



HAL
open science

Archéologie expérimentale des matériaux associés aux productions métalliques : (Re)mettre la science en Culture

Florian Téreygeol, Jérémy Artru, Florencia Becerra, Mathilde Bernard, Guillaume Blanchet, Marryse Blet-Lemarquand, Alexandre Bodet, Dorian Brossier, Ana Cadena Irizar, Léa Chanal, et al.

► To cite this version:

Florian Téreygeol, Jérémy Artru, Florencia Becerra, Mathilde Bernard, Guillaume Blanchet, et al.. Archéologie expérimentale des matériaux associés aux productions métalliques : (Re)mettre la science en Culture. SRA-DRAC Nouvelle-Aquitaine. 2024. <halshs-05172110>

HAL Id: halshs-05172110

<https://shs.hal.science/halshs-05172110v1>

Submitted on 21 Jul 2025

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire HAL, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



HAL Authorization

CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UMR 7065 Institut de Recherches sur les ArchéoMATériaux
TECHNIQUES ET SAVOIR-FAIRE

LAPA – NIMBE, CEA-Saclay , 91191 Gif-sur-Yvette
tel : 01 69 08 84 71, e-mail : tereygeol@cea.fr

PCR

Archéologie expérimentale
des matériaux associés aux productions métalliques :
(Re)mettre la science en culture

Document Final de Synthèse

2024

Florian TEREYGEOL (dir.)

Les auteurs de chaque expérience sont indiqués au début de chacun des chapitres concernés.

Table des matières

TABLE DES FIGURES	11
INTRODUCTION	19
1^{ERE} PARTIE – LES MINERAIS	23
<u>I LES MINERAIS DE CUIVRE ET LEUR REDUCTION : APPROCHE DIACHRONIQUE</u>	24
1 Le protocole	25
Les minerais	25
Déroulé des expérimentations	25
2 Résumé des opérations menées	27
Session 2022	27
Session 2023	27
Session 2024	28
3 Résultats	30
Session 2022	30
Session 2023	31
Session 2024	33
4 Conclusion des trois années d’expérimentations et perspectives	37
Les rendements obtenus	37
Les compositions des cuivres produits	38
Perspectives	38
Bibliographie	38
<u>II PRODUCTION DES BRONZES PAR CEMENTATION/COFUSION DES MINERAIS : APPROCHE DIACHRONIQUE</u>	39
1 Les contextes archéologiques	40
Données issues de Nubie et d’Egypte antiques	40
Données issues du monde médiéval : Castel-Minier (XIV-XVIe siècle)	44
2 Session expérimentale 2022	47
Méthode expérimentale	47
Métal et minerais	48

Outillage et structure de fonte	48
Protocole expérimental	50
Réalisation des alliages	51
Analyses p-XRF	52
Premières conclusions pour 2022	52
3 Session expérimentale 2023	53
Rappels et variations sur les conditions des expériences	53
Protocole expérimental	54
Réalisation des alliages	54
Premières conclusions pour 2023	55
Apports 2022-2023	57
4 Session expérimentale 2024	64
Outillage et structures de fonte	64
Protocole expérimental 01a - couvercle	66
Protocole expérimental 01b - couvercle	67
Protocole expérimental 02 - cire	69
Protocole expérimental 03 – cire et soufre	70
Protocole expérimental 04 - soufre	71
Protocole expérimental 05 – refonte et enrichissement	74
Premières conclusions pour 2024	75
5 Étude taphonomique 2022-2024	75
6 Les propriétés du bronze arsénié	76
7 Premières conclusions	81
Bibliographie	82

III LES MINÉRAIS DE ZINC ET LA CEMENTATION D'APRES L'EXEMPLE D'UN FOUR DE CEMENTATION DU IIIE S AP. JC.

1 Élaboration d'un four de cémentation (IIIe s. ap.)	87
Rappel sur les données archéologiques	87
Le modèle expérimental	88
Préparation de l'enregistrement des données	90
Premières chauffes à vide (2022)	92
2 Réunir les outils et matières nécessaires à l'expérimentation	94
Les pièces céramiques	95
Le cuivre	96

Le minerai de zinc	96
Le poussier	98
3 Les cémentations (2023-2024)	99
Cémentation 1 (2023)	99
Cémentation 2 (2023)	101
Cémentation 3 (2024)	103
Cémentation 4 (2024)	105
Cémentation 5 (2024)	107
Cémentation 6 (2024)	109
4 Synthèse	111
5 Conclusions et perspectives	115
Bibliographie	116

IV LES MINERAIS DE FER MANGANESIFERES DU RANCIE ET LA PRODUCTION DES POINTEROLLES (XIV-XVE S.) **117**

1 Le minerai de Rancié	117
2 Le corpus d'outils	118
Typologie	118
Métrologie	118
Études métallographiques	119
3 Problématique	119
4 Réduction du minerai de Rancié	120
La colonne de réduction	120
Le minerai et le combustible	120
Les réductions 1 et 2	121
5 La mise en forme des pointerolles rectilignes (type C)	123
6 Perspectives	126
Bibliographie	126

2^E PARTIE – LES ROCHES ET LES TERRES **129**

V LE TALC ET LA FONTE DU PLOMB AU SOL (XVE SIECLE) **130**

1 Le talc	132
2 Le plomb piégé dans le foyer archéologique	133
3 Matériel et méthode	134
Matériel	134

Reproduction du foyer	135
4 Protocole	137
5 Résultats	139
Observation du foyer	139
Combustible	141
Infiltration et perte en alliage	141
6 Conclusion	144

VI LA TERRE DE MOULAGE POUR LA PRODUCTION DE FAUSSES MONNAIES AU IIIE

S. AP. JC.

1 Les paramètres maîtrisés	146
La préparation de la terre	146
Le choix des monnaies	146
Le façonnage des moules, le protocole inspiré de H. Drescher	147
Le façonnage de la couche-évent	148
Le post-traitement	150
2 Les questions approfondies durant la campagne 2022	151
Le choix de l'alliage	151
Les recettes de la couche-évent	153
Réflexions autour de la structure de carbonisation et la préchauffe des potées	155
Production sérielle et temps déployé	157
Les monnaies produites expérimentalement à Melle	160
3 Conclusion et perspectives	161
Bibliographie	161

VII LES VITRIOLS AU MOYEN ÂGE

1 Les sources écrites	165
2 Protocole et description des expériences	167
Réalisation des synthèses	167
Caractérisation des synthèses	169
3 Résultats	170
Influence du pH	170
Mélanges de sulfate de fer et cuivre	170
Mélange de sulfate de fer et zinc	172
La question du plomb	172

Tentatives de météorisation des sulfures	173
4 Conclusions et perspectives	174
Bibliographie	174
<u>VIII LES CEMENTS POUR L’AFFINAGE DE L’OR SELON PLINE L’ANCIEN</u>	
<u>(DIACHRONIQUE)</u>	175
1 La recette	176
2 Structures et matériaux	176
3 Déroulé de l’expérience	180
4 Premiers résultats	181
Les feuilles d’or	182
Le ciment usagé	184
5 Conclusions	186
<u>IX FUSIONS EXPERIMENTALES POUR EXPLORER LA TECHNIQUE DE PRODUCTION DE VERRE AU PLOMB DU DEBUT DE L’ERE ISLAMIQUE ET SA TENEUR EN CHLORE</u>	
	188
1 Matériaux et méthodes	189
2 Protocole expérimental et recettes	191
1 ^{re} expérience	191
2 ^e expérience	191
3 ^e expérience	193
4 ^e expérience	193
5 ^e expérience	194
3 Remarques conclusives	196
Bibliographie	196
<u>3^E PARTIE – LES MATERIAUX ISSUS DU MONDE DES VIVANTS</u>	
199	
<u>X LA QUALITE DES CENDRES ET NATURE DES COMBUSTIBLES POUR LES</u>	
<u>PROCEDES D’AFFINAGE (DIACHRONIQUE)</u>	
	200
1 La coupellation sur foyer préparé avec moufle	200
2 Préparation des matériaux et des objets	201
3 Séquences de coupellation au sol sous moufle et synthèse des résultats	203
4 La question de l’enrichissement des terres au cours de l’opération	205

Enrichissement des terres céramiques	205
Enrichissement des sols	207
5 La coupellation sur sol naturel sans moufle	210
Choix du protocole	210
Coupellation sur foyer à sole préparée en utilisant du charbon.	210
Coupellation sur foyer à sole préparée en utilisant du charbon et du bois	211
Coupellation sur foyer réduit limité par des briques en utilisant du bois (3 essais, notés 3 à 5)	212
Essai « Sarde » sur sol naturel	213
Essai « Sarde » sur sol préparé	214
6 Conclusions	217
Bibliographie	217
<u>XI L’AFFINAGE DE L’ARGENT AU SAVON (RECETTE DU XVIIE SIECLE)</u>	218
1 Le corpus de recettes	218
2 Tests sur les recettes du Xe siècle au XVIe siècle	221
Affinage au verre selon le traité des arts et métiers (X-XIe s.)	221
Affinage de l’argent selon la recette du moine Théophile (XIIe s.)	221
Affinage de l’argent selon l’anonyme de Zuretti (XIVe s.)	223
Affinage de l’argent selon la recette du Probierebuchlein (1524)	223
Affinage au creuset selon Biringuccio (1540)	224
Résultats quantitatifs	225
3 Tests sur la durée de l’opération selon la recette de 1524	226
4 Conclusions	228
Bibliographie	228
<u>XII PREMIERS ESSAIS DE RETRAITEMENT DES CASSES (DIACHRONIQUE)</u>	229
1 Protocole	230
2 Résultats et perspectives	233
3 Bibliographie	233
<u>4^E PARTIE – QUANTIFIER ET PRODUIRE</u>	235
<u>XIII QUANTIFICATION DE LA DEPENSE ENERGETIQUE HUMAINE DANS LE CYCLE DE PRODUCTION DES METAUX : EXTRAIRE, CONCASSER LE MINERAI ET FRAPPER LA MONNAIE</u>	236

1 Matériel et méthode d'acquisition de la donnée	237
2 Traitement des données	237
Initialisation et changement de référentiel	237
3 L'abattage	238
Protocoles	238
Essais et résultats	243
Discussion	244
4 Le concassage du minerai	244
Matériel et méthode	245
Résultat et discussion	246
5 La frappe de monnaie	246
Frappe de bractéates (protocole 1)	246
Résultats	249
Discussion	250
Protocole 2	251
6 Résultats et discussion	252
Conclusion	254
Bibliographie	255

XIV PRODUCTION DES LAITONS A L'AIDE DE CUIVRE PRODUIT

EXPERIMENTALEMENT : QUANTIFIER ET QUALIFIER **257**

1 Le protocole	257
La préparation des cuivres	257
Les creusets de cémentation	259
Les charges	260
2 Les résultats obtenus	261
À la sortie des creusets	261
Les compositions obtenues	262
3 Conclusion et perspectives	266
Bibliographie	266

XV LES OUTILS DU MONNAYEUR : MATRICES ET ENCLUME **267**

1 Découverte archéologique	267
2 Expériences	268
Création d'un moule pour un coin	268

Coulée de l'ébauche d'emboutissage	269
Réalisation du tas en plomb	270
3 Conclusion	271

**XVI PRODUCTION EXPERIMENTALE DE BRACTEATES MEDIEVALES TCHEQUES
(XIII^E SIECLE)** **272**

1 Le mobilier découvert et l'état de la question	272
2 Essais expérimentaux à Melle	278
Production de tôle : test avec un argent non purifié	278
Production de tôle : test avec un argent purifié	280
Production des flans et des monnaies	282
Frappes des flans sur cuir	284
Frappe de bractéates à l'aide des deux coins.	284
3 Conclusions sur la session melloise	286

**XVII NOUVELLES EXPERIMENTATIONS SUR LES DENIERS PLAQUES ANTIQUES :
DE L'HISTORIOGRAPHIE A LA PRATIQUE** **287**

1 De l'historiographie...	288
Aperçu général des travaux antérieurs	288
Apports des travaux antérieurs	290
2 ...à la pratique : vers un nouveau protocole	295
Objectifs finaux des nouvelles expérimentations	295
Campagne 2024	295
3 Développement du protocole	295
3 Premiers résultats et perspectives	301
Considérations générales	301
La question de la marque de repli	301
Perspectives	302
Bibliographie	302

**XVIII LA FABRICATION DES FLANS MONETAIRES EN SICILE AUX VE-III^E SIECLES
AV. J.-C. NOUVELLES PISTES DE RECHERCHES SUR LES MOULES SPHERIQUES** **305**

1 La fabrication des flans et la frappe des tétradrachmes en argent	307
La production des flans	307

L'emploi de nouveaux coins monétaires	308
Les caractéristiques de la frappe monétaire : température du flan et force appliquée	309
2 Le calibrage de la production de flans monétaires en argent : le cas des tétradrachmes de poids attique	311
Le calibrage de la masse, un motif d'adoption et de diffusion du moule sphérique ?	311
Les données de l'échantillon statistique expérimental mises en perspective avec la production antique	313
3 Les alliages cuivreux	315
Observations, mesures et analyses des monnaies anciennes	315
Protocole expérimental	317
Résultats des expérimentations sur les alliages cuivreux	322
4 Conclusions et pistes d'approfondissement	326

XIX FRAPPER MONNAIE, EXPERIMENTATIONS SUR LES METHODES DE FABRICATION DE LA MONNAIE ANCIENNE (5^E A.C. – 3^E P.C.) **329**

1 Protocole expérimental et résultats	330
Recuits témoins	331
Trempe	336
Frappe à chaud	336
Bâtonnets/Boudins/Flans	341
2 Discussion et conclusions	344

XX LES AS DE L'IMITATION : L'APPORT DE L'ETUDE METALLURGIQUE AU CLASSEMENT DU MONNAYAGE DE CALIGULA **346**

1 Protocole mis en place	349
Alliage réalisé	349
Mode de production des flans	349
Traitements mis en œuvre	351
Le modèle de Trèves	352
2 Premiers résultats et discussion	353
Production des flans	353
Traitements réalisés	357
Modèle de Trèves	359
3 Conclusion et perspectives	360
Bibliographie	361

5^E PARTIE – VALORISATION	364
REUNIONS SCIENTIFIQUES	364
Workshop international à Melle 2023	364
Workshop conclusif du PCR à Melle 2024	364
Journée d'étude « ça frapper pour moi » 2024	365
MEMOIRES UNIVERSITAIRES EN LIEN AVEC LE PCR	365
Master	365
Doctorats	365
PUBLICATIONS ET INTERVENTIONS 2022-2024	366
Articles	366
Communications	366
Presses et films	367
CONCLUSIONS	368

TABLE DES FIGURES

Figure 1, réfection de la toiture de l'espace forge.....	21
Figure 2, minerais traités dans le cadre des réductions expérimentales	25
Figure 3, à gauche la malachite que nous avons appelée « pure », et à droite la malachite que nous avons qualifiée de « moins pure »	25
Figure 4, structure de chauffe employée lors des expérimentations	26
Figure 5, creuset après la réduction 18, qui sera utilisé de nouveau par la suite	26
Figure 6, résumé des opérations pour l'année 2022. En rouge les expérimentations réalisées dans des creusets vierges	27
Figure 7, résumé des opérations pour l'année 2023. En rouge les expérimentations réalisées dans des creusets vierges	28
Figure 8, résumé des opérations pour l'année 2024. En rouge les expérimentations réalisées dans des creusets vierges	29
Figure 9, déroulé des expérimentations autour du grillage de la chalcopirite	30
Figure 10, rendements des opérations menées en 2023.....	32
Figure 11, teneurs moyennes en cuivre des produits métalliques obtenus en fonction du type de minerai utilisé	33
Figure 12, charges de minerais et quantités de cuivre obtenu.....	34
Figure 13, image MEB d'une chalcopirite au bout de 20 minutes de grillage.....	34
Figure 14, image MEB d'une chalcopirite au bout de 30 minutes de grillage.....	35
Figure 15, teneurs en soufre dosées au MEB-EDS au fil du grillage de la chalcopirite.....	35
Figure 16, teneurs en fer dosées au MEB-EDS au fil du grillage de la chalcopirite	35
Figure 17, rendements des opérations impliquant un grillage	36
Figure 18, creuset cassé après l'expérimentation n° 62	36
Figure 19, lingot obtenu à l'issue de l'expérimentation n° 62	36
Figure 20, opérations ayant donné lieu à la coulée du cuivre et rendements estimés selon les charges traitées	37
Figure 21, teneurs en ppm des teneurs dépassant le pour cent.....	38
Figure 22, une batterie de fours de réduction du début du Moyen Empire © Mission Ayn Soukhna	42
Figure 23, bloc de minerai retrouvé à proximité des fours de réduction (Ayn Soukhna)	42
Figure 24, creuset ayant servi plusieurs fois pour couler des outils (Ayn Soukhna)	43
Figure 25, dessins d'un creuset complet de Tell el-Dab'a.....	43
Figure 26, objets en alliage cuivreux contenant plus de 2000 ppm As (Castel-Minier)	45
Figure 27, classification du mobilier cuivreux selon les teneurs relatives en éléments d'alliage.	45
Figure 28, arsénopyrite, minerai archéologique (CM20, US 3375, CL 14399)	46
Figure 29, fragment de lingot circulaire Cu-As (CM21, US 3455, CL 14607).....	47
Figure 30, four expérimental 2022-2023 avec soufflerie forcée placée à l'arrière	49
Figure 31, tuyère en coude (2022-2023).....	50
Figure 32, coulées alliage A	51
Figure 33, coulée alliage b	52
Figure 34, travail à l'aide de la cire	55
Figure 35, four expérimental 2024 avec soufflerie forcée placée à l'arrière	65
Figure 36, foyer de chauffe type "en trou de serrure"	65
Figure 37, données des expériences de fonte dans le four en trou de serrure	68
Figure 38, séquences de production du cuivre arsénié au four en trou de serrure –protocole 01b	68
Figure 39, analyses par EDS-MED du cuivre allié	69
Figure 40, séquence de production du protocole 04.....	72
Figure 41, séquence de production selon le protocole 05.....	74
Figure 42, diagramme de phase d'équilibre du système Cuivre-Arsenic.	78
Figure 43, variation des teneurs des impuretés dans du cuivre en fonction de la température de réduction.	79
Figure 44, diagramme de phase Cu-As.....	81
Figure 45, vestiges du four à différentes étapes de fouille (in Marian (dir), 2016, DFS, vol. 3, p. 247)	88
Figure 46, étapes de construction du four de cémentation	89
Figure 47, extraits de vues du four (sans sa paroi amovible) d'après la photogrammétrie.....	90

Figure 48, cartes géochimiques du cuivre (à gauche) et du zinc (à droite), Clos-Paul, Ardennes, atelier du IIIe s., (Marian (dir.), 2016, DFS Vol 2, p. 307-308).....	91
Figure 49, première chauffe du four de cémentation avec appareillage	92
Figure 50, tableau des relevés de température	93
Figure 51, état du four en novembre 2022.....	94
Figure 52, modèles des creusets expérimentaux	95
Figure 53, aspect du minerai de zinc avant et après grillage	97
Figure 54, analyses pXRF du minerai des Argentières (09) utilisé en 2023 pour les expérimentations	98
Figure 55, analyses pXRF des minerais de l'argentière après calcination	98
Figure 56, Analyses élémentaires par XRF portable des minerais de zinc.....	98
Figure 57, évolution des températures lors de la première cémentation.....	100
Figure 58, quantification de la production par creuset de cémentation (1 ^{er} cémentation).....	101
Figure 59, évolution des températures lors de la seconde cémentation.....	102
Figure 60, quantification de la production par creuset de cémentation (2 ^e cémentation).....	103
Figure 61, cartes géochimiques du zinc, Clos-Paul, Ardennes, atelier du IIIe s., (Marian (dir.), 2016, DFS Vol 2, p. 307-308).....	115
Figure 62, Castel-Minier, gauche, typologie des outils, droite, pointerolle chanfreinée.....	118
Figure 63, études métallographie présentant les trois types de montage des pointes.....	119
Figure 64, la colonne de réduction	120
Figure 65, tableau synthétique des réductions de minerai de fer	121
Figure 66, masse brute issue de la réduction 1.....	121
Figure 67, à gauche, minerai de calibre noix, à droite, minerai de calibre sable à noisette.....	122
Figure 68, masse brute issue de la réduction 2.....	122
Figure 69, étirement de la barre au martinet.....	123
Figure 70, croquis côté des pointerolles de type C.....	124
Figure 71, insert en acier et soudure en gueule de loup.....	124
Figure 72, à gauche, mise en forme du taillant, au centre et à droite, percement de l'œil.....	124
Figure 73, martelage de l'excroissance formée lors du percement de l'œil	125
Figure 74, à gauche et au centre, retrait du mandrin, à droite martelage de l'œil	125
Figure 75, pointerolle expérimentale de type C.....	125
Figure 76, métallographie de la pointerolle CL11085/1	126
Figure 77, dessin de l'état final à gauche, photogrammétrie en cours de fouille (O. Vingolte, J.C. Méaudre) .	130
Figure 78, foyer de fonte du plomb en cours de fouille.....	131
Figure 79, composition élémentaire des phases principales dans les prélèvements faits sur le four au talc.....	132
Figure 80, composition chimique du métal retrouvé dans la structure.....	133
Figure 81, réalisation des foyers (2022 et 2024)	136
Figure 82, table récapitulative des variations entre les différentes séquences expérimentales	137
Figure 83, fonte du plomb.....	138
Figure 84, coulée du plomb dans la lingotière	138
Figure 85, coulée du plomb dans les lingotières par deux expérimentatrices	138
Figure 86, zone de travail aux abords du foyer après trois essais (séquence 1).....	139
Figure 87, aspect du foyer après usage (séquence 1)	139
Figure 88, foyer à l'issue des opérations avec usage d'un talc industriel (séquence 2).....	140
Figure 89, foyer à l'issue des opérations (séquence 3).....	140
Figure 90, essai au bois (gauche) et essai au charbon (droite).....	141
Figure 91, foyer présentant des fissures de retrait (séquence 3)	142
Figure 92, pourcentage de la masse d'alliage initiale perdue pendant une opération en fonction de l'essai	142
Figure 93, fouille d'un quart de la zone foyer (séquence expérimentale 3).....	143
Figure 94, plomb accumulé au niveau des fissures de la structure	143
Figure 95, Charleville-Mézières, familles dites à « couronne plate » (en haut) et à « bord biseauté » (en bas)	145
Figure 96, matériel nécessaire à l'exécution du protocole inspiré de H. Drescher.....	147
Figure 97, protocole de mise en forme inspiré de H. Drescher	148
Figure 98, de gauche à droite, Qasr-Quarum, Lingwell Gate et Damery	149

<i>Figure 99, à gauche, potées horizontales, à droite, façonnage d'une triplète</i>	149
<i>Figure 100, deniers d'Hadrien surmoulés avec détail de la chevelure</i>	152
<i>Figure 101, A, Trèves, B et C, moules expérimentaux</i>	152
<i>Figure 102, à gauche bronze 70Cu 30Sn, à droite, bronze 80Cu 20Sn</i>	153
<i>Figure 103, fractures visibles sur un fragment de couche évent après séchage</i>	153
<i>Figure 104, déformations observées sur l'éprouvette IVa</i>	154
<i>Figure 105, tableau synthétique des observations faites sur les éprouvettes des familles I et IV</i>	154
<i>Figure 106, à gauche, foyer de carbonisation à trois montants, à droite, enceinte de carbonisation</i>	156
<i>Figure 107, tableau synthétique des modes de carbonisation</i>	157
<i>Figure 108, à gauche, protocoles #2, #3 et #4, à droite, protocole #5</i>	157
<i>Figure 109, deniers coulés issus du trésor de Beaurains (1. N° 63 denier coulé d'Hadrien ; 2. N° 104 denier coulé de Marc Aurèle)</i>	159
<i>Figure 110, échelle de qualité des monnaies</i>	160
<i>Figure 111, gravure issue du De Re Metallica illustrant l'utilisation de l'art du feu dans la synthèse des vitriols à partir d'eaux de résurgence</i>	166
<i>Figure 112, photos du chaudron en plomb ainsi que du four avec foyer déporté utilisé lors de la session expérimentale de 2021-2022</i>	168
<i>Figure 113, résumé de l'ensemble des synthèses effectuées</i>	169
<i>Figure 114, tableau récapitulatif des pH mesurés au cours de la session d'archéologie expérimentale de Melle 2022</i>	170
<i>Figure 115, mesures, par imagerie de fluorescence X, des rapports molaires Fe/(Fe+Cu)</i>	171
<i>Figure 116, mesures, par imagerie de fluorescence X, des rapports de signal Fe/(Fe+Zn)</i>	172
<i>Figure 117, synthèse de sulfate de fer et cuivre après évaporation</i>	173
<i>Figure 118, préparation des lamines d'électrum</i>	178
<i>Figure 119, diffractogramme de la Coquimbite/Copiapite et calcul des rapports</i>	178
<i>Figure 120, distribution des gisements et des mines où se trouve de la copiapite et de la coquimbite</i>	179
<i>Figure 121, échantillon de coquimbite/copiapite utilisé pour l'expérience</i>	179
<i>Figure 122, mise en œuvre du sel et de la coquimbite/copiapite et disposition dans le creuset</i>	180
<i>Figure 123, la structure de chauffe (gauche) et le creuset en début de cémentation</i>	180
<i>Figure 124, évolution des températures lors des 3 chauffes successives</i>	181
<i>Figure 125, aspect du creuset et des matières à l'issue de la cémentation</i>	182
<i>Figure 126, observation MO de 4 des lamines d'or</i>	183
<i>Figure 127, deux exemples d'or cémenté</i>	183
<i>Figure 128, analyses EDS de 4 lamines d'or</i>	184
<i>Figure 129, ciment usagé</i>	185
<i>Figure 130, analyses pXRF du ciment selon sa position par rapport aux lamines d'or</i>	185
<i>Figure 131, DRX de la poudre sur les lamines</i>	185
<i>Figure 132, DRX du ciment inter-laminaire</i>	186
<i>Figure 133, DRX du ciment libre</i>	186
<i>Figure 134, creusets de verrier publiés par Bayley (2008)</i>	189
<i>Figure 135, matières premières en lots</i>	190
<i>Figure 136, ustensiles et appareils utilisés pour ces expérimentations</i>	190
<i>Figure 137, séquence expérimentale</i>	191
<i>Figure 138, suivi de l'évolution de la température</i>	191
<i>Figure 139, mesures de température</i>	192
<i>Figure 140, expérience 3 dans un four électrique</i>	193
<i>Figure 141, disque vitreux résultant de l'expérience du four électrique</i>	193
<i>Figure 142, profil de température du four électrique et moments où le savon a été ajouté</i>	194
<i>Figure 143, expérience 4, avec du savon vénitien et un four électrique</i>	194
<i>Figure 144, expérience 5, petit lot dans un four à charbon de bois ouvert, produisant une masse fondue semi-homogène blanchâtre</i>	195
<i>Figure 145, températures dans et autour du creuset</i>	195
<i>Figure 146, spectre Raman de la matière transformée du lot de l'expérience 5</i>	195

