d'abord montré que le paramètre le plus important résidait dans le choix du moule : il doit être fait d'un matériau possédant une faible diffusivité thermique, comme par exemple un matériau argileux cuit ou du plâtre réfractaire, ce qui permet de ralentir considérablement la vitesse de solidification. Complété par un préchauffage à haute température du moule, on peut alors espérer approcher les coulabilités exceptionnelles que nous observons sur certains objets archéologiques. Les résultats que nous avons obtenus dans ces conditions pour le bronze au plomb en sont la preuve : en coulant un bronze à 10 wt% d'étain et 17 wt% de plomb surchauffé 200° C au-dessus de sa température de *liquidus* dans un moule de plâtre préchauffé à 600° C, nous avons réussi à couler des tiges de 1 mm de diamètre sur une longueur de plus de 70 mm à partir d'un point d'alimentation unique.

Pour bien prendre la mesure du résultat obtenu, il faut savoir que des recherches ont été entreprises dans les années 1970 et 1980 pour la fabrication industrielle de parois métalliques minces par des techniques de fonderie (Campbell

& Olliff, 1971; Campbell, 1988) ; la plupart des applications concernaient les alliages à base d'aluminium. À partir du rapport « longueur coulée/épaisseur de la paroi », trois domaines empiriques de coulabilité ont été définis. Les alliages de mauvaise coulabilité ont un indice inférieur à 50. Pour une coulabilité moyenne, l'indice est compris entre 50 et 100, la très bonne coulabilité concerne les alliages compris entre 100 et 150. D'après la longue expérience de J. Campbell dans ce domaine, le remplissage de moules dont le rapport longueur/épaisseur vaut 150 est pratiquement impossible à réussir (Campbell, comm. pers., décembre 2013). Les tiges cylindriques de 1 mm de diamètre que nous avons coulées approchent pourtant cette limite de très près ! En effet nous avons précédemment signalé que dans le cas d'une tige cylindrique d'un diamètre donné, la coulabilité est réduite de moitié par rapport à la paroi d'épaisseur correspondante (cf p. 395 et suivante). Autrement dit, la coulabilité mesurée pour les tiges que nous avons coulées est à multiplier par deux si l'on souhaite extrapoler le résultat à celui de la coulabilité d'une paroi. Dans les conditions que nous avons testées, la coulabilité d'une paroi de 1 mm d'épaisseur faite en Cu10Sn17Pb dépasse donc 140 mm ! Nous pouvons enfin affirmer ce que l'évidence archéologique conduisait à formuler depuis longtemps : sous certaines conditions, le bronze à fort taux de plomb est bel et bien un alliage possédant une coulabilité exceptionnelle.

Pourquoi avons-nous obtenu de biens meilleurs résultats en opérant en moule de plâtre avec un bronze à fort taux de plomb, plutôt qu'avec le bronze ou le cuivre au plomb ? Un effet synergique est-il amené par l'ajout combiné d'étain et de plomb ? Une chose est certaine, l'ajout de plomb dans le bronze est un moyen très efficace d'abaisser le *liquidus* de l'alliage, puisque l'effet des deux éléments est cumulatif. Lorsque le moule était préchauffé à 600° C, la différence de température avec le *liquidus* ne valait plus que 320° C pour Cu10Sn17Pb, alors qu'elle dépassait 400° C pour Cu10Sn et Cu19Pb. Et l'on sait que lorsque cet écart de température réduit, cela bénéficie à la coulabilité. Nous nous demandons cependant si cela suffit à expliquer les résultats spectaculaires que nous avons obtenus, et il faudrait également vérifier ce qui se passe au niveau du mode de cristallisation. Nous avons vu que les alliages à long intervalle de solidification forment des cristaux dendritiques longs et fragiles au contact de la paroi du moule lorsqu'un fort gradient de température est exercé, comme dans le cas d'un moule métallique. Ces cristaux

ont alors tendance à se fragmenter, à être entraînés au niveau du front d'avancement du liquide, et à rendre le métal pâteux dans cette zone, ce qui cause la mauvaise coulabilité de ces alliages. Avec les métaux purs, les cristaux qui se forment au contact d'un moule métallique sont nettement moins fragiles, une interface lisse se forme et épaissit progressivement au contact des parois du moule, au centre de laquelle le métal liquide peut continuer de circuler longtemps sans entraves : c'est la cristallisation en peau. Lorsqu'un moule de plâtre est adopté, la vitesse de refroidissement est fortement diminuée. Grâce à cela, il semble que les alliages à long intervalle de solidification peuvent eux aussi bénéficier du mode de cristallisation en peau, au moins dans une certaine mesure. Dans ce cas, l'effet synergique du fort ajout de plomb sur le bronze ne pourrait-il pas également résulter d'une accentuation du mode de cristallisation en peau ? On pourrait par exemple imaginer que le fort ajout de plomb modifie la morphologie des cristaux qui se forment au contact de la paroi du moule, et aboutit à une peau plus lisse que dans le cas du bronze ou du cuivre au plomb, facilitant alors l'écoulement du métal. Une caractérisation métallographique approfondie d'échantillons pris sur les éprouvettes de coulabilité livrerait certainement des informations très intéressantes à ce sujet.

Le cuivre au plomb pose quant à lui problème. Cet alliage a très clairement été mis au point pour remplacer le cuivre non allié lorsque la fonte à la cire perdue a été inventée. Or d'après nos résultats, la coulabilité de Cu19Pb en moule de plâtre n'est globalement pas meilleure que celle du cuivre non allié. Pour expliquer ce résultat, nous avons suggéré que le plâtre n'avait pas suffisamment ralenti la solidification et/ou que le préchauffage du moule n'était pas suffisant. D'autres pistes sont également à explorer. Il serait en particulier intéressant de réaliser de nouveaux tests de coulabilité en adoptant le modèle en grille mis au point pour la fonderie de précision en métallurgie dentaire (Figure 148). En effet, la coulée d'un modèle en araignée mobilise 1200 g de métal, ce qui est totalement surdimensionné vis-à-vis de la plupart des objets qui étaient produits en cuivre au plomb par fonte à la cire perdue (coulée de la dizaine à la centaine de grammes pour la fabrication de petits objets tels que des sceaux compartimentés ou des statuettes). De plus, d'après les résultats de nos essais, la coulabilité du cuivre à 19 wt% de plomb est tout de même au niveau de celle du bronze à 10 wt% d'étain. Il faut alors peut-être renverser la question : de la même façon que pour les essais

en moule métallique, les conditions de nos essais en moule de plâtre ne continuent-elles pas d'être un peu trop favorables au cuivre non allié ? Après tout, lorsque la fonte à la cire perdue est inventée à la fin du 5e millénaire au Balochistan, la coulée d'objets de l'ordre du kilogramme (armes et outils) était pratiquée depuis longtemps en routine en coulant du cuivre non allié en moules permanents faits de pierre ou d'argile (cf. Chapitre 1). Dans les conditions de la fonderie de précision, plus proches de celles des petits objets, la coulabilité du cuivre non allié ne se dégrade-t-elle pas de manière dramatique ? Les tests de coulabilité en grille permettraient de le vérifier. Toujours au sujet de la coulabilité des cuivres au plomb, une autre hypothèse mériterait d'être explorée. En effet, les premières fontes à la cire perdue ne sont pas à strictement parler des cuivres au plomb : de l'arsenic est pratiquement toujours présent (2.5 % en moyenne, Figure 74 p. 187). Il faudrait vérifier qu'un effet synergique arsenic-plomb n'est pas susceptible de se produire, au même titre que l'effet du plomb sur l'étain (baisse du *liquidus* et/ou accentuation du mode de cristallisation en peau).

Enfin, nous ne pouvons conclure cette partie sans revenir sur la question du préchauffage des moules. Les résultats ont prouvé que le préchauffage des moules à haute température (600° C) était un moyen très efficace pour améliorer la coulabilité de tous les alliages cuivreux à long intervalle de solidification. Ainsi, ce n'est qu'en combinant une faible vitesse de refroidissement <u>et</u> un préchauffage élevé du moule que nous avons abouti à des coulabilités exceptionnelles pour le bronze au plomb. Lorsque nous avions passé en revue les usages du fort ajout de plomb dans les alliages cuivreux, nous avions d'ailleurs prédit que le savoir-faire de la paroi mince ne pouvait se limiter à la seule addition de plomb (cf. Chapitre 8 § 6, p. 375). Dans les procédés modernes de fonderie d'art, le préchauffage des moules n'est pas seulement coûteux comme le signale Campbell (cf. p. 397), il est le plus souvent impossible. La pratique de ces ateliers est en effet de « serrer » le moule pour éviter son éclatement sous la pression du métal liquide pendant la coulée. Le serrage du moule consiste le plus souvent à descendre le moule dans une fosse, et à presser du sable sec tout autour jusqu'à ce que celui-ci soit totalement enterré. Les représentations et les différents témoignages relatant les coulées de grande statuaire montrent que cette pratique remonte au moins à la Renaissance (Rama, 1988, p. 214 & 317 à 320). Le problème est que le serrage des moules est

rédhibitoire pour aboutir à un fort préchauffage. Notre connaissance des ateliers de grande fonderie grecs et romains est encore très lacunaire ; cependant, il apparaît déjà que l'agencement des fosses de coulée était très différent de celui que nous pouvons observer dans une fonderie d'art contemporaine. Nous ne rentrerons pas ici dans le détail, mais nous nous arrêterons sur une des particularités des fosses antiques. Leur étude révèle en effet systématiquement la forte chauffe de ces structures : ainsi les parois de la fosse de coulée de l'atelier de Mylonas à Rhodes (Grèce) étaient revêtues de briques d'argile altérées par le feu (Zimmer, 2004, p. 343), la zone chaude de la fosse maçonnée d'Avenches (Suisse) était enduite d'un parement d'argile fortement rubéfié (Morel & Chevalley, 2001, p. 146), quant à la fosse découverte à Fréjus (France), c'est cette fois le sol au centre de la fosse qui était très fortement rubéfié (Dumont *et al.*, 2012, pp. 82-85). L'interprétation donnée, à laquelle nous souscrivons, est que ces fosses ne servaient pas uniquement à la coulée, mais que le décirage et la cuisson des moules y étaient également effectués. Cela nécessitait donc de mettre le feu dans un espace aménagé autour du moule, qui explique les importantes rubéfactions observées. Nous ajouterons simplement que ce dispositif, au contraire des fosses de coulée modernes, permettait de couler dans un moule chaud. La découverte très récente de l'atelier des Jacobins au Mans (France) vient à l'appui de cette hypothèse (Thomas*, et al.*, 2015). La fouille de cet atelier a en particulier livré un moule de grande dimension, qui avait été éventré de façon à libérer la partie de la statue qui y avait été coulée. La base de ce moule est restée en place au centre de la fosse, dans la position où le bronze a été coulé. Rien ne permet de penser que la fosse ait été remplie d'un matériau permettant de serrer le moule au moment de la coulée (tel que du sable), tout laisse croire au contraire que la coulée a été effectuée directement après cuisson, alors que le moule était encore chaud (Figure 177).

Figure 177 : fouille de l'atelier de grands bronzes des Jacobins (Le Mans, France). Moule éventré encore en place dans la fosse de coulée. Remarquer la forte rubéfaction des parois et du sol de la fosse.

(Photographie P. Chevet, d'après Thomas, et al., 2015)

Conclusion générale

Cette conclusion générale propose de replacer la question de l'évolution des techniques de fonte à la cire perdue, de l'Indus à la Méditerranée, du 5e millénaire au Ve s. av. J.-C., dans une perspective élargie. Volontairement synthétique, elle donne une vision d'ensemble du sujet, dans l'objectif de mettre en évidence les points les plus saillants de nos résultats. Nous ne reprendrons pas ici dans le détail les conclusions qui ont systématiquement été données à la fin de chaque chapitre. Par ailleurs, chacune des trois parties a elle-même été conclue par un chapitre de synthèse, nous invitons le lecteur à s'y reporter :

- Chapitre 3 : diffusion de la fonte à la cire perdue depuis le Balochistan vers le Proche-Orient dans le cours des 4e et 3e millénaires (p. 185).

- Chapitre 7 : la question de l'origine des techniques de la grande statuaire antique en bronze de la première moitié du 1er millénaire av. J.-C. (p. 353).

- Chapitre 11 : pour conclure sur la coulabilité des alliages cuivreux et la question des forts ajouts de plomb (p. 443).

