

EXPERTISE MÉTALLURGIQUE DE DEUX OBJETS EN FER SUD-AQUITAINS DU MILIEU DU V^e SIÈCLE AVANT NOTRE ÈRE (Tumulus LP 23, Lamarque-Pontacq, Hautes-Pyrénées)

par Jean-Marie ESCUDÉ-QUILLET*, Dominique FOURNIER**, Association Fer et Savoir-Faire***

Résumé : La découverte de deux objets en fer du milieu du V^e siècle avant notre ère, dans une sépulture éventrée par les labours (Lamarque-Pontacq, 65), a conduit les auteurs à réaliser une étude métallographique sur ces objets. Celle-ci a mis en évidence des caractéristiques originales qui conduisent à penser qu'ils ne sont pas issus de la métallurgie du bas-fourneau.

Mots clés : Aquitaine méridionale, âge du Fer, fibule, métallurgie, bas-fourneau, fer.

Resumen : El descubrimiento de dos objetos de hierro del medio del siglo V antes de nuestra era, en una sepultura despedazada por labranzas (Lamarque-Pontacq, 65), ha llevado a los autores a realizar un estudio metalográfico sobre estos objetos. Los resultados han permitido revelar características originales que dejan suponer que estos últimos no provienen de la metalurgia de bajos hornos, hierro.

Palabras clave : Aquitania Meridional, edad del hierro, fibula, Metalurgia, bajos hornos.

Abstract : The discovery of two iron objects dating from the middle of the five century of our era, in a sepulture disembowelled by ploughing (Lamarque-Pontacq, 65), led to a metallographic study. The results highlighted their original characteristics which lead to think that they are not issued from the low-furnace technology.

Keywords : Meridional aquitania, Iron age, Fibula, Metallurgy, Low-furnace, iron.



Fig. 1 : Situation du tumulus LP 23 de Lamarque-Pontacq.

les objets en fer protohistoriques mais parmi lesquelles peuvent être comptées celles d' A. France-Lanord (1963) et de F. Delamare, G. Nicolas et E. Mencarelli (1982).

Identification des objets

Les photographies (Fig. 2A et 2B) et la radiographie (Fig. 4) de ces objets ont permis de reconnaître dans l'un une fibule (objet A), et dans l'autre une pièce fragmentaire (objet B) ⁽¹⁾.

La fibule (objet A) est à ressort bilatéral à deux sens de torsion, à deux ou trois spires, sans axe, à arc coudé. Ces caractéristiques permettent de l'identifier aux fibules du même type dont le pied – ici absent – a un appendice arrivant au niveau de l'arc. Ces fibules à ressort de schéma laténien – bien représentées en Aquitaine méridionale – sont toujours en fer. Leur ressort permet de dater leur apparition de La Tène Ia, soit entre 475 et 450 avant notre ère (Escudé-Quillet, 1998, p. 110-112).

Ces fibules à ressort de schéma laténien sont les avatars des fibules sud-aquitaines du même type, mais à ressort bilatéral court, à deux sens de torsion, à corde interne et à axe terminé par deux appendices, qui ont également donné les fibules à axe prolongé (Escudé-Quillet, 1998, p. 109-112 – Fig. 3). Elles ont été rencontrées sur

Introduction

La fouille récente du tumulus Lamarque-Pontacq 24, sur le plateau de Ger, dans les Hautes-Pyrénées, a donné lieu à la découverte dans un tumulus proche, le LP. 23, d'une sépulture éventrée par la charrue.

L'état de cette tombe, dont il ne restait pour seuls témoins que des fragments de céramique, des cendres et des ossements épars dans les terres retournées, n'a permis aucune observation.

Cependant, la présence de deux objets en fer très corrodés et non-identifiables nous a conduit à effectuer sur ces derniers une étude métallographique, étude rare sur

* 21, rue de la Poste, 64800 Bruges, jm.escude@wanadoo.fr.

** Chef du Service Matériaux, Turboméca, 44, rue du Pic du Midi, 64510, Angaïs.

*** Mairie, 64800 Arthez-d'Asson.

la lande du Pont-Long, dans le tumulus 2 de Navaille-Angos ⁽²⁾ ; sur le plateau de Lannemezan, à Avezac-Prat-Lahitte (7 ex.) ; sur le plateau de Ger, à Bartrès, à Pontacq, dans le tumulus L.10 d'Ossun, et dans les sépultures 2 du tumulus Ger X, 5 de Ger Z, 9 d'Ossun L.17 (Mohen, 1980, pl. 55) et 3 et 54 d'Ibos A.64.I (Escudé-Quillet, 1993, pl. 3 et 54), et enfin dans le Tursan, dans la sépulture double 2-3 du tumulus Grand Tauzin n°3 à Monségur (Gellibert, Merlet, 2000), soit dix-sept exemplaires répartis sur l'ensemble du complexe sud-aquitain.