Figure 147, le foyer après mise en place des plots de contrôle extérieurs	201
Figure 148, réalisation de la sole du foyer de coupellation.....	202
Figure 149, évolution de la composition des cendres suivant les lavages	202
Figure 150, synthèse des essais de coupellation.....	204
Figure 151, présence de plomb dans un moufle archéologique (à gauche) et dans le moufle expérimental.....	205
Figure 152, représentation spatiale de la pollution au plomb dans le moufle.....	206
Figure 153, dosages aux métaux des sols dans et autour du foyer	207
Figure 154, évolution du taux de Cu, Zn et Pb dans les sols lors des coupellations	208
Figure 155, approche comparative du taux de plomb observé sur la structure archéologique.....	209
Figure 156, affinage au charbon seul, sur foyer ouvert.....	211
Figure 157, essai de coupellation avec combustible mixte (bois-charbon de bois)	212
Figure 158, synthèse des 3 coupellations avec bois et briques de parement	212
Figure 159, coupellation avec bois et briques de parement.....	213
Figure 160, états successifs du foyer de coupellation disposé au sol	214
Figure 161, les 2 recettes les plus récentes de la filiation (1941 et 1942), p.117 et 120 du cahier Dubois - Boudet.....	219
Figure 162, liste des recettes pour l'affinage en lien avec le verre et le savon	220
Figure 163, coupelle à l'issue de l'essai avec la recette des X-XIe s.....	221
Figure 164, coupelle à l'issue de l'essai avec la recette du XIIe s.	222
Figure 165, coupelle à l'issue de l'essai avec la recette du XIVe s.	223
Figure 166, coupelle à l'issue de l'essai avec la recette de 1524.....	224
Figure 167, creuset à l'issue de l'essai avec la recette de 1540.....	224
Figure 168, qualité obtenue des argents selon les recettes (résultats bruts et normés à 100).....	225
Figure 169, durées de l'opération en suivant la recette de 1524	226
Figure 170, aspect des coupelles et des boutons selon la durée	226
Figure 171, qualité obtenue des argents selon la durée (résultats bruts et normés à 100).....	227
Figure 172, coulée en 2003 à l'atelier Boudet d'un lingot d'argent purifié au borax (verre de borax dans le creuset).....	228
Figure 173, fragments de coupelles d'essais imprégnés de litharge utilisés comme matière première pour les expérimentations de revivification	231
Figure 174, confection des boulettes de litharge après mélange dans l'eau salée.....	232
Figure 175, boulettes de litharge tout juste confectionnées et mises à sécher.....	232
Figure 176, méthode de calcul pour le changement de repère de l'accélération du référentiel du capteur (R'a) au référentiel du capteur à t=0 (Ra)	238
Figure 177, initialisation du capteur, extraction marteau-pointe-rolle	239
Figure 178, lieu d'expérimentation pour l'abattage au feu.....	240
Figure 179, accélération pour chaque frappe sur une partie du signal.....	241
Figure 180, exemple de travail fourni par l'expérimentateur pour chaque frappe détectée	242
Figure 181, résultats des essais d'abattage au feu.....	243
Figure 182, énergie dépensée par un mineur-expérimentateur lors d'un abattage à l'outil ou au feu	243
Figure 183, énergie nécessaire pour obtenir un kilogramme de galène.....	244
Figure 184, concassage de roche pauvre en minerai.....	245
Figure 185, concassage de roche riche en minerai	245
Figure 186, dépenses énergétiques et puissance mise en jeu dans le concassage	246
Figure 187, expérimentateurs pour la frappe de bractéates.....	247
Figure 188, frappe de monnaie avec utilisation d'un accéléromètre pour estimer l'énergie dépensée.....	248
Figure 189, énergie dépensée par monnaie	249
Figure 190, quantité de mouvement au moment de l'impact selon les frappes	249
Figure 191, rapport entre la force au moment de l'impact du marteau et l'énergie dépensée pour la frappe....	250
Figure 192, expérimentateurs impliqués dans la mesure de la frappe de monnaie (XP 2024).....	251
Figure 193, installation pour la mesure de la force et de l'énergie lors de la frappe de monnaie (XP 2024)	252
Figure 194, résumé des protocoles de frappe de monnaie.....	252
Figure 195, efficacité des frappes selon les expérimentateurs	253

<i>Figure 196, notation des monnaies en fonction de la qualité de l'inscription.....</i>	<i>253</i>
<i>Figure 197, monnaie partiellement frappée.....</i>	<i>254</i>
<i>Figure 198, quantité de mouvement à l'instant de l'impact selon l'expérimentateur et la qualité de la monnaie.....</i>	<i>254</i>
<i>Figure 199, lingots placés verticalement dans le ciment, avant remplissage du creuset.....</i>	<i>258</i>
<i>Figure 200, somme des impuretés pour les cuivres 1, 2 et 3, avant et après refontes.....</i>	<i>258</i>
<i>Figure 201, somme des impuretés pour le cuivre 4, avant et après les refontes successives.....</i>	<i>259</i>
<i>Figure 202, teneurs en soufre pour le cuivre 4 lors des refontes successives.....</i>	<i>259</i>
<i>Figure 203, creusets utilisés pour les cémentations.....</i>	<i>260</i>
<i>Figure 204, vue de l'intérieur du four de cémentation avec les creusets mis en place pour la première chauffe.....</i>	<i>260</i>
<i>Figure 205, préparation du ciment.....</i>	<i>261</i>
<i>Figure 206, laitons à droite avec cuivres issus d'une réduction de malachite, à gauche avec cuivres issus d'une cofusion de malachite et de chalcopyrite).....</i>	<i>261</i>
<i>Figure 207, quantification de la production par la masse de métal récupérée après les cémentations.....</i>	<i>262</i>
<i>Figure 208, résultats des analyses par LA-ICP-MS réalisées sur les produits des cémentations issus de la première chauffe.....</i>	<i>262</i>
<i>Figure 209, exemple de lingots de cuivre avant cémentation. Il est possible de noter la présence d'une surface oxydée.....</i>	<i>262</i>
<i>Figure 210, résultats des analyses par p-XRF réalisées sur les surfaces et les zones de découpe des produits des cémentations issus de la première chauffe.....</i>	<i>263</i>
<i>Figure 211, comparatif des teneurs en zinc obtenues par les analyses par LA-ICP-MS, p-XRF, et par les calculs réalisés avec les masses de métal récupérées après les expérimentations.....</i>	<i>263</i>
<i>Figure 212, exemple d'un lingot de laiton après cémentation qui a été découpé. Il est possible de noter une surface dorée homogène au nouveau de la découpe.....</i>	<i>264</i>
<i>Figure 213, teneurs en éléments-traces des cuivres 1, 2, 3 et 4 avant et après cémentation (mais après les refontes).....</i>	<i>264</i>
<i>Figure 214, quantification de la production par la masse de métal récupérée après les cémentations.....</i>	<i>265</i>
<i>Figure 215, résultats des analyses par LA-ICP-MS réalisées sur les produits des cémentations issus de la deuxième chauffe.....</i>	<i>265</i>
<i>Figure 216, résultats des analyses par p-XRF réalisées sur la surface et la zone de découpe d'un produit de cémentation issu de la deuxième chauffe.....</i>	<i>265</i>
<i>Figure 217, exemple d'un lingot de laiton rouge après cémentation.....</i>	<i>265</i>
<i>Figure 218, mobilier de monnayeur découvert à Jihlava.....</i>	<i>267</i>
<i>Figure 219, moule en deux parties pour la coulée d'un coin.....</i>	<i>268</i>
<i>Figure 220, processus de fabrication du moule céramique pour le coin.....</i>	<i>269</i>
<i>Figure 221, coulée du coin dans le moule en céramique.....</i>	<i>270</i>
<i>Figure 222, ébavurage et de finition de l'ébauche du poinçon.....</i>	<i>270</i>
<i>Figure 223, coulée du tas de plomb et mise en place du trou de fixation.....</i>	<i>271</i>
<i>Figure 224, la proposition de Cacho pour frapper les matrices à crochets par le bas.....</i>	<i>274</i>
<i>Figure 225, premiers essais de l'auteur.....</i>	<i>274</i>
<i>Figure 226, matrices d'estampage expérimentales.....</i>	<i>274</i>
<i>Figure 227, monnaies entre crochets publiées de provenance Přemyslide.....</i>	<i>275</i>
<i>Figure 228, deux coins avec hôtel des monnaies.....</i>	<i>276</i>
<i>Figure 229, matrices de bractéate avec types de monnaies de Meissen.....</i>	<i>276</i>
<i>Figure 230, répliques de coin de bronze et de fer de taille moyenne et petite avec la partie supérieure.....</i>	<i>277</i>
<i>Figure 231, fonte de l'argent.....</i>	<i>278</i>
<i>Figure 232, barres d'argent coulées dans des moules.....</i>	<i>279</i>
<i>Figure 233, composition élémentaire de la première barre d'argent non malléable.....</i>	<i>279</i>
<i>Figure 234, essai de martelage des premières barres d'argent et ruptures en cours de travail.....</i>	<i>279</i>
<i>Figure 235, composition élémentaire de la barre d'argent 1 après purification dans un bol en céramique avec revêtement (Wt.%), par pXRF NITON XL 3t.....</i>	<i>280</i>
<i>Figure 236, composition élémentaire de la barre d'argent 2 après purification dans un bol céramique avec revêtement (Wt.%), par le spectromètre pXRF NITON XL 3t.....</i>	<i>280</i>

Figure 237, composition élémentaire du revêtement du bol après utilisation dans des opérations métallurgiques (ppm), par le spectromètre pXRF NITON XL 3t	281
Figure 238, Un têt couvert de cendre (mise en œuvre, usage et rupture)	281
Figure 239, coulée	281
Figure 240, martelage de la barre d'argent.....	282
Figure 241, découpe du flan	283
Figure 242, flan final, bon pour la frappe	283
Figure 243, frappe d'une bractéate de petite taille à l'aide d'une matrice en fer d'une seule pièce et d'un tampon en cuir.	284
Figure 244, installation de frappe.....	284
Figure 245, frappe monétaire (monnayeur : Šimon Kochan)	285
Figure 246, production des bractéates	285
Figure 247, outillage et métal utilisés.....	286
Figure 248, procédés de falsification des monnayages d'argent romains.....	287
Figure 249, exemple de denier plaqué républicain (a) et impérial (b)	288
Figure 250, (a) micrographie d'après CAMPBELL 1933 (échelle non renseignée) ; (b) micrographie d'après KALSCH, ZWICKER 1968 (échelle : 50 μ m)	289
Figure 251, tableau récapitulatif des monnaies plaquées examinées lors de travaux antérieurs	290
Figure 252, coupes métallographiques de deniers plaqués issues de travaux antérieurs.....	290
Figure 253, tableau présentant les différentes épaisseurs relevées à partir des travaux antérieurs	291
Figure 254, cliché (MEB) de la coupe d'un denier impérial plaqué dont la partie en argent présente une forte variabilité en épaisseur (63,3 μ m ; 26,5 μ m ; 276 μ m)	291
Figure 255, tableau synthétique des teneurs en argent mesurées lors de travaux antérieurs.....	292
Figure 256, tableau synthétique de la composition de l'âme en cuivre	292
Figure 257, tableau récapitulatif des expérimentations issues de travaux antérieurs.....	294
Figure 258, (a) moule en chapelet ; (b) coulée ; (c) résultat de la coulée.....	296
Figure 259, sphère coulée(a), puis martelée (b)	296
Figure 260, métrologie des âmes en cuivre produites expérimentalement	296
Figure 261, caractéristiques des alliages A, B et C et du métal D pour les feuilles d'argentes.....	297
Figure 262, alliages A et C à l'issue du laminage	297
Figure 263, feuille d'argent circulaire découpée à l'emporte-pièce	298
Figure 264, schémas illustratifs de deux méthodes d'assemblages de l'âme en cuivre et des feuilles d'argent.	298
Figure 265, utilisation d'une feuille d'argent d'un diamètre trop faible : formation de « crénelures ».....	299
Figure 266, modalités de chauffe des flans plaqués expérimentaux	300
Figure 267, deniers plaqués expérimentaux frappés	300
Figure 268, trace de repli	301
Figure 269, deniers plaqués antiques présentant le stigmatisme du repli.....	302
Figure 270, protubérances diamétralement opposées sur deux tétradrachmes siciliens.....	305
Figure 271, suivi de la trace produite par la jonction imparfaite des deux parties hémisphériques du moule, de la sphère coulée à la monnaie frappée.....	306
Figure 272, les différentes étapes de production d'un flan monétaire au moyen d'un moule sphérique.....	307
Figure 273, flan monétaire expérimental, masse : 19,07 g, diamètre max. : 23,7 mm, épaisseur : 5 mm.....	308
Figure 274, coins monétaires expérimentaux utilisés lors de la session d'expérimentation de 2022 afin de reproduire la frappe de tétradrachmes en argent	309
Figure 275, dispositif de prise de température des flans avant la frappe	310
Figure 276, exemples de tétradrachmes expérimentaux frappés en un seul coup. a) frappe à froid ; b) frappe à chaud.....	311
Figure 277, utilisation du moule en chapelet de sphères	313
Figure 278, tableau des principales données pondérales obtenues lors des expérimentations, confrontées à deux exemples anciens issus du monnayage sicilien	314
Figure 279, monnaies siciliennes en alliages cuivreux produites aux IV ^e -III ^e siècles et présentant des protubérances diamétralement opposées sur la tranche	315

Figure 280, masse, diamètre et épaisseur de onze monnaies siciliennes en alliages cuivreux portant des traces de protubérances diamétralement opposées.	317
Figure 281, mise en évidence des protubérances diamétralement opposées sur deux monnaies puniques en alliages cuivreux.....	317
Figure 282, composition théorique des alliages cuivreux expérimentaux utilisés lors de la campagne de 2024.....	318
Figure 283, moules employés pour produire les sphères en alliages cuivreux lors de la campagne de 2024.....	319
Figure 284, dispositif de frappe mis en place lors de la campagne de 2024.....	320
Figure 285, étapes du procédé de production expérimental appliquées aux différents exemplaires.....	321
Figure 286, monnaies en alliages cuivreux reproduites expérimentalement.....	322
Figure 287, frappe imparfaite et fissures sur deux monnaies expérimentales produites à partir de l'alliage 5.....	323
Figure 288, fissures profondes sur la tranche et les faces de monnaies siciliennes.....	323
Figure 289, surface plane témoignant de l'étape de martelage antérieure à la frappe. Syracuse, c. 278-276, 8,11 g (Elsen 142, lot 67).....	324
Figure 290, état des deux flans produits à partir de l'alliage 4 après le début du martelage.....	324
Figure 291, frappe directe d'une sphère (a) et exemples de monnaies expérimentales produites de cette manière. b) Alliage 1, no 1.2.1 ; c) Alliage 2, no 1.1.1 ; d) Alliage 3, no 3.1.7.....	325
Figure 292, monnaie romaine frappée dans le sud de l'Italie, c. 275-270, 7,96 g (British Museum EH,p53.8.Rom).....	327
Figure 293, comparaison de la dureté des échantillons archéologiques et des échantillons recrées en 2021 ...	330
Figure 294, tableau regroupant les différentes catégories de bronzes en fonction des teneurs (en pourcentage massique) des éléments d'alliages.....	331
Figure 295, teneur (en pourcentage massique) des éléments dans les différents alliages recrées.....	331
Figure 296, recuit à 800°C à gauche et recuit à 650°C à droite pour les échantillons issus de l'alliage 3.....	332
Figure 297, micrographies des ouches d'oxydes en surface de l'échantillon issu de l'alliage 0, recuit à 800°C pendant 30 minutes.....	332
Figure 298, micrographies de l'échantillon témoin issu de l'alliage 1 (Cu80Sn10Pb10).....	333
Figure 299, monnaies obtenues après frappe monétaire pour les différents alliages étudiés.....	334
Figure 300, nouveaux flans obtenus après martelage et avant nouvelle frappe pour les différents alliages étudiés.....	334
Figure 301, évolution du diamètre et de l'épaisseur en fonction des différentes étapes.....	335
Figure 302, monnaies obtenues après une frappe à chaud des flans.....	338
Figure 303, vue d'ensemble de la microstructure de l'échantillon issu de l'alliage 0.....	339
Figure 304, vue d'ensemble de la microstructure.....	340
Figure 305, ue d'ensemble des microstructures après frappe à chaud des échantillons.....	340
Figure 306, tableau regroupant les mesures élémentaires (en pourcentage massiques) en fluorescence X des alliages réalisés.....	341
Figure 307, caractéristiques des bâtonnets recrées.....	342
Figure 308, composition élémentaire mesurée par Fluorescence X de 3 échantillons issus du bâtonnet 2.....	342
Figure 309, un bâtonnet.....	343
Figure 310, caractéristiques des monnaies obtenues.....	343
Figure 311, exemple d'une monnaie recrée et issue du bâtonnet 2 à partir du procédé bâtonnet/boudins/flans.....	343
Figure 312, microstructure recristallisée de la monnaie C1.....	348
Figure 313, microstructure recristallisée de la monnaie C7.....	348
Figure 314, composition élémentaire des 7 As analysés (EDXRF, %massique).....	349
Figure 315, moule utilisé et coulée.....	350
Figure 316, patron en bois utilisé pour imprimer la forme dans le moule.....	350
Figure 317, découpe des tronçons dans la barre métallique à l'aide d'un ciseau.....	351
Figure 318, tableau récapitulant les traitements opérés sur les monnaies expérimentales.....	351
Figure 319, frappe à chaud.....	352
Figure 320, moule de fonderie utilisé pour réaliser une réglette.....	353
Figure 321, patrons utilisés pour le modèle de Trèves.....	353
Figure 322, découpe des tronçons dans la barre métallique positionnée sur une feuille de plomb.....	354
Figure 323, profil de découpe d'un tronçon avec la présence d'une zone d'arrachement et d'une zone ductile.....	354

<i>Figure 324, étapes présentant les échantillons obtenus depuis la découpe d'un tronçon jusqu'à la frappe monétaire</i>	355
<i>Figure 325, évolution de la masse selon les différents traitements opérés sur les échantillons</i>	356
<i>Figure 326, évolution du diamètre des échantillons en fonctions des traitements opérés</i>	356
<i>Figure 327, évolution de l'épaisseur des échantillons selon les traitements opérés</i>	357
<i>Figure 328, monnaie avant limage</i>	357
<i>Figure 329, monnaie après traitement de limage, traces caractéristiques visibles macroscopiquement</i>	357
<i>Figure 330, monnaie B2_7 après frappe à chaud à 900°C</i>	358
<i>Figure 331, monnaie B2_7 après frappe à chaud à 900°C et bain de gravelle</i>	358
<i>Figure 332, monnaie avant poinçonnage</i>	358
<i>Figure 333, monnaie après poinçonnage</i>	359
<i>Figure 334, monnaie avant recuit et refrappe</i>	359
<i>Figure 335, monnaie obtenue après la réalisation d'un recuit et d'une refrappe</i>	359
<i>Figure 336, réglettes en cuivre non allié obtenues après la coulée</i>	360

Introduction

Données Administratives et techniques

Commune : Melle

Carte IGN 1/25000 n° 1629 SB

Lambert III X = 408,380 Y = 213 81 44 Z = 140 m

Cadastre 2019, Section A L, parcelles 84, 172 et 180

N° de site : 79 174 011 AH

Arrêté n° AF 75-2022-0214 du 10 février 2022

2024 marque le terme de notre programme collectif de recherche triennale intitulé « Archéologie expérimentale des matériaux associés aux productions métalliques : (Re)mettre la science en culture ». Le choix de ce thème reposait sur deux volontés. Tout d'abord il s'agissait de répondre à des questionnements qui dépassent la stricte dimension paléométallurgique. Notre démarche expérimentale a fait remonter de façon de plus en plus évidente le besoin d'interroger en plus du métal, l'usage des matériaux qui permettent l'extraction comme les mises en forme des matières métalliques. C'est un changement de paradigme pour nous puisqu'il s'agit de convoquer ici, la pierre, la terre et les matières appartenant à la sphère du vivant. Par ailleurs, cette nouvelle approche se double d'une réflexion sur l'interdisciplinarité de notre pratique de l'expérimentation qui associe autour de l'objet et du texte archéologues, archéomètres et historien des techniques. L'apport des sciences dures à la compréhension des objets et des techniques est indéniable, mais répondant au « comment » elle ne permet pas de faire l'économie d'une réflexion sur le « pourquoi » qu'il s'agisse d'objets ou de procédés. De plus, la science procède de la technique. Les artefacts issus des fouilles sont donc le reflet direct de la construction de ce savoir alors que l'écrit, les traités techniques comme les réceptaires, vient illustrer une réalité acquise et retranscrite, parfois partiellement, et souvent à des fins qui dépassent largement le cadre de la technique. Cette approche par les matières issues autant des trois règnes trouve ici une place naturelle. Elle se veut diachronique et ouverte à différentes aires culturelles, permettant des intercomparaisons fructueuses. Il s'agit autant pour nous de préserver une ouverture d'esprit que d'assurer dans plusieurs cas une économie de moyens.

Au cours de ces 3 années, près d'une vingtaine de séquences expérimentales ont été conduites souvent sur plusieurs exercices. Cela nous a parfois conduit à la limite logistique de notre outil. En effet au-delà d'une dizaine d'expériences lors d'une session, il devient difficile d'assurer un accueil optimal d'autant plus si un besoin d'encadrement technique est ressenti par nos collègues parfois moins coutumiers de la démarche expérimentale. Cette fois 5 expériences se sont tenues sur 3 ans, et 3 sur 2 ans. Nous arrivons donc aujourd'hui à devoir faire des choix afin d'assurer un encadrement à la hauteur des attentes des intervenants. Autre aspect que nous constatons aujourd'hui, et qui est réjouissant, une demande de collaboration émanant de collègues étrangers est de plus en plus classique. Elle signe, sans doute possible, d'une part la place grandissante qu'occupe l'approche expérimentale dans le cadre des travaux en paléométallurgie, d'autre part le besoin d'un lieu où de tels travaux puissent se développer efficacement. La plateforme de Melle reste à ce titre encore un outil unique dans le paysage européen alors qu'il existe de nombreux sites dédiés à l'archéologie expérimentale, notamment en Europe du Nord et en Espagne. La spécificité de nos travaux sur la métallurgie des métaux non ferreux nous permet de conserver un avantage compétitif certain. À ce titre, la plateforme a été ouverte au sein d'E-RHIS (European Research Infrastructure for Heritage Science <https://www.erihs.fr/>) dont le ministère de la

Culture est partenaire avec le CNRS, la FSP, le MnHn et Cergy Paris université. Parallèlement elle est également proposée en cette fin d'année 2024 pour intégrer le programme AMI SPHINX WP « Fabrique touristique du patrimoine ». Il n'est pas anodin que la place de la plateforme expérimentale de Melle soit définitivement inscrite dans le dispositif de recherche de l'UMR 7065 IRAMAT.

Signalons que le site des mines d'argent qui nous héberge a continué de se montrer très réceptif à nos activités. Cette synergie entre la structure touristique et la plateforme expérimentale monte en puissance sur le plan fonctionnel. Il a été acté que le site touristique préréserverait nos hébergements, point de blocage de notre activité sur le Mellois dont l'offre d'hébergement est très réduite selon les coûts que nous sommes capables de supporter. Cette aide financière ne peut malheureusement pas apparaître dans notre dossier de programmation et il nous semble légitime de la mentionner ici. Une appui financier est également acquis, permettant d'anticiper certains besoins du PCR comme, pour cette année, la rénovation de 4 soufflets et la réalisation de 2 nouveaux.

Toujours au niveau de l'interface entre site touristique et plateforme, nous travaillons avec les acteurs du tourisme sur le Mellois pour effectuer une jouvence de la plateforme expérimentale. Outre les considérations d'exploitation touristique, un pan important de la réflexion est dédié à l'amélioration de l'accueil des chercheurs. Ce travail est en cours depuis 2022 du DLA. Structure de l'ESS France (économie sociale et solidaire), ce « Dispositif Local d'Accompagnement » créé par l'Etat et la Caisse des Dépôts aide les entreprises d'utilité sociale créatrice d'emploi à se développer. Ce travail est conduit sur le modèle du projet scientifique et culturel tel que proposé par la direction générale des patrimoines / service des musées de France, en gardant à l'esprit que la structure des mines d'argent n'est évidemment pas un musée.

Ce rapport a été rédigé en essayant de répondre autant que faire se peut aux remarques de la CTRA portant sur :

- la nécessité de mentionner les dates auxquelles les expérimentations ont été menées (surtout en cas d'étalement sur plusieurs sessions, ce qui est un des piliers de notre action)
- le souhait d'augmenter le recours à l'analyse ce qui rejoint pour partie nos questionnements épistémologiques
- la demande d'une bibliographie plus homogène
- l'utilisation de renvois de figures dans le texte
- l'augmentation de la résolution des figures¹

Le rapport s'organise autour de 5 parties. La première concerne le minéral et les traitements dont il fait l'objet. Elle concerne 4 séquences expérimentales. La seconde partie réunit 5 autres séquences interrogeant la place des roches et des terres en métallurgie. Avec 3 chapitres, la troisième partie met en lumière la place des matériaux issus du monde vivant. La quatrième partie porte sur des expériences portant sur la quantification et la production monétaire. Elle introduit dans le domaine expérimentale la question de l'énergie mise en œuvre à plusieurs moments des productions et dont la source se trouve dans l'énergie déployée par les acteurs même de ces essais. Enfin la 5^e partie porte sur la valorisation issue de ce PCR dans ces différentes dimensions.

Pour achever cette introduction, il faut mentionner un travail de fond qui bien que chronophage n'apparaît pas dans les comptes rendus qui suivent : l'entretien et l'aménagement du site. D'une façon générale, ceux-ci sont assurés par Jean-Philippe Marnais et son équipe des Mines d'Argent. Ponctuellement nous intervenons également. Cela a été le cas à deux reprises cette année : tout d'abord

¹ Il y a là un problème technique, chaque auteur principal rédigeant son texte, la mise en commun aboutit à un document très lourd impossible à imprimer en l'état avec les moyens disponibles en laboratoire. Lorsque cela a été possible, les photos ont été réduites au moment de l'assemblage afin que le pdf servant à l'impression ne soit pas trop dégradé. La solution serait de passer par un imprimeur professionnel, mais outre le surcoût, nous ne disposons jamais de crédits disponibles au moment de passer à la phase d'impression. En revanche, le document électronique transmis en accompagnement du rapport est dans sa qualité optimale outre son avantage en termes d'empreinte carbone : un document de 200 pages pèse 1 kg de CO₂, le même document dématérialisé équivaut à 760 g de CO₂.

pour élaborer un abri mettant hors d'eau le four de cémentation, et surtout pour remplacer et agrandir la toiture de notre forge multifonction. Ce dernier point a mobilisé Jean-Charles Méaudre et Vincent Le Quellec pendant une semaine. Les utilisateurs actuels et à venir de la plateforme leur adressent leurs remerciements.