La recherche que nous avons menée a en premier lieu permis de documenter une séquence artisanale exceptionnelle au Balochistan. Nous avons montré qu'une tradition de fonte à la cire perdue est née à Mehrgarh (-4500 / -3600 av. J.-C) et qu'il était possible de suivre son développement jusqu'à la fin de la période de l'Indus (-1900 av. J.-C.). L'adoption très précoce de la fonte à la cire perdue n'est pas le fait unique de Mehrgarh ; Nahal Mishmar et Varna sont les témoins de deux autres traditions artisanales de fonte à la cire perdue qui remontent également au début du 5e ou à la fin du 4e millénaire. Les objets de Nahal Mishmar en particulier, sont beaucoup plus spectaculaires que ceux retrouvés à Mehrgarh, et leur technique témoigne d'une sophistication sans équivalent pour cette période. Quelles sont alors les forces de la tradition de Mehrgarh, et les faiblesses de la tradition de Nahal Mishmar expliquant que l'une a traversé les millénaires, et l'autre a rapidement été stoppée ? La première raison, la principale, est totalement externe : alors que les sites de Mehrgarh et de Nausharo développent une occupation continue sur plus de 6000 ans, la métallurgie du Levant sud est un phénomène brillant et spectaculaire mais de plus courte durée (le Ghassulien : -4500 / -3600). Il y a peut-être également une seconde raison, qui est cette fois liée au matériau. Dans un cas comme dans l'autre, la fabrication par fonte à la cire perdue faisait appel à un alliage cuivreux de bonne coulabilité. Le fondeur ghassulien s'appuyait sur un alliage cuivreux complexe renfermant de fortes teneurs d'antimoine et d'arsenic (jusque 20 %), parfois également du nickel ou de l'argent. Il est fort probable qu'une ressource aussi particulière n'était plus disponible après l'effondrement du ghassulien. La tradition de Mehrgarh reposait quant à elle sur l'utilisation d'un alliage de synthèse préparé à partir de deux ressources très abondantes, le cuivre et le plomb. Le fondeur du Balochistan a donc très facilement pu se procurer ces deux métaux pendant les 2500 ans d'existence de la tradition de Mehrgarh.

L'étude des objets fabriqués par fonte à la cire perdue au Balochistan permet également d'observer les conséquences d'une pratique artisanale sur la longue durée, dans le cadre d'un environnement stable : l'occupation continue des sites est en effet un facteur qui a nécessairement favorisé la transmission des savoir-faire ancestraux. Ainsi, très progressivement (ou plus exactement de façon répartie dans le temps) et par innovations successives, il s'avère que le procédé direct de fonte à

la cire perdue a trouvé au Balochistan un développement complet : la fonte pleine d'abord, puis la fonte creuse ouverte et enfin la fonte creuse fermée sur noyau maintenu (Figure 178).

La fonte à la cire perdue est une technique métallurgique totalement nouvelle lorsqu'elle apparaît à Mehrgarh, et qui représente un véritable saut dans l'histoire de la métallurgie. Elle ne se substitue pas à la fonte en moule permanent, mais donne naissance à une nouvelle lignée d'objets, dont les formes ne peuvent être réalisées autrement que par ce procédé. La longue pratique du procédé direct de fonte à la cire perdue a laissé le temps aux artisans du Balochistan d'en explorer toutes les facettes, débouchant sur la mise au point de trois variantes différentes qui sont encore en usage de nos jours : le procédé direct n'a pas connu d'évolution majeure depuis.

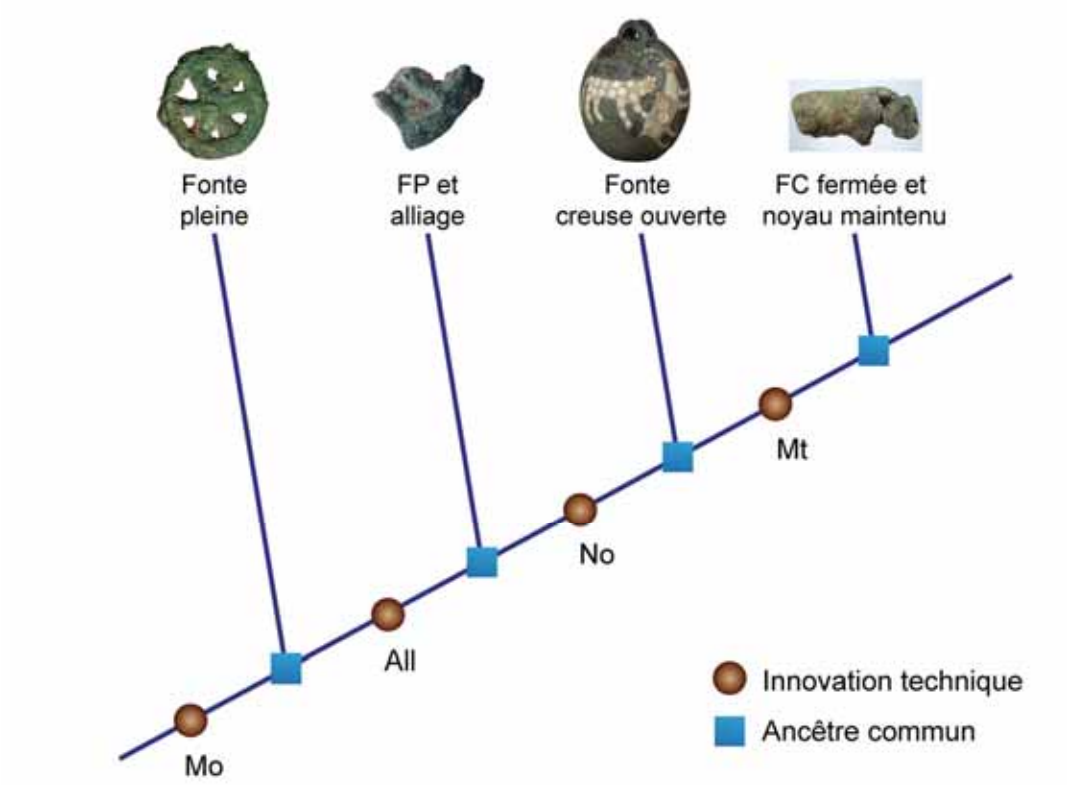


Figure 178: arbre phylogénétique du procédé direct de fonte à la cire perdue, Balochistan, -4500 / -1900 av.J.-C.

Mo : modèle en cire ; All : alliage de synthèse (Cu-Pb) ; No : noyau ; Mt : système de maintien du noyau (clou ou armature).

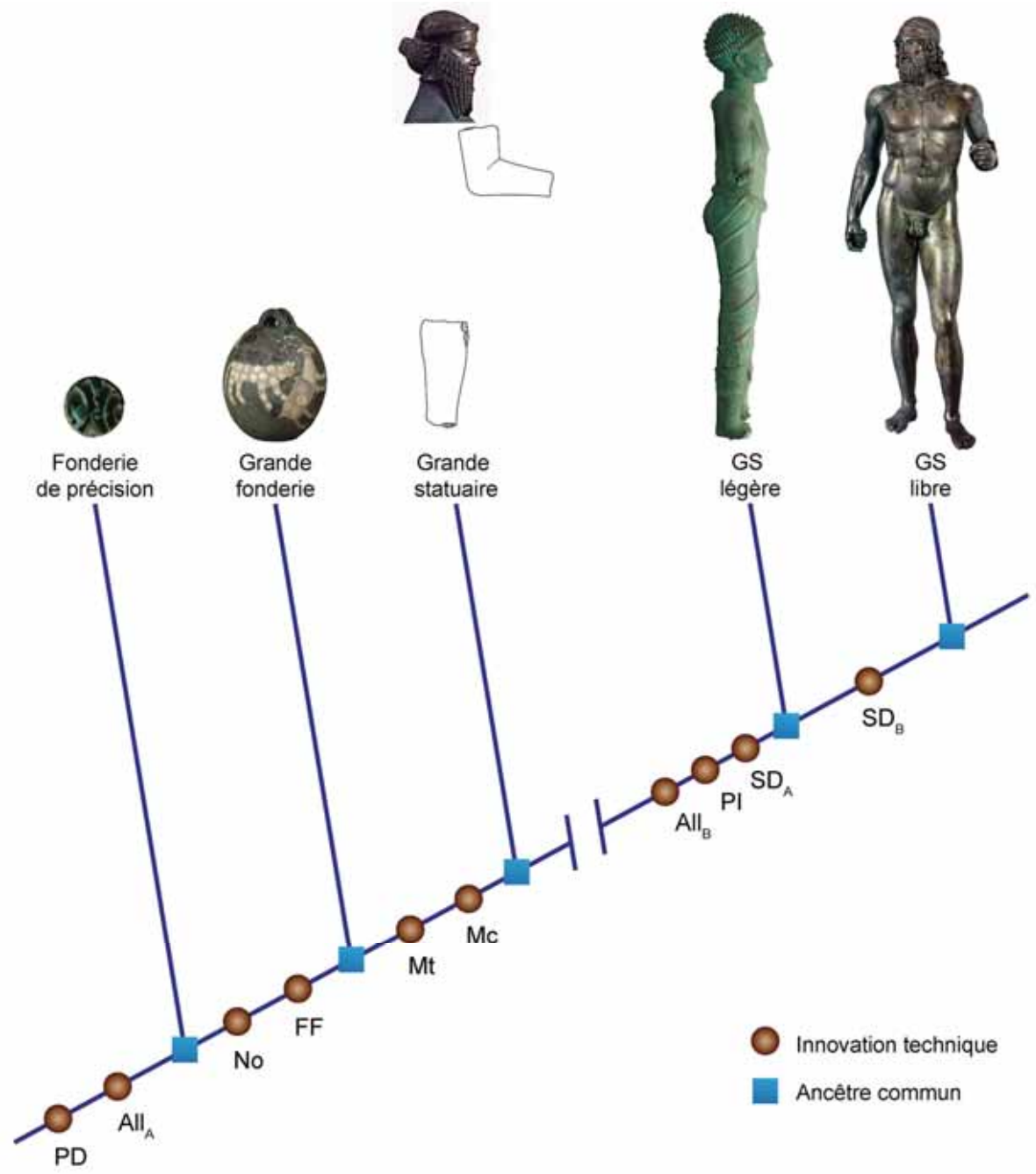


Figure 179 : arbre phylogénétique des techniques de la grande statuaire antique fondue à la cire perdue, -2500 / -450 av. J.-C. Remarquer l'anomalie créée par le hiatus : l'avènement *ex nihilo* des grands bronzes de la première moitié du 1er millénaire av. J.-C. requiert pas moins de trois importantes innovations.

PD : procédé direct (voir Figure 178) ; All$_A$: alliage de bonne coulabilité (Cu-Pb ou Cu-As ou Cu-Sn) ; No : noyau ; FF : four de fonderie ; Mt : système de maintien du noyau (clou et/ou armature) ; Mc : assemblage mécanique ; All$_B$: alliage de coulabilité exceptionnelle (bronze à fort ajout de plomb) ; PI : procédé indirect ; SD$_A$: assemblage soudé ; SD$_B$: assemblage soudé en bout à bout.

Nous avons également vu que la tradition de fonte à la cire perdue telle qu'elle est née à Mehrgarh (utilisation du cuivre à fort ajout de plomb), a rencontré le succès, se diffusant sur une très large partie du Proche-Orient ancien (Asie Centrale, Iran, Mésopotamie). L'appropriation de la technique par les fondeurs mésopotamiens a conduit au développement d'une nouvelle forme d'expression artistique, la grande sculpture de métal. Les individus qui ont créé les premières statues humaines de taille naturelle n'étaient évidemment pas considérés comme des artistes au sens où nous l'entendons aujourd'hui, mais correspondent plutôt à des artisans attachés à l'élite impériale. Il n'en reste pas moins qu'à compter du milieu du 3e millénaire, la grande sculpture découvre un nouveau support, le métal.

Il faut bien se rendre compte qu'il n'y a pas une, mais plutôt 1001 façons de faire une grande statue de métal. Aujourd'hui encore, la fabrication d'un « grand bronze » est une tâche extraordinairement complexe, ce qui explique la diversité des techniques de fabrication. La fonte à la cire perdue n'est pas la seule technique qui permet d'aboutir à la création d'une grande statue. Nous avons par exemple montré que la tôle assemblée a souvent été utilisée au Proche-Orient dès le 3e millénaire et dans le monde égéen au VIIe et VIe siècles avant notre ère. « La Liberté éclairant le monde » de Bartholdi (inaugurée en 1886), plus connue sous le nom de Statue de la Liberté (h. 46 m), est une autre illustration des possibilités spectaculaire offertes par la mise en forme de feuilles de métal. Au XIXe siècle encore, la cire perdue a également été fortement concurrencée par les développements faits dans le domaine de la fonte au sable (Lebon, 2012). Grâce à certaines innovations, notamment le moulage par des matériaux souples tels que le silicone, la fonte à la cire perdue est depuis redevenue la technique de prédilection des fonderies d'art ; c'est par exemple le cas de la fonderie de Coubertin, où j'ai eu la chance de pouvoir effectuer une grande partie des expérimentations de coulabilité.