Outre l'Aquitaine méridionale, centre de leur aire de diffusion, des fibules identiques ou apparentées ont été rencontrées dans les tumulus 4 et 7, et peut-être 5, de Glandon, en Haute-Vienne, (Boisseau, Lambert, 1975, pl. 4.14, 5.19, 14.33.), dans la sépulture 37 du champ d'urnes du Truc du Bourdiou et dans le tumulus H de Pujaut à Mios en Gironde (Mohen, Coffyn 1970, p. 55, n°86, p. 78, n°150), dans le tumulus 2 des Barracs à Pierrefiche-d'Olt, en Aveyron (Gruat, Marty 1995, p. 175), et enfin dans la nécropole du Cabezo de Ballesteros, à Epila, dans la province de Saragosse (Pérez Casas 1984, fig. 3.3-4 ; 1990, p. 118). Nous avons écarté les fibules apparentées, mais dont l'arc est effilé et dont le pied n'arrive pas au niveau de l'arc (tel l'exemplaire du tumulus de la Motte à Jouveaux à Champsac en Haute-Vienne : Daugas et al. 1976, fig. 6.2), ainsi que les fibules à faux ressort sur le pied, qui toutes sont inconnues en Aquitaine méridionale mais qui se rencontrent dans le nord de cette région.

L'objet B est constitué d'un arc surmonté d'une sphère ; il peut correspondre à un fragment de bracelet, de torse ou d'arc de fibule.

Expertise métallurgique de la fibule (objet A)

Compte tenu de l'endommagement par corrosion de cet objet, et afin d'obtenir une vue globale de sa structure métallurgique, nous avons effectué une coupe métallographique dans le sens longitudinal suivie d'un polissage à la pâte diamant.

A ce stade, nous avons pu observer l'épaisseur de la couche d'oxyde adhérent au métal et les inclusions, c'est à dire évaluer son niveau de propreté. Ce niveau permet de faire des hypothèses sur le procédé de réduction du minerai utilisé et d'estimer l'aptitude à la mise en forme de ce métal.

Ainsi, les observations sur état poli montrent que cette fibule comporte en surface une couche d'oxyde adhérent microfissuré, de 0,5 mm d'épaisseur (Fig. 5). En outre, on constate une répartition homogène de petites inclusions, d'une taille inférieure à 0,05 mm, près de la surface, certaines ayant une forme allongée avec une

taille pouvant atteindre 0,2 mm. Il n'y a aucune inclusion de taille importante, c'est à dire de plusieurs millimètres, ces inclusions étant pourtant très fréquentes, voire omniprésentes dans les produits issus des bas-fourneaux et même des hauts-fourneaux jusqu'au XIX^e siècle.

Ce niveau de propreté et d'homogénéité est donc une singularité majeure dans un produit protohistorique, les connaissances des produits antérieurs au XIX^e siècle ne pouvant laisser présager un métal d'une telle qualité (Bonardi, Gariboldi, Vedani, 1992, p. 28).

Nous avons ensuite effectué une attaque chimique avec le réactif Nital pour révéler les structures métallurgiques (Fig. 6). On observe des faciès d'attaque révélant une structure stratifiée.

Dans les spires du ressort, la structure est ainsi purement ferritique (Fig. 7), alors que dans l'arc elle est quasi-totalement perlito-ferritique, avec quelques bandes très minces (0,1 mm) de ferrite pure (Fig. 8). Il faut souligner que la transition entre les bords de ferrite pure et la structure perlito-ferritique est d'une propreté parfaite (Fig. 9) : ni inclusions, ni film d'oxyde.

Cette interface, eu égard à sa propreté, n'a pu être réalisée par soudage, comme par le repliement du demi-produit sur lui-même, mais plus vraisemblablement par frittage d'un mélange homogène de poudre de minerai avec ou sans ajout de carbone (charbon de bois).

Des mesures de microdureté Vickers ont été réalisées sous une charge de 200 grammes avec un pas de 0,1 mm suivant quatre directions telles que mentionnées sur la figure 10. On constate des valeurs de dureté plus élevées au milieu de l'arc, ce qui est cohérent avec la microstructure. En outre, on ne constate pas de gradient de dureté en fonction de la profondeur, ce qui confirme que cet arc n'a pas subi de mise en forme généralisée par martelage sous température ambiante.

Par ailleurs, si quelques inclusions de surface avec une forme oblongue révèlent des déformations locales superficielles, cette microstructure ne révèle cependant aucun indice de mise en forme par déformation plastique (martelage...) de l'arc. Ceci est en cohérence avec l'hypothèse précédente sur l'utilisation d'une technique de réduction et de mise en forme à partir de poudre (voir également ci-dessous).

Expertise métallurgique de l'objet B

Compte tenu de la morphologie de cette pièce telle que révélée par les rayons X (Fig. 4), nous avons effectué deux coupes transversales, une suivant l'axe a-a', et une suivant l'axe b-b' (Fig. 11).

La coupe suivant l'axe a-a' révèle que cet objet est composé de deux structures en fer creuses (Fig. 12).

Dans la bille on note la présence d'un noyau en argile cuite (coupe a-a').