Figure 1, réfection de la toiture de l'espace forge

Laboratoires et personnels impliqués (en italique les coauteurs)

- UMR 7065 IRAMAT
Téreygeol Florian
Méaudre Jean-Charles
Maqueda Florence
Sarah Guillaume
Disser Alexandre
Bernard Mathilde
Schibille Nadine
Pactat Ines
Béranger Marion
- UMR 3685 NIMBE, LAPA,
Foy Eddy
- UMR 5608 TRACES
Geraud Manon
- UAR 3224 CRC, Museum national d'Histoire naturelle
Rouchon Véronique
Vuillard Clément
- UMR 7356 LaSIE
Remazeilles Céline
- USR 3134 CEALex, Égypte
Faucher Thomas

- Université d'Orléans
Artru Jérémy
- Université Bordeaux-Montaigne
Bodet Alexandre
Chanal Léa
- Université de Paris 1
Somaglio Claire
Tallet Pierre
- Sorbonne-Université
Florsch Nicolas
- Université Paris 8
L'Héritier Maxime
- Université de Caen
Guihard Pierre-Marie
Blanchet Guillaume
- École du Louvre
Vingolte Oksana

- Service archéologique départemental du Calvados
Le Quellec Vincent
- Archaïos SA
Goudiaby Hemmamuthé
- INRAP
Troubady Murielle

- CONICET-Université de Buenos Aires, Argentine
Becerra Florencia
- CONICET Université de Tucuman, Argentine
Angiorama Carlos
- MRAH ACOM, Bruxelles, Belgique
Verly Georges
- British Museum, Londres, Royaume-Uni
Radmakers Frederik
- Université de Brno, Rép. tchèque
Hruby Petr
Kochan Simon
Maly Karel
- Université de Vienne, Autriche
Cech Brigitte
- Université des Sciences de Tokyo, Japon
Tanaka Xavier
- Nouvelle Université de Lisbonne, Portugal
Cadena Irizar Ana

- Orfèvre, Italie
Loepp David
- Céramiste
Peyrat François
- Forgeron
Fernandez Philippe

1^{ere} PARTIE – Les minerais

I Les minerais de cuivre et leur réduction : approche diachronique

2022-2024

Chanal L. *, Becerra M. F. **, Sarah G. *, Téreygeol F. ***

*CEB-IRAMAT, CNRS, Université d'Orléans

** CONICET, Universidad Nacional de La Plata, Museo de La Plata, Argentine

*** IRAMAT, NIMBE, CEA, CNRS, Université Paris-Saclay, CEA Saclay

Ces expérimentations naissent en 2019 d'une réflexion sur les minerais de cuivre dans le contexte de la production métallurgique ancienne propre à l'Asie du Sud-Est (Cadet et al. 2021a). En 2021, nous avons élargi le propos en intégrant la métallurgie du cuivre préhispanique en Amérique du Sud (Cadet et al. 2021b). Pendant les années 2022, 2023 et 2024, nous avons travaillé en vue de construire un référentiel à l'aide de différents minerais dont nous pouvions disposer et ainsi retracer la filiation du minéral jusqu'au métal, tout en intégrant la question des mélanges entre minerais sulfurés et minerais carbonatés comme oxydés. Nous avons intégré tant la métallurgie d'Amérique du Sud que celle de la production du cuivre au Moyen Âge dans les Pyrénées françaises centrales et occidentales. Le cadre des expérimentations a permis de révéler des problématiques communes entre les procédés métallurgiques employés dans des contextes historiques et culturels variés et d'entamer une réflexion sur les filiations minéral-objet.

En 2022, nous avons cherché à gagner en savoir-faire, afin d'être en mesure de produire du cuivre et ainsi pouvoir approfondir nos recherches sur ce procédé technique. En 2023, nous avons poursuivi l'apprentissage en testant divers types de minerais et de mélanges, et le retraitement de la matte, afin de tenter d'établir un protocole adapté à la charge traitée. Après avoir démontré en 2023 nos capacités à produire du cuivre à partir de la réduction de différents minerais, nous avons conduit en 2024 des expérimentations permettant d'approfondir certaines problématiques autour de la réduction de minerais de cuivre. Les questions que nous nous sommes posées ont été les suivantes : quel est le pourcentage massique de cuivre disponible dans le minerai idéal pour permettre une réduction aisée ? À partir de combien de temps le soufre s'évapore-t-il de la chalcopyrite, et donc quel est le temps de grillage idéal pour sa réduction ?

Une sélection de ces productions a été observée par MEB-EDS et analysée par LA-ICP-MS, afin de comprendre au mieux le comportement des éléments durant les réductions, de créer un référentiel de cuivres produits à partir de minerais connus, et d'améliorer notre compréhension de la filiation minéral-métal grâce à l'identification de certains éléments minoritaires et traces (données permettant de formuler des hypothèses au niveau archéologique par la suite).

1 Le protocole

Les minerais

Nous avons travaillé avec des minerais en grains d'environ 0,5 à 1 cm, accompagnés naturellement de morceaux plus fins provenant de la fragmentation des blocs initiaux. Les minerais utilisés au cours des trois sessions d'expérimentations sont les suivants, en plus de la matte obtenue lors d'expérimentations précédentes :

Minerai	Provenance	Sessions	Cuivre disponible pour 100 g de minerai (en g)
Malachite	Mines du Katanga, Congo	2022, 2023, 2024	57,3
Chalcopyrite	Mine du Burc, Tarn	2022, 2023, 2024	34,8
Chalcocite	Mine La Purísima, Jujuy, Argentine	2022, 2023	79,9
« Malachite, azurite, grey minerals »	Maroc	2024	de 20 à 60 % selon pXRF
Brochantite	Vil Achay, Argentine	2024	56,2 (19,2 selon LA-ICP-MS)
Bournonite	Saint-Laurent-le-Minier, Gard	2023	12,7
Bornite	Saint-Véran	2024	63,4 (11 à 33 selon pXRF)

Figure 2, minerais traités dans le cadre des réductions expérimentales

La malachite traitée en 2024 avait différents niveaux de pureté (Figure 3). Les minerais composant le mélange appelé « malachite, azurite, grey minerals » n'ont pas encore clairement été identifiés. Des analyses par diffraction des rayons X (DRX) sont en cours.



Figure 3, à gauche la malachite que nous avons appelée « pure », et à droite la malachite que nous avons qualifiée de « moins pure »

Déroulé des expérimentations

Le protocole a été maintenu presque constant au cours des trois années, bien que de petites modifications aient été introduites selon les objectifs de chaque année et les disponibilités. Les charges de minerai étaient fixées à 150 g pour 2022 et 2023, tandis que pour la session 2024, elles étaient de 100 g. Dans certains cas spécifiques, la charge a été inférieure selon la disponibilité du minerai. Le charbon que nous utilisons pour toutes les expérimentations sur la plateforme est du charbon de bois industriel de qualité « restaurant », fourni par Forestière du Nord. De même, la structure de chauffe employée n'a pas évolué au cours des expérimentations. Avec le creuset placé en-dessous de la tuyère, cette configuration se

réfère aux vestiges archéologiques du complexe de Vilabouly (Laos central), zone de production du cuivre à l'âge du Fer (de 400 av. J.-C. à 400 pour cette région) (Figure 4).



Figure 4, structure de chauffe employée lors des expérimentations

Nous avons utilisé des creusets en forme de petite assiette creuse de 17 cm de diamètre et 2,5 cm de profondeur (sessions 2022 et 2023) et de 15 cm de diamètre et 3 cm de profondeur pour certaines expérimentations de la session 2024. La composition des creusets est la suivante : 1000 g de terre de Langeais en poudre, 250 g de chamotte fine, 50 g de balle de riz broyée, et 250 g d'eau de pluie, ou 1000 g de terre de Langeais en poudre, 250 g de terre à 40 % de chamotte (DA2), 50 g de balle de riz entière et 250 g d'eau de pluie.

Au cours des sessions 2022 et 2023, un même creuset a été utilisé pour différentes opérations consécutives (Figure 5), et n'a été changé que lorsqu'il s'est cassé ou qu'il était trop fissuré pour assurer la bonne tenue d'un bain liquide.



Figure 5, creuset après la réduction 18, qui sera utilisé de nouveau par la suite

En 2024, un creuset par expérience a été employé afin de contrôler le rendement de chaque opération et d'évaluer les changements chimiques entre le minerai et le produit final sans contamination des

réductions précédentes. Dans tous les cas, une ventilation forcée a été utilisée directement dans le creuset à l'aide d'un soufflet manuel. Lors des sessions 2022 et 2023, la coulée s'effectuait sur le sédiment recouvert de talc, juste à côté du foyer. En 2024, un récipient a été employé pour éviter la perte et le mélange des gouttes dans le sédiment, dans un souci de mesurer précisément les produits obtenus de chaque expérience.

La durée des opérations n'est pas prédéterminée, mais la séquence reste identique selon le type de minerai ou de mélange utilisé. Dans le cas de la malachite, le minerai est placé dans le creuset lorsqu'une température de 600 °C est atteinte. Dans le cas de la réduction de sulfures, le minerai est introduit lorsqu'il atteint 200 °C et l'opération commence par une montée en température jusqu'à 800 °C. Ce palier est maintenu tant que des flammes vertes et/ou une odeur de soufre sont présentes, afin de favoriser le départ du soufre ; la charge est régulièrement mélangée avec un bâton pour éliminer le maximum de sulfures. À ce stade, la charge est recouverte de charbon pour éviter son oxydation. La ventilation est ensuite accélérée pour augmenter la température et dépasser les 1100 °C, température de fusion du cuivre.

Dans tous les cas, à la fin de l'opération, le bain liquide est mélangé à l'aide d'une tige en bois puis coulé dans un creux ménagé dans du talc ou un récipient. Le cuivre produit se sépare généralement de la matte par différence de densité lors de la coulée. La matte, qui peut s'agréger à une masse de cuivre ou contenir des billes de métal, est cassante et peut donc être facilement séparée du cuivre métallique par percussion avec un marteau, afin d'être refondue lors de l'opération suivante avec du minerai « neuf ». Nous avons néanmoins testé différents temps de grillage durant la session de 2024, afin de comprendre au mieux ce processus.

Ce protocole a également été suivi pour la première réduction de bourmonite en 2023, mais un résultat négatif nous a conduits à réduire le temps de désulfuration à 20 minutes pour éviter une perte du cuivre. C'est également le cas pour les réductions de bornite en 2024.

2 Résumé des opérations menées

Session 2022

Les objectifs de la session étaient d'augmenter le référentiel pour stabiliser les résultats acquis ainsi que de gagner en savoir-faire. Dix opérations ont été menées, autour de la malachite, la chalcopryrite, la cofusion malachite/chalcopryrite ainsi que le retraitement de la matte .

N° XP	Minerai traités/objectifs
1a	150 g chalcopryrite
2a	115 g matte (XP1a)
3a	30 g malachite + 120 g chalcopryrite
4a	78 g matte (XP3a)
5a	75 g malachite + 75 g chalcopryrite
6a	75 g malachite + 75 g chalcopryrite + 7 g matte (XP5a)
7a	75 g malachite + 75 g chalcopryrite + 7 g matte (XP6a)
8a	140 g matte (XP7a)
9a	75 g malachite + 75 g chalcopryrite

Figure 6, résumé des opérations pour l'année 2022. En rouge les expérimentations réalisées dans des creusets vierges

Session 2023

Après avoir constaté plusieurs échecs cinglants en 2022, l'objectif principal pour l'année 2023 a de nouveau été de gagner en savoir-faire avant de pouvoir utiliser nos résultats expérimentaux. Nous avons donc réduit divers types de minerais et de mélanges, et retraité de la matte (Figure 7), afin de tenter d'établir un protocole adapté à la charge traitée.

N° XP	Minerai traités/objectifs
1	150 g malachite
2	150 g malachite
3	150 g malachite
4	50 g malachite
5	75 g malachite + 75 g chalcopryrite
6	75 g malachite + 75 g chalcopryrite
7	75 g malachite + 75 g chalcopryrite
8	75 g malachite + 75 g chalcopryrite
9	30 g malachite + 120 g chalcopryrite
10	100 g chalcopryrite
11	100 g chalcopryrite
12	140 g matte (XP 10)
13	87 g matte (XP 12)
14	81 g matte (XP 12 + 13)
15	150 g chalcocite
16	126 g chalcocite
17	150 g chalcopryrite
18	54 g chalcopryrite + 54 g matte (XP 17)
19	143 g chalcopryrite + 7 g matte (XP 18)
20	130 g chalcopryrite + 20 g matte (XP 19)
21	144 g bournonite
22	153 g bournonite
23	84 g matte (XP 21 + 22)

Figure 7, résumé des opérations pour l'année 2023. En rouge les expérimentations réalisées dans des creusets vierges

Session 2024

Après avoir gagné en savoir-faire durant la session de 2023, les objectifs ont été approfondis. Les premières expérimentations (n°s 24 à 30) ont permis de reprendre l'habitude des réductions. Par la suite, nous avons testé durant les expérimentations n°s 32 à 39 plusieurs mélanges avec différents pourcentages de cuivre disponible dans les charges, afin d'estimer le pourcentage idéal de cuivre dans le minerai pour une réduction plus aisée. Les teneurs ont été dosées à la p-XRF. L'objectif principal des réductions n°s 42 à 53 a été de mieux comprendre le grillage des minerais sulfurés, en faisant varier certains paramètres afin d'avoir le protocole idéal. D'autres expérimentations ont été menées, nous permettant de garder la main sur la production de cuivre et d'élargir notre référentiel.

N° XP	Minerais traités/objectifs
24	100 g malachite « pure »
25	50 g malachite « pure » + 50 g malachite « moins pure »
26	100 g malachite « moins pure »
27	100 g malachite « pure »
28	100 g malachite « pure »
29	100 g malachite « moins pure »
30	100 g malachite « pure »
31	100 g « malachite, azurite, grey minerals »
32	100 g malachite « pure » 60 % Cu disponible
33	50 g malachite « pure » + 47 g « malachite, azurite, grey minerals » 50 % Cu disponible
34	50 g malachite « pure » + 42 g « malachite, azurite, grey minerals »

	40 % Cu disponible
35	100 g « malachite, azurite, grey minerals » 30 % Cu disponible
36	100 g malachite « pure » 60 % Cu disponible
37	50 g malachite « pure » + 50 g « malachite, azurite, grey minerals » 50 % Cu disponible
38	25 g malachite « pure » + 75 g « malachite, azurite, grey minerals » 40 % Cu disponible
39	100 g « malachite, azurite, grey minerals » 30 % Cu disponible
40	100 g malachite « pure »
41	100 g malachite « pure »
42	50 g malachite « pure » + 50 g chalcopryrite 20 min de grillage
43	50 g malachite « pure » + 50 g chalcopryrite 20 min de grillage, creuset plus gros
44	50 g malachite « pure » + 50 g chalcopryrite 20 min de grillage, malachite ajoutée après le début du grillage
45	50 g malachite « pure » + 50 g chalcopryrite 30 min de grillage
46	50 g malachite « pure » + 50 g chalcopryrite 30 min de grillage, à plus haute température
47	100 g malachite « pure » + 100 g chalcopryrite 30 min de grillage, minerai couvert de charbons 15 min avant la coulée
48	100 g chalcopryrite 20 min de grillage
49	100 g chalcopryrite 20 min de grillage
50	100 g chalcopryrite 30 min de grillage
51	100 g chalcopryrite 20 min de grillage, minerai couvert de charbons dès le début
52	100 g chalcopryrite montée en température et laissée le grillage se faire seul
53	100 g chalcopryrite chalcopryrite échantillonnée toutes les 5 min de grillage
54	18 g brochantite
55	50 g matte (XP 23)
56	100 g bornite
57	100 g bornite
58	83 g matte (XP 57)
59	150 g chalcopryrite
60	73 g matte (XP 59) + 150 g chalcopryrite
61	100 g matte (XP60) + 50 g malachite « pure »
62	150 g malachite « moins pure »
63	150 g chalcopryrite
64	109 g matte (XP 63) + 150 g malachite

Figure 8, résumé des opérations pour l'année 2024. En rouge les expérimentations réalisées dans des creusets vierges

Plus spécifiquement, l'objectif de l'expérimentation n° 53 a été de prélever la chalcopryrite au fil du grillage, afin de mieux appréhender ce processus. Le protocole d'échantillonnage est détaillé dans le tableau suivant.

N° XP	Échantillonnage de la chalcopirite
53-0	Initiale
53-1	Après avoir atteint 600°C dans le creuset
53-2	Après 5 minutes de grillage
53-3	Après 10 minutes de grillage
53-4	Après 15 minutes de grillage
53-5	Après 20 minutes de grillage
53-6	Après 25 minutes de grillage
53-7	Après 30 minutes de grillage

Figure 9, déroulé des expérimentations autour du grillage de la chalcopirite

3 Résultats

Session 2022

La première remarque pour cette session, évidente, est que le succès n'a pas été au rendez-vous. Seule une réduction sur les dix menées (n° 5a) a abouti à une véritable production en permettant la récupération de 61 % du cuivre disponible. Dans deux autres cas, il a été possible de couler un bouton de cuivre ayant un peu de masse (n°s 6a et 9a, avec des rendements de 14 et 21 %). Enfin, sur les 3 essais de refonte de matte, seul un a abouti à la production d'un bouton de cuivre (9,22 g). Sans que l'on puisse proposer un rendement, faute de connaître la teneur initiale, la masse reste faible. Au final quatre essais n'ont pas conduit à la coulée du métal rouge (n°s 1a, 2a, 3a et 10a).

La seconde remarque est la mauvaise tenue au feu des creusets à la sciure. Hormis le creuset utilisé pour la réduction 3a, qui est déclassé, car ayant trop de matières adhérentes, tous les autres ont rompu à la première chauffe. Certaines faiblesses sont visiblement dues à un séchage insuffisant de ces pièces utilisées crues. Hasard ou non, le dernier creuset (celui utilisé pour la réduction 6a) qui a tenu le feu cinq fois d'affilié provient de notre stock de 2019 et a donc été réalisé avec de la balle de riz comme dégraissant.

Une conclusion s'impose : il sera nécessaire de recommencer. L'échec relatif de ces essais est imputable à notre manque de savoir-faire. Nous rejoignons ici une donnée propre à l'archéologie expérimentale et qui a été de longue date intégrée par nos collègues préhistoriens. En effet, parmi les éléments pris en compte dans leur réflexion, ils attribuent une place simple, mais efficace au degré d'apprentissage de l'opérateur : un tailleur est qualifié « d'expert », « de confirmé » ou « de débutant ». Il n'est pas question de quantifier ce savoir, mais de garder présent à l'esprit cet état. Dans notre cas, en comparant la série de 2021 avec celle de 2022, nous avons en 2021 une opératrice confirmée pour la gestion de la fonte (Melissa Cadet) avec une souffleuse débutante (Florence Maqueda). En 2022, Florence Maqueda est restée au soufflet devant confirmée dans cette gestion du flux d'air (d'autant qu'elle intervient pour d'autres expériences en 2021 et 2022), Léa Chanal prend le rôle de fondeur (débutante). Les chauffés 2022 caractérisent non pas un manque de montée en température (nous avons toujours fondu), le flux d'air était suffisant, mais des bilans matière défavorables qui montrent que nous avons brûlé du cuivre en ayant une atmosphère trop oxydante. Cette atmosphère se maîtrise en disposant à bon escient les charbons sur le creuset. Il s'agit de charbons à préparer en amont pour qu'il ait la bonne forme, d'être en mesure de les déposer correctement sur le creuset. Ce sont des gestes à acquérir et ils impliquent de dépasser la peur naturelle du feu.

D'autre part, en reprenant les travaux précieux de l'ingénieur des mines Williams Gowland qui a aussi, et très précocement, pratiqué l'archéométrie et l'archéologie expérimentale, il ressort bien que les

conditions de températures que nous avons suivies ne sont que partiellement propices au traitement de la matte. Elles recouvrent également les données archéologiques établies par Mélissa Cadet. Il est donc correctement établi que deux variables essentielles sont à corriger : la température et l'atmosphère.

1. La température

La ventilation au soufflet permet sans difficulté notable d'atteindre les températures finales (autour de 1150-1200 °C). En revanche, en comparant les données, on s'aperçoit que cette année la température intermédiaire qui doit permettre le départ du soufre a été trop haute. Tant et si bien qu'elle a atteint le point de fusion de la chalcoppyrite. Le minerai forme alors un bain et il est difficile de provoquer le départ du soufre, car cela nécessite de mélanger le bain beaucoup plus régulièrement que ce que nous avons pu faire. Avec des grains de minerai, le mélange et la mise en contact avec l'atmosphère se font plus simplement. Ainsi la première phase de chauffe a été faite 50 à 100 °C au-dessus de ce qui semble requis.

2. L'atmosphère

Au-delà de la production du cuivre métal, la perte en masse que nous observons est à rapprocher d'une atmosphère trop oxydante. Dès lors que le cuivre se forme, il s'oxyde de nouveau très rapidement et brûle dans l'atmosphère ce qui correspond bien à la couleur des flammes observées au-dessus de 900 °C. Le creuset n'a donc pas été suffisamment protégé à l'aide des charbons.

Session 2023

Des vingt-trois expérimentations menées, toutes ont permis d'obtenir un liquide en fusion et une coulée du mélange, quelle que soit la charge initiale. Dix-huit ont abouti à l'obtention d'un bouton métallique (sans matte pour les trois premières dont la charge était constituée uniquement de malachite, et avec d'autres produits pour les autres, principalement de la matte).

Les analyses compositionnelles du métal produit, avec 99,5 % de moyenne de cuivre, montrent qu'il s'agit de cuivre presque pur, avec des pourcentages de soufre très faibles (dans le cas des coulées avec chalcoppyrite) ou nuls (malachite et chalcocite). Dans le cas de réductions de chalcoppyrite pure (réductions 10 et 11), le produit était seulement de la matte, qui, une fois réduite à nouveau, permettait d'obtenir du cuivre métallique et d'autres produits (matte et scorie). Pour ce qui est des réductions de bournonite, le produit obtenu n'a également été que de la matte, qui a par la suite été réduite à nouveau, ne donnant également que de la matte.

Les rendements ont été calculés en fonction de la stœchiométrie des minerais employés (**Erreur ! Source du renvoi introuvable.**). Les résultats doivent être considérés avec précaution, puisque les creusets qui ont été réutilisés contiennent encore une part du produit des expérimentations antérieures. Les minerais utilisés ne sont par ailleurs pas tout à fait purs, et malgré un tri effectué en amont, il est possible que de la gangue ait subsisté dans la charge employée. Le rendement moyenné de l'ensemble des opérations (hormis celles de la bournonite qui ont abouti à un résultat nul) s'élève à 38 %.

N° XP	Masse de cuivre produit (en g)	Rendement estimé (en %)
1	43,8	51
2	29	33,7
3	27,5	32
4	17,5	61,1
5	14	nd
6	0	0
7	1,85	nd
8	0	0
9	0	0
10	0	0
11	0	0
12	11,9	nd
13	18,2	nd
14	6,1	nd
15	45,1	37,7
16	48,4	48
17	1,85	3,5
18	14,7	nd
19	10,2	nd
20	14,7	nd
21	0	0
22	0	0
23	0	0

Figure 10, rendements des opérations menées en 2023

(. En rouge les expérimentations pour lesquelles la masse de cuivre n'a pas été séparée de la matte. Dans le cas où la réduction s'est faite à partir de matte, il n'a pas été possible de calculer le rendement)

Sur les vingt-trois expérimentations menées, sept creusets ont été utilisés, dont trois n'ont servi qu'une seule fois, car trop fissurés pour être réutilisés. L'un des creusets s'est par ailleurs fendu lors de la coulée, entraînant une perte du produit dans le foyer qu'il a fallu chercher par la suite. Ces fragilités peuvent s'expliquer par le caractère hétérogène de la chauffe en foyer, exacerbé par le contact des charbons de bois.

Un autre problème auquel nous avons été confrontés lors des premières expérimentations était le manque d'expérience en matière de coulée (très lente) qui faisait que le produit obtenu était petit (et l'augmentation du poids du creuset de plus de 100 g). Avec la poursuite des réductions, nous avons perfectionné le procédé, mais à cause des ruptures des creusets (réductions 15 à 17) nous avons également perdu de la matière (4,7 g retrouvés après la réduction 5, et 2 g après la réduction 7). Malgré le problème de rupture du creuset, les expérimentations avec la chalcocite argentine ont été couronnées de succès, permettant d'obtenir principalement du cuivre métallique pur.

Les différentes expérimentations montrent que tant pour la réduction des carbonates (malachite) que des sulfures (chalcopyrite et chalcocite), purs ou en mélange – cofusion – (carbonate + chalcopyrite et chalcopyrite + matte), le protocole utilisé, avec une structure simple, est efficace. C'est seulement dans le cas de la chalcopyrite pure qu'il a fallu répéter l'opération au moins une fois pour obtenir du cuivre métallique.

Les résultats des réductions de la bournonite n'ont quant à eux pas abouti à l'obtention de cuivre métallique, mais ont permis d'observer qu'une réduction de ce minerai nécessitait d'être rapide, afin d'éviter toute perte du produit. Un palier de 20 min s'est avéré plus efficace pour la réduction 22, même

si du soufre s'évaporait encore avant la coulée. La réduction de la bournonite semble nécessiter de passer impérativement par l'étape de la matte, permettant de prendre un temps de désulfuration plus long afin d'obtenir du cuivre métallique.

L'analyse des produits obtenus nous fournit des outils pour l'interprétation des preuves archéologiques, considérant que les boutons métalliques issus de la réduction de la malachite et de la chalcocite sont similaires, et que la teneur en soufre de la cofusion avec la chalcopyrite à de faibles pourcentages de soufre et de fer presque inexistantes (Figure 11).

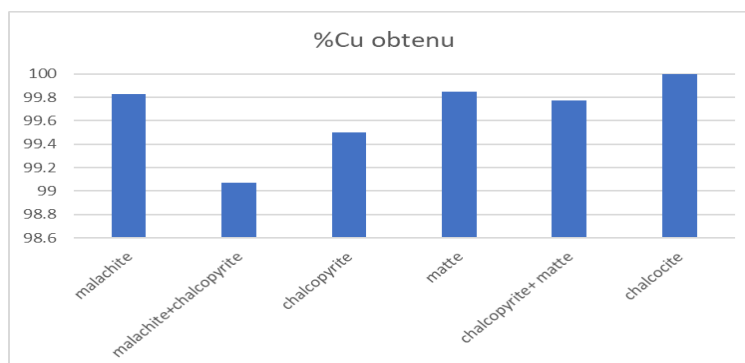


Figure 11, teneurs moyennes en cuivre des produits métalliques obtenus en fonction du type de minerai utilisé

La réalisation de ces expérimentations a également permis d'améliorer nos propres compétences dans cette pratique, en ajustant le protocole (temps, températures, atmosphère) et en améliorant la coulée. À force de réductions, l'intuition des expérimentateurs s'est substituée à la rigidité du protocole. Les températures étaient prises à chaque étape afin d'inscrire avec précision chaque geste effectué, mais ne constituaient plus une condition dans l'avancée du protocole. Ainsi, le palier de désulfuration débutait lors de l'observation de premières flammes vertes ou de premières odeurs de soufre, et finissait à la fin de ces observations, tandis que la coulée était réalisée lorsqu'un bruit caractéristique du bain liquide était entendu.