Au sein même du procédé de la fonte à la cire perdue, l'éventail des possibilités pour la réalisation d'une grande statue est immense. Les contraintes sont toujours les mêmes : réussir à obtenir les parois les plus fines et les plus régulières possibles, tout en évitant le raté de coulée. Les solutions pour faire face à ces contraintes sont par contre à chaque fois différentes et dépendent des

compétences et du savoir-faire de l'atelier. Il en résulte la multiplicité des procédés de fabrication de la grande statuaire de métal que nous avons constatée.

Pour la fabrication des premières grandes statues à la cire perdue, une étape décisive a été franchie lorsque la maîtrise des foyers métallurgiques a été suffisante pour passer de la fonderie de précision, qui consistait surtout à couler des amulettes ou des sceaux compartimentés, à la grande fonderie capable de manipuler quelques kilogrammes de métal (Figure 179). Nous n'avons pas la trace de tels fours de fonderie au Balochistan, mais ce progrès est tout de même illustré par l'extraordinaire Poids aux Léopards de Shahi-Tump (15 kg), qui s'avère de plus constituer l'un des premiers exemples connus de fonte en creux. Cette innovation est un prérequis indispensable à la fabrication d'une statue.

Le pas suivant a été franchi en Mésopotamie. Les premières statues ont été obtenues par la coulée de pièces détachées (têtes, bras, jambes, torse), puis assemblées mécaniquement. On ne connaît pas suffisamment ces statues pour décrire précisément la technique d'assemblage. Moyennant quelques améliorations (notamment l'armature en fer), cette méthode a également été mise en œuvre pour les grandes statues féminines de Karnak. Elle continuera d'être déclinée par de nombreux autres exemples de grandes statues, quelles que soient les périodes ou les civilisations.

La suite est plus singulière, elle ne concerne que les grands bronzes de l'Antiquité Classique (monde égyptien, gréco-romain et sabéen ; première moitié du premier millénaire). La fabrication des statues a reposé sur l'adoption de deux (Grèce) ou trois (Égypte, Yémen) innovations : procédé indirect pour l'obtention de parois de cire très minces et très régulières, bronze à fort taux de plomb pour réussir à couler ces parois minces, et assemblage soudé afin de limiter la dimension des pièces à couler tout en donnant une impression d'unité. Ces trois innovations fondamentales ont permis un développement considérable de la grande statuaire antique de bronze. Les bronziers ont en effet su tirer partie de toutes les possibilités offertes par ces techniques pour obtenir de grandes, voire de très grandes statues, tout en restant dans un poids très contenu. À titre d'exemple, la statue de l'Apoxyomène de Croatie (h. 192 cm, épaisseur moyenne des parois 6 mm), ne pèse dans son état actuel que 125 kg. Dans une dernière évolution, les

fondeurs grecs ont amélioré le soudage par la mise au point de la technique en « bout à bout » ; nous pensons que cette innovation a marqué les esprits de l'époque et a très fortement contribué à construire la réputation des grands bronzes de la période du style sévère.

Les trois méthodes de fabrication que nous avons caractérisées, égyptienne, sabéenne et gréco-romaine, sont marquées par la singularité de cet ensemble de techniques : jamais plus on ne retrouvera une telle façon de faire, ce qui créée donc une relation très forte entre les trois méthodes. Nous avons par contre souligné que le détail de la fabrication était propre à chacune. Ces deux points nous ont conduits à formuler l'hypothèse de l'existence d'un ancêtre commun que nous ne pouvons pas mettre en évidence, en raison de « l'invisibilité » des grands bronzes du 2e millénaire. Cette conclusion, qui visait à mettre en perspective l'évolution des techniques de la grande statuaire antique en bronze, met donc plus encore en exergue l'incohérence de ce hiatus (Figure 179).

Références bibliographiques

AAVV. (1984). *Dua Bronzi da Riace, rinvenimento, restauro, analisi ed ipotesi di interpretazione*. Roma: Libreria dello Stato, 341 p. + planches

Agrawal, D.-P. (2000). *Ancient metal technology and archaeology of South Asia : a Pan-Asian perspective*. New Delhi: Aryan Books International, 254 p.

Ali Aqil, A., & Antonini, S. (2007). *Bronzi Sudarabici di periodo pre-islamico* (Vol. 3). Paris: Académie des Inscriptions et Belles-Lettres, 252 p.

Amendola, R. (2010). *Influence of alloying elements on properties of casting copper base alloys.* Thèse de doctorat, Universita degli Studi di Genova, Genoa, 139 p.

Antonini, S. (2007). Le opere del Jabal al-'awd, Appendix. In A. Ali Aqil & S. Antonini (Eds.), *Bronzi Sudarabici di periodo pre-islamico* (Vol. 3). Paris: Académie des Inscriptions et Belles-Lettres.

Arbach, M. (2005). Un lion en bronze avec un nouveau synchronisme mineo-qatabanite. In A. Sholan, S. Antonini & M. Arbach (Eds.), *Sabaean Studies. Studies in honour of Yusuf Abdallah, Alessandro de Maigret and Christian J. Robin in occasion of their 60th birthdays* (pp. 21-33). Naples - Sanaa.

Armbruster, B. (1993). A study on lost wax casting processes in Mali and Burkina Faso (Western Africa), Workshops and casting techniques as ethno-archaeological demonstration material. In E. Formigli (Ed.), *Atti del seminario antiche officine del bronzo. Materiali, strumenti, technice, Murlo 1991, Siena* (pp. 153-164).

Arnaud, D. (1989). Fonderie et moulage des alliages de cuivre. *Techniques de l'ingénieur. Mise en forme et fonderie., MC3-M800*, 1-10.

Arnaud, D., Barbery, J., Biais, R., Fargette, B., & Naudot, P. (1985). Propriétés du cuivre et de ses alliages. *Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques, MB5-M430*, 1-50.

Aruz, J. (2003). *Art of the First Cities: The Third Millennium B.C. from the Mediterranean to the Indus* New York: The Metropolitan Museum of Art, 564 p.

Aucouturier, M., Borel, T., Mille, B., Porto, E., & Zink, A. (2008). *Etude de quatre bronzes du département des Antiquités Egyptiennes : analyses, radiographies, thermoluminescence*. Paris: rapport du C2RMF n° 16273 du 14 novembre 2008.

Aucouturier, M., Delange, E., & Meyohas, M.-E. (2004). Karomama, Divine Adoratrice d'Amon : son histoire, sa restauration, l'étude en laboratoire. *Techné, 19*, 7-16.

Azakami, T., & Yazawa, A. (1976). Activity measurements of liquid copper binary alloys. *Canadian Metallurgical Quarterly, 15*(2), 111-122.

Azéma, A. (2013). *Les techniques de soudage de la grande statuaire antique en bronze : étude des paramètres thermiques et chimiques contrôlant le soudage par fusion au bronze liquide.* Thèse de doctorat, Université de Pierre et Marie Curie (Paris 6), Paris, 390 p.

Azéma, A., Angelini, F., Mille, B., Framezelle, G., & Chauveau, D. (2013). Ultrasonic Phased Array contribution to the knowledge of the Flow Fusion Welding Process used on the Roman Large Bronze Statues. *Welding in the World, 57*(4), 477-486.

Azéma, A., Mille, B., Echegut, P., & De Sousa Meneses, D. (2011). An experimental study of the welding techniques used on the Greek and Roman large Bronze Statues. *Historical Metallurgy, 45*(2), 71-80.

Backman, D. G., & Williams, J. C. (1992). Advanced materials for aircraft engine applications. *Science, 255*(5048), 1082-1087.

Bahrani, Z. (2016). Guerre et paix. In A. Thomas (Ed.), *L'histoire commence en Mésopotamie* (pp. 332-337). Lens: Musée du Louvre-Lens.

Barbillat, J., Bougeard, D., Buntinx, G., Delhaye, M., Dhamelincourt, P., & Fillaux, F. (1999). Spectrométrie Raman, *Techniques de l'Ingénieur, traité Analyse et Caractérisation, P 2 865 1-31*.

Barthélemy de Saizieu, B. (1994). Eléments de géométrie préhistorique à partir des parures funéraires du Néolithique ancien de Mehrgarh (Balouchistan pakistanais). *L'Anthropologie, 98*(4), 589-624.

Barthélemy de Saizieu, B. (2003). *Les parures de Mehrgarh, perles et pendentifs du Néolithique précéramique à la période pré-Indus*. Paris: Editions Recherche sur les Civilisations, 169 p. + pl.

Barthélemy de Saizieu, B. (in prep.). *Les parures de Nausharo*

Barthélemy De Saizieu, B., & Bouquillon, A. (2000). Émergence et évolution des matériaux vitrifiés dans la région de l'Indus du 5e au 3e millénaire (Merhgarh-Nausharo). *Paleorient, 26/2*, 93-111.

Barthélemy de Saizieu, B., Bouquillon, A., & Duval, A. (1993). Les parures en pierre de Mundigak, Afghanistan. *Paleorient, 19*(2), 65-94.

Bassiakos, Y., & Catapotis, M. (2006). Reconstruction of the copper smelting process at Chrysokamino based on the analysis of ore and slag samples. In P. Betancourt (Ed.), *The Chrysokamino Metallurgy workshop and its Territory* (Vol. Supplement 36, pp. 329-354). Athens: The American School of Classical Studies at Athens.

Beeley, P. (2001). *Foundry Technology* (2nd edition ed.). Oxford: Butterworth-Heinemann, Elsevier, 719 p.

Begemann, F., Haerinck, E., Overlaet, B., Schmitt-Strecker, S., & Tallon, F. (2008). An archaeo-metallurgical study of the Early and Middle Bronze Age in Luristan, Iran. *Iranica Antiqua, 18*, 1-66.

Benard, J., Michel, A., Philibert, J., & Talbot, J. (1991). *Métallurgie générale* (2 ed.). Paris: Masson, 651 p.

Bertholon, R. (1999). *Rapport sur les traitements de conservation et de restauration d'une sphère en cuivre et plomb décorée d'incrustations de coquillage provenant de Shahi-Tump (Pakistan)*. Compiègne: rapport n° 991901 de l'IRRAP, 20 p.

Bertholon, R. (2000). *La limite de la surface d'origine des objets métalliques archéologiques. Caractéisation, localisation et approche des méanismes de conservation.*, Université Paris 1, Paris, 468 p. + CD-ROM

Berthoud, T. (1979). *Etude par l'analyse de traces et la modélisation de la filiation entre minerai de cuivre et objets archéologiques du Moyen-Orient.* Thèse de l'Université Pierre et Marie Curie Paris 6, Paris, 150 p. + annexes

Berthoud, T., Cleuziou, S., Hurtel, L. P., Menu, M., & Volfovsky, C. (1982). Cuivres et alliages en Iran, Afghanistan, Oman au cours des IVe et IIIe millénaires. *Paléorient, 8*(2), 39-54.

Besenval, R. (1987). Découvertes récentes à Sarazm (R.S.S. du Tadjikistan) : attestation des relations au IIIe millénaire entre l'Asie centrale, l'Iran du Nord-Est et le Baluchistan. . *Comptes rendus des séances de l'Académie des Inscriptions et Belles-Lettres, 131*(2), 441-456.

Besenval, R. (1997). Entre le Sud-Est iranien et la plaine de l'Indus : le Kech-Makran, Recherches archéologiques sur le peuplement ancien d'une marche des confins indo-iraniens, *Arts Asiatiques, tome 52, p. 5-36*.

Besenval, R. (2000). New data for the chronology of the protohistory of Kech-Makran (Pakistan) from Miri Qalat 1996 and Shahi-Tump 1997 field-seasons, *Proc. of the 14th SAA Int. Conf. , Rome (Italy), 7-14 July 1996, p. 161-187*.

Besenval, R. (2005). Chronology of Protohistoric Kech-Makran. In C. Jarrige & V. Lefèvre (Eds.), *South Asian Archaeology 2001* (Vol. 1, pp. 1-9). Paris: Editions Recherches sur les Civilisations.

Besenval, R., & Isakov, A. I. (1989). Sarazm et les débuts du peuplement agricole dans la région de Samarkand. *Arts asiatiques, 44*, 5-20.

Bewer, F., Bourgarit, D., & Bassett, J. (2008). Les bronzes français (XVIe-XVIIIe siècle) : notes techniques. In G. Bresc-Bautier & G. Scherf (Eds.), *Bronzes français de la Renaissance au Siècle des lumières* (pp. 28-41). Paris Musée du Louvre - Somogy.