Dans l'arc on note la présence de trois cavités en forme de tuyaux, ces trois cavités étant totalement vides (coupe b-b').

Les caractéristiques de cet objet sont surprenantes. De fait, si la réalisation de formes creuses est maîtrisée en orfèvrerie, elle n'a, à notre connaissance, jamais été signalée en métallurgie ancienne du fer.

Nous avons examiné au microscope électronique à balayage les parois de ces cavités et effectué des analyses de surface par dispersion d'énergie des rayons X – le spectre est visible figure 13. On constate que la couche superficielle est un oxyde avec des traces de carbone d'aluminium et de silicium.

Les morphologies des différents oxydes présents sur les parois intérieures de la cavité avec insert d'argile sont présentées dans les figures 14, 15, 16 et 17. Compte-tenu des variétés rencontrées, cristaux pyramidaux, bâtonnets, lamelles, sphères, il faudra des études complémentaires faisant appel à des compétences plus étendues. Cette variété est due à l'étanchéité qui a régné dans cette cavité depuis sa fabrication.

Sur les parois des cavités tubulaires, les morphologies des oxydes sont visibles sur la figure 18. Par rapport à la cavité de la bille à insert d'argile, on constate un type d'oxyde en commun, celui en bâtonnet. En revanche, on n'observe pas d'espèce de morphologie pyramidale, pourtant très courante dans la cavité à insert d'argile.

Discussion

Les observations faites sur ces deux fibules appor- tent des éléments nouveaux en regard des procédés métallurgiques décrits comme étant en vigueur à cette époque pour la réduction du minerai et la mise en forme du métal.

- Le fabricant de l'objet B maîtrisait une technique autre que le forgeage du métal pour la fabrication de l'objet. Il s'agit vraisemblablement d'une technique de moulage direct à partir du minerai sur la bille d'argile, compte tenu qu'aucune trace de très haute température n'a été détectée ($\geq 1200^\circ$) par les examens métallographiques qui auraient mis en évidence des structures de solidification. On ne peut en effet raisonnablement envisager une technique de fonderie qui nécessite des températures extrêmement élevées de l'ordre de 1500° . Il s'agit donc très probablement d'une technique de frittage analogue à celle des céramistes et connue en métallurgie du bronze. Le frittage est un phénomène se produisant lors de la cuisson de matériaux en grains en milieu non oxydant. A chaud, les zones de contact entre les grains augmentent par diffusion ; ceci entraîne la cohésion du matériau, l'élimination des pores, une aug-

mentation de la densité et une réduction du volume. C'est le phénomène qui intervient lors de la cuisson des céramiques ou des argiles. Pour la poudre de fer, le frittage se fait autour de $1050 - 1100^\circ\text{C}$ en 30 minutes environ. Dans notre cas, elle permet le passage direct du minerai au métal dans un moule d'argile, à une température de l'ordre de 1000° , l'argile jouant un rôle clé en générant lors des transformations de phases une pression sur le minerai qui est à l'intérieur, et une atmosphère réductrice permettant la transformation du minerai en métal par les gaz réducteurs de la cuisson de l'argile.

- Le métal obtenu avec l'objet A est d'une propreté et d'une homogénéité très supérieures à celles des produits issus des bas-fourneaux connus actuellement, tels que dans les bas-fourneaux gallo-romains des Martys (Domergue, 1995). Nous pensons donc que la formule de réduction du minerai utilisée pour obtenir cette qualité de métal était différente du procédé du bas-fourneau et nécessitait un minerai de haute pureté (oligiste, magnétite...) compatible avec un foyer thermiquement moins puissant que ces derniers.

- Les formes creuses observées sont incompatibles avec une mise en forme par forgeage. Elles témoignent d'une maîtrise des procédés de frittage pour obtenir directement une pièce de forme complexe. Il convient de noter que ces procédés, insoupçonnés pour le fer antique, sont connus pour les métaux précieux.

Conclusion

L'examen de ces deux objets permet d'affirmer que leurs fabricants maîtrisaient :

- Un procédé de réduction du minerai permettant d'obtenir un métal d'une très grande propreté, soit sous forme de fer, soit sous forme d'acier doux homogène. Cela nécessitait l'emploi d'un minerai de haute pureté et une technique de réduction évitant les contaminations inhérentes aux bas-fourneaux.

- Des procédés de mise en forme, insoupçonnés dans le domaine du fer, à savoir la production d'ébauches de formes pleines ou creuses. Si ces éléments sont nouveaux en regard de la littérature spécialisée actuelle, ils sont cependant en cohérence avec les savoir-faire de l'époque dans les domaines de l'argile, des minerais et du feu.

Des travaux d'archéométaballurgie expérimentale récents (Fer et Savoir-Faire et M. Daban, artisan métallurgiste à Nay) ont montré la validité d'une voie plus directe – compatible avec les caractéristiques des deux objets étudiés – que le bas-fourneau classique pour la réduction du minerai, voie liée à la métallurgie des poudres et faisant appel à des techniques et à des connaissances de céramistes, avec réduction et mise en forme à partir de poudre traitée dans des moules d'argile pour

obtenir du minerai et la forme préliminaire de l'objet. Une publication sur ce sujet est en cours de rédaction.