Session 2024

Les réductions réalisées avec différents pourcentages de cuivre disponible dans les charges démontrent qu'il semble plus aisé de travailler avec des minerais présentant du stérile, qui joue sans doute le rôle de fondant dans l'opération (Figure 12). Comme on peut le voir dans le tableau, les meilleurs résultats ont été obtenus avec des malachites contenant 30 % et 40 % de cuivre. Il est également important de noter que le bon résultat de l'expérimentation n°32 avec de la malachite pure pourrait être dû au fait que, pour cette expérience, un creuset déjà utilisé au cours de plusieurs expérimentations l'année précédente, avec des résidus de minerai partiellement fondu à l'intérieur, a été réutilisé.

N° XP	Malachite pure du Katanga (en g)	« Malachite, azurite, greys minerals » du Maroc (en g)	Total de charge (en g)	Cu%w disponible	Cuivre obtenu (en g)
32	100		100	60	14,2
33	50	47	97	50	4,2
34	50	42	92	40	24
35		100	100	30	5,9
36	100		100	60	0
37	50	50,2	100,2	50	0,7
38	25	75	100	40	8,9
39		100	100	30	18,2

Figure 12, charges de minerais et quantités de cuivre obtenu

Ces résultats sont cependant à considérer avec précaution dans la mesure où le minerai employé, au-delà de la malachite du Congo, a été le mélange appelé « malachite, azurite, grey minerals », dont on ne connaît pas encore la nature. Les charges sont donc différentes à cet égard, ce qui peut entraîner plus de facilité pour réduire certains minerais que d'autres, décorrélé de leurs teneurs en cuivre.

Les observations au MEB-EDS sur les différents échantillons issu du grillage de la chalcopryrite (XP53) nous permettent d'estimer que des cristallisations commencent doucement à se former au bout de 15 minutes de grillage, pour être réellement présentes au bout de 20 minutes (Figure 13).

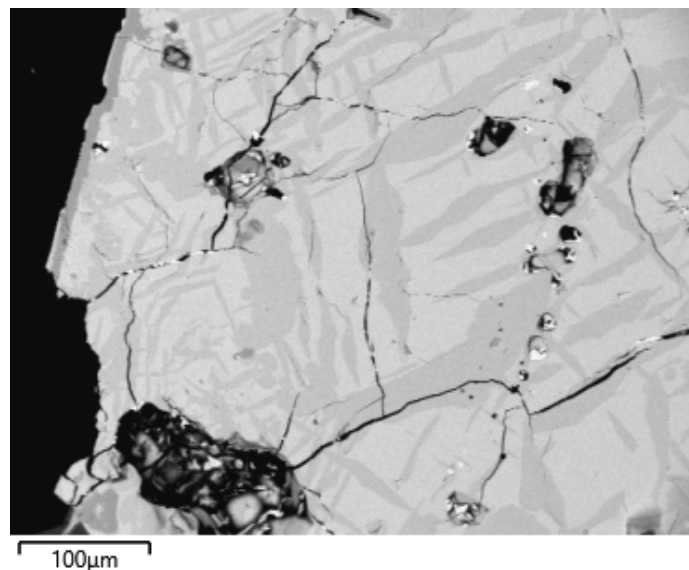


Figure 13, image MEB d'une chalcopryrite au bout de 20 minutes de grillage

Une couche d'oxydes de fer se forme sur les grains de minerai dès la première montée en température de la structure de chauffe, et persiste jusqu'aux 30 minutes de grillage (Figure 14).

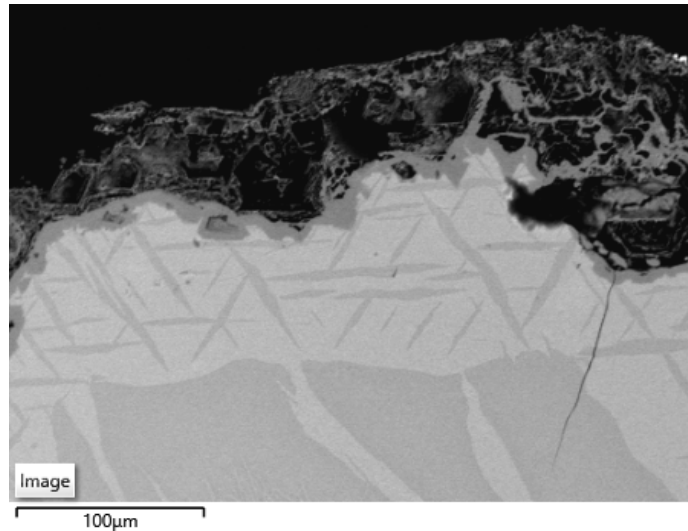


Figure 14, image MEB d'une chalcopyrite au bout de 30 minutes de grillage

Les teneurs en soufre et en fer de la chalcopyrite initiale sont variables (Figure 15 ; Figure 16). Au bout de 10 à 15 minutes de grillage, les teneurs en soufre diminuent de 20 %.

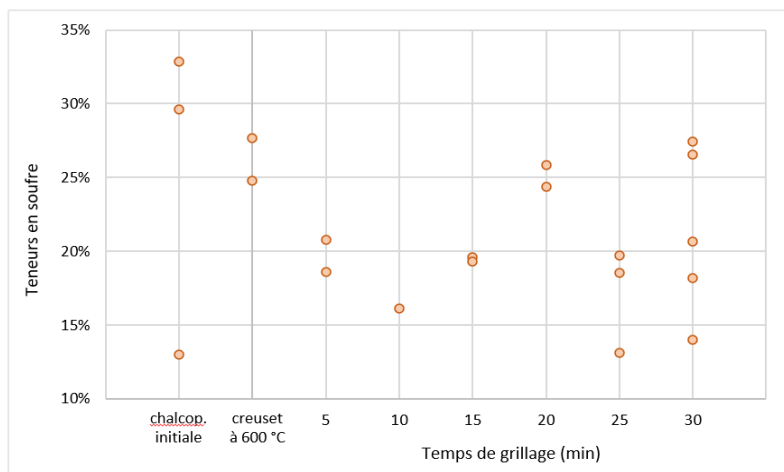


Figure 15, teneurs en soufre dosées au MEB-EDS au fil du grillage de la chalcopyrite

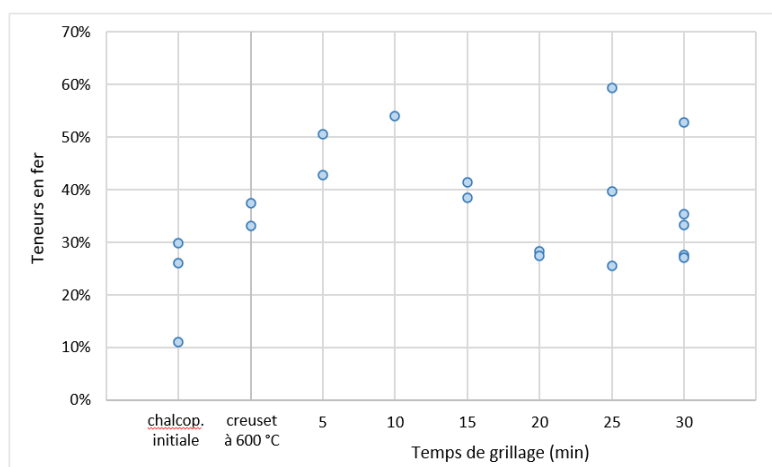


Figure 16, teneurs en fer dosées au MEB-EDS au fil du grillage de la chalcopyrite

Les rendements des opérations n^{os} 42 à 51 ne permettent pas d'observer avec clarté un protocole plus adapté qu'un autre pour le grillage des sulfures (Figure 17).

N ^o XP	Minerais traités/objectifs	Rendements estimés (en %)
42	50 g malachite « pure » + 50 g chalcopryrite / 20 min de grillage	50,0
43	50 g malachite « pure » + 50 g chalcopryrite/ 20 min de grillage, creuset plus gros	50,6
44	50 g malachite « pure » + 50 g chalcopryrite / 20 min de grillage, malachite ajoutée après le début du grillage	38,7
45	50 g malachite « pure » + 50 g chalcopryrite / 30 min de grillage	43,5
46	50 g malachite « pure » + 50 g chalcopryrite / 30 min de grillage, à plus haute température	20,2
47	100 g malachite « pure » + 100 g chalcopryrite / 30 min de grillage, minerai couvert de charbons 15 min avant la coulée	61,6
48	100 g chalcopryrite / 20 min de grillage	21,3
49	100 g chalcopryrite / 20 min de grillage	0
50	100 g chalcopryrite / 30 min de grillage	0
51	100 g chalcopryrite / 20 min de grillage, minerai couvert de charbons dès le début	0

Figure 17, rendements des opérations impliquant un grillage

Après l'expérimentation n^o 62, le creuset, qui a été utilisé durant 4 opérations (chalcopryrite, matte et malachite), a été volontairement détruit (Figure 18) puis broyé afin de récupérer le cuivre qui s'y était potentiellement infiltré.



Figure 18, creuset cassé après l'expérimentation n^o 62

L'ensemble du cuivre récupéré et refondu nous a permis de couler un lingot de 92 g (Figure 19). Après une réduction de 150 g de malachite, cela donne un rendement à 107 %, qui est l'un de nos meilleurs résultats. Il est donc possible de se demander si, dans un objectif de production rentable, il n'est pas plus pertinent pour les anciens métallurgistes de détruire leurs creusets au bout de quelques opérations, afin d'éviter la perte de métal produit.



Figure 19, lingot obtenu à l'issue de l'expérimentation n^o 62

La réduction de brochantite n'a pas permis l'obtention de métal. La deuxième réduction de bornite (n° 57) a permis d'obtenir une bille de 0,12 g de cuivre, et le retraitement de la matre de cette expérimentation (n° 58) 0,16 g. Ces faibles masses obtenues nous démontrent qu'une production de cuivre est possible, mais que nous ne maîtrisons visiblement pas assez bien le protocole.

4 Conclusion des trois années d'expérimentations et perspectives

Les rendements obtenus

Avec une production du cuivre pour 52 opérations sur 73, nous pouvons estimer maîtriser le procédé de réduction de minerais de cuivre (Figure 20).

Charge traitée	Nombre d'opérations ayant donné lieu à la coulée du cuivre	Réussite des opérations (en %)	Moyenne des rendements estimés (en %)
Malachite	12/16	75	32,4
Chalcopryrite	2/11	18	26,7
Malachite + chalcopryrite	8/16	70	47,5
Matte de chalcopryrite	7/13	58	nd
Chalcocite	2/2	100	42,8
« Malachite, azurite, grey minerals »	3/3	100	nd
« Malachite, azurite, grey minerals » + malachite	4/4	100	nd
Brochantite	0/1	0	0
Bournonite	0/2	0	0
Matte de bournonite	0/1	0	nd
Bornite	0/2	0	0
Matte de bornite	0/1	0	nd
Total/moyenne	52/72	74,4	37,3

Figure 20, opérations ayant donné lieu à la coulée du cuivre et rendements estimés selon les charges traitées

Il est possible de constater que la réduction de la chalcopryrite seule s'avère complexe (18 % de réussite), mais que le retraitement de sa matre est bien plus aisé (58 %). Sa cofusion avec la malachite rend l'opération encore moins complexe (70 % de réussite). La réduction de la malachite seule semble dans tous les cas plus aisée (75 %).

Il est important de souligner que la réutilisation du creuset permet d'obtenir de meilleurs résultats. Dans le cas de la malachite à 60 %, le rendement moyen en 2023 était de 41,5 %, tandis qu'en 2024, sans réutilisation du creuset, il n'était que de 10,7 %. Seules les malachites à 30 % et 40 % ont présenté des rendements similaires à ceux de 2023 (41 % et 40 % respectivement).

Les 100 % de réussite de la chalcocite, du mélange « malachite, azurite, grey minerals » et de la cofusion de ce mélange avec la malachite sont à prendre avec précaution dans la mesure où peu d'opérations ont été menées.

Comme écrit plus haut, les calculs des rendements sont à prendre avec précaution. De plus, ils sont très hétérogènes d'une expérimentation à l'autre et les rendements des opérations de retraitement de la matre ainsi que de la réduction du mélange « malachite, azurite, grey minerals » n'ont pas pu être calculés.

Les compositions des cuivres produits

Avec une teneur moyenne en cuivre de 97,5 % (avec un écart-type relatif de 8,8 %), le métal produit par l'ensemble de ces réductions expérimentales apparaît comme relativement « pur » du point de vue des anciens métallurgistes, peu importe le type de minerai réduit. En effet, le soufre n'a pas été dosé lors des premières analyses, mais la teneur moyenne est de 0,1 % pour l'ensemble des cuivres analysés par la suite, et les teneurs ne dépassent pas les 0,3 % pour les cuivres issus de réductions de minerais sulfurés.

Certains cuivres, notamment ceux issus de la réduction du minerai mélangeant malachite, azurite et « grey mineral » présentes des teneurs dépassant le pour cent pour certains éléments (Sn, Pb, As et Sb) (Figure 21). Ces résultats nous permettent d'entamer une réflexion sur la production non intentionnelle d'alliages.

N° XP	Cu	Sn	Pb	As	Sb
6A	93%	1576	64818	158	56
6B	97%	520	21345	252	84
34	96%	2	233	7804	30818
35	84%	88068	397	28349	35089
23-41A	87%	72059	174	23595	29674
39A	79%	81171	72984	14293	35452
39B	94%	11500	30997	3760	8246
41A	80%	84706	59127	14377	36235

Figure 21, teneurs en ppm des teneurs dépassant le pour cent

Ces minerais sont en cours d'analyse par diffraction des rayons X. Nous ne connaissons donc pas à ce jour leurs natures exactes.

Au-delà de ces questionnements liés à la réduction de minerais cuprifères, certains cuivres produits expérimentalement entre 2022 et 2024 ont permis de tester la cémentation de cuivres expérimentaux, opérations inédites (voir *infra* 4^e partie, chap. XIV).

Perspectives

Afin d'élargir notre référentiel, il semble pertinent de s'essayer à de nouveaux minerais. Les échecs des réductions de bornite, bournonite et brochantite démontrent que chaque minerai nécessite un traitement particulier et donc une maîtrise différente. De même et afin de faire le lien avec les artefacts retrouvés en Argentine précolombienne, la réduction de chrysocolle pourra être testée dans les années à venir.

Au-delà des réductions de minerais de cuivre, le métal déjà produit dans le cadre de ces opérations servira pour la suite à expérimenter l'affinage du cuivre ainsi qu'à produire des alliages cuivreux, dans une optique d'économie circulaire.

Bibliographie

Cadet M. *et al.*, 2021a, « Late prehistoric copper smelting in the Lao PDR: Experimental reconstruction based on the Vilabouly Complex evidence », *Journal of Archaeological Science: Reports*, 37, p. 1-21.

Cadet M., F. Téreygeol, M. F. Becerra et C. Angiorama. 2021b. La production du cuivre dans le Noroeste Argentin préhispanique, PCR « Paléométallurgies et expérimentations ». Document Final de Synthèse. L'expérimentation paléométallurgique de l'analogie à la modélisation, 2019-2021, p. 149-160.

Gowland W., 1906, «Copper and its alloys in prehistoric times », *The Journal of Anthropological Institute of Great Britain and Ireland*, 36, p. 11-38.

II Production des bronzes par cémentation/cofusion des minerais : approche diachronique

2022-2024

Verly G. *, Téreygeol F. **, Rademakers F. ***, Loepf D. ****

* MRAH ACOM, Bruxelles, Belgique

** LAPA-IRAMAT, NIMBE, CEA, CNRS, Université Paris-Saclay, CEA Saclay, 91191 Gif-sur-Yvette

*** British Museum, Londres, Royaume-Uni

**** Orfèvre, Rome, Italie

Une nouvelle problématique a permis depuis trois ans de combiner des données de fouille et d'analyses provenant de quatre sites archéologiques et de deux collections muséales. Cette approche qui concerne des sites aussi différents tant par le lieu que par la chronologie (l'Égypte antique, le Soudan antique et la France médiévale) montre le caractère éminemment transdisciplinaire à la fois de l'expérimentation, de la paléométallurgie et de la démarche archéométrique.

Des artefacts liés à la métallurgie des sites égyptiens du Wadi el-Jarf à l'Ancien Empire² et d'Ayn Soukhna à l'Ancien Empire et au Moyen Empire³ et du site soudanais de Kerma⁴ ainsi qu'un lingot, du minerai et des objets du site français de Castel-Minier pour le Moyen Âge entre les XIII^e et XVI^e siècles⁵ montrent tous une utilisation d'un alliage arsénié au pourcentage variable. Cette donnée technologique a été confirmée par des analyses faites aux Musées royaux d'Art et d'Histoire de Bruxelles⁶ et au musée du site de Kerma (Soudan)⁷ sur des outils similaires réalisés également en alliage cuivreux. Si les sites semblent de prime à bord ne pas convenir au vu de l'espace-temps et des différences des contextes culturels qui les séparent, ce point commun méritait d'associer nos connaissances. Dans les quatre cas, nous avons pu déterminer que cet alliage est un fait volontaire s'opérant au moment de la fusion. En revanche, le type de minerai arsénié ainsi que la chaîne opératoire permettant de produire des outils sont encore des sujets de questionnement.

Nous avons donc conçu un protocole pour produire des lingots de teneur allant de 1 % à 10 % d'élément d'alliage en utilisant deux sources minérales différentes : orpiment et arsénopyrite.⁸ Pour nous aider, nous nous sommes inspirés des travaux⁹ faits à Qantir (Nouvel Empire – Égypte) montrant l'adjonction de minerai de cassitérite directement dans le creuset. Nous sommes alors dans le cadre d'un procédé s'approchant de la cémentation par les matériaux utilisés (un métal et un minerai), dont la nature du ciment¹⁰ doit encore être définie, tout en sachant qu'il existe des cristaux de soufre trouvés en abondance

² TALLET 2015.

³ ABD EL-RAZIQ *et al.* 2011 ; VERLY 2017 ; VERLY 2024.

⁴ BONNET 1982 ; RADEMAKERS *et al.* 2022 ; RADEMAKERS *et al.* 2023 ; VERLY *et al.* 2019a ; VERLY *et al.* 2020.

⁵ FLAMENT 2017 ; TEREYGEOL *et al.* 2022.

⁶ RADEMAKERS *et al.* 2021 ; RADEMAKERS *et al.* 2018b.

⁷ RADEMAKERS *et al.* 2022.

⁸ Nous avons profité de ces sessions expérimentales pour réaliser également des alliages avec du minerai d'étain (cassitérite) qui s'inscrit dans la continuité technique de l'Égypte de la fin du Moyen Empire (PHILIP 2006 ; PHILIP, COWELL 2006.) et du Nouvel Empire, héritière des traditions des fusions arséniées de l'Ancien Empire et du Moyen Empire.

⁹ RADEMAKERS *et al.* 2018a.

¹⁰ Dans le cas de la production de cuivre arsénié, les futures expérimentations et analyses devraient démontrer le rôle de ciment qui pourrait peut-être être joué par le soufre (s'il s'agit réellement d'un ciment d'un point de vue métallurgique, à l'instar des ciments utilisés dans la production de laiton). Dans le cas de la production de cuivre à l'étain, les données archéologiques n'ont pas encore identifié de ciment puisque les métallurgistes du Nouvel Empire utiliseraient uniquement du cuivre, du charbon et du minerai d'étain.

sur le site d'Ayn Soukhna¹¹. S'il y a une absence de ciment, il n'y a à dire vrai pas de dénomination moderne pour ce mode de production mettant en jeu un métal avec un minerai. Ce procédé n'est plus utilisé. Nous avons choisi de parler de « cofusion », terme qu'il est toujours possible de critiquer.

Les études d'archéométaballurgie, dans le bassin Nilotique, sont menées par une équipe composée de Georges Verly, en charge de l'archéologie et de l'archéologie expérimentale, de Frederik Rademakers, en charge de l'archéométrie, d'un expérimentateur-artisan David Loepp et d'un maître d'art Hugues Paridans. Celles menées à Castel-Minier sont menées par Florian Téreygeol et son équipe, dont François Peyrat. Le dialogue et l'interdisciplinarité sont les atouts de ce projet, dictant l'égalité entre ses membres, représentant la somme des idées et des débats, construisant ainsi l'ensemble des protocoles de recherche et des publications. Pour ce cas d'étude, nous sommes ravis d'accueillir Patrick Degryse, Professeur à l'université de KU Leuven et à Universiteit Leiden, qui a permis d'identifier les sources minérales égyptiennes et fourni du minerai d'arsénopyrite.

1 Les contextes archéologiques

Données issues de Nubie et d'Égypte antiques

Wadi el-Jarf

Le site du Wadi el-Jarf¹² se trouve au sud du débouché du Wadi Araba, sur les contreforts du massif du Galâla Sud.¹³ Ce site portuaire est constitué de quatre implantations qui s'étirent sur un peu plus de 6 km d'est en ouest, du dernier ressaut montagneux du désert oriental au littoral. Des artefacts liés à la métallurgie secondaire et des artefacts en alliage cuivreux y ont été découverts.

La zone du site proche de la côte montre un ensemble d'installations de l'Ancien Empire (2700-2200). La plus ancienne correspond à l'aménagement de deux structures en pierre de grandes dimensions, mesurant 30 m de long sur 8 à 12 m de large et présentant des cellules aménagées en dents de peigne. Les deux implantations, contemporaines, ont été construites parallèlement l'une à l'autre selon un axe nord-sud, dos au nord afin d'abriter les espaces internes des vents dominants et des risques d'ensablement. Leur plan général est caractéristique des espaces de stockage, connu en contexte expéditionnaire, au début de l'Ancien Empire. Un dépôt de 99 ancres de bateaux en pierre a été retrouvé en place dans l'espace vide laissé entre ces deux structures où elles avaient été rangées avec soin au cours de la phase finale de l'occupation des deux magasins. Enfin, à quelque 160 m à l'est se trouve, encore visible à marée basse, une jetée en forme de L, immergée pour l'essentiel, mais dont l'extrémité de la branche est-ouest vient s'arrimer au rivage.

De nombreux artefacts y ont été découverts, pour l'essentiel des éléments liés à la navigation, mais aussi des outils de taille (pierre et bois) en alliage cuivreux et des fragments de creusets. La campagne d'étude et d'analyse en 2022 a permis de distinguer deux procédés techniques en lien avec cette session expérimentale. Le premier élément est la composition des outils qui ont été réalisés systématiquement en alliage arsénié. Le second est la présence de résidus de minerai dans les fragments de creuset identifiés comme un possible second métal arsénié.

Kerma

Le site de Kerma-Doukki Gel¹⁴ est implanté au centre de la Nubie antique, en amont de la 3^e cataracte du Nil. Il est constitué de deux ensembles urbains étroitement liés qui occupent une position stratégique le long de la vallée. La fouille de la ville antique de Kerma, découverte en 1913 par George Reisner¹⁵,

¹¹ VERLY 2024.

¹² <https://amers.hypotheses.org/chantiers-de-fouilles-excavations/jarf/le-site>, source de l'information.

¹³ TALLET 2017.

¹⁴ <https://www.orient-mediterranee.com/program/kerma-doukki-gel/>

¹⁵ REISNER 1923a ; REISNER 1923b.

a été conduite par Charles Bonnet¹⁶ à partir de 1969. Ses travaux ont permis de mettre au jour une vaste agglomération kouchite s'étendant sur plusieurs hectares et qui s'est développée durant environ un millénaire, entre 2500 ANE et 1500 ANE. Concernant notre problématique, une structure métallurgique très particulière permettrait de proposer une chaîne opératoire pour la production de plaques en alliage ternaire (Cu-As-Sn), grâce à un moule-four en croix (\pm 2000 ANE). Les premières expérimentations de 2019-2020¹⁷ ont permis de comprendre la montée en température et l'influence de la pente du moule pour contrecarrer la formation de fausses soudures, mais nous avons mésestimé l'importance du rôle de l'arsenic dans le succès de la coulée et de la production de structure homogène. Il faudrait donc recommencer les expérimentations avec un alliage ternaire qui aurait aussi les propriétés apportées par l'arsenic (voir ci-dessous).

Les analyses détaillées des creusets de Kerma¹⁸ fournissent, par ailleurs, des preuves solides de la création d'un alliage volontaire ternaire, dans le cadre d'une métallurgie secondaire plutôt que par la sélection de minerais lors d'une métallurgie primaire. Il s'agirait, comme nous l'avons démontré à Ayn Soukhna, de faire fondre du cuivre métallique dans un creuset, puis d'ajouter un composant à forte teneur en arsenic (« speiss »¹⁹ ou arsénopyrite) pour créer un alliage riche en arsenic, ainsi que de l'étain (sous forme métallique ou minérale).

Ayn Soukhna

Ayn Soukhna²⁰ se trouve sur la côte occidentale du golfe de Suez. Une implantation d'époque pharaonique y a été découverte en 1999 grâce à la présence de nombreuses inscriptions hiéroglyphiques²¹, gravées sur les rochers. Elles signalent une occupation importante de l'Ancien Empire (III^e millénaire) à la fin de la XVIII^e dynastie au Nouvel Empire (1300 ANE).

Il apparaît que durant le Moyen Empire, le site a été régulièrement occupé par des expéditions comptant parfois plusieurs milliers d'hommes – d'après les chiffres livrés par les inscriptions rupestres – en provenance de la région memphite, se dirigeant vers la péninsule du Sinaï dont les Égyptiens exploitaient les ressources en cuivre et en turquoise. Les fouilles mettent en valeur l'existence d'un centre logistique important, aux fonctions multiples, à mi-chemin entre la vallée du Nil et les lieux d'exploitation dans le Sud-Sinaï.

La reprise des expéditions au tout début du Moyen Empire, après leur arrêt durant la Première Période intermédiaire, se caractérise par la réoccupation de la partie basse du site. Au début de la XII^e dynastie, un ensemble spectaculaire d'ateliers métallurgiques – unique en Égypte pour cette période – y est installé. Plus d'une centaine de fours de réduction ont été étudiés, ainsi qu'une dizaine de fours de fusion. Leur état de préservation exceptionnel permet de mieux comprendre une chaîne opératoire presque complète pour le Moyen Empire, permettant d'obtenir du cuivre métallique à partir de minerais de cuivre importés de la péninsule du Sinaï. Parallèlement à la fouille archéologique, de nombreuses sessions expérimentales ont été et continuent à être menées pour restituer l'ensemble du déroulement de la chaîne opératoire du cuivre.

¹⁶ BONNET 2014 ; BONNET *et al.* 2021.

¹⁷ VERLY *et al.* 2019a ; VERLY *et al.* 2019b ; VERLY *et al.* 2020.

¹⁸ RADEMAKERS *et al.* 2023.

¹⁹ RADEMAKERS *et al.* 2024.

²⁰ <https://amers.hypotheses.org/chantiers-de-fouilles-excavations/ayn-soukhna/le-site>, source de l'information.

²¹ TALLET 2012.



Figure 22, une batterie de fours de réduction du début du Moyen Empire © Mission Ayn Soukhna

Il est intéressant de noter l'évolution de la composition de la production métallique au fil de la chaîne opératoire. Les minerais sont des carbonates, des chlorides et des hydroxides de cuivre pour l'essentiel sans aucune présence d'éléments mineurs pouvant servir de fondant naturellement. Après la réduction, les billes de cuivre sont donc composées essentiellement de cuivre sans présence d'arsenic.