Birch, T., Rehren, T., & Pernicka, E. (2013). The Metallic Finds from Çatalhöyük: A Review and Preliminary New Work. In I. Hodder (Ed.), *Substantive Technologies at Çatalhöyük: Reports from the 2000-2008 Seasons* (Vol. 9, pp. 307-316). Los Angeles: The Cotsen Institute of Archaeology Press.

Blanchet, J.-C. (1984). *Les premiers métallurgistes en Picardie et dans le Nord de la France* (Vol. 17). Paris: Mémoires de la Société Préhistorique Française, 608 p.

Bol, C. (1978). *Grossplastik aus Bronze in Olympia* (Vol. IX). Berlin: de Gruyter, 145 p.

Bol, C. (1985). *Antike Bronzetechnik: Kunst und Handwerk antiker Erzbildner* München: Beck, 211 p.

Borell, B., & Rittig, D. (1998). *Orientalische und Griechische Bronzereliefs aus Olympia, Olympische Forschungen* (Vol. 26). Berlin: Walter de Gruyter, 225 p.

Bouquillon, A., Descamps, S., Hermary, A., & Mille, B. (2006). Une nouvelle étude de l'Apollon Chatsworth. *Revue Archéologique, n° 42 (2006/2)*, 227-261.

Bourgarit, D., Bassett, J., Bewer, F., Bresc-Bautier, G., Malgouyres, P., & Scherf, G. (2014). *Bronzes Français, Matériaux et Techniques de la Sculpture en bronze du XVIème au XVIIIème siècle, London : Archetype, 2014.* Londres: Archetype, 268 p.

Bourgarit, D., & Mille, B. (2003). The elemental analysis of ancient copper-based artefacts by Inductively-Coupled-Plasma Atomic-Emission-Spectrometry

(ICP-AES) : an optimized methodology reveals some secrets of the Vix Crater. *Measurement Science and Technology, 14*, 1538-1555.

Bourgarit, D., & Mille, B. (2007). Les premiers objets métalliques ont-ils été fabriqués par des métallurgistes ? *Actualité Chimique, 312-313*, 54-60.

Bourgarit, D., & Mille, B. (2014). Provenance du cuivre et alliages. In P. Dillmann & L. Bellot-Gurlet (Eds.), *Circulation et provenance des matériaux dans les sociétés anciennes* (pp. 103-131). Paris: Editions des archives contemporaines.

Bourgarit, D., Mille, B., Borel, T., Baptiste, P., & Zéphir, T. (2003). A Millennium of Khmer Bronze Metallurgy : A Technical Study of Seventy-five Bronze Artefacts from the Musee Guimet and the Phnom Penh National Museum. In P. Jett (Ed.), *Scientific Research in the field of Asian art, Proc. 1st Forbes Symposium, Freer Gallery, 27-29 sep. 2001, Washington* (pp. 103-126). London: Archetype Publications Ltd.

Bresc-Bautier, G., & Scherf, G. (2008). *Bronzes français de la Renaissance au Siècle des lumières*. Paris: Louvre éditions - Somogy, 536 p.

Briard, J., Bourhis, J.-R., & Vivet, J.-B. (1998). Nouvelle série d'analyses spectrographiques sur les bronzes armoricains : Tréboul et haches à douille. In C. Mordant, M. Pernot & V. Rychner (Eds.), *L'Atelier du Bronzier en Europe* (Vol. 1, pp. 91-100). Paris: CTHS.

Budd, P., Pollard, A. M., Thomas, R. G., & Williams, P. A. (1993). New views on the origins of copper metallurgy. In B. Frankhauser & J. Bird (Eds.), *Archaeometry : current australasian research* (pp. 153-159). Canberra.

Campbell, J. (1988). Thin Wall Casting. *Materials Science and Technology, Vol.4*, 194-202.

Campbell, J. (2003). *Castings* (2nd edition ed.). Oxford: Butterworth-Heinemann, Elsevier, 335 p.

Campbell, J., & Olliff, I. D. (1971). Static and Dynamic Criteria for Filling of Thin Sections Molds. *AFS Cast Metals Research Journal, 7*(2), 55-61.

Casal, J.-M. (1961). *Fouilles de Mundigak* (Vol. 1). Paris: Klincksieck, 266 p.

Caumont, O., Margarit, X., Mille, B., Piccardo, P., & Rolley, C. (2006). Un bras d'empereur romain en bronze à Essegney (Vosges). *Revue Archéologique de l'Est, t. 55-2006*, 173-195.

Cebeillac Gervasoni, M. (1985). Les bronzes de Riace. *Archéologia, 204*, 20-27.

Chabrier, R. (2016). Le mystère de l'amulette, film d'animation de 6'58'' accompagnant la publication de Thoury *et al.*, https://vimeo.com/191624012.

Chakrabarti, D. J., & Laughlin, D. E. (1984). The Cu–Pb (Copper-Lead) system. *Bulletin of Alloy Phase Diagrams (1984) 5: 503-510 , October 01, 1984, 5*(5), 503-510.

Chamoux, F. (1955). *L'Aurige de Delphes*. Paris: de Boccard, 85 p. + 23 pl.

Chase, W. T. (1994). Chinese bronzes : casting, finishing, patination, and corrosion. In S. D.A., P. J. & C. B. (Eds.), *Ancient and historic metals - Conservation and Scientific research* (pp. 85-117): The Getty conservation institute.

Coffyn, J., Gomez de Soto, J., & Mohen, J. P. (1980). *L'apogée du Bronze atlantique, le dépôt de Vénat* (Vol. 1). Paris: Picard, 240 p.

Colinart, S., & Eveno, M. (1994). *Statue de femme, bronze avec décor à feuille d'or du Département des Antiquités Egyptiennes du Musée du Louvre, n° inv. N3390, n° C2RMF FZ21049* Paris: rapports du C2RMF n° 1951 du 7 janvier 1993 et n° 1951 bis du 30 juin 1994.

Coppa, A., Bondioli, L., Cucina, A., Frayer, D. W., Jarrige, C., Jarrige, J.-F., Quivron, G., Rossi, M., Vidale, M., & Macchiarelli, R. (2006). Early Neolithic tradition of dentistry: Flint tips were surprisingly effective for drilling tooth enamel in a prehistoric population. *Nature*(440), 755-756.

Cottiaux, R., Salanova, L., Brunet, P., Hamon, T., Langry-François, F., Maingaud, A., Martineau, R., Mille, B., Polloni, A., Renard, C., & Sohn, M. (2014). Le Néolithique récent dans le Bassin parisien (3600-2900 av. J.-C.) : périodisation et faciès régionaux. In R. Cottiaux & L. Salanova (Eds.), *La fin du IVe millénaire dans le Bassin parisien : le Néolithique récent entre Seine, Oise et Marne (3500-2900 avant notre ère).* (Vol. 34e supplément à la Revue archéologique de l'Est, 1er supplément à la Revue archéologique d'Île-de-France, pp. 455-529). Dijon et Paris: Société Archéologique de l'Est, Association des amis de la Revue archéologique d'Île-de-France.

Coulon, L., & Laisney, D. (2015). Les édifices des divines adoratrices Nitocris et Aŉkhnesnéferibrê au nord-ouest des temples de Karnak (secteur de Naga Malgata). *Karnak, 15*, 81-171.

Craddock, P. T. (1976). The composition of the copper alloys used by the Greek, Etruscan, and Roman Civilizations 1. The Greeks before the Archaic Period. *Journal of Archaeological Science, 3*, 93-113.

Craddock, P. T. (sous presse). From Egypt to Greece via India: New Insights into Bronze Casting Technology in Antiquity *Proceedings of the Final RITak conference, 27th - 29th November 2015*. Bochum: Deutches Bergbau Museum.

Craddock, P. T., & Meeks, N. D. (1987). Iron in ancient copper. *Archaeometry, 29*(2), 187-204.

Craddock, P. T., & Taylor, J. (à paraître). *Pharaonic large bronze statues: an early development of hollow-cast bronze technologies*

Darblade-Audoin, M.-P., & Mille, B. (2008). Le pied de bronze colossal de Clermont-Ferrand. *Monuments et mémoires de la fondation Eugène Piot*(tome 87), 31-68.

Davey, C.-J. (2009). The early history of lost-wax casting. In J. Mei & T. Rehren (Eds.), *Metallurgy and Civilisation: Eurasia and Beyond (BUMA VI)* (pp. 147-154). London: Archetype.

Degrassi, N. (1981). *Lo Zeus stilita di Ugento*. Rome: G. Bretschneider, 179 p, 160 pl.

Delange, E., Di Mantova, A., & Meyohas, M.-E. (1995). Une extraordinaire statue de bronze doré conservée au Louvre. In C. Brown, F. Macalister & M. M. Wright (Eds.), *Conservation in Ancient Egyptian Collections* (pp. 137-145). London: Archetype.

Demange, F., Gajda, I., Mille, B., Pariselle, C., & Tavoso, O. (2007). *L'Homme de bronze, Hawtar'athat, fils de Radaw'îl, du lignage de Shalalum*: Musée du Louvre, livret de l'exposition, 12 p.

Desse, J., & Desse-Berset, N. (2005). Les ichthyophages du Makran (Bélouchistan, Pakistan). *Paléorient, 31*(1), 86-96.

Dhavalikar, D. H. (1982). Daimabad Bronzes. In G.-L. Possehl (Ed.), *Harappan Civilization, a contemporary perspective* (pp. 362-366). Warminster: Aris & Phillips.

Didier, A. (2013). *La production céramique du Makran (Pakistan) à l'âge du Bronze ancien. Contribution à l'étude du peuplement ancien des régions indo-iraniennes.* (Vol. XIV). Paris: Diffusion de Boccard, 376 p.

Didier, A., & Mutin, B. (2013). La production céramique protohistorique du Makran pakistanais dans la compréhension des relations indo-iraniennes. In J. Bendezu-Sarmiento (Ed.), *L'archéologie française en Asie centrale* (pp. 461-486). Paris: de Boccard.

Didier, A., & Sarmiento Castillo, D. (2014). *The French Archaeological Field Research in Pakistan by Mission of Indus (MAI) / Mission in Makran (MAFM) : 1958 / 2014 (poster)*. Paper presented at the International Seminar on French Contributions to Pakistan Studies.

Doriath, J.-C., & Nouailles, J. (1994). Fonderie de précision à modèle perdu. Application aux super-alliages. *Techniques de l'ingénieur., M755*, 1-10.

Dossin, G. (1948). Le vocabulaire de Nuzi, SMN 2559. *Revue d'assyriologie et d'archéologie orientale, 42*(1/2), 21-34.

Dran, J.-C., Calligaro, T., & Salomon, J. (2000). Particle-induced X-ray emission. In E. Ciliberto & G. Spoto (Eds.), *Modern Analytical Methods in Art and Archaeology* (pp. 135-166). Chichester: John Wiley.

Dubos, J. (2003). Fondeur d'art aujourd'hui. *Techné, 18*, 49-56.

Dumont, A., Azéma, A., Mille, B., Pellegrino, E., & Thomas, N. (2012). *251, avenue des Aqueducs à Fréjus (Var) : un atelier de bronzier antique à la Porte de Rome, rapport final d'opération de fouilles archéologiques*: INRAP, 144 p.

Eckmann, C., & Shafik, S. (2005). *Leben dem Horus Pepi, Restaurierung und technologische Untersuchung der Metallskulpturen des Pharao Pepi I. aus Hierakonpolis* (Vol. 59). Mainz: Römisch-Germanischen Zentralmuseum, 90 p.

Eustathopoulos, N., Ricci, E., & Drevet, B. (1999). Tension superficielle. *Techniques de l'ingénieur. Etude et propriétés des métaux., M67*, 1-13.

Fitzenreiter, M., Willer, F., & Auenmüller, J. (2016). *Materialien einer Gusswerkstatt von der Qubbet el-Hawa*. Berlin: EB-Verlag Dr. Brandt, 306 p.

Formigli, E. (1984). La tecnica di construzione delle statue da Riace. In AAVV (Ed.), *Dua Bronzi da Riace* (pp. 107-142). Roma: Libreria dello Stato.

Frame, L. (2012). Reconstructing ancient technologies: Chalcolithic crucible smelting at Tal-i Iblis, Iran. In P. Jett, B. McCarthy & J. G. Douglas (Eds.), *Scientific Research on Ancient Asian Metallurgy: Proceedings of Fifth Forbes Symposium at the Freer Gallery of Art, Washington, Smithsonian Institution, 28-29/10/2010* (pp. 183-204). Archetype Publications Ltd.