A notre connaissance, il n'y a pas de publication de travaux de paléométaballurgie expérimentale sur ce procédé dans le cas du fer. En revanche, des procédés similaires sont utilisés pour des alliages de cuivre.

Glossaire

Réactif Nital : Réactif métallographique composé d'acide nitrique et d'alcool éthylique. Il permet de révéler la microstructure de l'acier.

Structure ferritique : Grains de fer pur α .

Structure perlito-ferritique : Combinaison de grains ferritiques et de grains composés de lamelles de fer et de cémentite de Fe_3C . A faible grossissement, ces structures présentent un aspect chatoyant rappelant la nacre.

Oligiste : Minerai de fer Fe_2O_3 de structure hexagonale, variété d'hématite. Facilement reconnaissable à son éclat noir.

Magnétite : Minerai de fer Fe_3O_4 naturellement magnétique.

Bibliographie

- BOISSEAU R., LAMBERT J., 1975, Un champ de tumulus du premier âge du Fer à Glandon (Haute-Vienne), *Gallia*, 33, p. 1-25.
- BONARDI M., GARIBOLDI E., VEDANI M., 1992, Metallographic studies on an ancient roman Nail, *Metallurgical Science and Technology*, 10, 1, p. 28-38.
- DAUGAS J.-P., GOMEZ J., LAMBERT G.-N., MOHEN J.-P., 1976, Prospections anciennes dans les tumulus du premier âge du Fer de la partie sud du Limousin, *Bull. Soc. Préh. Frçse*, 73, Études et Travaux, p. 437-456.
- DELAMARE F., NICOLAS G., MENCARELLI E., 1982, Etude du forgeage d'un lingot de fer protohistorique, Mémoires et Etudes Scientifiques, *Revue de Métallurgie*, Fév., p. 97-104.
- DOMERGUE C., 1995, Archéologie sidérurgique aux Martys, *Paléométaballurgie du fer et cultures*, AEDEH, Vulcain.
- ESCODÉ-QUILLET J.-M., 1993, *Étude des vestiges de l'âge du Fer et chronotopographie du tumulus T.A.64.1 d'Ibos*, Mémoire de maîtrise, Université de Toulouse-Le Mirail, 121 p.
- ESCODÉ-QUILLET J.-M., 1998, *Du complexe pyrénéen au complexe sud-aquitain : la fin de l'âge du Bronze et l'âge du Fer de l'Aquitaine méridionale*, mémoire de thèse de doctorat, Université de Toulouse-Le Mirail.
- FRANCE-LANORD A., 1963, Les lingots de fer Protohistoriques, *Revue d'Histoire de la Sidérurgie*, IV, p. 167-178.
- GELLIBERT B., MERLET J.-Cl., 2000, Etude archéologique du mobilier métallique du tumulus Grand Tausin n° 3 (Monségur, Landes), *Archéo. des Pyr. occ. et des Landes*, T.19, p. 131-136.
- GRUAT Ph., MARTY G., 1995, Fibule n° 162, dans Ph. Gruat, M. Vidal, J. Delmas, Dix ans d'Archéologie en Aveyron, *Guide d'Archéologie 3*, Musée de Montrozier.
- MOHEN J.-P., 1980, *L'âge du Fer en Aquitaine*, Mémoire de la Soc. Préh. française, T.14, Paris, 338 p.
- MOHEN J.-P., COFFYN A., 1970, Les nécropoles hallstattiennes de la région d'Arcachon, *Bibliotheca Præhistorica Hispana*, Madrid, XI, 141 p.
- PÉREZ CASAS J. A., 1984, Datación radiocarbónica de la necrópolis de incineración del cabezo de Ballesteros, Epila (Zaragoza), *Museo de Zaragoza*, 3, p. 113-124.
- PÉREZ CASAS J. A., 1990, Las necrópolis de incineración en el bajo Jalón, *Necrópolis celtibéricas. II simposio sobre los Celtiberos*, Institución Fernando el Católico, p. 111-121.
- ROVIRA C., 1998, Les premiers objets en fer de Catalogne, dans *Recherches sur l'économie du fer en Méditerranée nord-occidentale. Instrumentum*, 4, p. 45-55.

Notes

1 - Nous tenons à remercier très sincèrement MM. A. Escalé, A. Grangé, A. Naya et J.-Y. Prudhomme, sans qui cette publication n'aurait été possible.

2 - Exemplaire inédit, exposé au musée de Lescar, fouille J. Seigne.



Fig. 2A : Objet A (fibule) du tumulus 23 de Lamarque-Pontacq (Hautes-Pyrénées).