M014 S6 Sud U576 A7



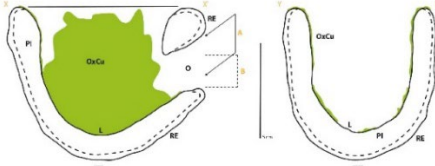
Figure 23, bloc de minerai retrouvé à proximité des fours de réduction (Ayn Soukhna)

Une partie des billes, collectées grâce à deux modes de tri, sont placées dans des creusets afin de produire localement des outils. Une portion de ces creusets porte la preuve archéologique d'un ajout volontaire d'arsenic, encore mesurable dans le laitier accroché à la paroi interne de ces derniers. Ce changement de composition est un élément important pour l'établissement du protocole expérimental.

MEO: 714

Mode opératoire A : petit creuset

Panai externe (PE)
Panai interne (PI)
Renforcement externe (RE)
Jonction intérieur et infoncement (J)
Décollement (D)
Ombre latérale (OL)
Trace de coulée (TC)
Oxyde de cuivre (OxCu)
Laitier (L)
Wetflution (W)
Zone d'oxydation (Zo)



Creuset pour cuivre arsénié

▲ angle de 10 pour l'embout
▲ afin de diriger l'air vers le fond du creuset
▲ angle de 10 pour la préhension
avec un bâton en bois



Figure 24, creuset ayant servi plusieurs fois pour couler des outils (Ayn Soukhna)

Dernier fait qui corrobore cette volonté antique de changer le comportement mécanique des outils provient de l'analyse des productions locales. La grande majorité est bien réalisée grâce à un alliage arsénié que cela soit pour les outils de taille du bois ou de la pierre à partir du cuivre de la péninsule du Sud-Sinaï.

Tell el Dab'a

Le site présente une activité métallurgique secondaire et peut-être une activité de métallurgie primaire. Naville lance les fouilles du site en 1885, permettant de découvrir une riche architecture. Le matériel associé à la métallurgie est un ensemble fait de creusets, d'embouts, de moules et d'artefacts métalliques en alliage ternaire étain-arsenic. L'activité métallurgique est datée de la fin du Moyen Empire au début de la Deuxième Période Intermédiaire. En plus des creusets et des artefacts métalliques, il y a la présence d'un bloc de speiss qui aurait probablement été par deux autres formes minérales d'étain et d'arsenic afin de réaliser différentes combinaisons d'alliage.²² Tous les creusets de Tell el-Dab'a sont des formes ouvertes. La morphologie générale est de type ovoïde avec un bec verseur, qui annonce les creusets naviformes ramessides de Qantir.



Figure 25, dessins d'un creuset complet de Tell el-Dab'a

(PHILIP 2006, p. 199-204, Fig. 79-83)

²² PHILIP, COWELL 2006.

Musées royaux d'Art et d'Histoire de Bruxelles et Musée de Kerma

Enfin pour ce qui touche à l'espace nilotique, les analyses faites sur les collections égyptiennes des Musées royaux d'Art et d'Histoire de Bruxelles²³ et sur l'assemblage du musée de Kerma²⁴ (Soudan) ont bien montré l'importance des alliages arséniés dès le début de la métallurgie du cuivre dans la vallée du Nil. La volonté d'une addition d'arsenic dans une phase métallurgique secondaire est aussi bien démontrée pour les productions du Sinaï²⁵, que par la correspondance avec les analyses menées à Ayn Soukhna²⁶.

Au cours des époques du Moyen Empire en Égypte (2033-1780 ANE) et du Kerma Moyen en Nubie (2050-1750 ANE), les alliages arséniés sont progressivement remplacés par des alliages à l'étain, bien qu'une importante période d'utilisation mixte (y compris la production d'alliages ternaires) soit notée dans toute la vallée du Nil.

Données issues du monde médiéval : Castel-Minier (XIV-XVI^e siècle)

Nous voyons bien une place des cuivres arséniés réelle pour les premiers temps de la métallurgie. Comme signalé, il se produit un remplacement de l'arsenic par l'étain donnant naissance aux bronzes que nous connaissons. Passé les hautes périodes, l'arsenic disparaît de l'historiographie. Pourtant, les fouilles récentes conduites sur le site de Castel-Minier bousculent cette doxa.

Castel-Minier sur la commune d'Aulus-les-Bains (Ariège, France) est un site minier et métallurgique actif principalement entre les XIII^e et XVI^e siècles de notre ère. Fouillé depuis 2003, il a livré près d'une dizaine d'ateliers métallurgiques dont trois sont équipés d'au moins une roue hydraulique. Les chaînes de production y sont particulièrement variées : il a été produit sur site de l'argent, du plomb, du cuivre, du fer et des alliages cuivreux et plombifères.

Julien Flament à l'occasion de son doctorat soutenu en 2017 et portant sur l'*Analyse des matériaux appliquée aux produits de la métallurgie des métaux non ferreux : le site de Castel-Minier ou l'apparition des ateliers « multi-métaux » aux XIV^e-XV^e siècles* a analysé un certain nombre d'objets en alliage cuivreux identifiés autant comme des objets de la vie courante que comme des vestiges des activités métallurgiques propres au site de production de Castel-Minier. En plus des alliages classiques (bronze, laiton et leurs déclinaisons), il a mis en évidence l'usage prépondérant du cuivre pur. Les analyses permettent également de caractériser une gamme de produits tenant une quantité non négligeable d'arsenic s'échelonnant de 0,2%mass à 0,9%mass As.

²³ RADEMAKERS *et al.* 2021 ; RADEMAKERS *et al.* 2018b.

²⁴ RADEMAKERS *et al.* 2022.

²⁵ RADEMAKERS *et al.* 2021.

²⁶ VERLY 2024.

Année de découverte	CL	US	ISO	Structure	Fait	Cu	Sn	Sb	Pb	As	Ni	Ag	Fe	Bi	Au	Zn	
14	11893	2389		PF 4	Sol d'occupation	88,80%	5,80%	2166,3	1,60%	8852,8	407,5	567,5	3323	1429,3	5	2,10%	Tôle repliée
14	11937	3126		PF 5	Amas	81,30%	10%	2862	2%	8569,7	466,6	2024	5251,9	279,4	18,5	4,80%	Plaque rivetée, perle...
7	10138	2026		Ferrier 1 1350-1450		90,40%	5,70%	2450,2	1,10%	7840	426,2	408,5	1128,8	950	3	1,50%	Fragment de plaque
12	11266	2333		BAT 2	Remblais		5%	2036,5	9882,1	7626,7	441,6	320,7	1527,3	1086,6	3	2,40%	Fragment de plaque
13	11650	2412	39445	Réservoir 1450-1600	Terrassement	82,60%	8,70%	9085,9	2,20%	7432,2	590,3	2109,9	2173,1	832,8	10,3	4,20%	Fragment de plaque vestimentaire (motif gravé)
13	11492	2063	39424	Canal 1450-1600		87,60%	7,20%	7151	3,20%	7292,1	779	2067	1230	1810,3	18,2	535,9	Plaque (avec rivet) : applique
13	11579	2368		Aire de grillage 1500-1600	M6	86,10%	7,80%	8301,5	2,10%	7194,4	920,5	850,9	3164,4	1046,9	5,5	1,90%	Plaque ou tôle
15	12825	3154		Plat-du-Roi pente	remblais	82,5%	11,9%	1,7%	1,7%	7122,5	1,3%	1179,1	298,1	529,5	7,3	174	fragment fondu avec empreinte de sole
15	12627	2519		BAT 3	Sol d'occupation	87,1%	7,8%	5457,4	1,9%	6225,2	281,7	1329,8	1870	1332,8	8,9	1,5%	Fragment de plaque
11	10953	2292		PF 1	Démolition	86,40%	4,50%	4080,2	2,20%	6116,2	547,1	931,5	4230,8	1014,6	8	5,20%	Fragment de plaque vestimentaire (motif gravé)+traces dorure
15	12694	2526		BAT 3	Foyer	91%	5%	2383,5	7797	5959	385,8	578,8	979,4	617	3,9	2,1%	Fragment de plaque
12	11096	2369			M7	89,90%	5,50%	2302,1	2%	5656,7	705	617,5	1772,6	974,6	6,9	1,40%	Fragment de plaque
15	12693	2526		BAT 3	Foyer	91,9%	4,2%	1988,3	7283,1	5303,5	379,5	526,4	965	602,4	3,4	2,2%	Fragment de plaque
13	11491	2358	39370	Réservoir 1450-1600	Terrassement	88,50%	6%	7625,8	2,20%	5146,2	766,4	822,9	1884,4	521,8	4,7	1,60%	Applique
14	12167	3074	42235	Plat-du-Roi 1ère PF	Occupation	97,30%	270,9	6475,1	7644,8	4544,5	987,7	2362,3	3501,9	566,8	19,5	565,4	Tôle plate
14	12174b	3072		Plat-du-Roi 1ère plateforme	abandon	74,4%	22,3%	9677,7	1,6%	4081,2	923,5	1935,9	342,5	322,1	9,8	182,2	Fragment informe/déchet de coulée
14	11938	3126	42117	PF 5	Amas	98,60%	238	6882	889	3922	250	2033	119	132	6	26	Tôle repliée
14	12174_2	3072		Plat-du-Roi 1ère plateforme	abandon	72,6%	21,6%	8404,5	4,3%	3822,9	876,7	1883	362,8	782,3	9,9	173,7	déchet de coulée
15	12554	3171	42918	BAT 10	Couverture effondrée	90,7%	3,8%	2228,9	7415,8	3645	529,5	825,7	1390,2	636,6	6,7	3,8%	Plaque trapézoïdale
14	11743	3084	39978	BAT 10	Démolition	88,60%	9%	7232	9204,6	3286,1	426,8	1953	1122	649,7	26,9	17,8	Fragment de tôle
14	11721	3072		Plat-du-Roi 1ère PF	abandon	97,60%	9120,8	1734,8	1046,4	3004,9	1948	6379,4	869,3	115,4	15,4	21,1	Tôle
12	11331	2349	39099	PF 4	Amas de blé	98,6%	1405	3389	1983	2343	303	2253	2356	20	31	40	bilie millimétrique
13	11423	3021		Ferrier 2	Amas	97,30%	295,1	14000	4747,8	2233,4	832,2	3872,8	100,6	737,4	20,1	23,5	Tôle repliée
14	12159	3015		PF 5	Abandon	95,80%	413,1	4391,4	6188,6	2165,2	207,1	2521,3	3000	50,9	12,7	306,4	Fragment de tôle
11	10882	2292		PF 1	Démolition	99,10%	255,7	3254,8	192,5	2102,5	189,9	2444,6	58,8	1	8	24,6	Fragments de tôle légèrement courbés
4	12311	CM04		US4 sdg 1 CM04		98,60%	292,2	3459,7	3655,1	2095,2	259,3	1067,8	2186,6	164,9	12,2	623	Tôle recourbée à 90°+ métal fondu
14	12174a	3072		Plat-du-Roi 1ère PF	abandon	98,9%	238	160	364	2020	1973	6349	37	2	1	29	Fragments de tôle
16	13098	3213	44695	Plat-du-Roi pente		99,1%	160	3116	752	2005	462	1831	406	357	21	7	tôle pliée

Figure 26, objets en alliage cuivreux contenant plus de 2000 ppm As (Castel-Minier)

Ces objets atypiques rentrent principalement dans 2 gammes : les bronzes et les cuivres au plomb. Concernant les bronzes, la teneur en étain les rattache à une des familles de bronzes proposées par J. Bayley, tirant parfois vers les laitons.

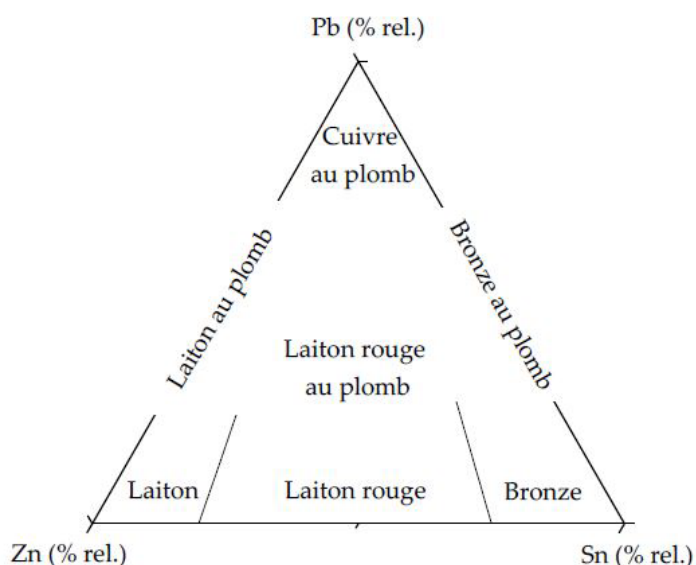


Figure 27, classification du mobilier cuivreux selon les teneurs relatives en éléments d'alliage.

(Diagramme ternaire adapté d'après Bayley J., « Alloy nomenclature », p. 14.²⁷)

Ce graphique ternaire, très utile pour un premier classement, devra être repensé en intégrant deux mineurs (Sb et As). Notons à ce stade que la présence d'arsenic n'a jamais été réellement discutée puisque la réflexion historique autant qu'archéologique part du postulat que les bronzes arsénisés

²⁷ FLAMENT 2017, p. 547.

n'existent pas en Europe sous une forme volontaire après la fin de l'Âge du bronze (et *a fortiori* pour la période médiévale). La présence de ce métalloïde dans les alliages est considérée strictement comme un apport involontaire lié aux minerais utilisés. Pourtant les deux dernières campagnes de fouille conduites à Castel-Minier en 2021 apportent chacune un élément intéressant indiquant comme une possibilité forte qu'une gamme discrète d'alliage médiéval nous ait échappé. Tout d'abord, nous avons identifié dans les minerais trouvés sur le site un bloc de 150 g d'arsénopyrite (CM20, US 3375, CL 14339). Cette identification n'a été possible que par une analyse sur coupe fraîche. En effet, ce minerai est largement oxydé en surface. Comme la pyrite et la chalcopryrite, son encroûtement rougeâtre empêche toute identification ferme avant le recours à l'analyse²⁸. De fait, ce bloc était classé sous « chalcopryrite » avant son identification chimique en laboratoire.



Figure 28, arsénopyrite, minerai archéologique (CM20, US 3375, CL 14399)

D'autre part, nous avons mis au jour en 2021 un fragment de lingot définissant un disque de 7 mm d'épaisseur pour un diamètre estimé de 25 cm, soit un volume de 343 cm³ équivalent à une masse de 3 kg. Le choix de couler le cuivre en galette est à rattacher à une phase de métallurgie extractive plus qu'à une phase de métallurgie secondaire. Les premières analyses de surface par pXRF indiquent qu'il s'agit d'un cuivre arsénié avec du plomb et de l'argent (pXRF 32 : 82,3% Cu, 14,1% As, 1,7% Pb et 0,7% Ag). Cette combinaison élémentaire qui ne rejoint aucun alliage utilisé pour la vie quotidienne semble indiquer de nouveau une métallurgie extractive avec un minerai arsénié et argentifère pouvant s'apparenter à l'arsénopyrite. Des analyses complémentaires restent à faire, car le dosage de surface montre d'abord l'enrichissement en As lors du refroidissement du lingot puis lors de l'altération du cuivre après abandon. Sur la photo ci-dessous, le lingot a été nettoyé de sa couche de corrosion riche en cuivre, cela participe également à la détection d'une forte teneur en arsenic.

²⁸ C'est d'ailleurs un point méthodologique à retenir pour ce type de fouille. Un raisonnement quasiment tautologique peut se mettre en place facilement : « il n'y a pas de bronzes arséniés au Moyen Âge, donc il n'y a pas de minerai d'arsénopyrite sur les ateliers métallurgiques ».

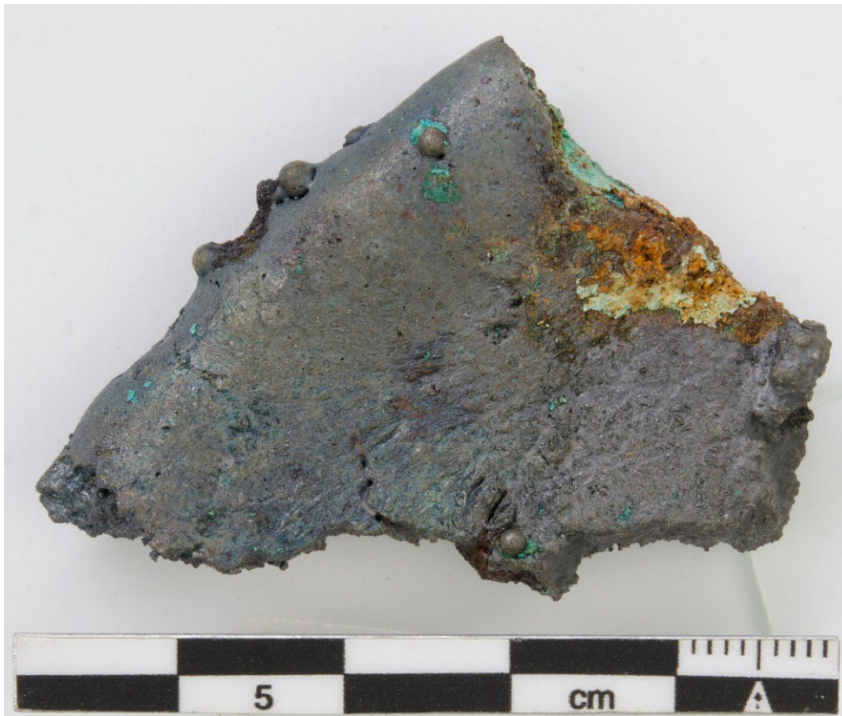


Figure 29, fragment de lingot circulaire Cu-As (CM21, US 3455, CL 14607)

Ainsi à ce stade, nous disposons à Castel-Minier de trois gammes de marqueurs s'apparentant à une chaîne de production de bronzes à l'étain arséniés : le minerai, le métal brut et les produits finis. En revanche, nous ne pouvons rien avancer quant aux structures et matériels de chauffe (fours comme creusets). Il reste à caractériser à l'aide des éléments disponibles cette chaîne de production discrète. L'approche expérimentale devrait fournir des informations précieuses pour corroborer ou non l'hypothèse de cette production atypique.

2 Session expérimentale 2022

Méthode expérimentale

Grâce aux données archéologiques et aux analyses, nous avons élaboré un protocole expérimental qui respecte les conditions physico-chimiques anciennes, notamment par l'usage d'un air forcé qui arrive directement dans le creuset. Afin d'obtenir des résultats cohérents et répétitifs, nous avons posé un choix pour trois éléments techniques : une montée rapide en température, une coulée dès que la fusion est uniformément acquise et un air directement soufflé dans le creuset.

D'autres points ont été également été décidé :

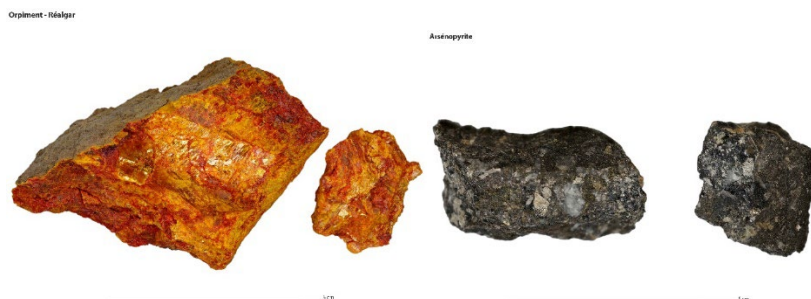
- Utiliser un même creuset par type de minerai
- Réaliser des alliages pouvant titrer 1, 5 et 10 %mass d'élément d'alliage
- Simuler un recyclage en refondant les lingots pour produire des outils
- Mesurer le changement de composition lors du recyclage
- Mesurer la microdureté des alliages

- Pratiquer des analyses p-XRF tout au long des différentes phases

Métal et minerais

La base de l'alliage est faite d'un cuivre titré, acheté sous la forme de lingot (hemimex production). Les analyses fournies précisent une teneur de min 99.9% de Cu, max 0.015% d'Ag, max 0.04% d'O, max 0.0005% de Bi et max 0.005% de Pb. Ce cuivre a été complété par du cuivre électrolytique chimiquement pur.

Les minerais permettent de produire deux types d'alliage.



Alliage A. Orpiment-réalgar massif

(L'origine géologique n'est malheureusement pas connue ni pour l'orpiment ni pour le réalgar).



Alliage B. Cassitérite (Villeder France, et Katanga RDC).

Deux tailles différentes ont été choisies pour ces expérimentations, nous parlons de « concassé » quand la taille du minerai se situe entre le grain inframillimétrique et 0.33 cm et de « non-concassé » quand la taille varie entre 0.5 cm et 1 cm.

Outillage et structure de fonte

Pour réaliser le foyer de fusion, nous n'avons pas tenu compte des données archéologiques d'un site en particulier. Nous avons privilégié un foyer ouvert de petit volume (H. 39 cm, Prof. 33 cm et l. 20 cm) afin d'économiser au maximum le combustible (charbon de bois), pouvant contenir un creuset à fond

plat du type de ceux découverts à Tell el-Dab'a (fin du Moyen Empire – Égypte)²⁹ et à Bouto (époque impériale – Égypte).³⁰



Figure 30, four expérimental 2022-2023 avec soufflerie forcée placée à l'arrière

La soufflerie forcée est faite d'une tuyère coudée (insufflant l'air directement dans le creuset) et d'un soufflet manuel en cuir. Tous deux ne sont pas conformes aux données archéologiques, mais assurent une répétition identique du mode de montée en température, d'expérimentation en expérimentation. Rappelons que l'objectif est bien ici de réfléchir sur les produits et non sur la structure de chauffe, cette dernière nous étant inconnue au moins pour trois des quatre sites archéologiques (Wadi el-Jarf, Kerma et Castel-Minier).

La tuyère et les creusets ont été réalisés par notre céramiste François Peyrat. La tuyère est simplement faite à l'aide d'argile de Langeais (terre utilisée classiquement pour toutes nos expérimentations) passée dans une extrudeuse puis courbée encore verte. La pièce est ensuite cuite. Les creusets, certains utilisés cuits, d'autres crus) sont des bols ouverts de 15 cm de diamètre pour une dépression de 3 cm. La terre de Langeais qui les compose a été dégraissée très fortement pour améliorer ses résistances thermique et mécanique.

²⁹ PHILIP, COWELL 2006.

³⁰ BALLET *et al.* 2020, p. 201 ; TEREYGEOL, MAZOU 2019.



Figure 31, tuyère en coude (2022-2023)

L'essentiel de notre préoccupation s'est concentré sur la répétitivité du mode opératoire et sur le choix du positionnement de l'arrivée de la soufflerie forcée. Nous avons ainsi privilégié un mode de montée en température conforme aux données archéologiques où cet air forcé arrive directement dans le creuset afin de faire fondre la masse de cuivre recouverte d'un lit de charbon de bois.

Protocole expérimental

Nous avons réalisé un seul protocole - malgré des périodes archéologiques différentes et deux types d'alliage différents A ou B - privilégiant l'adjonction du minerai dans le cuivre fondu et une arrivée d'air forcée au-dessus du bain métallique.

Deux étapes ont été réalisées lors de la session 2022. La première étape consiste à réaliser des lingots dans un moule monovalve aussi bien pour l'alliage A que B. Pour chaque type de minerai et pour chaque gamme théorique de pourcentage souhaitée (1%, 5% et 10%), nous avons expérimenté soit une forme de minerai en grains millimétriques, soit sous forme de gravier autour de 5 mm. Comme chaque phase a été doublée, cela a permis de créer quatre lingots par titrage. Lors de l'ajout du minerai, nous avons également apporté une variable : soit nous avons maintenu une soufflerie forcée pendant 3 minutes, soit nous avons stoppé la soufflerie pour couler directement l'alliage. La seconde étape consiste à opérer une simulation de recyclage afin de caractériser l'éventuelle évolution de l'alliage lors d'une refonte. Le but étant de produire deux ciseaux par lingot, pouvant ultérieurement servir à la taille de la pierre grâce à un moule en grès bivalve.³¹ La nécessité de produire un objet fini permet de travailler à l'instar des métallurgistes anciens, devant résoudre les mêmes problématiques dont l'objectif final est d'assurer la production d'un objet fonctionnel. Pour les deux étapes, la décision a été prise de couler l'alliage dès qu'il est en phase liquide, sans pousser l'augmentation de température plus longtemps.

³¹ BURGOS, LAROZE 2020.

Réalisation des alliages

Le but de cette étape est de créer un alliage à partir d'un cuivre métallique et d'un fondant sous forme minérale. Lors de chaque fusion, un lingot a été coulé dans un moule monovalve. Nous avons travaillé avec des volumes assez restreints : 200 g de cuivre et des doses de 4.2g, 10.5g et 22 g de minerai.

Les alliages A ont été réalisés avec 18 doses d'orpiment (5 creusets pour les opérations numérotées : 13-18 ; 19-22 ; 23-26 ; 38-39 ; 40-41) et 11 doses d'arsénopyrite (2 creusets pour les opérations numérotées : 27-29 et 30-37).



Coulée du lingot, alliage cuivre et orpiment



Coulée du lingot, alliage cuivre et arsénopyrite

Figure 32, coulées alliage A

Les alliages B ont été réalisés avec 12 doses de cassitérite (1 creuset pour les opérations numérotées : 1-12). Seul ce type d'alliage n'a pas eu, après l'adjonction du minerai, une alternance entre 3 minutes de soufflerie forcée et l'arrêt complet de cette dernière. À chaque coulée, nous avons maintenu 3 minutes d'air forcé.



Figure 33, coulée alliage b

Analyses p-XRF

Des analyses ont été faites localement, grâce à notre p-XRF, et des échantillons (productions métalliques, moules, creusets) ont été systématiquement faits pour caractériser les différentes fusions.³²

Les analyses p-XRF sont concentrées sur trois types d'artefacts : les coulées, les moules et le four. Elles permettent – avec les réserves d'usage par rapport à ce type d'analyse – d'estimer pendant les expérimentations si les alliages se réalisent. Cette base analytique a permis de s'assurer que le protocole permettait bien aux alliages de réussir sans définir toutefois un pourcentage exact. De futures analyses permettront de déterminer précisément les compositions chimiques et ses évolutions au cours des refontes, ainsi que la structure cristalline. Pour aider à l'interprétation des structures retrouvées en fouille, des analyses ont également été faites pour les moules, le four de fusion et son environnement immédiat. Dans un an, une étude taphonomique sera faite spécifiquement pour le four. En effet, nous aimerions réanalyser la structure et son environnement immédiat afin de quantifier une éventuelle modification des concentrations des dépôts métalliques.