Francfort, H.-P. (1989). *Fouilles de Shortughaï . Recherches sur l'Asie centrale protohistorique*. Paris: Diffusion de Boccard, 512 p., 147 pl.

Gilead, I., & Gošić, M. (2014). Fifty Years Later: A Critical Review of the Stratigraphy, Chronology and Context of the Nahal Mishmar Hoard Mitekufat Haeven. *Journal of the Israel Prehistoric Society 44*, 226-239.

Golden, J. (2009). New Light on the Development of Chalcolithic Metal Technology in the Southern Levant *Journal of World Prehistory, 22*(3), 283-300.

Goren, Y. (2009). The Location of Specialized Copper Production by the Lost Wax Technique in the Chalcolithic Southern Levant. *Geoarchaeology: an International Journal, 23*(3), 374-397.

Guralnick, E. (2004). A Group of Near Eastern Bronzes from Olympia. *American Journal of Archaeology, 108*(2), 187-222.

Hamilton, R. W. (1967). A Sumerian Cylinder Seal with Handle in the Ashmolean Museum. *Iraq, 29*(1), 34-41.

Hanson, D., & Pell-Walpole, W. T. (1951). *Chill-cast tin bronzes*. London: Edward Arnold & Co, 368 p.

Hauptmann, A. (1985). *5000 Jahre Kupfer in Oman. Band1: Die Entwicklung der Kupfermetallurgie vom 3. Jahrtausend bis zur Neuzeit*. Bochum: Deutsches Bergbau Museum, 137 p.

Hauptmann, H., Pernicka, E., Helwing, B., Lutz, J., Müller, U., & Müller-Karpe, M. (2004). *Die Metallindustrie in Mesopotamien von den Anfängen bis zum 2. Jahrtausend v. Chr., Katalog, Tabellen und Tafeln, Katalog der untersuchten Metallobjekte aus dem Iraq und Syrien und Ergebnisse der Röntgenfluoreszenz- und Neutronenaktivierungsanalysen.*, 150 p., 161 pl.

Haynes, D. (1968). The Technique of the Chatsworth Head. *Revue Archéologique, nouvelle série, 1*, 101-112.

Haynes, D. (1981). The Technique of the Erbach Griffin-Protomai. *The Journal of Hellenic Studies, 101*, 136-138.

Haynes, D. (1992). *The technique of Greek Bronze statuary*. Mainz am Rhein: Philipp von Zabern, 156 p.

Heilmeyer, W. D. (2012). Zeus in Olympia - der Zeus-Altar und das Zeus-Bild des Pheidias. In W. D. Heilmeyer, N. Kaltsas, H. J. Gehrke, G. E. Hatzi & S. Bocher (Eds.), *Mythos Olympia, Kult und Spiele* (pp. 112-119). München: Prestel Verlag.

Helwing, B. (2011). The small finds from Arisman. In A. Vatandoust, H. Parzinger & B. Helwing (Eds.), *Early mining and metallurgy on the Western central Iranian plateau : the first five years of work* (pp. 254-327). Mainz: Ph. von Zabern.

Herrmann, G. (1968). Lapis Lazuli: The Early Phases of Its Trade. *Iraq, 30*(1), 21-57.

Hill, M. (2007a). Charting Metal Statuary: The Archaic Period Through the Pre-Tutmoside New Kingdom (ca. 3100-1479 BC). In M. Hill & D. Schorsch (Eds.), *Gifts for the Gods: Images from Ancient Egyptian Temples* (pp. 7-17). New York: The Metropolitan Museum of Art.

Hill, M. (2007b). Heights of Artistry: the Third Intermediate Period (ca. 1070-664 BC). In M. Hill & D. Schorsch (Eds.), *Gifts for the Gods: Images from Ancient Egyptian Temples* (pp. 51-63). New York: The Metropolitan Museum of Art.

Hill, M. (2007c). Shifting Ground: The New Kingdom from the Reign of Thutmose III (ca 1479-1070 BC). In M. Hill & D. Schorsch (Eds.), *Gifts for the Gods: Images from Ancient Egyptian Temples* (pp. 23-31). New York: The Metropolitan Museum of Art.

Hill, M., & Schorsch, D. (2007). *Gifts for the Gods: Images from Ancient Egyptian Temples*. New York: The Metropolitan Museum of Art, 256 p.

Hinman, R. W., Tesk, J. A., Whitlock, R. P., Parry, E. E., & Durkowski, J. S. (1985). A technique for characterizing casting behavior of dental alloys. *Journal of Dental Research, 64*, 134-138.

Hitgen, H. (2005). An early Himyarite mountain settlement on Jabal al-Awd. In A. C. Gunter (Ed.), *Caravan kingdoms: Yemen and the ancient incense trade* (pp. 42-51). Washington, DC: Arthur M. Sackler Gallery.

Hole, F. (2000). New Radiocarbon Dates for Ali Kosh, Iran. *Neo-Lithics, 1/00*, 13.

Hole, F., Flannery, K. V., & Neely, J. A. (1969). *Prehistory and Human Ecology of the Deh Luran Plain: An Early Village Sequence from Khuzistan, Iran.* . Ann Arbor: University of Michigan Museum of Anthropology, 438 p.

Hours, J., & Khosrof, S. (1978). *Contexte de la métallurgie en Bactriane : étude d'objets récemment acquis par les Musées Nationaux.* Mémoire de DEA, Université Paris 1, Paris, 55 p.

Hunt, L. B. (1980). The Long History of Lost Wax Casting: Over Five Thousand Years of Art and Craftsmanship. *Gold Bulletin, 13-14*, 63-79.

Hurtel, L. P. (1984). *Analyse de trente cachets compartimentés, département des antiquités orientales du musée du Louvre*. Paris: rapport du C2RMF n° 1431.

Jacquemin, A., & Laroche, D. (2012). Regards nouveaux sur deux quadriges delphiques. In M. Denoyelle, S. Descamps, B. Mille & S. Verger (Eds.), *Actes du colloque Bronzes grecs et romains, recherches récentes, hommage à Claude Rolley, INHA, 16-17/06/2009.*

Jarrige, C. (2006). The figurines of the first farmers at Mehrgarh and their offshoots. *Pagdhara, 18*, 155-166.

Jarrige, C., Jarrige, J.-F., Meadow, R. H., & Quivron, G. (1995). *Mehrgarh Field Reports 1974-85: From Neolithic times to the Indus Civilization*. Government of Sindh, Pakistan, 492 p.

Jarrige, J.-F. (1986). Mundigak et Mehrgarh : la question des relations entre le Baluchistan et la Turkménie Méridionale au Chalcolithique et à l'Age du Bronze". *Information Bulletin of the International Association for the Study of the Cultures of Central Asia*(11), 56-68.

Jarrige, J.-F. (1995). Du néolithique à la civilisation de l'Inde ancienne : contribution des recherches archéologiques dans le nord-ouest du sous-continent indo-pakistanais. *Arts asiatiques*(50), 5-30.

Jarrige, J.-F. (1996). Les fouilles de Nausharo au Balochistan pakistanais et leur contribution à l'étude de la civilisation de l'Indus. *Comptes rendus des séances de l'Académie des Inscriptions et Belles-Lettres, 140*(3), 821-878.

Jarrige, J.-F. (2008). L'origine des cités de l'Indus à la lumière des fouilles de Mehrgarh et de Nausharo au Pakistan. In J. Guilaine (Ed.), *Villes, villages, campagnes de l'Âge du Bronze* (pp. 9-22). Paris: Errance.

Jarrige, J.-F. (2013). Les relations archéologiques entre les régions au sud et au nord de l'Hindu Kush du Ve millénaire jusqu'au milieu du IIIe millénaire avant notre ère à la lumière des données fournies par les sites de la région de Kachi-Bolan au Balochistan pakistanais. In J. Bendezu-Sarmiento (Ed.), *L'archéologie française en Asie centrale* (pp. 41-68). Paris: de Boccard.

Jarrige, J.-F., Jarrige, C., & Quivron, G. (2013). *Mehrgarh Neolithic Period – Seasons 1997-2000*. Paris: de Boccard, 490 p.

Jarrige, J.-F., & Lechevallier, M. (1980). Les fouilles de Mehrgarh, Pakistan : problèmes chronologiques. *Paleorient*(6), 253-258.

Juliis, E. M. (1996). La rencontre des Grecs avec les autres populations de l'Apulie. In P. G. Caratelli (Ed.), *Grecs en Occident. De l'âge mycénien à la fin de l'Héllenisme* (pp. 549-554). Milan: Bompiani.

Kaltsas, N. (2007). *The National Archaeological Museum*. Athènes: Latsis foundation, the museums cycle, Olkos, 464 p.

Kenoyer, J. M. (2004). Die Karren der InduskuItur Pakistans und Indiens (Wheeled Vehicles of the Indus Valley Civilization of Pakistan and India). In M. Fansa & S. Burmeister (Eds.), *Rad und Wagen: Der Ursprung einer Innovation Wagen*

im Vorderen Orient und Europa (Wheel and Wagon - origins of an innovation). (pp. 87-106). Mainz am Rhein: Verlagg Philipp von Zabem.

Kenoyer, J. M., & Miller, H. M. L. (1999). Metal technologies of the Indus Valley tradition in Pakistan and Western India. In V. C. Pigott (Ed.), *The Archaeometallurgy of the Asian Old World* (pp. 107-151). Philadelphia: University of Pennsylvania.

Khalil, L., Seigne, J., & Weber, T. (2013). *Metal Casting in Roman Gerasa, Preliminary report on the Jordanian-Europaean Cultural Heritage Conservation Program at Jerash in 2012* (Vol. 10). Amman: IFPO, 47 p.

Kolonia, R. (2006). *The archaeological museum of Delphi*. Athènes: Latsis foundation, the museums cycle, Olkos, 386 p.

Krauss, R., Zäuner, S., & Pernicka, E. (2014). Statistical and Anthropological analysis of the Varna Necropolis. In R. Risch, H. Meller & E. Pernicka (Eds.), *Metalle der Macht - Frühes Gold und Silber* (Vol. 11, pp. 371-387). Halle: Tagungen des Landesmuseums für Vorgeschichte.

Kyrieleis, H. (1990). Samos and Some Aspects of Archaic Greek Bronze Casting. In M. True & J. Podany (Eds.), *Small Bronze Sculpture from the Ancient World* (pp. 15-30). Malibu: The J. Paul Getty Museum.

Landsberger, B. (1965). Tin and Lead: The Adventures of Two Vocables. *Journal of Near Eastern Studies, 24*(3), 285-296.

Larousse. (1982). Article Coulabilité *Grand dictionnaire encyclopédique Larousse* (Vol. 4, pp. 2686-2687). Paris.

Lebon, E. (2012). *Fonte au sable - Fonte à cire perdue - Histoire d'une rivalité*. Paris: Ophrys, 380 p.

Lechtman, H. (1996). Arsenic Bronze : dirty copper or chosen alloy ? A view from the Americas. *Journal of field archaeology, 23*, 477-514.

Lesoult, G. (1986). Solidification-cristallisation et microstructure. *Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques*, M58.

Lesoult, G. (1989). Solidification - Macrostructures et qualité des produits. *Techniques de l'ingénieur. Mise en forme et fonderie., M1-M59*, 1-25.

Leusch, V., Armbruster, B., Pernicka, E., & Slavčev, V. (2015). On the Invention of Gold Metallurgy: The Gold Objects from the Varna I Cemetery (Bulgaria), Technological Consequence and Inventive Creativity. *Cambridge Archaeological Journal, 25*(1), 353-376.

Lie, H., & Mattusch, C. C. (1996). Introduction to the catalogue entries and technical observations. In C. Mattusch (Ed.), *The fire of Hephaistos: Large classical bronzes from North American collections* (pp. 162-179). Cambridge, MA: Harvard University Press.

Limet, H. (1960). *Le travail du métal au pays de Sumer au temps de la IIIè dynastie d'Ur* (Vol. Fascicule CLV): Les Belles Lettres", Paris, 311 p.

Lucas, L.-D. (1984). Viscosité des principaux métaux et métalloïdes. *Techniques de l'ingénieur. Étude et propriétés des métaux., M66*, 1-10.

Luneau, E. (2014). Identifier le prestige : éléments de controverse à propos de quelques objets singuliers de la civilisation de l'Oxus (Asie centrale, âge du Bronze). In F. Hurlet, I. Rivoal & I. Sidéra (Eds.), *Le Prestige. Autour des formes de la différenciation sociale,* (Vol. 10, pp. 147-160). Nanterre: Editions de Boccard.

Mackay, E. J. H. (1943). *Chanhu-Daro Excavations 1935-1936.* . New Haven: American Oriental Society., 460 p.