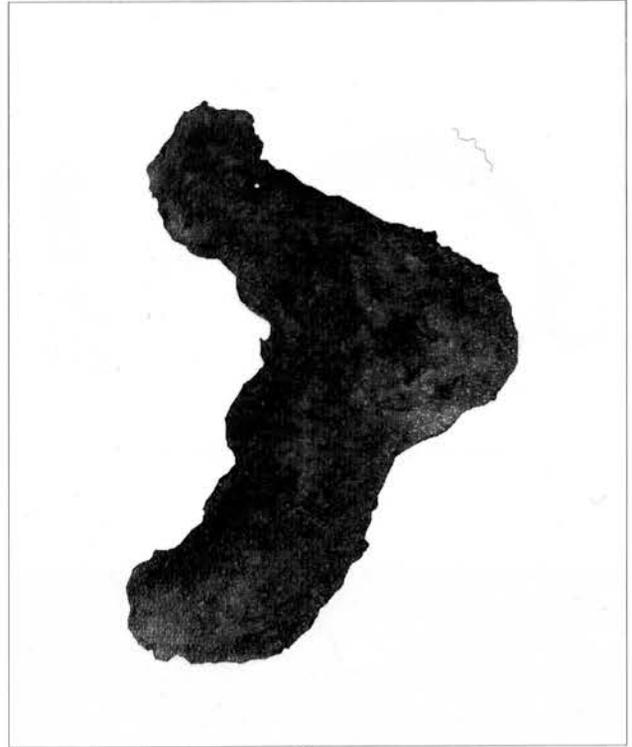


Fig. 2B : Objet B du tumulus 23 de Lamarque-Pontacq (Htes-Pyr.).

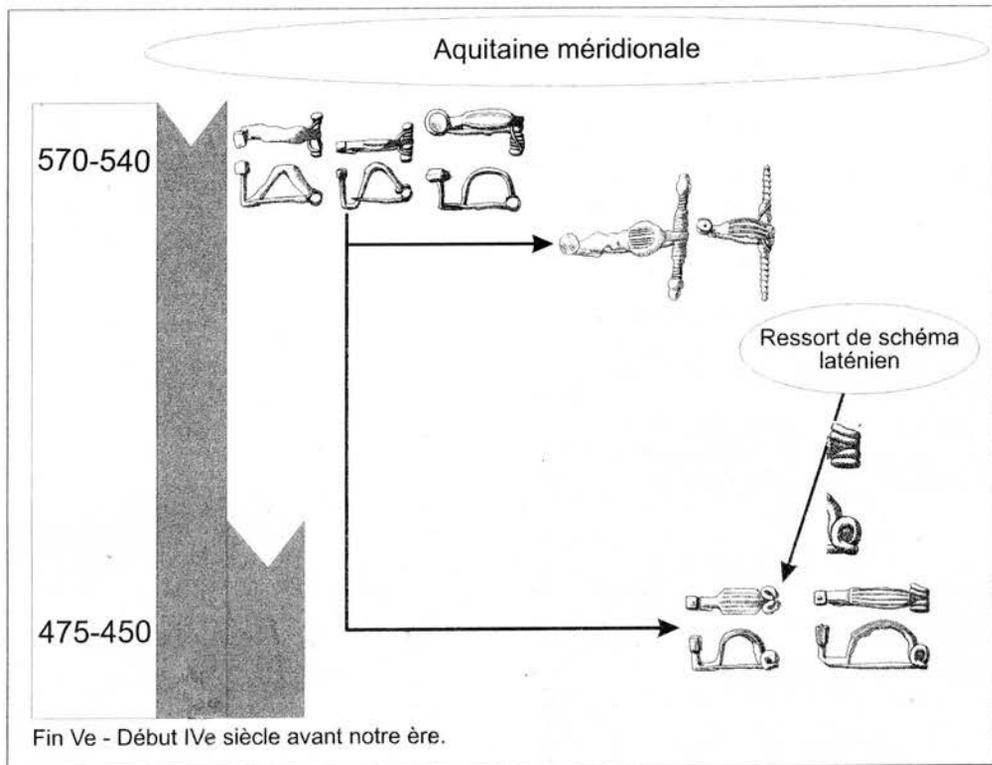


Fig. 3 : Evolution des fibules sud-aquitaines en fer.
Dessins des fibules d'après J.-P. Mohen.



Fig. 4 : Aspect en radiographie X des objets A (fibule) et B.



Fig. 6 : Objet A (fibule) : Coupe métallurgique longitudinale après attaque Nital.



Fig. 5 : Objet A (fibule) : Coupe métallographique longitudinale. Aspect de la coupe d'oxyde et des inclusions subsurface (grossissement 25).

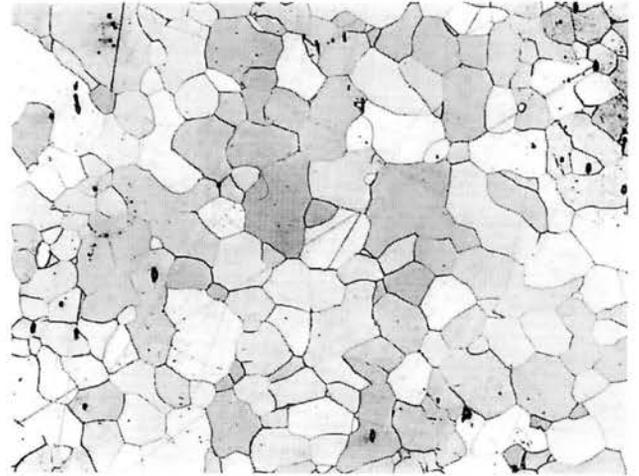


Fig. 7 : Objet A (fibule) : Microstructure totalement ferritique dans la zone du ressort (attaque Nital). (grossissement 100).