Premières conclusions pour 2022

Dans la démarche propre aux acteurs sur la plateforme expérimentale, nous avons ici poussé la mutualisation non seulement des moyens, mais également de la problématique. La question de la production des cuivres arséniés touche non seulement les périodes hautes, mais également des phases plus récentes de l'histoire comme le Moyen Âge. Les buts de cette expérimentation sont multiples, permettant de faire progresser la recherche aussi bien dans le domaine des techniques de fouille, de l'archéométrie, de l'archéométaballurgie et de l'étude des céramiques techniques. Nous en listons ci-dessous un certain nombre que nous tenterons de développer dans les années à venir :

³² Nous renvoyons aux publications précédentes pour la visualisation des tableaux d'analyses p-XRF.

- Étudier d'un point de vue archéométrique les produits formés : analyses chimiques, mécanique et cristallographique
- Reproduire des lingots et réaliser des refontes pour apprécier les pertes au feu
- Caractériser les propriétés techniques des deux alliages (avantages et inconvénients) d'un point de vue de la coulée, de la finition et de l'utilisation après réalisation d'un outillage coulé
- Analyser les résidus dans chaque moule expérimental afin de mesurer les éléments traces qui seraient pertinents pour déterminer le type d'alliage ayant été coulé dans les moules retrouvés en contexte de fouille
- Analyser les résidus dans le four de fusion expérimental et dans le sol afin de mesurer les éléments traces qui seraient pertinents pour déterminer le type d'alliage ayant été produit dans les fours retrouvés en contexte de fouille

3 Session expérimentale 2023

Grâce aux données archéologiques, aux analyses et aux expérimentations de 2022, nous avons élaboré un nouveau protocole expérimental qui respecte les conditions physico-chimiques anciennes, notamment par l'usage d'un air forcé qui arrive directement dans le creuset. Afin d'obtenir des résultats cohérents et répétitifs, nous avons posé un choix pour quatre éléments techniques : une montée rapide en température, la recherche d'un tempo parfait pour obtenir le pourcentage le plus élevé, obtenir une fusion uniformément acquise et un air directement soufflé dans le creuset.

D'autres points ont été également décidés :

- Utiliser le même creuset par type de minerai (cassitérite, arsénopyrite et un mélange de cassitérite-arsénopyrite)
- Réaliser des alliages pouvant titrer entre 1 et 10 %mass d'élément d'alliage
- Pratiquer des analyses p-XRF tout au long des différentes phases

Rappels et variations sur les conditions des expériences

La base de l'alliage est toujours le même type de cuivre (hemimex production). Les minerais permettent de produire deux types d'alliage : un cuivre à l'étain et un cuivre arsénié.

Contrairement à l'année 2022, nous avons choisi une taille intermédiaire de concassage des minerais entre 1 et 3 mm. Tous les minerais ont été échantillonnés pour être analysés.

L'outillage est pour l'essentiel identique à 2022. La soufflerie forcée est faite d'une tuyère coudée à 90° (insufflant l'air directement dans le creuset) et d'une soufflerie électrique donnant un débit similaire à un soufflet mécanique en cuir (2.5 m/s). Tous deux ne sont pas conformes aux données archéologiques, mais assurent une répétition identique du mode de montée en température, d'expérimentation en expérimentation. Rappelons que l'objectif est bien ici de réfléchir sur les produits et non sur la structure de chauffe.

La tuyère et les creusets ont été réalisés par notre céramiste François Peyrat. La tuyère est simplement faite à l'aide d'argile de Langeais (terre utilisée classiquement pour toutes nos expérimentations) passée dans une extrudeuse puis courbée encore verte. La pièce est ensuite cuite. Les creusets sont des contenants ouverts naviformes dont la morphologie et les dimensions sont inspirées des découvertes

faites à Tell el-Dab'a, grâce aux recherches menées par Philip en 2006.³³ La terre de Langeais qui les compose a été dégraissée très fortement suivant 4 « recettes différentes » pour améliorer ses résistances thermique et mécanique. Des fissures verticales sont quand même apparues (malgré de longues périodes de préchauffe) lors de la montée en fusion, si le souffle d'air touche directement la paroi.

L'essentiel de notre préoccupation s'est concentré sur la répétitivité du mode opératoire et sur le choix du positionnement de l'arrivée de la soufflerie forcée. Nous avons ainsi privilégié un mode de montée en température conforme aux données archéologiques où cet air forcé arrive directement dans le creuset afin de faire fondre la masse de cuivre recouverte d'un lit de charbon de bois. L'apport de cette année 2023 a été de changer l'angle d'arrivée de la tuyère en passant d'une source apicale à 90° à un jet oblique de 52°, conformément aux données fournies par les tuyères de Qantir³⁴. Les avantages sont multiples. Le souffle ne chasse plus les charbons hors du creuset, tout en suivant la courbure de la surface intérieure du creuset, distribuant ainsi l'apport d'oxygène à une plus grande superficie. L'accès au creuset est beaucoup plus facile aussi bien pour le chargement en matières premières que pour sa manipulation. Il faut faire, cependant, attention à ne pas orienter le souffle sur la paroi du creuset au risque de générer une fissure verticale (passage du point quartz) à cause de la différence de température entre l'intérieur du creuset et le jet d'air (fait qui a pu arriver aux creusets d'Ayn Soukhna, en plus de la sollicitation mécanique de la lèvre lors de leur préhension).

Protocole expérimental

Nous avons réalisé un nouveau protocole en 2023 – conservant l'adjonction du minerai dans le cuivre fondu et une arrivée d'air forcée au-dessus du bain métallique – pour préciser deux variables : le meilleur ratio entre le temps nécessaire prit par le minerai pour effectuer sa réduction et le temps maximum où le bain de cuivre peut rester liquide et l'impact de l'absence de soufflerie forcée lors de l'adjonction des minerais. Le processus, qui a été choisi, est le suivant : 1) bain de cuivre très chaud – 2) garder le charbon incandescent – 3) placer la galette de cire qui contient le minerai afin d'augmenter la concentration en C et donc augmenter l'atmosphère réductrice – 4) garder la soufflerie forcée allumée, mais grandes flammes à cause de la cire et vapeurs blanches à cause de l'As – 5) bien homogénéiser par perchage (il reste à trouver comment supprimer les vapeurs d'arsenic ?).

Une seule étape a été réalisée lors de cette session 2023. Elle consiste à réaliser des lingots dans un moule monovalve aussi bien pour l'alliage d'étain que d'arsenic. Pour chaque type de minerai et pour chaque gamme théorique de pourcentage souhaitée, nous avons expérimenté une maille entre 1 et 3 millimètres. Comme chaque phase a été doublée, cela a permis de voir si les résultats étaient reproductibles.

Réalisation des alliages

Le but de cette étape est de créer un alliage à partir d'un cuivre métallique et d'un fondant sous forme minérale. Lors de chaque fusion, un lingot a été coulé dans un moule monovalve. Nous avons travaillé avec des volumes assez restreints : 200 g de cuivre et des doses de 4.2g, 10.5g et 22 g de minerai. Nous avons utilisé de la cire pour augmenter l'atmosphère réductrice lors de l'adjonction de la charge minérale pour une partie des expérimentations. La cire d'abeille n'a pas été découverte en contexte archéologique, mais elle pourrait être un adjuvant plausible en Égypte antique.

³³ PHILIP 2006 ; PHILIP, COWELL 2006.

³⁴ PUSCH, TASIAUX 1990, p. 199.

Les alliages ont été réalisés avec 12 doses de cassitérite (1 creuset pour les opérations numérotées : 40-51), 18 doses d'arsénopyrite (2 creusets pour les opérations numérotées : 52-68) et 2 doses de cassitérite-arsénopyrite (1 creuset pour les opérations numérotées : 70-71).



Galette de cire d'abeille contenant le minerai broyé de cassitérite ou d'arsénopyrite



Adjonction de la galette de cire (cassitérite – arsénopyrite) dans le bain liquide de cuivre



Coulée du lingot, alliage cuivre et cassitérite



Coulée du lingot, alliage cuivre et arsénopyrite

Figure 34, travail à l'aide de la cire

Premières conclusions pour 2023

Par rapport aux protocoles de 2023, deux points semblent être éclaircis³⁵ concernant l'arsenic : le temps d'attente entre l'adjonction du minerai et le moment de la coulée doit être le plus court possible et la soufflerie forcée pourrait coupée lors de l'adjonction du minerai, mais au détriment de figer le bain. Toutes ces expérimentations ont été faites avec un minerai broyé entre 1 et 3 mm. Nous n'avons pas encore les résultats avec un maillage inframillimétrique ou avec une maille de 5 mm.

Le meilleur minutage de coulée serait de placer la charge de minerai dans les charbons qui recouvrent le bain³⁶, de percher afin d'homogénéiser au mieux l'alliage puis de couler directement dans la foulée (ce choix s'avérera improductif, car le bain refroidit ou est suroxydé). L'idéal semble donc la rapidité

³⁵ La base commune est une fusion du cuivre entre 1150°C et 1200°C puis l'adjonction du minerai du second métal de l'alliage. La plupart des expérimentations arrêtaient la soufflerie forcée au moment de l'adjonction du minerai.

³⁶ Ce fait dépend de la nature des minerais (données 2024). Pour l'étain, il semblerait que la pose serait plus concluante si elle est faite dans les charbons ardents. Pour l'arsenic, il semblerait que la pose serait efficace si elle se fait dans le bain métallique de cuivre.

créant les alliages avec la plus haute teneur en As. Plus nous attendons, plus le bain se fige et plus l'As semble s'évaporer. De plus, les analyses p-XRF montrent une tendance concordante en un appauvrissement de l'alliage en As et une augmentation de l'alliage en Fe.

Le plus grand souci des expérimentations 2023 a été de maintenir le bain liquide puisque le fait de couper la soufflerie forcée ne crée plus d'effet chalumeau, puisque la chaleur est concentrée uniquement dans un creuset isolant qui n'a pas d'inertie thermique et puisque les manipulations pour créer l'alliage font chuter la température brutalement (perchage et ajout de minerai³⁷). Par rapport à ce souci de refroidissement, plusieurs solutions ont été proposées : augmenter la température du bain de cuivre pour gagner quelques dizaines de degrés supplémentaires (mais cela oxyde le cuivre), créer une couverture la plus réductrice possible grâce à une maille calibrée de charbon (environ 2 à 3 cm) et ajouter de la cire lors de l'ajout de minerai pour apporter une source thermique momentanée et pour augmenter les conditions réductrices de la couverture. Néanmoins, le savoir-faire du métallurgiste³⁸ intervient pour obtenir une coulée complète et la plus uniforme possible.³⁹

L'utilisation de cire⁴⁰, malgré le manque d'indices archéologiques, a augmenté le taux d'As et a diminué le pourcentage en Fe des alliages formés. Les expérimentations XP58 à XP67 utilisent une boule de cire de 24 g indépendante de la charge de minerai. Les XP68-69 enchâssent le minerai dans une galette de cire de 48 g permettant de mieux répartir la charge sur toute la surface du creuset. Il s'agit des deux meilleures *cémentations m* avec 22 g d'arsénopyrite. La galette permet d'augmenter la température, rend l'atmosphère plus réductrice et étale la charge minérale sur toute la surface. Il n'est pas défini si les flammes de la cire diminuent la fumée produite par l'arsénopyrite. Cette observation est à confirmer. En effet, la fumée bleue de l'arsénopyrite se concentre autour des charbons puis disparaissait dans les flammes. Les XP70-71 continuent à utiliser la galette de cire, mais en maintenant la soufflerie forcée afin d'obtenir un bain liquide homogène.⁴¹

Comme nous l'indiquons plus haut, l'utilisation de la cire est sujette à caution, mais elle apporterait des propriétés antioxydantes intéressantes. Ces dernières étaient probablement connues en métallurgie, même si la résine est encore meilleure. Un passage de Georgius Agricola (*De Re Metallica*, 1556) illustre cet aspect : « The third method is as follows. From time to time small pieces of sulphur, enveloped in or mixed with wax, are dropped into six librae of the molten copper, and consumed ; the sulphur weighs half an uncia and a sicilicus. Then one and a half sicilici of powdered saltpetre are dropped into the same copper and likewise consumed; then again half an uncia and a sicilicus of sulphur enveloped in wax ;

³⁷ L'ajout de 4.2 g et de 10.5 g ne perturbe pas trop le bain de fusion, cependant l'ajout de 22 g de minerai refroidit presque toujours le bain créant un fond de creuset métallique qu'il faut retirer manuellement lors de la coulée. Pourtant les XP 68 et 69, sans soufflerie forcée, ont donné de bons résultats d'alliage arsénié, mais non homogène.

³⁸ David Loepp parvient presque à chaque expérimentation à maintenir liquide le bain quelles que soient les contraintes du protocole (l'attente d'une minute avant de couler ou l'ajout de 22 g de minerai).

³⁹ Cependant, les coulées complètes sont à chaque fois plus pauvre en As que les coulées parcellaires. Nous n'avons pas d'explication, car le protocole est à chaque fois le même.

⁴⁰ David Loepp : « *L'intuition d'utiliser la cire découle de plusieurs pratiques, d'observations et peut-être de sources littéraires. Étant donné que la cire et la résine sont des produits couramment utilisés dans le modelage, ils constituent un véhicule idéal pour maintenir les poudres ensemble. Des descriptions de techniques peuvent être trouvées chez Biringuccio et Cellini. Les deux utilisent de très petites brindilles ou de la farine moulue pour animaux comme agents réducteurs pour souder des objets. Au moment critique, tous deux conseillent de jeter de petites quantités sur le feu. Cela consomme immédiatement l'oxygène et augmente la température pour provoquer une réaction. J'ai souvent utilisé la technique avec succès. Cela ne fonctionnerait pas avec une fusion, car les blowpipes ou les courants d'air l'emporteraient. Le meilleur substitut est alors la cire, la résine ou la graisse animale, comme l'a mentionné Florian. Il s'agit en définitive de processus éphémères qu'il serait difficile de mettre en évidence directement sur les sites archéologiques. Il y a aussi quelques passages intéressants dans Galen qui devraient être évalués de manière critique pour développer des expériences pour essayer de leur donner un sens. Un passage parle de miel (cire ?) tandis qu'un autre implique la résine. »*

⁴¹ La tendance de l'adjonction de la cire, avec ou sans soufflerie forcée, est de figer le bain métallique.

afterward one and a half sicilici of lead-ash enveloped in wax, or of minium made from red-lead. »⁴² Le traité d'Antoine de Pise mentionne, également, une recette pour la coulée du plomb qui implique de jeter dans le bain, avant la coulée, de la graisse. Ce fait a été confirmé par des expérimentations, constatant son efficacité.⁴³ L'apport d'une matière carbonée dans un bain de fusion aide à couler proprement.

Les trois dernières expérimentations XP51 (cassitérite) et XP70-71 (arsénopyrite) ont donc été faites avec un apport continu d'air forcé (de plus en plus long) pour compenser la perte de température. Cela a bien permis de couler un lingot homogène, mais cela a entraîné une nette diminution du pourcentage de Sn et d'As. La démonstration semble être faite que maintenir une soufflerie forcée augmente l'évaporation de l'arsenic.

Alors que les expérimentations 2022 avec la cassitérite de Villeder donnaient de mauvais résultats (pouvant quelquefois monter au-dessus de 2 %), cette année 2023 les XP40-50 ont une moyenne plus élevée proche du 1 %. Malheureusement, nous ne sommes pas parvenus à faire grimper le pourcentage au-dessus de 1.5%. La réalisation d'une co-fusion de cuivre et de cassitérite n'est pas encore comprise.⁴⁴

Apports 2022-2023

- 1) Les premières observations des creusets expérimentaux par rapport aux creusets archéologiques sont que la montée en température est beaucoup trop oxydante. Il faut trouver le moyen de fusionner sans un apport trop élevé en oxygène et il faut empêcher que le minerai arsénié ne soit à la surface du bain. Les creusets ressemblent plus à des creusets de recyclage qu'à des creusets de création d'alliage (même si les analyses montrent des indices de création) ; présence de Ca et Mg à cause du charbon ; il n'y a pas de résidu minéral dans la pâte des creusets contrairement aux creusets archéologiques ; pâte trop pauvre en Fe ; le S est trop peu présent à cause de la suroxydation) ;
- 2) Il y a trop de dépôts d'As sur le four expérimental par rapport à l'exemplaire archéologique. Cette différence tient, comme on le verra au phénomène de lessivage qu'a connu le four archéologique ;
- 3) La cire, incluant le minerai, permet d'augmenter la concentration d'As ;
- 4) Il n'y a pas de différence de réaction avec une maille fine (0.2) et une maille plus épaisse (0.5) lors de l'adjonction du minerai. Le choix se porterait pour une maille 0.2 cm pour les futures expérimentations, ce qui pourrait correspondre aux indices archéologiques ;
- 5) Il faut éviter de mettre la charge minérale à la surface du bain de cuivre pour empêcher l'oxydation (la boule de cire présente moins de surface de contact que la galette, ce qui diminue la surface de contact) ;
- 6) Il faut éviter de poser la boule de cire à la surface, il faut donc plonger la charge dans le cuivre liquide (au fond) le plus rapidement possible ;
- 7) Afin de rendre la surface la plus réductrice possible, il faut travailler avec de la cire, mais il est aussi possible de combiner cela avec du poussier en grande quantité ;
- 8) Si le poussier est ajouté, il faut couper la soufflerie ;

⁴² AGRICOLA 1556, p. 464.

⁴³ TEXIER *et al.* 2013.

⁴⁴ Sans soufflerie forcée lors de l'adjonction, plus la charge est importante, plus le bain liquide de cuivre se fige, rendant la coulée partielle. Si nous regardons uniquement la technique de coulée, il semble que le maintien de la soufflerie forcée est un process fructueux.

- 9) Trois arguments sont en faveur du maintien de la soufflerie forcée quand on ajoute le minerai : les creusets archéologiques montrent des inclusions de minerai dans les *crucible slags* ; le bain est refroidi lorsque la charge est apportée empêchant de couler un lingot (et *a fortiori* un artefact comme des outils) et la réduction du minerai est favorisée par un bain de cuivre très liquide (pour une incorporation plus importante de l'arsenic, il faut que le cuivre soit sous sa forme liquide⁴⁵) ;
- 10) Sans soufflerie forcée, la plupart des bains se figent, quel que soit le temps d'attente (0 min, 30 sec, 1min, 3 min) ;
- 11) Nous ne maîtrisons pas encore la formation de l'alliage Sn ou As. Moins nous avons d'expérimentation, plus il est difficile de définir une tendance, car chaque expérimentation devient une exception. De plus, certains protocoles n'ont pas été faits (comme un temps d'attente variable avec ou sans la soufflerie) ;
- 12) Quand la fusion n'a pas été totalement acquise (donc moins d'oxydation), les taux du second métal sont très hauts (xp16, 17, 18 avec de l'orpiment).

<p>Chaîne opératoire 2022-2023</p> <ul style="list-style-type: none"> • Attente de l'inertie du creuset • Placement de la charge de cuivre • Bain de cuivre le plus chaud possible • Recouvrir le bain de charbons incandescents • Apport de la charge minérale (avec de la cire) • Perchage • Coulée 	<p>Variables</p> <ul style="list-style-type: none"> • Charge minérale placée sur le charbon de bois et plus rarement dans le bain de cuivre • Différents temps de réduction de la charge minérale (1 min et 3 min) • Présence ou absence de soufflerie forcée lors de la <i>cémentation m</i>
<p>Inconvénients</p> <ul style="list-style-type: none"> • Suroxydation lors de la montée en température : les creusets expérimentaux ne correspondent pas aux creusets archéologiques (plus proche de creusets de recyclage que de création d'alliage) • Suroxydation entraîne une perte de concentration As-Sn et en Cu • Fumées d'arsenic trop importantes : incapacité de travailler dans un atelier et dépôts trop importants d'As sur le four 	<p>Acquis pour augmenter la concentration en As</p> <ul style="list-style-type: none"> • Cire (boule ou galette) : augmente l'atmosphère réductrice • Plonger le minerai arsénié dans le bain de cuivre • Diminuer la surface de contact entre Cu/As, mais aussi par rapport à l'atmosphère • Maintien de la soufflerie forcée : 1) inclusions de minerai dans <i>crucible slags</i> / 2) charges refroidissent le bain /

⁴⁵ MILLE, BOURGARIT 2000.

(contrairement aux données archéologiques : sauf si lessivage) <ul style="list-style-type: none"> • Incapacité à reproduire des résultats cohérents par rapport à chaque type de charge (4,1 g – 10,5 g et 22 g) • Sans soufflerie forcée, lors de l'ajout de minerai arsénié, le bain se fige 	3) réductions favorisées par un bain de cuivre
--	--

Cassitérite

L'alliage, qui semblait le plus facile à réaliser⁴⁶, semble assez difficile à performer. Alors que les expérimentations 2022, avec la cassitérite de Villeder, donnaient de mauvais résultats, les expérimentations de l'année 2023 (XP40-50) ont une moyenne un peu plus élevée proche du 1 %. Malheureusement, nous ne sommes pas parvenus à faire grimper le pourcentage au-dessus de 1.5%. La réalisation d'une *cémentation m* de cuivre et de cassitérite n'est pas encore comprise.

Données par type de charge

Pour 4.1 g

- La maille du minerai de 0.5 cm permettrait un taux moyen un peu plus élevé (xp7, 8). L'xp42, avec une maille de 0.2 cm, présente un taux élevé comme l'xp7.
- Il n'y a pas de différence significative de concentration entre la présence et l'absence de soufflerie (xp7 = xp42).
- L'oxydation pourrait être l'élément qui ferait diminuer la concentration.
- Le temps d'attente entre 0 min et 1 min permet un meilleur alliage lorsque 1 min est attendue.
- Le temps d'attente entre 1 min et 3 min ne semble pas être un facteur important.
- La plus petite surface de contact en plongeant la charge dans le bain est l'xp42 qui a également une des meilleures teneurs en Sn.
- L'xp45 montre une des concentrations en Sn les plus faibles probablement à cause de la superficie de contact la plus large.
- En général, il semblerait que les poses de la cassitérite dans les charbons permettent un taux plus élevé en Sn (xp2, 7), plutôt qu'en plongeant la charge dans le bain.

Pour 10.5 g

- La maille du minerai de 0.5 cm permettrait un taux moyen un peu plus élevé (xp9, 10). Les xp3 et 4, avec une maille de 0.2 cm, présentent un taux élevé comme l'xp9.

⁴⁶ Il s'agit d'une technique, fin Moyen Empire - Nouvel Empire, qui s'inscrit dans un continuum technologique initié à l'Ancien Empire avec le minerai arsénié, qui sera remplacé par le minerai d'étain.

- Il n'y a pas de différence significative de concentration entre la présence et l'absence de soufflerie (xp3 = xp4, 9).
- L'oxydation pourrait être l'élément qui ferait diminuer la concentration.
- Le temps d'attente entre 0 min et 3 min ne semble pas être un facteur important.
- L'xp50 montre une des concentrations en Sn les plus faibles probablement à cause de la superficie de contact la plus large.
- Il semblerait que les poses de la cassitérite dans les charbons permettent un taux plus élevé en Sn (xp3, 4), que lorsque la charge est plongée dans le bain.
- L'xp 51, avec une galette de 24g de cire, posée sur les charbons et une soufflerie moins forte, permettrait d'augmenter la concentration et de montrer l'influence positive de la cire et des deux autres facteurs.

Pour 22 g

- La maille du minerai de 0.5 cm permettrait un taux moyen un peu plus élevé (xp11, 12). L'xp6, avec une maille de 0.2 cm, présente le taux le plus élevé.
- Plus la charge est élevée, plus le taux moyen est élevé, malgré que l'alliage le plus riche soit fait avec une charge de 10.5 g (xp3).
- L'oxydation pourrait être l'élément qui ferait diminuer la concentration. En effet, lorsqu'il y a absence de soufflerie forcée après la charge minérale, le taux est un peu plus élevé (xp6, 12).
- Les variables, temps d'attente et superficie de contact, n'ont pas été expérimentées pour les 22 g.
- Il semblerait que les poses de la cassitérite dans les charbons permettent un taux plus élevé en Sn (xp2, 7), que lorsque la charge est plongée dans le bain. Attention, nous n'avons pas d'expérimentation avec 22 g plongés dans le bain de cuivre.

Pour la fonte

Il y a une perte de Sn d'environ 15% lors d'une fonte du lingot initial.

Réalgar (et orpiment)

L'arsenic, par rapport à l'étain, donnerait comme propriétés⁴⁷ à l'alliage une coulée plus fluide, une surface plus lisse (dans le cadre des coulées en moule monovalve), une coulée plus plane, une plus grande mouillabilité, un taux de refroidissement plus lent (la coulée resterait plus fluide plus longtemps) et un aspect brut de coulée plus « silver ». Le charbon, qui surnage sur la surface supérieure du lingot, peut laisser son empreinte lors du refroidissement. Même avec 4.1 g d'orpiment, la différence de fluidité est visible. En revanche, l'alliage arsénié semble contenir plus de gaz dissous que le cuivre à l'étain.

⁴⁷ Il s'agit de propriétés observées et non quantifiées scientifiquement.

Attention, nous n'avons pas d'expérimentation avec du minerai d'orpiment plongé dans le bain de cuivre. Le minerai a, lors de chaque expérimentation, été posé à la surface du bain, dans les charbons de bois.

Données par type de charge

Pour 4.1 g

- La maille du minerai de 0.5 cm permettrait un taux moyen un peu plus élevé (xp21).
- Il y a une légère augmentation de la concentration quand la soufflerie forcée est coupée (xp21, 13).
- L'oxydation pourrait être l'élément qui ferait diminuer la concentration. Ce fait est notamment visible quand il n'y a pas de soufflerie forcée activée après la charge minérale.
- Le temps d'attente entre 1 min et 3 min ne semble pas être un facteur important.

Pour 10.5 g

- La maille du minerai de 0.5 cm donne un taux légèrement inférieur à celle de 0.2 cm (xp24 < 16). L'XP16, avec une maille de 0.2 cm, présente le taux le plus élevé.
- Il n'y a pas de différence significative de concentration entre la présence et l'absence de soufflerie (XP24 = XP15).
- L'oxydation pourrait être l'élément qui ferait diminuer la concentration.

Pour 22 g

- La maille du minerai de 0.5 cm donne un taux légèrement inférieur à celle de 0.2 cm (xp25-26 < 19-20). L'xp 20, avec une maille de 0.2 cm, présente le taux le plus élevé (la coulée a été faite quand les fumées blanc gris se sont arrêtées).
- Plus la charge est élevée, plus le taux moyen est élevé.
- L'oxydation pourrait être l'élément qui ferait diminuer la concentration.
- Les variables, temps d'attente et superficie de contact, n'ont pas été expérimentées pour les 22 g.

Pour 44 g

- La maille du minerai de 0.5 cm permettrait un taux un peu plus élevé (xp39 > 38).
- Les variables, temps d'attente et superficie de contact, n'ont pas été expérimentées pour les 22 g.

Pour la fonte

Il est difficile de déterminer une tendance avec le type d'analyse p-XRF. Il semblerait qu'il n'y ait presque pas de perte d'As.

Arsénopyrite

L'alliage est moins riche en As et moins fluide qu'avec l'orpiment, mais il semble plus résistant grâce à l'ajout de Fe. En revanche, l'alliage arsénié semble contenir plus de gaz dissous que le cuivre à l'étain.