Malfoy, J.-M., & Menu, M. (1987). La métallurgie du cuivre à Suse aux IVe et IIIe millénaires: analyses en laboratoire. In F. Tallon (Ed.), *Métallurgie susienne I* (pp. 355-373). Paris: Réunion des Musées Nationaux.

Mallowan, M. E. L. (1936). The Bronze Head of the Akkadian Period from Nineveh. *Iraq, 3*(1), 104-110.

Maraqten, M. (2005). The Awam Temple, Recent Epigraphic Discoveries at Mahram Bilqis. In A. C. Gunter (Ed.), *Caravan Kingdoms, Yemen and the ancient Incense Trade, catalogue of the exhibition held at the A. M. Sackler Gallery, Smithsonian Institution, Washington D.C., June 25 -September 11, 2005* (pp. 68-73).

Margueron, J.-C. (1993). Lion (notice 132a). In S. Cluzan, J. Mouliérac & A. Bounni (Eds.), *Syrie, mémoire et civilisation* (pp. 193-194). Paris: Flammarion.

Martinon-Torres, M., & Uribe-Villegas, M. A. (2015). Technology and Culture in the Invention of Lost-wax Casting in South America: an Archaeometric and Ethnoarchaeological Perspective. *Cambridge Archaeological Journal, 25*(1), 377-390.

Mathis, F. (2005). *Croissance et propriétés des couches d'oxydation et des patines à la surface d'alliages cuivreux d'intérêt archéologique ou artistique.* Université Paris 11, Orsay, 210 p.

Mattusch, C. C. (1980). The Berlin Foundry Cup: The Casting of Greek Bronze Statuary in the Early Fifth Century B. C. *American Journal of Archaeology, 84*(4), 435-444.

Mattusch, C. C. (1982). *Bronzeworkers in the Athenian Agora* (Vol. 20). Athènes: American School of Classical Studies at Athens, 36 p.

Mattusch, C. C. (1988). *Greek Bronze Statuary: From the Beginnings Through the Fifth Century B.C.* Ithaca & London: Cornell University Press, 256 p.

Mattusch, C. C. (1990). A Trio of Griffins from Olympia. *Hesperia, 59*(3), 549-560.

Mattusch, C. C. (1996a). *Classical Bronzes: The Art and Craft of Greek and Roman Statuary*: Cornell University Press, 246 p.

Mattusch, C. C. (1996b). *The Fire of Hephaistos: Large Classical Bronzes from North American Collections*. Cambridge: Harvard University Press, 359 p.

Mattusch, C. C. (2014a). Artists and Workshops: The Craft and the Product. In S. Ebbinghaus (Ed.), *Ancient Bronzes through a Modern Lens* (pp. 113-132). New Haven: Yale University Press.

Mattusch, C. C. (2014b). *Enduring Bronze: Ancient Art, Modern Views*. Malibu: Getty Publications, 272 p.

Meeks, N. D. (1993). Patination phenomena on Roman and Chinese high-tin bronze mirrors and other artefacts. In S. La Niece & P. T. Craddock (Eds.), *Metal Plating and Patination* (pp. 63-84). Oxford: Butterworth Heinemann.

Metger, G. E. (1993). Glossary of Terms, American Welding Society Committee on Definitions and Symbols. In D. L. Olson, T. A. Siewert, S. Liu & G. R. Edwards (Eds.), *Welding, brazing and soldering* (Vol. ASM Handbook 6, pp. 2830-2856). Materials Park: ASM International.

Meyer, B., Polity, A., Reppin, D., Becker, M., Hering, P., Kramm, B., Klar, P. J., Sander, T., Reindl, C., Heiliger, C., Heinemann, M., Müller, C., & Ronning, C. (2013). Chapter Six - The Physics of Copper Oxide (Cu2O). In B. G. Svensson, S. J. Pearton & J. Chennupati (Eds.), *Semiconductors and Semimetals* (Vol. Volume 88, pp. 201-226): Elsevier.

Meyers, P. (2000). The casting process of the statue of Queen Napir-Asu in the Louvre, *J. Roman Archaeology, supplementary series, 39, 11-18*.

Mille, B. (2007). Etude technique du cheval de bronze de Neuvy-en-Sullias. In C. Gorget & J.-P. Guillaumet (Eds.), *Le cheval et la danseuse, à la redécouverte du trésor de Neuvy-en-Sullias, catalogue de l'exposition présentée au musée des Beaux-*

Arts d'Orléans du 13 mars au 26 août 2007 (pp. 88-99 et 264-265). Paris: Somogy.

Mille, B. (2011). *Indirect lost-wax casting and fusion welding: did Egyptian craftsmen master these two techniques in order to manufacture their large-scale bronze statues of the early first millennium BC?* London: ARCHLAB Access report, British Museum, 21-25th of November 2011, CHARISMA european project.

Mille, B. (2012). The Casting Techniques of Antique South Arabian Large Bronze Statues. In P. Jett, B. McCarthy & J. G. Douglas (Eds.), *Scientific Research on Ancient Asian Metallurgy: Proceedings of Fifth Forbes Symposium at the Freer Gallery of Art, Washington, Smithsonian Institution, 28-29/10/2010* (pp. 225-247): Archetype Publications Ltd.

Mille, B., & Azéma, A. (2012). Nouvelles données de laboratoire sur l'Ephèbe d'Agde. In O. Berard-Azzouz (Ed.), *De l'Ephèbe à l'Alexandre d'Agde* (pp. 24-33).

Mille, B., & Borel, T. (2007). Composition élémentaire et radiographie des statuettes de Neuvy-en-Sullias. In C. Gorget & J.-P. Guillaumet (Eds.), *Le cheval et la danseuse, à la redécouverte du trésor de Neuvy-en-Sullias, catalogue de l'exposition présentée au musée des Beaux-Arts d'Orléans du 13 mars au 26 août 2007* (pp. 194-199 et 268-269.). Paris: Somogy.

Mille, B., & Bourgarit, D. (2000). L'analyse des alliages anciens à base de cuivre : état des connaissances et développement d'un protocole d'analyse par ICP-AES. *Revue d'archéométrie, 24*, 13-26.

Mille, B., & Bourgarit, D. (2001). *Analyse du métal constitutif d'un fragment de blindage de porte provenant de Khorsabad, Assyrie*. Paris: rapport du C2RMF n° 2901 du 23 mai 2001.

Mille, B., Bourgarit, D., & Besenval, R. (2005). Metallurgical Study of the "Leopards Weight" from Shahi-Tump (Pakistan). In C. Jarrige & V. Lefèvre (Eds.), *South Asian Archaeology 2001* (Vol. 1, pp. 237-244). Paris: Editions Recherches sur les Civilisations.

Mille, B., & Darblade-Audoin, M.-P. (2012). Le pied colossal de bronze de Clermont-Ferrand et la question de l'atelier de Zénodore. In M. Denoyelle, S. Descamps, B. Mille & S. Verger (Eds.), *Actes du colloque Bronzes grecs et romains, recherches récentes, hommage à Claude Rolley, INHA, 16-17/06/2009.*

Mille, B., Gajda, I., Demange, F., Pariselle, C., Coquinot, Y., Porto, E., Tavoso, O., & Zink, A. (2010). Hawtar'athat, fils de Radawil du lignage de Shalalum. Une

grande statue de bronze du royaume de Saba' (Yémen). *Monuments et mémoires de la fondation Eugène Piot, 89*, 5-68.

Mille, B., & Robcis, D. (2012). Le cas des grands bronzes antiques : étudier pour restaurer ou restaurer pour étudier ? . In P.-Y. Kairis, B. Sarrazin & F. Trémolières (Eds.), *La restauration des peintures et des sculptures* (pp. 101-115). Paris: Armand Colin.

Mille, B., Rossetti, L., Rolley, C., Bourgarit, D., Formigli, E., & Pernot, M. (2012). Les deux statues d'enfant en bronze (Cap d'Agde) : étude iconographique et technique. In M. Denoyelle, S. Descamps, B. Mille & S. Verger (Eds.), *Actes du colloque Bronzes grecs et romains, recherches récentes, hommage à Claude Rolley, INHA, 16-17/06/2009.*

Moedlinger, M. (2016). Technological studies on Bronze Age metal body armour: from the Aegean to Western Europe. *Techné, 43*, 90-93.

Molist, M., Montero-Ruiz, I., Clop, X., Rovira, S., Guerrero, E., & Anfruns, J. (2009). New Metallurgic Findings from the Pre-Pottery Neolithic: Tell Halula (Euphrates Valley, Syria). *Paleorient, 35*(2), 33-48.

Moorey, P. R. S. (1985). *Materials and Manufacture in Ancient Mesopotamia: the evidence of Archaeology and Art.* (Vol. 237), 302 p.

Moorey, P. R. S. (1994). *Ancient Mesopotamian Materials and Industries: the Archaeological Evidence*. Oxford: Clarendon Press, 414 p.

Morel, J., & Chevalley, C. (2001). La fabrication de grands bronzes à *Aventicum* : une fosse de coulée dans l'*insula* 12. *Bulletin de l'Association Pro Aventico*(43), 141-162.

Moulherat, C., Tengberg, M., Haquet, J.-F., & Mille, B. (2002). First Evidence of Cotton at Neolithic Mehrgarh, Pakistan: Analysis of Mineralized Fibres from a Copper Bead. *Journal of Archaeological Sciences, 29*(12), 1393-1401.

Muhly, J. D. (1973). Copper and tin, the distribution of mineral resources and the nature of the metals trade in the Bronze Age *Transactions of the Connecticut Academy of Arts and Sciences* (Vol. 18). New Haven: Connecticut Academy of Arts and Sciences.

Müller-Karpe, M. (2002). Zur Metallverwendung im Mesopotamien des 4. und 3. Jahrtausends. In Ü. Yalcin (Ed.), *Anatolian Metal II* (pp. 137-148). Bochum: Deutsches Bergbau Museum.

Muscarella, O. W. (1988). *Bronze and Iron: Ancient Near Eastern Artifacts in The Metropolitan Museum of Art*. New York: Metropolitan Museum of Art, 509 p.

Mutin, B. (2007). *Contribution à l'étude des peuplements des confins indo-iraniens au Chalcolithique : Caractérisation de la production céramique des périodes II et IIIa du Makran pakistanais (4ème millénaire).* Thèse de doctorat, Université de Paris 1 Panthéon-Sorbonne, Paris, 503 p.

Neumann, J. P., Zhong, T., & Chang, Y. A. (1984). The Cu-O (Copper-Oxygen) system. *Journal of Phase Equilibria, 5*(2), 136-140.

Nezafati, N., Pernicka, E., & Momenzadeh, M. (2006). Ancient tin: Old question and a new answer. *Antiquity, Project Galley, 80*(308), 1-4.

Northover. (1982). The exploration of long-distance movement of bronze in Bronze and Early Iron Age Europe, *University of London Institute of Archaeology Bulletin 19, 45-72.*

Pare, C. (2000). Bronze and the Bronze Age. In C. Pare (Ed.), *Metals make the world go round: the supply and circulation of metals in Bronze Age Europe* (pp. 1-38). Oxford: Oxbow Books.

Parrot, A. (1968). *Sumer* (2e ed.). Paris: Gallimard, 406 p.

Perdu, O. (2012). *Les statues privées de la fin de l'Egypte pharaonique (1070 av. J.-C. - 300 apr. J.-C.), tome 1 : Hommes*. Paris: Louvre éditions, 480 p.

Perlès, C. (2001). *The Early Neolithic in Greece. The First Farming Communities in Europe.* Cambridge: Cambridge University Press, 356 p.

Pernicka, E. (2004). Copper and Silver in Arisman and Tappeh SIalk and the early metallurgy in Iran. In T. Stöllner, R. Slotta & A. Vatandoust (Eds.), *Persiens antike Pracht, Bergbau-Handwerk-Archäologie* (pp. 232-239). Bochum: Deutsches Bergbau Museum.

Pernicka, E., Begemann, F., Schmitt-Strecker, S., Todorova, H., & Kuleff, I. (1997). Prehistoric copper in Bulgaria, its composition and provenance. *Eurasia Antiqua, 3*, 41-180.

Perrot, J., & Madjidzadeh, Y. (2005). L'iconographie des vases et objets en chlorite de Jiroft (Iran). *Paléorient, 31*(2), 123-152.

Phillips Hodgson, M. (2005). The Awam Temple, excavations at the Mahram Bilqis near Marib. In A. C. Gunter (Ed.), *Caravan Kingdoms, Yemen and the ancient Incense Trade, catalogue of the exhibition held at the A. M. Sackler Gallery, Smithsonian Institution, Washington D.C., June 25 -September 11, 2005* (pp. 60-66).