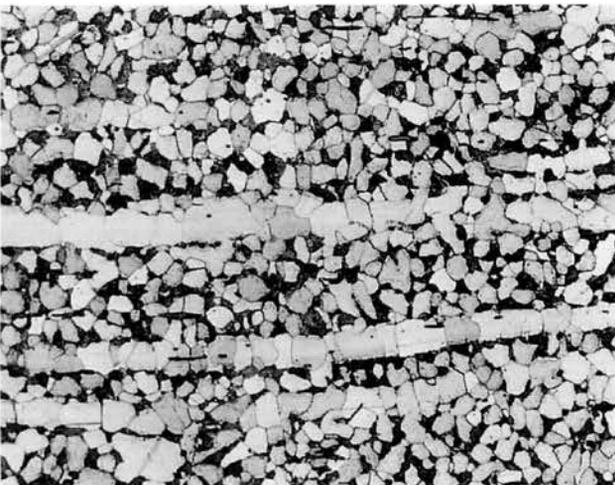


Fig. 8 : Objet A (fibule) : bandes de ferrite dans la structure perlite-ferritique (attaque Nital). (grossissement 50).

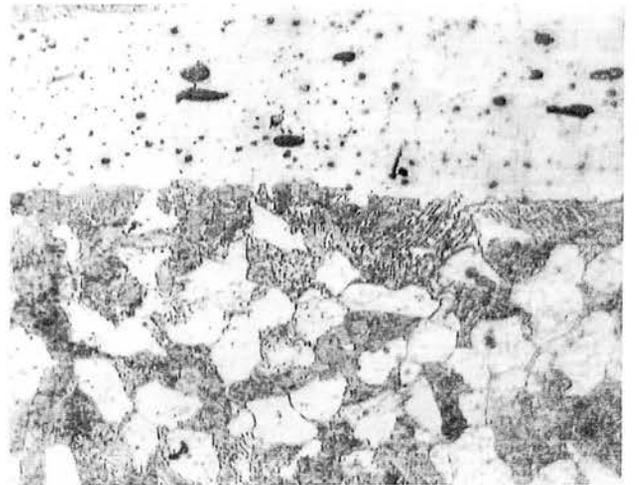


Fig. 9 : Objet A (fibule) : zone duplex ferrite et perlite-ferritique avec jonction parfaite (grossissement 500).

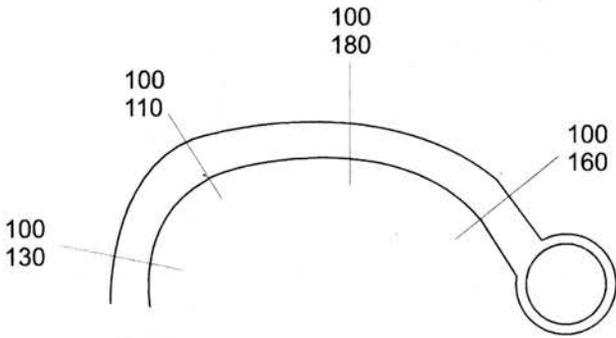


Fig. 10 : Objet A (Fibule) : Valeurs extrêmes des mesures de microdureté. Hv 200 g.

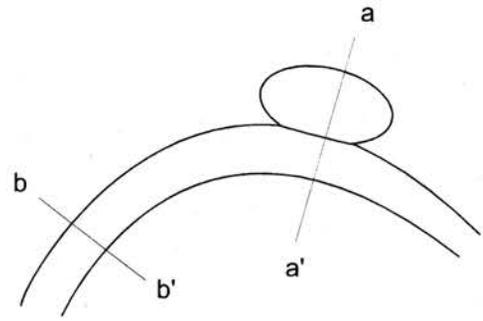


Fig. 11 : Objet B : schéma des coupes transversales.

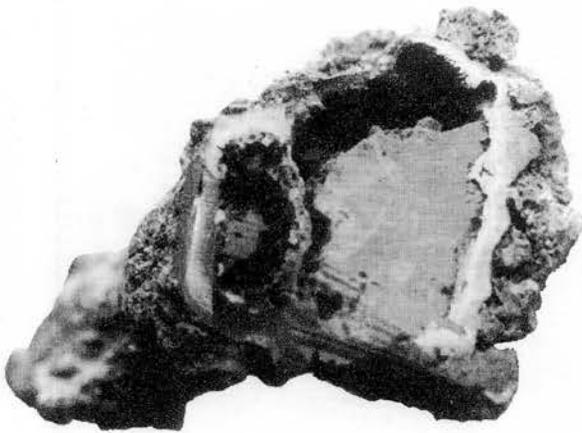


Fig. 12 : Objet B : coupe a - a' montrant les deux cavités dont une avec insert d'argile. (grossissement 2,5).