Si la *cémentation m* se passe bien, même une charge de 4,1 g de minerai semble faciliter la coulée (valable pour l'orpiment et l'arsénopyrite).

Données par type de charge

Pour 4.1 g

- La maille du minerai de 0.5 cm permettrait un taux moyen un peu plus élevé (xp32, 33).
- Il n'y a pas de différence significative de concentration entre la présence et l'absence de soufflerie (xp32 = xp33).
- L'oxydation pourrait être l'élément qui ferait diminuer la concentration.
- Le temps d'attente entre 0 min et 3 min ne semble pas être un facteur important.
- Le fait de plonger la charge dans le bain (xp59) ou de le poser sur charbon (xp27-28, 52-53, 58) ne semble pas affecter le résultat, puisque les xp32 et 33 ont les meilleurs taux avec une charge posée sur les charbons.
- L'utilisation d'une boule de cire, placée à côté de la charge de minerai sur le charbon de bois, améliore sensiblement le taux de concentration d'As (xp59) et en Fe

Pour 10.5 g

- La maille du minerai de 0.5 cm donne un taux légèrement inférieur au taux produit grâce à une maille de 0.2 cm (xp34, 35 < 54, 60). Les xp54 et 60, avec une maille de 0.2 cm, présentent les taux les plus élevés.
- L'oxydation pourrait être l'élément qui ferait diminuer la concentration.
- La différence d'attente entre 30 sec et 1 min ne semble pas significative, mais nous avons coulé trop vite, car il y avait encore des fumées blanc-gris de réduction du minerai (nous pourrions attendre plus longtemps).
- Il semblerait que la pose de la charge du bain de cuivre (xp60) augmenterait sensiblement le taux par rapport à la pose de la charge sur les charbons (xp54).

Pour 22 g

- La maille du minerai de 0.5 cm donne un taux légèrement inférieur au taux produit grâce à une maille de 0.2 cm (xp36, 37 < 30, 62). Les xp30 et 62, avec une maille de 0.2 cm, présentent les taux les plus élevés.
- Plus la charge est élevée, plus le taux moyen est élevé.
- L'oxydation pourrait être l'élément qui ferait diminuer la concentration. En effet, lorsqu'il y a absence de soufflerie forcée après la charge minérale, le taux est un peu plus élevé (xp30).
- Le fait d'attendre au moins 1 min est un facteur d'augmentation du taux d'arsenic (xp 62, 63).
- Le fait de plonger la charge de minerai arsénié dans le bain liquide de cuivre est un facteur important d'augmentation du taux d'As dans l'alliage (xp 62, 63).
- L'xp66 avec une boule de cire posée sur la charge qui se trouve dans le charbon et l'xp 68, avec une galette de 24g de cire contenant la charge minérale placée sur le charbon, permettent

d'augmenter la concentration en arsenic et de montrer l'influence positive de la cire. Attention, nous n'avons pas plongé de cire dans le bain de cuivre.

Pour 10.5 g de cassitérite et 10.5 g d'arsénopyrite⁴⁸

- La galette de cire a également permis un bon taux de Sn (meilleur que celui de l'As).

Pour la refonte

Il est difficile de déterminer le taux de perte avec le type d'analyse p-XRF. Il y a une perte d'As et de Fe (qui serait entre 40 et 50 %).

Résumé	
Cassitérite (SnO₂)	<ul style="list-style-type: none"> • La suroxydation contrecarre la concentration en Sn • La maille de 0,5 cm (au lieu de 0,2 cm) favorise une concentration plus élevée • Il n'y a pas de différence significative par rapport à la concentration en présence ou en absence de soufflerie forcée • Le temps d'attente entre 1 min et 3 min ne semble pas être un facteur important • La pose de la cassitérite dans les charbons semble donner de meilleures concentrations que dans le bain liquide (mais XP42 a le taux le plus élevé : charge plongée dans le bain) • L'XP51 (galette de cire + posée dans charbons + soufflerie moins forte) conduit à une bonne concentration
Orpiment (As₂S₃) – Réalgar (As₄S₄)	<ul style="list-style-type: none"> • La suroxydation contrecarre la concentration en As • La maille de 0,5 cm (au lieu de 0,2 cm) favorise légèrement une concentration plus élevée • Il n'y a pas de différence significative par rapport à la concentration en présence ou en absence de soufflerie forcée • Le temps d'attente entre 1 min et 3 min ne semble pas être un facteur important • La pose de l'orpiment dans les charbons semble donner des concentrations acceptables • Pas de données pour la pose dans un bain de cuivre
Arsénopyrite (FeAsS)	<ul style="list-style-type: none"> • La suroxydation contrecarre la concentration en As • La maille de 0,5 cm donne une concentration un peu moins élevée que maille de 0,2 cm

⁴⁸ RADIVOJEVIC *et al.* 2018. Nous devons intégrer ces données à de nouvelles expérimentations de *cémentation m* ternaire.

	<ul style="list-style-type: none"> • Il n'y a pas de différence significative par rapport à la concentration en présence ou en absence de soufflerie forcée • Le temps d'attente entre 1 min et 3 min ne semble pas être un facteur important • Le temps d'attente d'au moins 1 min est un facteur favorisant • La pose de l'arsénopyrite avec de la cire augmente la concentration en As et en Fe (XP 66) • La pose de l'arsénopyrite dans un bain de cuivre augmente la concentration (par rapport à la pose sur charbons incandescents)
--	---

4 Session expérimentale 2024

Il est important pour la session 2024 d'agir sur différents facteurs, tout en progressant significativement par rapport aux années 2022-2023. Le but clairement est d'obtenir un alliage qui ne se fige pas lors de l'adjonction du minerai, et une limitation des fumerolles.

Les facteurs de réussite ont été définis par une absence d'oxydation du premier bain de cuivre lors de la montée en température (en trouvant un ratio entre l'effet de la soufflerie forcée et la conservation d'une atmosphère réductrice dans le creuset grâce à une couverture de charbons incandescents), par l'acte de plonger la charge minérale d'arsénopyrite dans le bain de cuivre liquide, par l'utilisation soit de cire soit de soufre (cristaux présents dans les ateliers métallurgiques d'Ayn Soukhna) pour conserver le bain liquide et pour augmenter l'atmosphère réductrice, par l'utilisation d'un couvercle pour trois expérimentations et par le maintien d'une soufflerie forcée lors de l'adjonction du minerai. Tous les protocoles expérimentaux de 2024 visent « à supprimer ou à diminuer drastiquement » le dégagement d'arsenic lors de l'adjonction du minerai dans le bain de cuivre.

La base de l'alliage est toujours le même type de cuivre (cuivre électrolytique fourni gracieusement par hemimex production). Nous avons utilisé uniquement du minerai d'arsénopyrite pour ne produire qu'un seul type d'alliage arsénié afin de mieux cerner la production de cet alliage.

Contrairement à l'année 2023, nous sommes revenus soit à une charge concassée soit à une charge non concassée. Tous les minerais ont été échantillonnés pour être analysés.

Outillage et structures de fonte

Structure de fonte, modèle antique

Nous avons utilisé le four de préchauffe pour la fusion du site d'Ayn Soukhna⁴⁹ que nous avons restitué pour les fusions expérimentales de 2014-2015⁵⁰. Ce choix a été effectué pour permettre de mesurer l'impact du ruissellement de l'eau sur le four expérimental de 2022-2023 afin de comparer les taux de déposition d'arsenic sur les structures de chauffe entre données archéologiques et expérimentales. Des

⁴⁹ VERLY 2024.

⁵⁰ VERLY 2015 ; VERLY 2014.

creusets à fond plat du type de ceux découverts à Tell el-Dab'a (fin du Moyen Empire – Égypte)⁵¹ et à Bouto (époque impériale – Égypte)⁵² ont été utilisé pour les fusions.



Figure 35, four expérimental 2024 avec soufflerie forcée placée à l'arrière

Structure de fonte, modèle médiéval

Comme dans les cas de Wadi el-Jarf et Kerma, il n'a pas été identifié une structure de chauffe dédiée à la production de ce type d'alliage. Eu égard au besoin de montée en température et à la période considérée, nous avons utilisé un four de serrure élaboré à l'occasion de nos expérimentations sur l'atelier de monétaire de La Rochelle⁵³. Il a l'avantage d'être synchrone (XVe siècle) et ubiquiste (ce modèle est connu sur l'Europe). Nous rappelons succinctement sa morphologie.

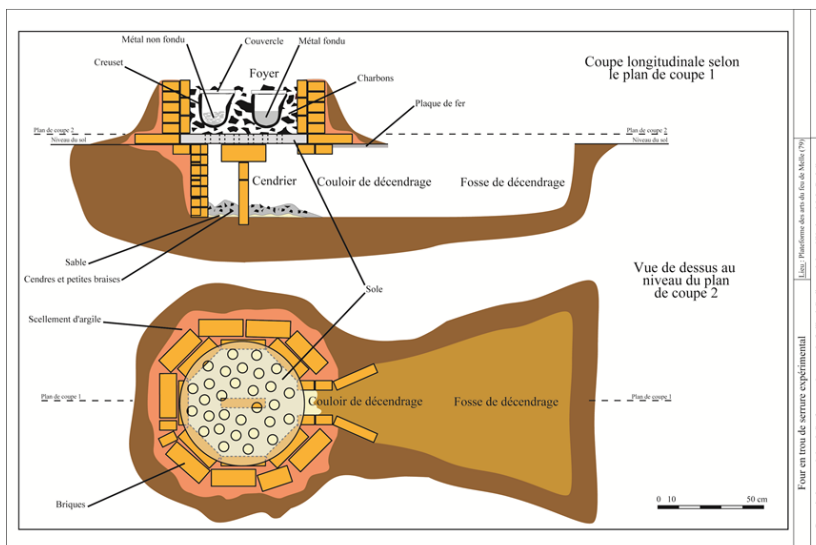


Figure 36, foyer de chauffe type "en trou de serrure"

⁵¹ PHILIP, COWELL 2006.

⁵² BALLET *et al.* 2020, p. 201 ; TEREYGEOL, MAZOU 2019.

⁵³ Ce four a été construit en 2007 et modifié en 2009. Il atteste si besoin de l'importance de disposer d'un espace où des structures peuvent être conservées sur le long terme.

Le foyer est inscrit dans une fosse ayant la forme générale d'un trou de serrure (1,90 m pour la longueur, 0,8 m pour la largeur et la profondeur de 0,45 m). Au fond de la partie circulaire qui correspond au cendrier du four, nous avons disposé un dallage de carreau en terre cuite facilitant le curage du cendrier. Cet aménagement existe sur l'exemple de La Rochelle. Dans cette fosse, les parois du cendrier et celles du couloir de décentrage ont été montées en briques mécaniques (type brique flammée). La structure a alors été scellée dans la fosse avec de l'argile insérée entre la paroi de brique et la terre du terrain.

La sole en terre de 40 cm de diamètre et percée de trous d'aération vient reposer au niveau du sol de circulation sur les murs de briques du cendrier. Autour de cette sole, une couronne de briques s'élève sur 40 cm de haut. Pour les besoins de cette expérimentation, nous avons ajouté des parois internes réduisant la surface active pour limiter la consommation de combustible. Au final, l'espace utile de chauffe s'inscrit dans un carré de 20 cm de côté. Le couloir de décentrage permettant l'arrivée d'air dans le foyer peut être plus ou moins obturé avec des briques, suivant le fonctionnement du four. C'est un moyen de régulation très simple et efficace.

Apport en air

Pour le modèle médiéval, le tirage du four se fait par convection sans intervention de notre part sauf à jouer sur la dimension de l'accès au cendrier. Pour le modèle antique, la soufflerie forcée est faite d'une tuyère coudée (insufflant l'air directement dans le creuset) et d'une soufflerie électrique. Toutes deux ne sont pas conformes aux données archéologiques, mais assurent une répétition identique du mode de montée en température, d'expérimentation en expérimentation. Rappelons que l'objectif est bien ici de réfléchir sur les produits et non sur la structure de chauffe, cette dernière nous étant inconnue au moins pour deux des trois sites antiques (Wadi el-Jarf et Kerma).

La tuyère et les creusets ont été réalisés par notre céramiste François Peyrat. La tuyère est simplement faite à l'aide d'argile de Langeais (terre utilisée classiquement pour toutes nos expérimentations) passée dans une extrudeuse puis courbée encore verte. La pièce est ensuite cuite.

Les creusets, certains utilisés cuits, d'autres crus) sont des bols ouverts de 15 cm de diamètre pour une dépression de 3 cm. La terre de Langeais qui les compose a été dégraissée très fortement pour améliorer ses résistances thermique et mécanique. Pour le cas médiéval, le creuset est un petit vase se refermant. Son volume est de +/- 250 ml. Au plus large sa panse s'inscrit dans un diamètre de 12 cm. Son ouverture est de 7 cm de diamètre.

Dans le cas antique, l'essentiel de notre préoccupation s'est concentré sur le choix du positionnement de l'arrivée de la soufflerie forcée, et la multiplication des essais. Nous avons ainsi privilégié un mode de montée en température conforme aux données archéologiques où cet air forcé arrive directement dans le creuset afin de faire fondre la masse de cuivre recouverte d'un lit de charbon de bois.

À l'inverse, dans le modèle médiéval, nous chauffons au charbon de bois depuis l'extérieur, jusqu'à obtenir un creuset rouge-orange. Ce n'est qu'une fois le creuset chaud que la matière est ajoutée.

Protocole expérimental 01a - couvercle

Le premier protocole en 2024 – conservant l'adjonction du minerai dans le cuivre fondu et une arrivée d'air forcée au-dessus du bain métallique – utilise un couvercle (hypothèse retenue) pour empêcher la production de fumées arséniées. Le processus, qui a été choisi, est le suivant : 1) bain de cuivre chaud

(sans oxydation) – 2) maintenir une couche de charbons incandescents – 3) plonger la charge de minerai dans le bain liquide avec une boule de cire de 20 g – 4) placer un couvercle sur le creuset – 5) après réduction de la charge, soulever le couvercle et homogénéiser par perchage.

Une seule étape a été réalisée lors de cette session 2024. Elle consiste à réaliser des lingots dans une lingotière. Nous avons expérimenté un alliage fait d'un cuivre métallique (200 g) et d'une charge de 22 g de minerai arsénié (maille non concassée d'arsénopyrite) combinée à une boule de cire de 20 g.

Réalisation des alliages du premier protocole 01a 2024

Le but de cette hypothèse est de créer un alliage sans produire de fumées (à partir d'un cuivre métallique et d'un fondant sous forme minérale).

Le couvercle n'a pas été découvert en contexte archéologique antique (Égypte-Soudan), mais il pourrait être une solution plausible pour le contexte archéologique médiéval. Un protocole 1b a donc été réalisé afin d'utiliser le couvercle, mais au moyen d'une autre montée en température pour maintenir l'alliage en fusion (cf. ci-dessous). La cire d'abeille n'a pas été découverte en contexte archéologique, mais elle pourrait être un adjuvant plausible en Égypte antique.

Les alliages ont été réalisés avec 3 doses d'arsénopyrite (1 creuset pour les opérations numérotées : 72-73-74).

Premières conclusions pour protocole 01a

Le couvercle confine bien le creuset, même si ce dernier n'a pas été luté pour créer un volume interne parfaitement hermétique, puisqu'aucune fumée n'est visible pendant la *cémentation m*. La soufflerie forcée a été coupée après la pose du couvercle. Le bain s'est, à chaque fois, complètement figé, entraînant une extraction forcée du lingot. Au moment où nous retirions le couvercle, une fumée bleue s'est tout de suite dégagée du creuset avec des fragments de minerai encore visibles à la surface du lingot (probablement réduit ou en cours de réduction).

Malgré l'échec de la phase de coulée, les alliages des expérimentations 73-74 contiennent entre 1.5 à 1.6 % d'arsenic. Seulement, l'utilisation combinée de la cire et d'un couvercle ne permet pas de distinguer le bénéfice et l'impact propre à chacun de ses deux facteurs. Le protocole 01b permet de faire cette distinction.

Protocole expérimental 01b - couvercle

La deuxième version du premier protocole en 2024 utilise un couvercle sans ajout de cire pour empêcher la production de fumées. C'est un mode que nous qualifions de médiéval par facilité, puisque nous n'avons pas identifié ni creuset, ni couvercle. Seul le fragment de lingot, nous guide. Le processus, qui a été choisi, est le suivant :

- 1) mise à température du creuset vide dans le four en trou de serrure. Le creuset est disposé sur 2 pilettes posées sur la sole percée. Par simple convection et combustion du charbon de bois les environnant, les pièces sont portées autour de 1000° (foyer autour de 1150°c, céramique à 900-1000°c : le contrôle est effectué à l'aide d'un pyromètre laser). La durée de cette préchauffe est de l'ordre de 30 minutes en débutant avec un four froid.

- 2) Le cuivre sous forme de lingotin est introduit dans le creuset vide. Immédiatement la charge de minerai est également déposée sur le cuivre solide. Le couvercle est repositionné.
- 3) Le four est maintenu à température (autour de 1100°C) par ajout de charbon selon les besoins
- 4) Après 20 minutes, à l'aide d'une tige en bois, un brassage est réalisé. Le bain est en formation. On ne note pas de dégagement de fumée.
- 5) Après encore 10 minutes, le creuset est extrait et la masse coulée dans un moule de sable de fonderie.

La compilation des données des 2 expériences est donnée dans le tableau ci-dessous

	Quantité de cuivre	quantité de arsénopyrite	Qualité du minerai	As disponible	Granulométrie	préchauffe	chauffe	Masse coulée
XP 01 CuAs	200 g	40 g	13% As	5,2 g	- de 3 mm	30 min	35 min	197,2 g
XP 02 CuAs	217,3 g	44,2 g	30% As	13 g	- de 3 mm)	30 min	35 min	213,9 g

Figure 37, données des expériences de fonte dans le four en trou de serrure



Figure 38, séquences de production du cuivre arsénié au four en trou de serrure –protocole 01b

(le mobilier, la coulée et les disques produits – XP01 à gauche, XP02 à droite)

Premières conclusions pour protocole 01b

Pour ce qui touche à l'approche expérimentale, ces deux essais sont concluants. La montée en température est aisée et on ne note pas de dégagement de fumée. La coulée se fait très facilement, le métal étant très fluide. Au refroidissement, la couleur des disques est de bon augure puisque le métal a pris une teinte blanche à argentée n'ayant plus rien à voir avec celle du cuivre initial.

Expérimentalement, le protocole apparaît simple et efficace.

Cependant à lire le tableau ci-dessus, il semble difficile de penser que nous avons créé un alliage puisque les masses de métal récupérées sont inférieures à celles de cuivre mises en jeu. Une première série d'analyses par pXRF indique cependant que le cuivre s'est bien allié, les dosages indiquant un taux d'arsenic autour de 2%.

Comme pour les autres échantillons d'alliages, une série d'analyse a été faite par MEB-EDS en mode global sous un agrandissement x100 avec un temps d'acquisition de 30 sec., une tension d'accélération de 20kV et un courant de sonde de 2nA. Chaque échantillon de d'alliage de cuivre issu d'un minerai pauvre ou riche a été analysé 3 fois. Les résultats sont ci-dessous :

Analyse	O	S	Fe	Cu	Zn	As	Sn	Pb	Total
minerai pauvre									
XP01_24_CuAs_1	0,45	1,21	1,66	91,78	0,77	4,06	0,07	0,00	100,00
XP01_24_CuAs_2	0,44	1,29	1,87	91,76	0,83	3,82	0,00	0,00	100,00
XP01_24_CuAs_3	0,4	1,14	1,8	91,43	0,96	4,27	0,00	0,00	100,00
	0,43	1,21	1,78	91,66	0,85	4,05	0,02	0,00	
minerai riche									
XP02_24_CuAs_scorie_1	0,4	1,95	3,28	86,74	1,09	6,52	0,00	0,00	100,00
XP02_24_CuAs_scorie_2	0,39	1,28	3,35	87,44	1,04	6,5	0,00	0,00	100,00
XP02_24_CuAs_scorie_3	0,37	1,33	3,57	86,81	0,88	7,04	0,00	0,00	100,00
	0,39	1,52	3,40	87,00	1,00	6,69	0,00	0,00	

Figure 39, analyses par EDS-MED du cuivre allié

Dans le cas de l'alliage formé à l'aide du minerai pauvre, il faudra réévaluer la qualité de notre minerai puisque nous estimions l'As disponible à 5,2 g. Il ne pouvait fournir un alliage au-delà de 2,5%. Or le bronze arsénié formé titre 4%. Notre minerai avoisinerait donc les 20% (et non 13%). Dans le cas du minerai riche, le résultat est cohérent. Surtout, il semble que la totalité de l'arsenic présent se soit allié puisque nous obtenons un alliage à 6,6%As.

Au-delà de ce résultat qui touche à la modélisation expérimentale, il faudra également s'interroger sur le taux de fer qui s'élève proportionnellement à l'arsenic. Travaillant à partir d'une arsénopyrite, sa présence n'a rien d'étonnant, mais la facilité avec laquelle il s'allie au cuivre interroge et ouvre de nouvelles perspectives non seulement en termes de dureté (cf rapport 2023), mais également en termes d'identification d'alliages archéologiques. Enfin, il faut signaler que le soufre ne se retrouve pas en grande quantité dans le métal et, par l'observation que nous avons pu faire sur les coupes, il ne provoque pas la formation d'inclusions. Celles-ci auraient un effet néfaste dans le cadre de la mise en forme de l'alliage. Cette question des inclusions devra par ailleurs être approfondie dans le cadre d'une étude spécifique.

Une interrogation devra être également portée sur la calibration de notre pXRF qui semble sous-doser la teneur en arsenic dans le minerai et les alliages. Cela montre encore une fois que l'on ne peut pas faire l'économie d'une approche archéométrique plus poussée, et que la pXRF reste une approche donnant une tendance et non un résultat définitif.

Protocole expérimental 02 - cire

Le deuxième protocole en 2024 – conservant l'adjonction du minerai dans le cuivre fondu et une arrivée d'air forcée au-dessus du bain métallique – privilégie une adjonction de la charge minérale dans un

amalgame cylindrique de cire (diamètre de la base de 5 cm et hauteur de 3 cm) afin de déposer en un seul acte, tout en diminuant la surface de contact (hypothèse retenue) afin d'empêcher la production de fumées arséniées. Le processus, qui a été choisi, est le suivant : 1) bain de cuivre chaud (sans oxydation) – 2) maintenir une couche de charbons incandescents – 3) plonger la charge de minerai dans le bain liquide avec une boule de cire de 20 g – 4) maintenir la soufflerie forcée allumée – 5) après réduction de la charge, homogénéiser par perchage.

Une seule étape a été réalisée lors de cette session 2024. Elle consiste à réaliser des lingots dans une lingotière. Nous avons expérimenté un alliage fait d'un cuivre métallique (200 g) et d'une charge de 22 g de minerai arsénié (maille non concassée d'arsénopyrite) combinée à une boule de cire de 20 g.

Réalisation des alliages du deuxième protocole 2024

Le but de cette hypothèse est également de créer un alliage sans produire de fumées toxiques. À l'instar de 2023, nous avons utilisé de la cire pour augmenter l'atmosphère réductrice, lors de l'adjonction de la charge minérale. La cire d'abeille n'a pas été découverte en contexte archéologique, mais elle pourrait être un adjuvant plausible en Égypte antique. Les alliages ont été réalisés avec 2 doses d'arsénopyrite (2 creusets pour les opérations numérotées : 75-76).

Premières conclusions pour protocole 02

La cire permet, grâce à son apport de carbone, de maintenir une partie de l'arsenic dans l'alliage (entre 0.8 et 1.2 %). Cela permet de confirmer les conclusions de 2023, tout en apportant un nouveau détail technique qui infirme l'apport calorifique de la cire. En effet, elle ne permet pas de maintenir le bain de cuivre liquide, ce qui est également le cas des expérimentations du protocole 1a. Il faut donc maintenir une soufflerie forcée pendant la *cémentation m*, ce qui entraîne qu'elle devrait se faire sans risquer d'intoxiquer les souffleurs.

Protocole expérimental 03 – cire et soufre

Le troisième protocole en 2024 tire les enseignements du protocole 02, en ajoutant un nouvel élément : le soufre. Si le soufre semble contre-intuitif au vu de son affinité avec le cuivre et du fait de son extraction en métallurgie primaire⁵⁴, il est néanmoins le seul élément présent dans les espaces de métallurgie secondaire à Ayn Soukhna.

Après l'adjonction de la charge minérale dans un amalgame cylindrique de cire (diamètre de la base de 5 cm et hauteur de 3 cm), une charge de soufre de 10 g a été ajoutée dans le creuset (hypothèse retenue) afin d'empêcher la production de fumées arséniées. Le processus, qui a été choisi, est le suivant : 1) bain de cuivre chaud (sans oxydation) – 2) maintenir une couche de charbons incandescents – 3) plonger la

⁵⁴ Plusieurs conjectures ont été émises lors de l'utilisation du soufre. Provoque-t-il une réaction violente dans le creuset ? Crée-t-il systématiquement une matte, ce qui induit des pertes, que nous devrions retrouver en fouille (dans les zones de rejet à la suite de son écumage ou dans les creusets archéologiques à la suite de sa retenue par un tesson laitier) ? La matte aurait-elle été jetée, traitée ou recyclée ? La présence de matte serait-elle compatible avec les données archéologiques ? Quelles traces archéologiques résulteraient de l'utilisation du soufre lors de la production de l'alliage arsénié, outre la présence probable de matte ? Quelle réaction ou quelle action entrent en jeu par rapport au bain de cuivre et à la réduction du minerai arsénié ? Réduit-il la tension superficielle de l'alliage en fusion, rendant ce dernier plus fluide ? Quel moment est-il le plus propice pour l'ajouter au bain de cuivre (nous avons choisi juste après l'adjonction du minerai arsénié) ?

charge de minerai dans le bain liquide avec une boule de cire de 20 g – 4) ajouter des fragments de soufre – 5) maintenir la soufflerie forcée allumée – 6) après réduction de la charge, homogénéiser par perchage.

Une seule étape a été réalisée lors de cette session 2024. Elle consiste à réaliser des lingots dans une lingotière. Nous avons expérimenté un alliage fait d'un cuivre métallique (200 g) et d'une charge de 22 g de minerai arsénié (maille non concassée d'arsénopyrite) combinée à une boule de cire de 20 g, suivi par un ajout de 10 g de fragments de soufre.

Réalisation des alliages du troisième protocole 2024

Le but de cette hypothèse est également de créer un alliage en limitant le dégazage. Nous avons utilisé deux charges (cire et soufre) pour « augmenter » l'atmosphère réductrice, lors de l'adjonction de la charge minérale. Les alliages ont été réalisés avec 2 doses d'arsénopyrite (1 creuset pour les opérations numérotées : 79-80).

Premières conclusions pour protocole 03

Malgré la présence d'une soufflerie forcée pendant la *cémentation m* et la présence du soufre, le bain a continué à se figer, obligeant de refondre l'alliage (environ 10 min). De plus, l'incorporation d'arsenic est négligeable, alors que les scories en sont encore riches. La seule amélioration visible est une diminution des fumées lors de la *cémentation m*. Ce nouvel indice pousse à proposer une nouvelle hypothèse de recherche, celle d'utiliser le seul élément présent sur le site d'Ayn Soukhna sans la cire.