Piccardo, P., Mille, B., & Robbiola, L. (2007). Tin and copper oxides in corroded archaeological bronzes. In P. Dillmann, G. Béranger, P. Piccardo & H. Matthiesen (Eds.), *Corrosion of metallic heritage artefacts* (pp. 239-262). Cambridge, England: Woodhead Publishing Ltd.

Pigott, V. C. (1999). The development of Metal Production on the Iranian Plateau: an archaeometallurgical perspective. In V. C. Pigott (Ed.), *The archaeometallurgy of the Asian Old World* (pp. 73-106). Philadelphia: University of Pennsylvania.

Pollard, A. M., Thomas, R. G., Ware, D. P., & Williams, P. A. (1991). Experimental smelting of secondary copper minerals: implications for Early Bronze Age metallurgy in Britain. In E. Pernicka & G. A. Wagner (Eds.), *Archaeometry'90* (pp. 127-136): Birkhaüser Verlag.

Possehl, G.-L. (2012). India's Relations with Western Empires, 2300 – 600 BC. In D. Potts (Ed.), *A Companion to the Archaeology of the Ancient Near East* (Vol. 1, pp. 758-769). Chichester: Blackwell Publishing Ltd.

Potts, D. (2012). *A Companion to the Archaeology of the Ancient Near East* (Vol. 1). Chichester: Blackwell Publishing Ltd, 1523 p.

Pryce, T. O., & al, e. (2007). *De Caerimoniae*. Technological choices in copper-smelting furnace design at early Bronze Age Chrysokamino, Crete. *Archaeometry, 49*(3), 543-557.

Pulak, C. (2000). The Copper and Tin Ingots from the Late Bronze Age Shipwreck at Uluburun. In Y. Ü. (Ed.), *Anatolian metal I* (pp. 137-157). Bochum: Deutsches Bergbau Museum.

Quéré, D. (2003). Lois du mouillage et de l'imprégnation. *Techniques de l'ingénieur., J2140*, 1-15.

Radivojevic, M., Rehren, T., Pernicka, E., Sljivar, D., Brauns, M., & Boric, D. (2010). On the origins of extractive metallurgy: new evidence from Europe. [doi: DOI: 10.1016/j.jas.2010.06.012]. *Journal of archaeological science, 37*(11), 2775-2787.

Rama, J.-P. (1988). *Le bronze d'art et ses techniques*, 380 p.

Regert, M. (2014). Provenance des substances naturelles organiques : bitume, ambre, exsudats et goudrons végétaux. In P. Dillmann & L. Bellot-Gurlet (Eds.), *Circulation et provenance des matériaux dans les sociétés anciennes* (pp. 273-290). Paris: Editions des archives contemporaines.

Rehren, T. (2005). Blech und nägel - Das material der Pepi-statuen. In C. Eckmann & S. Shafik (Eds.), *Leben dem Horus Pepi, Restaurierung und technologische Untersuchung der Metallskulpturen des Pharao Pepi I. aus Hierakonpolis* (Vol. 59, pp. 71-75). Mainz: Römisch-Germanischen Zentralmuseum.

Rehren, T. (2013). Metallurgy, Greece and Rome *The Encyclopedia of Ancient History* (pp. 1-4).

Rehren, T., Boscher, L., & Pernicka, E. (2012). Large scale smelting of speiss and arsenical copper at Early Bronze Age Arisman, Iran. *Journal of Archaeological Science, 39*, 1717-1727.

Renfrew, C. (1969). The Autonomy of the South-East European Copper Age. *Proceedings of the Prehistoric Society, 35*, 12-47.

Renfrew, C. (1970). The Tree-Ring Calibration of Radiocarbon: An Archaeological Evaluation. *Proceedings of the Prehistoric Society, 36*, 280-311.

Riederer, J. (1991). The scientific examination of forgeries of Mesopotamian bronze heads In J. P. Mohen & C. Eluère (Eds.), *Découverte du métal* (pp. 439-446). Dijon: Picard.

Rizo, P., Robert-Coutant, C., Moulin, V., Sauze, R., & Antonakios, M. (2000). *Application of Transmission Tomography to Nuclear Waste Management.* Paper presented at the 15th World Conference on Nondestructive Testing, Roma (Italy), 15-21 October 2000.

Robbiola, L., & Portier, R. (2006). A global approach to the authentication of ancient bronzes based on the characterization of the alloy–patina–environment system. *Journal of Cultural Heritage, 7*(1), 1-12.

Roberts, B. W., & Thornton, C. P. (2014). *Archaeometallurgy in Global Perspective, Methods and Syntheses*. Durham: Springer, 865 p.

Roberts, B. W., Thornton, C. P., & Pigott, V. C. (2009). Development of metallurgy in Eurasia. *Antiquity, 83*, 1012-1022.

Robin, C. J., & Vogt, B. (1993). *Yémen, au pays de la reine de Saba.* Paris: Flammarion, 244 p.

Roffet-Salque, M., Regert, M., Evershed, R. P., Outram, A. K., Cramp, L. J. E., Decavallas, O., Dunne, J., Gerbault, P., Mileto, S., Mirabaud, S., Pääkkönen, M., Smyth, J., Šoberl, L., Whelton, H. L., Alday-Ruiz, A., Asplund, H., Bartkowiak, M., Bayer-Niemeier, E., Belhouchet, L., Bernardini, F., Budja, M., Cooney, G., Cubas, M., Danaher, E. M., Diniz, M., Domboróczki, L., Fabbri, C., González-Urquijo, J. E., Guilaine, J., Hachi, S., Hartwell, B. N., Hofmann,

D., Hohle, I., Ibáñez, J. J., Karul, N., Kherbouche, F., Kiely, J., Kotsakis, K., Lueth, F., Mallory, J. P., Manen, C., Marciniak, A., Maurice-Chabard, B., Mc Gonigle, M. A., Mulazzani, S., Özdoğan, M., Perić, O. S., Perić, S. R., Petrasch, J., Pétrequin, A.-M., Pétrequin, P., Poensgen, U., Joshua Pollard, C., Poplin, F., Radi, G., Stadler, P., Stäuble, H., Tasić, N., Urem-Kotsou, D., Vuković, J. B., Walsh, F., Whittle, A., Wolfram, S., Zapata-Peña, L., & Zoughlami, J. (2015). Widespread exploitation of the honeybee by early Neolithic farmers. [Letter]. *Nature, 527*(7577), 226-230.

Rolley, C. (1994). *La sculpture grecque, des origines au milieu du Ve siècle* (Vol. 1). Paris: Picard, 440 p.

Rouillard, P., Perlès, C., & Grimaud, E. (2007). *Mobilités, immobilismes. L'emprunt et son refus*. Paris: de Boccard, 334 p.

Roux, V. (2016). *Des céramiques et des hommes, décoder les assemblages archéologiques*. Nanterre: Presses universitaires de Paris ouest, 407 p.

Roux, V., Mille, B., & Pelegrin, J. (2013). Innovations céramiques, métallurgiques et lithiques au Chalcolithique : mutations sociales, mutations techniques. In J. Jaubert, N. Fourment & P. Depaepe (Eds.), *Transitions, ruptures et continuité en Préhistoire, XXVIIe Congrès Préhistorique de France, Bordeaux - Les Eyzies, 31 mai - 5 juin 2010* (Vol. 1, pp. 61-73). Paris: Société Préhistorique Française.

Rovira, S., & Gomez-Ramos, P. (1998). The Ria de Huelva hoard and the Late Bronze Age metalwork: a statistical approach. In C. Mordant, M. Pernot & V. Rychner (Eds.), *L'Atelier du Bronzier en Europe* (Vol. 1, pp. 81-90). Paris: CTHS.

Rowan, Y. M., & Golden, J. (2009). The Chalcolithic Period of the Southern Levant: A Synthetic Review. *Journal of World Prehistory, 22*(1), 1-92.

Russell, J. M. (2003). The MPs do it Again: Two more Antiquities from the Top 30 are back in the Iraq Museum. *Archaeological Institute of America, publications and new media, https://www.archaeological.org/news/advocacy/149*, 1-3.

Ruzanov, V. (1999). Zum frühen Auftreten der Zinnbronze in Mittelasien. In A. Hauptmann, E. Pernicka, T. Rehren & Ü. Yalçin (Eds.), *The Beginnings of metallurgy* (Vol. 9, pp. 103-105).

Sabinot, C. (2007). « Mobilités, immobilismes. Imitation, transfert et refus d'emprunt », Compte rendu de colloque (Nanterre, 8-9 juin 2006). *Natures Sciences Sociétés, 15*, 432-434.

Saint-Pierre, C. (2007). Un cas de déplacement multiple des objets et des hommes à l'époque archaïque : les statues en sphyrelaton d'Olympie. In P. Rouillard, C. Perlès & E. Grimaud (Eds.), *Mobilités, immobilismes. L'emprunt et son refus* (pp. 55-67). Paris: de Boccard.

Salvatori, S., Vidale, M., Guida, G., & Gigante, G. (2002). A glimpse on copper and lead metalworking at Altyn-Depe (Turkmenistan) in the 3rd millenium BC. *Ancient Civilizations, 8*(1-2), 69-106.

Samzun, A. (1988). *Étude des développements économiques, sociaux et commerciaux vers 4000 avant notre ère au Baluchistan et dans les régions frontières du sous-continent indien. Un examen de la culture matérielle du site de Mehrgarh (période III) au Pakistan.*, Université Paris 1 Panthéon-Sorbonne, 495 p.

Samzun, A., & Sellier, P. (1983). Découverte d'une nécropole chalcolithique à Mehrgarh, Pakistan. *Paléorient, 9*(2), 69-79.

Schmidt, R.-F., & Schmidt, D.-G. (1998). Selection and Application of Copper Alloy Castings *ASM Handbook, Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials* (Vol. 2, pp. 1150-1180). Materials Park: ASM International.

Schorsch, D. (2007). The Manufacture of Metal Statuary: "Seeing the Workshops from the Temple". In M. Hill & D. Schorsch (Eds.), *Gifts for the Gods: Images from Ancient Egyptian Temples* (pp. 189-199). New York: The Metropolitan Museum of Art.

Schorsch, D., & Wypyski, M. T. (2009). Seth, "Figure of Mystery". *Journal of the American Research Center in Egypt, 45*, 177-200.

Scott, D. A. (1991). *Metallography and microstructure of ancient and historic metals*. Los Angeles: The Getty Conservation Institute, 155 p.

Séverin-Fabiani, T. (2013). *Compte-rendu sommaire des expériences exploratoires en imagerie UV/visible sur source synchrotron, 10/06/2013*: IPANEMA / SOLEIL.

Séverin-Fabiani, T. (2016). *Imagerie de photoluminescence synchrotron pour l'étude de matériaux anciens semi-conducteurs.* Thèse de doctorat, Université Paris-Saclay, Saclay, 297 p.

Shiba, R. (2015). *Life in Harappan civilization, activities and trails*. New Delhi: National Museum, 22 p.

Shreir, L. L., Jarman, R. A., & Burstein, G. T. (1976). *Corrosion* (Vol. 1). London, Boston: Newnes-Butterworths, 1233 p.

Siret, L. (1913). *Questions de chronologie et d'ethnographie ibériques, de la fin du Quaternaire à la fin du Bronze* (Vol. 1). Paris: Paul Geuthner, 553 p.

Smith, C. S. (1965). Materials and the Development of Civilization and Science. *Science*(148), 908-917.

Smith, C. S. (1969). Analysis of the Copper Bead from Ali Kosh. In F. Hole, K. V. Flannery & J. A. Neely (Eds.), *Prehistory and Human Ecology of the Deh Luran Plain: An Early Village Sequence from Khuzistan, Iran.* (pp. 427-428). Ann Arbor: University of Michigan Museum of Anthropology.

Smith, C. S. (1981). The Early History of Casting, Molds, and the Science of Solidification. In C. S. Smith (Ed.), *A Search for Structure. Selected essays on Science, Art and History* (pp. 127-173). Cambridge (MA): MIT Press.

Solache-Carranco, H., Juárez-Díaz, G., Esparza-García, A., Briseño-García, M., Galván-Arellano, M., Martínez-Juárez, J., Romero-Paredes, G., & Peña-Sierra, R. (2009). Photoluminescence and X-ray diffraction studies on Cu2O. *Journal of Luminescence, 129*(12), 1483-1487.

Solard, J. (2002). *Etablissement d'une base de spectres raman de référence sur les produits de corrosion du cuivre.* Rapport de stage, IUT de Mesures Physique d'Orsay, 59 p.

Staniaszek, B. E. P., & Northover, J. P. (1982). *The properties of leaded bronze alloys.* Paper presented at the 22nd Symposium on Archaeometry, Bradford (UK).