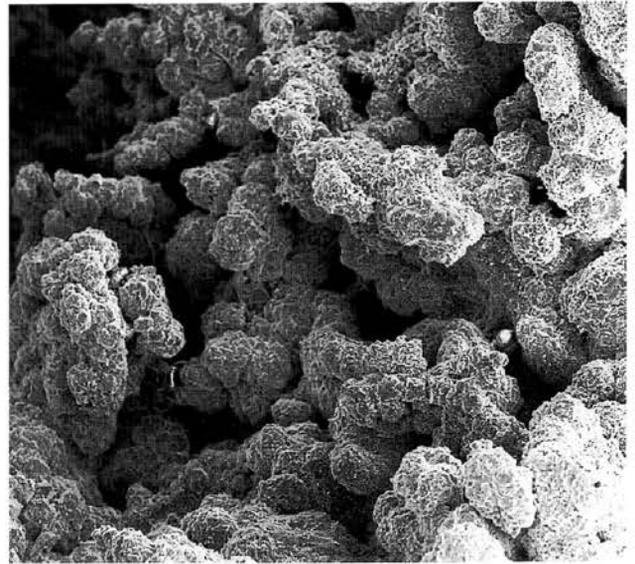


Fig. 14 : Objet B : morphologie de la surface de la cavité révélée par la coupe a - a' (insert d'argile). (grossissement 25).

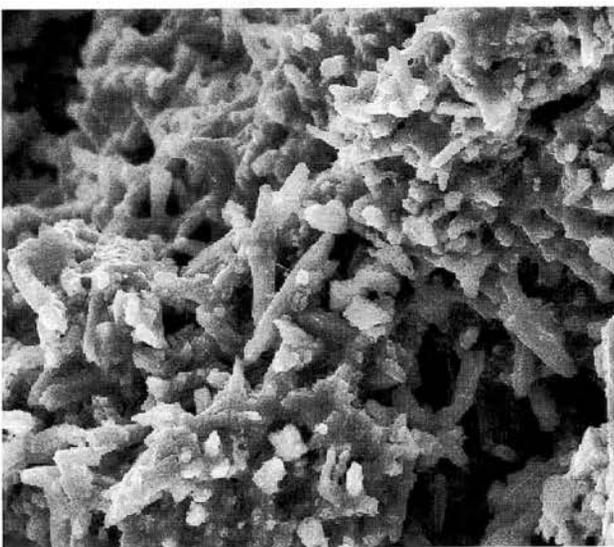


Fig. 15 : Objet B : morphologie des oxydes de la cavité (coupe a - a') avec insert d'argile. (grossissement 100).

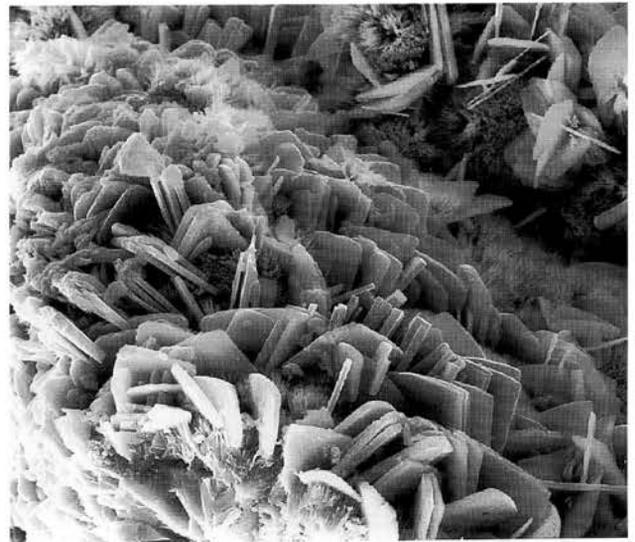


Fig. 16 : Objet B : morphologie d'oxydes de la cavité de la coupe a - a' (insert d'argile). (grossissement 1000).

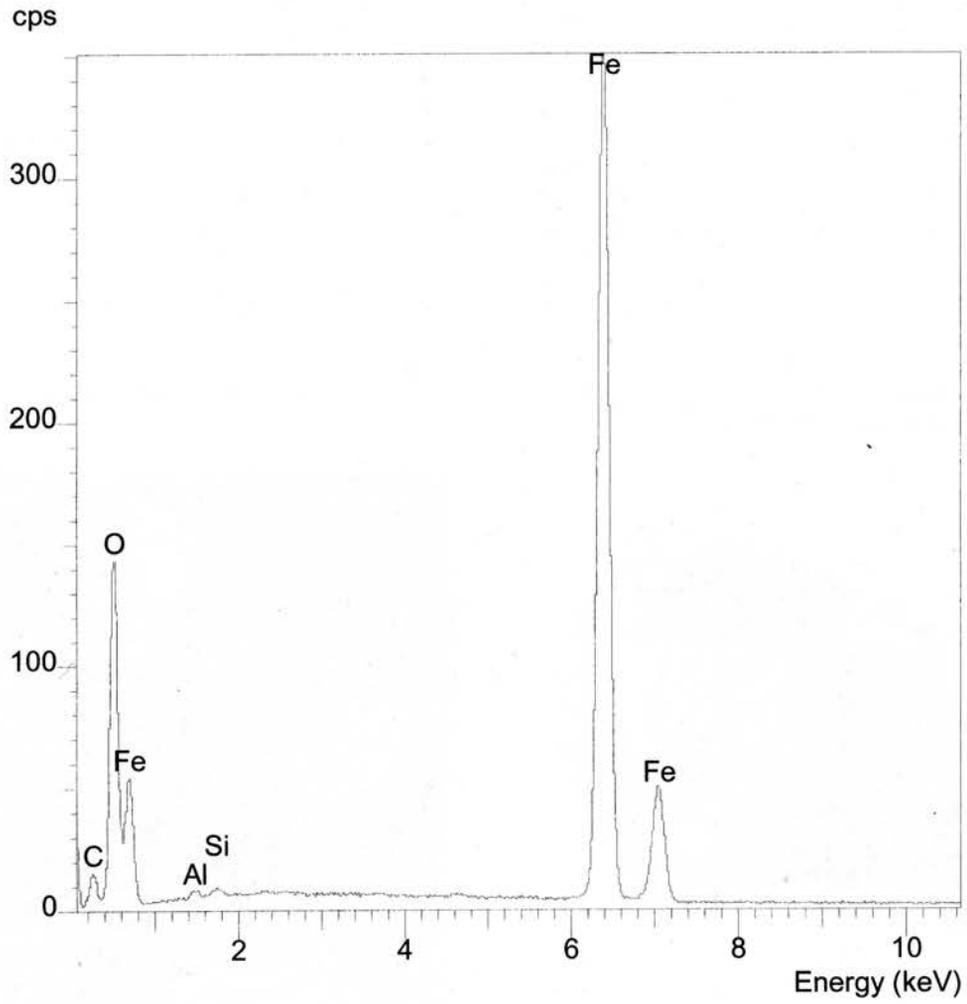


Fig. 13 : Objet B : spectre d'analyse sur les parois de la cavité interne révélée par la coupe b - b'.

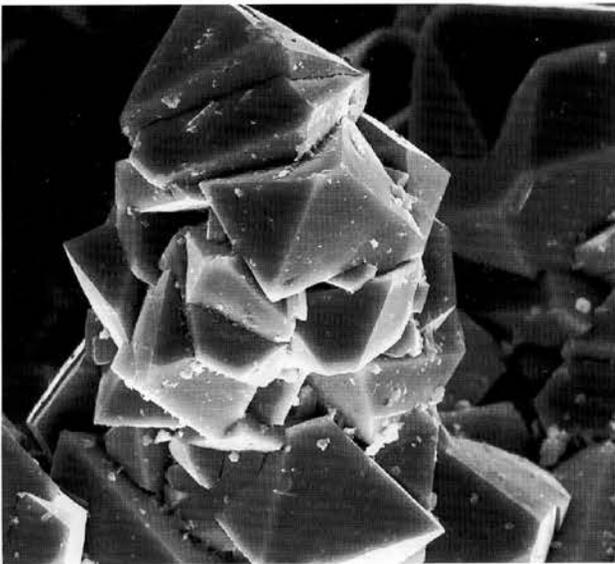


Fig. 17 : Objet B : morphologie d'oxydes de la cavité de la coupe a - a' (insert d'argile). (grossissement 1000).

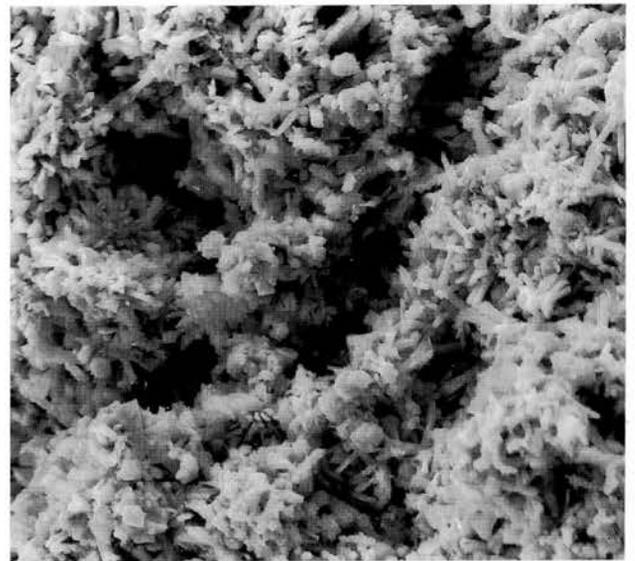


Fig. 18 : Objet B : morphologie des oxydes dans la cavité de la coupe b - b' (grossissement 500).