Stech, T., & Pigott, V. C. (1986). The metals trade in Southwest Asia in the Third Millennium B.C. *Iraq, XLVIII*, 39-64.

Stefanescu, D. M., Hummer, R., & Nechtelberger, E. (1998). Compacted Graphite Irons. In D. M. Stefanescu (Ed.), *ASM Handbook, Casting* (Vol. 15, pp. 1455-1484). Materials Park: ASM International.

Stefanescu, D. M., & Ruxanda, R. (2004). Fundamentals of solidification. In G. F. Vander Voort (Ed.), *Metallography and Microstructures* (Vol. 9, pp. 151-208). Materials Park: ASM International.

Steinberg, A. (1973, 1973). *Joining Methods on Large Bronze Statues: Some Experiments in Ancient Technology.* Paper presented at the Application of Science in Examination of Works of Art, Boston, June 15-19, 1970.

Strommenger, E. (1985). Early metal figures from Assur and the technology of metal casting. *Sumer, 42*, 114-115.

Tadmor, M., Kedem, D., Begemann, F., Hauptmann, A., Pernicka, E., & Schmitt-Strecker, S. (1995). The Nahal Mishmar hoard from the Judean desert : technology, composition, and provenance. *Atiqot, XXVII*, 95-148.

Tallon, F. (1987). *Métallurgie Susienne I : de la fondation de Suse au XVIIIe siècle av. JC.* (Vol. 1). Paris: Réunion des Musées Nationaux, 422 p.

Tallon, F., Hurtel, L., & Drilhon, F. (1989). Un aspect de la métallurgie du cuivre à Suse : la petite statuaire du IIe millénaire avant J.-C. *Iranica Antiqua, XXIV*, 121-151.

Tan, M., Xiufang, B., Xianying, X., Yanning, Z., Jing, G., & Baoan, S. (2007). Correlation between viscosity of molten Cu-Sn alloys and phase diagram. *Physica B*(387), 1-5.

Taylor, J., Craddock, P. T., & Shearman, F. (1998). Egyptian hollow-cast bronze statues of the early first millennium BC, the development of a new technology. *Apollo, 148 (437)*, 9-14.

Thomas, N., & Bourgarit, D. (2013). Commerce et techniques métallurgiques : les laitons mosans dans le marché européen au Moyen-Age (XIIIe - XVIe siècles). In S. Thiébault & P. Depaepe (Eds.), *L'archéologie au laboratoire* (pp. 169-182). Paris: Editions la Découverte.

Thomas, N., Mille, B., & Loiseau, C. (2015). Fondre une statue à Vindinum. In S. Raux, V. Brouquier-Reddé, M. Monteil & W. Van Andringa (Eds.), *Des dieux et des hommes, cultes et sanctuaires en Sarthe et en Mayenne dans l'Antiquité* (pp. 182-189). Le Mans: Ville du Mans et INRAP.

Thornton, C. P., Lamberg-Karlovsky, C. C., Liezers, M., & Young, S. M. M. (2002). On pins and needles: tracing the evolution of copper-base alloying at Tepe Yahya, Iran, via ICP-MS analysis of common-place items. *Journal of Archaeological Science*(29).

Thornton, C. P., Rehren, T., & Pigott, V. C. (2009). The production of speiss (iron arsenide) during the Early Bronze Age in Iran. *Journal of archaeological science, 36*, 308–316.

Thoury, M., Echard, J.-P., Réfrégiers, M., Berrie, B., Nevin, A., Jamme, F., & Bertrand, L. (2011). Synchrotron UV-Visible Multispectral Luminescence Microimaging of Historical Samples. *Analytical Chemistry, 83*(5), 1737-1745.

Thoury, M., Mille, B., Séverin-Fabiani, T., Robbiola, L., Réfrégiers, M., Jarrige, J.-F., & Bertrand, L. (2016). High spatial dynamics-photoluminescence imaging

reveals the metallurgy of the earliest lost wax-cast object. *Nature Communications, 7*, 1-8.

Thureau-Dangin, F. (1912). *Une relation de la huitième campagne de Sargon (714 av. J.-C.)*. Paris: P. Geuthner, 144 p.

Trampuz-Orel, N., Heath, D. J., & Hudnik, V. (1998). Chemical analysis of slovenian bronzes from the late Bronze Age. In C. Mordant, M. Pernot & V. Rychner (Eds.), *L'Atelier du Bronzier en Europe* (Vol. 1, pp. 223-237). Paris: CTHS.

Tsakos, K., & Viglaki-Sofianou, M. (2012). *Samos, the archaeological museums*. Athènes: Latsis foundation, the museums cycle, Olkos, 385 p.

Tzachou-Alexandri, O., & Andreopoulou-Mangou, H. (2000). Some remarks on the bronze god of Artemision. In C. C. Mattusch, E. Brauer & S. E. Knudsen (Eds.), *From the parts to the whole, Acta of the 13th International Bronze Congress, Cambridge, Massachusetts, 28/05-01/06/1996* (Vol. 39.1, pp. 86-95). Porthmouth, 2000.: Journal of Roman Archaeology Supplements.

Vaajamo, I., Johto, H., & Taskinen, P. (2013). Solubility study of the copper-lead system. *International Journal of Materials Research, 104*(4), 372-376.

Van Elslande, E., Mille, B., & Borel, T. (2005). *Etude de pots à fard*. Paris: rapport du C2RMF n° 3421 du 3 octobre 2005.

Villars, P., Prince, A., & Okamoto, H. (1995). Cu-Pb-Sn *Handbook of Ternary Alloy Phase Diagrams* (Vol. 7, pp. 631-638). Materials Park, OH.: ASM International.

Vincent, B., Bourgarit, D., & Jett, P. (2012). Khmer Bronze Metallurgy during the Angkorian Period (Twelfth to Thirteenth Centuries): Technical Investigation of a New Selected Corpus of Artifacts from the National Museum of Cambodia, Phnom Penh. In P. Jett, B. McCarthy & J. G. Douglas (Eds.), *Scientific Research on Ancient Asian Metallurgy: Proceedings of Fifth Forbes Symposium at the Freer Gallery of Art, Washington, Smithsonian Institution, 28-29/10/2010* (pp. 124-153): Archetype Publications Ltd.

Vuaillat, D., & Bourhis, J.-R. (1998). Expérimentation de la fonte à la cire perdue. In G. Nicolini & N. Dieudonné-Glad (Eds.), *Les Métaux antiques : travail et restauration, actes du colloque de Poitiers, 28-30 septembre 1995* (Vol. 6, pp. 79-86). Montagnac: ed. M. Mergoil.

Weeks, L. R. (2003). *Early Metallurgy of the Persian Gulf: Technology, Trade, and the Bronze Age World*. Boston: American School of Prehistoric Research and Brill Academic Publishers, 272 p.

Weeks, L. R. (2012). Metallurgy. In D. Potts (Ed.), *A Companion to the Archaeology of the Ancient Near East* (Vol. 1, pp. 295-316). Chichester: Blackwell Publishing Ltd.

Weidemann, K. (1983). *Könige aus dem Yemen: Zwei spätantike bronzestatuen*. Mainz, 31 p.

Woodward, H. (2010). Bronze Sculptures of Ancient Cambodia. In A. Cort & P. Jett (Eds.), *Gods of Angkor, Bronzes from the National Museum of Cambodia* (pp. 30-77). Washington: Smithsonian Institution.

Yoshimura, M., Revcolevschi, A., & Castaing, J. (1976). Thermogravimetric study of the non-stoichiometry of cuprite Cu2O. *Journal of Materials Science, 11*(2), 384-386.

Young, J. (1972). *The addition of lead to alloys in the Late Bronze Age.* B.Sc Dissertation, University of Warwick, Coventry, 43 p.

Zimmer, G. (2004). Les ateliers de fabrication des grands bronzes. In A. Lehoërff (Ed.), *L'artisanat métallurgique dans les sociétés anciennes en Méditerranée occidentale : techniques, lieux et formes de production* (pp. 341-351). Rome: Ecole Française de Rome.

Zimmer, G., & Bairami, K. (2008). *Rhodiaka Ergastiria Chalkoplastikis*. Athens, 212 p.

Titre : D'une amulette en cuivre aux grandes statues de bronze : évolution des techniques de fonte à la cire perdue, de l'Indus à la Méditerranée, du 5e millénaire au 5e siècle av. J.-C.

Mots-clés : fonte à la cire perdue, statuaire métallique, civilisation de l'Indus, Grèce, essai de coulabilité, bronze à fort taux de plomb.

Résumé : Dans une démarche pluridisciplinaire, qui emprunte aussi bien aux sciences humaines et sociales (archéologie, histoire des techniques, réexamen des textes anciens) qu'aux sciences chimiques (science des matériaux, métallurgie expérimentale, chimie analytique), cette recherche vise à reconstituer l'évolution des techniques de fonte à la cire perdue, depuis les plus anciens témoignages de son utilisation à Mehrgarh (Pakistan, 5e millénaire av. J.-C.) jusqu'aux premières grandes statues de bronze dans le monde égéen (fin du VIe, début du Ve s. av. J.-C.).

L'étude des objets a parfois nécessité des développements analytiques spécifiques pour pallier à leur très forte altération, comme par exemple l'imagerie de photoluminescence synchrotron. Cela a notamment permis de reconstituer en détail la chaîne opératoire de fabrication de la rouelle de Mehrgarh, l'une des plus anciennes fontes à la cire perdue connue à ce jour. Sur la base de ces résultats, il est suggéré que la fonte à la cire perdue pourrait avoir été inventée pour donner la possibilité aux individus non métallurgistes de créer des objets importants en métal tels que ces amulettes, par le biais du façonnage d'un modèle en cire.

Nous montrons que la cire perdue a ensuite été mise à profit pour donner naissance à une nouvelle forme de sculpture, la statuaire de métal. Au prix de parois très épaisses et d'assemblages mécaniques, nous mettons en évidence une première période de production de grandes statues en Mésopotamie pendant la deuxième moitié du 3e millénaire av. J.-C. Après un long hiatus, la grande statuaire métallique renaît de façon spectaculaire pendant la première moitié du 1er millénaire av. J.-C., à la fois dans les mondes égyptien, sabéen et égéen. Nous identifions deux innovations importantes responsables de cette renaissance : le procédé indirect et l'assemblage soudé.

Des essais de coulabilité effectués en faisant varier la composition de l'alliage et le matériau du moule sont présentés dans la dernière partie de notre travail. En moule de plâtre et avec un fort préchauffage, une coulabilité exceptionnelle a été obtenue pour le bronze à fort taux de plomb, donnant pour la première fois une idée des conditions de coulée nécessaires à l'obtention des parois très minces souvent observées sur les grandes statues antiques.

Title: From a Copper Amulet to Large Bronze Statues: Evolution of Lost-wax Casting Techniques, from the Indus to the Mediterranean, from the 5th Millennium to the 5th Century BC.

Keywords: lost-wax casting, metal statuary, Indus civilisation, Greece, castability test, highly-leaded bronze.

Abstract: Following a multidisciplinary approach combining social sciences (archaeology, history of techniques, examination of ancient texts) and chemistry (materials science, experimental metallurgy, analytical chemistry), our research aims to reconstruct the evolution of lost-wax casting techniques, from the earliest evidence of its use in Mehrgarh (Pakistan, 5th millennium BC) to the first large bronze statues in the Aegean (end of the 6th, beginning of the 5th century BC).

The archaeological artefacts under study have sometimes required specific analytical developments to overcome their very strong alteration, such as synchrotron photoluminescence imaging. This allowed reconstructing in detail the *chaîne opératoire* of the Mehrgarh wheel-shaped amulet, one of the oldest lost-wax castings known to date. Based on the results thus obtained, it has been suggested that lost-wax casting might have been invented to give non-metalworkers the opportunity to create important metal objects such as amulets by simply shaping a wax model.

We show that lost-wax casting was afterwards used to create a new form of sculpture, namely metal statuary. At the cost of very thick metal walls and mechanical assemblies, this led to an early production step of large statues in Mesopotamia during the second half of the 3rd millennium BC. After a long hiatus, large metal statuary reappeared spectacularly during the first half of the 1st millennium BC, both in the Egyptian, the Sabean and the Aegean areas. We were able to identify two important innovations responsible for this renaissance: the indirect process and the flow fusion welding.

Castability tests carried out by varying the composition of the alloy and the material of the mould are presented in the last part of our work. An exceptional castability was obtained for highly-leaded bronze in plaster mould and with a high preheating. For the first time some insights are thus drawn on the casting conditions necessary to obtain the very thin walls often observed on large metal statues during the Classical Antiquity.