Protocole expérimental 04 - soufre

Le quatrième protocole en 2024 privilégie l'utilisation uniquement des données archéologiques présentes à Ayn Soukhna⁵⁵, en contexte de métallurgie secondaire. Ce protocole a également l'avantage d'être le plus facile à mettre en place.

Après l'adjonction de la charge minérale, une charge de soufre (quantité variable) a été ajoutée dans le creuset (hypothèse retenue) afin d'empêcher la production de fumées arséniées. Le processus, qui a été choisi, est le suivant : 1) bain de cuivre chaud (sans oxydation) – 2) maintenir une couche de charbons incandescents – 3) plonger la charge de minerai dans le bain liquide – 4) ajouter une charge de soufre – 5) maintenir la soufflerie forcée allumée – 6) après réduction de la charge, homogénéiser par perchage.

Une seule étape a été réalisée lors de cette session 2024. Elle consiste à réaliser des lingots dans une lingotière. Nous avons expérimenté un alliage fait d'un cuivre métallique (200 g) et d'une charge de 22 g de minerai arsénié (mailles non concassée et concassée d'arsénopyrite), suivi par un ajout de 20-40-60 g de fragments de soufre.

Réalisation des alliages du quatrième protocole 2024

Le but de cette hypothèse est également de créer un alliage sans produire de fumées. Nous avons utilisé deux sources minérales d'arsénopyrite.

Les alliages ont été réalisés avec 6 doses d'arsénopyrite (4 creusets pour les opérations numérotées : 81-82-88-91-92-93).

⁵⁵ VERLY 2024.



Adjonction d'arsénopyrite et de soufre dans le bain liquide de cuivre



Cémentation m



Diminution de la quantité de fumées, présence de flammes jaune-vert



Coulée de l'alliage, conservant le bain liquide

Figure 40, séquence de production du protocole 04

Premières conclusions pour protocole 04

Ce protocole a permis d'emblée d'observer deux changements par rapport à toutes les expérimentations précédemment faites : une absence de fumées bleues grâce au lit de soufre liquide flottant sur le bain de cuivre et le maintien du bain liquide même après l'adjonction de la plus lourde charge de minerai arsénié.

Le soufre permettrait de presque supprimer la présence de fumées. Ce point est très important puisqu'il rend possible une métallurgie, confinée dans un atelier, utilisant soit le souffle anthropique en antiquité comme base de l'apport de l'oxygène via des cannes à souffler soit l'effort mécanique anthropique pour actionner les soufflets médiévaux (n'oublions pas la possibilité d'utiliser un couvercle pour obtenir aussi une absence de fumées arséniées), sans présenter de risque à courts et à moyens terme pour les métallurgistes.

Le fait de dire qu'il y a une conservation d'un bain liquide après l'ajout du minerai, tout en maintenant une soufflerie forcée, vient de l'utilisation de cette dernière pendant un temps extrêmement court (entre 1 minute et 2 minutes) qui ne semble pas influencer un changement de phase. Ce laps de temps court est requis pour mettre les charges de soufre et probablement pour apporter l'oxygène qui provoque la réaction exothermique du soufre⁵⁶. Il semblerait que l'élément clef pour maintenir le bain liquide est

⁵⁶ Le pouvoir calorifique moyen du « bois » est de 21.7 MJ/kg, celui du « charbon de bois » est entre 28 à 33 MJ/kg. Le soufre a un pouvoir calorifique de 9,163 MJ/kg (587,34 kJ/mol) (LALLEMAND 2013.). Le point de fusion

donc bien le soufre, permettant de mettre des charges minérales arsénées variables (nous avons expérimenté au maximum 22 g). Il faudrait donc continuer de souffler pour favoriser la réaction exothermique du soufre et qui en s'associant avec l'oxygène n'a pas la possibilité de s'associer avec le cuivre (jusqu'à une certaine dose de soufre – cf. ci-dessous).

Concernant le couleur des flammes, la couleur de la flamme de l'arsenic est bleue (ce qui a été plutôt constaté en expérimentation dans la fumée quand nous n'utilisons pas de soufre). La couleur de la flamme du soufre est bleue, ce qui a été occasionnellement observé (surtout quand les XP 91-92-93 utilisent 40 g et 60 g de soufre). À sa place, de visibles flammes jaune-vert pourraient peut-être provenir de la combustion du fer et du cuivre (qui sont associés au soufre). Les analyses p-XRF montrent qu'en présence d'une charge supérieure à 20 g de soufre (donnée à préciser) une matte surnageant le bain de l'alliage ou des dépôts importants de *crucibles slag* sont produits. Comme souvent avec toutes réactions chimiques, il s'agit avant tout d'une question de proportion favorisant soit un confinement de l'arsenic soit un excès de matte. Les analyses indiqueraient aussi que la quantité de fer dans l'alliage serait inversement proportionnelle à la quantité de soufre utilisé (XP88 : 1.53% de fer pour 20 g de soufre – XP91 : 1.29% de fer pour 40 g de soufre – XP92 : 0.823% de fer pour 60 g de soufre – XP93 : 0.471% de fer pour 40 g de soufre).⁵⁷

De futures analyses devraient définir les éventuels autres rôles du soufre qui pourraient favoriser la création d'un alliage, en plus de l'apport calorifique. Comme attendu, un ajout trop important de soufre provoque la création d'une matte, en s'associant avec le cuivre au détriment de l'arsenic, qui surnage sur l'alliage de cuivre-arsenic. L'expérimentation XP92, par une utilisation de 60 g de soufre⁵⁸, a produit 30 g de « scories-*crucible slags* » et une matte grise⁵⁹ qui s'est déposée au-dessus du lingot coulé. Un excès de soufre (au-delà de 20 g) induit la production de « scories-*crucible slags* » qui se déposent dans le creuset. Cette importante déposition n'est pas visible dans les creusets archéologiques. À titre indicatif, l'utilisation de 40 g de soufre induit 50 g de scorie (XP93), sans matte (il faudrait 60 g), alors que les expérimentations avec 10 g ou 20 g ne produisent pas (ou très anecdotiquement) des scories (XP81-82-88), correspondant aux données archéologiques⁶⁰. Il est intéressant de noter que certaines coulures ou dépôts de *crucible slags* présents sur des creusets archéologiques pourraient être un sous-produit de l'alliage. Pourrions-nous en déduire dans certains cas une utilisation de soufre et d'arsénopyrite pour produire l'alliage arsénié ?

Un autre argument en faveur de l'utilisation du soufre est l'augmentation du taux d'arsenic dans les alliages. Avec 10 g de soufre (Xp81-82), le taux semble stable et reproductible. Cela serait la première fois qu'un protocole apporterait une certaine constance. L'XP82 a réussi à faire un alliage avec 1.43 % d'arsenic à partir d'arsénopyrite « type 2023 », en sachant que le potentiel théorique de ce minerai est de ?? %. Le protocole 04 permettrait un rendement de ?? %. Avec 20 g de soufre (XP88), le taux a atteint 3.58% par rapport à un potentiel de 4.3% (rendement de 83% - arsenic provenant de chine).

du soufre est de 115,21 °C, son point d'ébullition de 444.61 °C, son enthalpie de fusion est de 1.7175 kJ·mol⁻¹ et sa température critique est à 1041°C (LIDE 2009.). L'enthalpie de réaction de la combustion du soufre avec l'oxygène (ce qui induit de maintenir la soufflerie forcée) donne une enthalpie molaire standard de formation à 298,15 K de -296,81 kJ·mol⁻¹ (données thermodynamiques pour le dioxyde de soufre gazeux). Cette réaction est donc exothermique. L'enthalpie molaire standard de formation du dioxyde de soufre liquide est aussi exothermique (à 298,15 K, elle vaut -320,6 kJ·mol⁻¹).

⁵⁷ Les expérimentations de 2022-2023 ne semblent pas présenter un lien entre le taux de fer et la quantité de cire utilisée.

⁵⁸ À partir de 40 g de soufre, l'atmosphère devient irrespirable dans l'atelier, ce qui rend également ce choix critique.

⁵⁹ La composition de la matte est de 88.71% de Cu, 0.529% d'As et 10.43% de Fe (analyse p-XRF de l'XP92).

⁶⁰ RADEMAKERS *et al.* 2023 ; VERLY 2024.

Une maille, concassée ou non concassée, sera à définir en fonction des données archéologiques pour un futur protocole 2025 afin de correspondre à la morphologie et aux aspects *des crucible slags*. En utilisant le même minerai (arsénopyrite de chine), une maille non concassée (XP88) favoriserait un taux d'arsenic plus important qu'avec une maille concassée (XP91-92-93). Il faut néanmoins tenir compte que le poids en soufre est à chaque fois variable.

Protocole expérimental 05 – refonte et enrichissement

En 2023, les analyses p-XRF semblaient indiquer une perte d'As et de Fe. Deux protocoles ont donc été menés : 05a pour vérifier cette perte et 05b également pour voir si un enrichissement lors de la refonte est possible.

Pour l'XP83, le protocole 05a est le suivant : 1) utiliser l'alliage de XP75 pour le fusionner – 2) couler un nouveau lingot, dès que la fonte est acquise – 3) homogénéiser par perchage.

Pour l'XP84, le protocole 05b est le suivant : 1) utiliser l'alliage de XP76 pour le fusionner – 2) maintenir une couche de charbons incandescents – 3) plonger la deuxième charge de minerai d'arsénopyrite 2023 (22 g) dans le bain liquide – 4) ajouter une charge de soufre (20 g) – 5) maintenir la soufflerie forcée allumée – 6) après réduction de la charge, homogénéiser par perchage.

Réalisation des alliages du cinquième protocole 2024

Les alliages ont été réalisés avec 1 dose d'arsénopyrite (1 creuset pour les opérations numérotées : 83-84).



84 : adjonction d'arsénopyrite et de soufre dans le bain liquide de cuivre



84 : Cémentation m



84 : diminution de la quantité de fumées, présence de flammes jaune-vert



84 : coulée de l'alliage, conservant le bain liquide

Figure 41, séquence de production selon le protocole 05

Premières conclusions pour protocole 05

Le protocole 05a a bien permis de confirmer les premières observations de 2023. Les données p-XRF de XP75 (premier alliage) sont 98,1 % Cu, 1,19 % As, 0,651 % Fe. Les données p-XRF de XP83 (refonte de 75) 98,12 % Cu, 0,764 % As, 0,372 % Fe. Il y a donc bien une perte d'arsenic et de fer d'environ 40 %, ce qui correspond au niveau mesuré en 2023.

Le protocole 05b montre qu'un enrichissement d'un alliage préexistant avec de l'arsénopyrite est possible. Ce protocole est important, car il représente un acte métallurgique qui a toujours existé. Il s'agit d'être en possibilité de recycler tout en ayant la possibilité d'enrichir à l'œil le bain ou de compenser la fluidité d'un bain qui ne satisfait pas, induisant d'avoir à portée de main le second minerai grâce à un stock bien achalandé au sein de l'atelier. Les données p-XRF de XP76 sont 98,67 % Cu, 0,855 % As, 0,365 % Fe. Les données p-XRF de XP84 (76) sont 97,74 % Cu, 1,4 % As, 0,246 % Fe. Il y a donc une incrémentation de 63.7 % d'As et une perte de 32.6 % de Fe (à cause de l'utilisation du soufre, cf. protocole 04). La perte serait cohérente par rapport aux données du protocole 05a.

Premières conclusions pour 2024

Les trois sessions expérimentales ont permis de réaliser 93 *cémentations m* dont seules les six dernières (XP81-82-88-91-92-93) qui suivent le protocole 04 avec du soufre pourraient permettre la création d'un alliage reproductible, en confinent l'arsenic dans le bain de cuivre liquide, avec un haut rendement et sans présence de fumées toxiques. Notons en outre que les 2 essais conduits à l'aide d'un couvercle dans le four en trou de serrure de type médiéval, ont été couronnés de succès et semblent indiquer une voie potentielle pour la production de ce type d'alliage.

5 Étude taphonomique 2022-2024

Afin de comprendre les analyses effectuées sur les fours de préchauffe lors des fouilles d'Ayn Soukhna permettant de détecter d'éventuelles pollutions liées au processus de création de l'alliage volontaire à l'arsenic, des analyses p-XRF ont été faites pour comparer le four expérimental 2022-2023 aux fours archéologiques.

Cette problématique, abordée par une approche taphonomique du four expérimental, provient d'une constatation faite en fouille. Les fours de préchauffe d'Ayn Soukhna utilisés pour la réalisation des alliages arséniés⁶¹ ne présentent aucune trace d'arsenic. Cet élément récurrent est étrange puisque la production de l'alliage – même maîtrisée (cf. protocole 04) – aurait dû laisser des enrichissements.

Le four de fusion expérimental 2022-2023 présente, en effet, une pollution à l'arsenic à l'intérieur et à l'extérieur de celui-ci, ainsi que sur le sol de l'atelier, à la suite de deux sessions expérimentales (différents protocoles dont ceux très polluants de 2022-2023 qui n'utilisent pas de soufre). Ces pollutions ont été enregistrées par p-XRF à la fin des deux sessions. Afin de se conformer aux conditions taphonomiques des fours d'Ayn Soukhna, le four expérimental a aussi été laissé à l'air libre pendant six mois (essentiellement en hier). De nombreuses pluies lors de ces six mois ont pu simuler les *waterflashes* du désert oriental égyptien, qui arrosent depuis 4000 ans les fours archéologiques. Une dernière séance d'analyse p-XRF a donc quantifié les modifications des teneurs de pollutions présentes sur les différentes surfaces du four expérimental.

⁶¹ Le processus de création volontaire de l'alliage arsénié est bien attesté dans les *crucible slags* des creusets d'Ayn Soukhna (analyses réalisées par Frederik W. Rademakers - VERLY 2024.). Ces creusets, qui étaient mis à préchauffer dans les fours, auraient dû émettre des fumées arséniées. Dès lors, ces fumées auraient dû déposer des pollutions arséniées sur les parois des fours.

Ces trois séances d'analyse permettent de comprendre la disparition de la présence d'arsenic sur les fours archéologiques. En effet, les surfaces non vitrifiées⁶² du four expérimental – exposées à l'eau de ruissellement ou de pluie – perdent entre 60 à 99% de l'arsenic qui était présent dans les dépôts de pollution. Les taux des pertes sont variables en fonction de la quantité d'eau, de son impact (soit sous forme de pluie soit sous forme de ruissellement) et de la position de la surface exposée.⁶³

En seulement six mois, une quantité importante de l'arsenic – non emprisonné dans une vitrification – a donc été lessivée dans le sol (phénomène qui a été également quantifié par Younes *et al.*⁶⁴ dans les carottes de sédiments provenant du sous-sol au niveau du port de Khéops⁶⁵, aux pieds des grandes pyramides). Ce phénomène permet enfin d'expliquer l'absence d'arsenic dans les fours expérimentaux, rendant la tâche d'interprétation des processus mis en œuvre et des structures de production encore plus difficiles. Les creusets sont donc vraiment importants pour affiner et mettre en avant des processus de production d'alliage.⁶⁶

6 Les propriétés du bronze arsénié

La première propriété pour la fusion de l'alliage est une diminution du point de fusion en fonction de la teneur en arsenic⁶⁷. Cette propriété est utilisée indirectement en métallurgie égyptienne puisque le cuivre est toujours amené seul à la température de fusion (1200 °C⁶⁸), puis l'alliage est réalisé (sauf en cas de recyclage).⁶⁹ Cette propriété pourrait donc être utilisée durant l'Antiquité égyptienne, non pour diminuer le point de fusion, mais pour compenser la perte de température⁷⁰ lors de l'adjonction du minerai arsénié dans le bain de fusion et lors des manipulations de coulée. Une des propriétés est une augmentation de la coulabilité de l'alliage (même pour des alliages inférieurs à 0,5 %) par rapport au cuivre pur, mais également par rapport à l'alliage cuivre-étain. Le jet de coulée de l'alliage arsénié est également plus fluide, plus longtemps ; la surface des lingots en moule monovalve est plus plate (il n'y a pas d'effets de vagues (comme la surface des coulées de lave) ; phénomène fréquent pour les coulées monovalves en cuivre) et le refroidissement est bien plus lent. Ces données empiriques, appréciées par une pratique de 22 ans en archéologie expérimentale, sont difficilement mesurables et demanderont encore de nombreuses coulées afin de le prouver scientifiquement. Il sera aussi intéressant de déterminer si l'arsénopyrite offre bien une meilleure coulabilité que l'orpiment. Actuellement, nous sommes confrontés à un autre problème de coulée qui demandera d'autres sessions expérimentales afin de contrecarrer un dégazage violent dans le moule bivalve en grès. En effet, il semblerait que l'adjonction d'arsenic augmenterait le dégazage lors de la coulée par rapport à du cuivre pur ou un alliage avec de l'étain. Les artefacts coulés sont « perforés de bulles », dépassant les accidents de rochage en termes de volume, les rendant complètement inutilisables.⁷¹ Il faut mettre au crédit de l'étain un comportement

⁶² Les analyses effectuées dans les creusets d'Ayn Soukhna présentent des traces d'arsenic quand le support est vitrifié permettant d'emprisonner l'arsenic dans une matrice.

⁶³ Des emplacements situés à la même hauteur et aux mêmes conditions taphonomiques perdent le même pourcentage d'arsenic.

⁶⁴ YOUNES *et al.* 2024.

⁶⁵ TALLET 2021.

⁶⁶ RADEMAKERS *et al.* 2023 ; RADEMAKERS *et al.* 2018a.

⁶⁷ JUNK 2003, p. 19-26.

⁶⁸ Nous parlons de température empirique de 1200 °C (données expérimentales), car la température théorique est de 1083 °C, mais d'une part, les conditions atmosphériques (HP-BP) influencent la montée en température de la structure de chauffe et d'autre part, la centaine de degrés supplémentaire compense la perte calorifique lors des manipulations de coulées (qui sont plus longues qu'en fonderie moderne, puisqu'il faut percher, écumer le charbon et le laitier, retenir le laitier (bâton ou tessou laitier) et manipuler le creuset dans l'atelier).

⁶⁹ VERLY *et al.* 2022.

⁷⁰ Tout en tenant compte que l'adjonction de minerai arsénié au bain de cuivre refroidit de façon conséquente la poche métallique.

⁷¹ Contrairement à un alliage à l'étain, l'alliage arsénié à partir d'arsénopyrite ou d'orpiment continue plus fortement à dégazer dans le moule. Nous n'avions mis qu'un événement — au niveau du tranchant du ciseau — ce qui n'a pas suffi ; alors que le même événement aurait été suffisant pour un alliage à l'étain.

beaucoup plus stable avec des phénomènes de rochage localisé et facilement maîtrisable. Ou, il serait plus juste de dire que nous apprenons une nouvelle technique qui demande des pratiques encore inconnues et probablement une augmentation significative du nombre et du diamètre des événements dans les moules bivalves en grès.⁷² Ce souci de solidité a été également observé par Budd et Ottaway⁷³, lors de coulées au sable⁷⁴ d'alliages jusqu'à 11,7 % d'arsenic. Les artefacts sont particulièrement spongieux. Les pores présentent une forme sphérique et semi-sphérique qui est caractéristique de la porosité due au gaz. D'autres recherches rapportent qu'un ajout de 0,5 % d'arsenic au cuivre permet d'éviter la porosité, même lorsque la coulée se fait dans des conditions oxydantes.⁷⁵ Néanmoins même dans des conditions réductrices, Hanson et Marryat ont signalé des difficultés pour obtenir des coulées parfaitement « propres » d'alliages de cuivre avec 1 % d'arsenic et une très faible teneur en oxygène. Il semblerait qu'avec une augmentation de la teneur en oxygène, cette difficulté disparaîtrait dans une large mesure.⁷⁶ Cette particularité de l'alliage arsénié sera un futur axe de recherche parce que les coulées des artefacts antiques retrouvés dans les divers contextes de fouilles (Ayn Soukhna et Wadi el-Jarf) ne présentent ni bullage ni rochage que cela soit sur la surface de la peau ou dans la masse des outils (rendant les outils parfaitement opérationnels si ces conditions sont respectées).

Si des alliages cuivre-arsenic sont fondus dans des conditions oxydantes, il y a une perte d'arsenic par évaporation. En laboratoire, McKerrell et Tylecote ont constaté une perte (absolue) de 1 % d'arsenic après deux fusions (espacés par un refroidissement) d'un alliage titrant initialement 9,7 % d'As. Ils ont interprété la perte d'arsenic, comme une dissolution de l'oxygène dans le métal, suivie d'une réaction avec l'arsenic et de sa volatilisation subséquente. En revanche, dans une atmosphère réductrice, grâce à une couche de charbon de bois, aucune perte d'arsenic n'a été mesurée par Budd et Ottaway⁷⁷. Cependant, pendant la coulée, le jet est en contact avec l'air (condition oxydante), ce qui rend la perte d'arsenic probable mais limitée⁷⁸.

Il existe une dernière propriété pour la fusion. Lors du refroidissement, les alliages cuivre-arsenic ont tendance à la ségrégation⁷⁹. Le diagramme de phase d'équilibre cuivre-arsenic montre que la solidification a lieu pendant un grand intervalle de température (ce qui a aussi été remarqué en expérimentation). La solidification peut se faire hors équilibre, souvent sous une forme dendritique. En cas de ségrégation, le centre des dendrites est enrichi de cuivre avec le point de fusion le plus haut ; alors que l'extérieur contient davantage de fondant avec le point de fusion plus faible. En métallographie, il est possible de faire la différence entre le cuivre sans arsenic et celui qui contient 0,2 % d'As.⁸⁰ En raison de la diffusion lente de l'arsenic dans le cuivre, les dendrites sont toujours visibles même après plusieurs

⁷² Il y a les exemples des moules en pierre de Tell el-Dab'a (PHILIP, COWELL 2006.). Nous avons coulé dans un moule « au sable » un alliage très riche en orpiment avec des événements conséquents qui a produit deux ciseaux sans aucun rochage.

⁷³ BUDD, OTTAWAY 1991.

⁷⁴ En outre, Budd et Ottaway n'ont pas pu observer de relation entre la quantité d'arsenic et la solidité générale des coulées (nos premiers tests montreraient le contraire et la nature du minerai arsénié aussi). Dans ce cas, le problème peut plutôt être attribué à une décomposition du liant dans les moules en sable utilisés. En 2002, les deux seules coulées (alliage cuivre et orpiment à plus de 8 %) au sable, que nous avons mené expérimentalement, ont donné de très bons résultats parce que nous avons augmenté le volume du système événement. Par rapport aux 39 premières restitutions, il faut noter que la soufflerie forcée ne va pas dans le creuset et que la masse de charbon est plus épaisse, rendant l'atmosphère plus réductrice ; ainsi qu'un temps laissé à la *cémentation* « m » plus long (5 minutes).

⁷⁵ ZWICKER 1991.

⁷⁶ HANSON, MARRYAT 1927.

⁷⁷ BUDD, OTTAWAY 1991.

⁷⁸ BUDD, OTTAWAY 1991.

⁷⁹ La ségrégation est l'enrichissement en certains atomes, ions ou molécules d'un alliage dans une région spécifique du matériau dont la taille peut aller de quelques nanomètres à plusieurs microns. Il s'agit de la séparation partielle de diverses parties homogènes d'un alliage et la formation d'hétérogénéité dans sa composition chimique qui se produit lors du refroidissement par solidification ou lors d'un traitement thermique.

⁸⁰ SCHIMMEL 1930.

cycles de recuit.⁸¹ Il y a une formation de la phase intermétallique Cu₃As entre les dendrites riches en cuivre (à partir de 2,52 à 7,25 % pour Hanson et Marryat⁸² ; 3 % d'arsenic pour Ravic et Ryndina⁸³ ; 2 % d'arsenic pour Northover⁸⁴ et 1 % d'arsenic pour Budd⁸⁵). Enfin trois dernières propriétés peuvent être évoquées. Premièrement, l'arsenic agit comme désoxydant, réagissant avec l'oxygène dans le métal chaud pour former des oxydes arsénieux qui s'évaporent et s'échappent du métal en fusion. Si une grande quantité d'oxygène est dissoute dans le cuivre liquide, le refroidissement de ce dernier amène une ségrégation intergranulaire d'oxyde de cuivre aux joints de grains et réduit fortement la ductilité du produit final.⁸⁶ Deuxièmement, le cuivre arsénié réagit mieux à l'érouissage que le cuivre pur, et permet donc de former des lames et des haches plus efficaces pour couper. La capacité d'érouissage augmente avec le pourcentage d'arsenic, et l'érouissage est réalisable dans une large gamme de température sans peur de fragilisation⁸⁷. Les propriétés améliorées du bronze arsénié peuvent être constatées dès 0,5 à 2 % en masse d'arsenic, avec une augmentation de 10 à 30 % de la dureté et de la tension de rupture.⁸⁸ Troisièmement, ajouté dans des proportions convenables, l'arsenic peut amener une brillance argentée au produit manufacturé. « On a trouvé des dagues de bronze arsénié dans le Caucase, ainsi que d'autres artefacts en provenance de différentes régions, présentant une couche superficielle riche en arsenic qui pourrait tout à fait résulter du choix délibéré des forgerons de l'époque. Les cloches mexicaines étaient aussi fabriquées en cuivre, avec suffisamment d'arsenic pour leur donner un aspect argenté. »⁸⁹

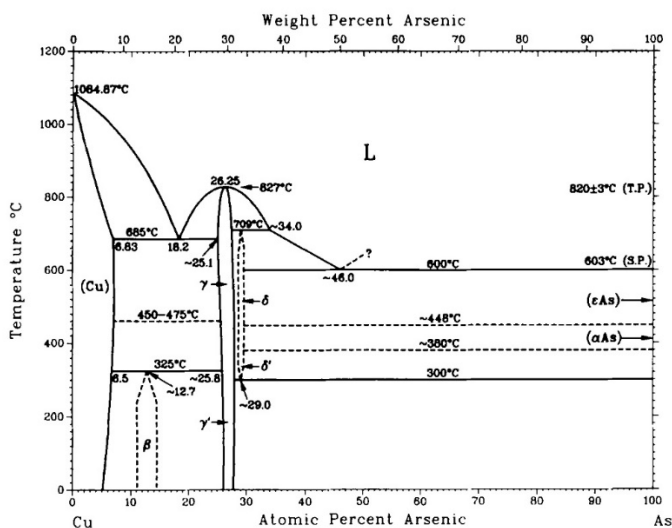


Figure 42, diagramme de phase d'équilibre du système Cuivre-Arsenic.

Dans le cas de co-réduction de minerais de cuivre avec des minerais oxydés contenant de l'arsenic, de l'antimoine et du nickel, Pollard⁹⁰ *et al.* ont démontré que les teneurs d'arsenic dans le cuivre dépendent

⁸¹ SCHIMMEL 1930.

⁸² HANSON, MARRYAT 1927.

⁸³ RAVIC, RYNDINA 1984.

⁸⁴ NORTHOVER 1989.

⁸⁵ BUDD 1990.

⁸⁶ Lechtman, Heather, « Arsenic Bronze : Dirty Copper or Chosen Alloy? A View from the Americas », *Journal of Field Archaeology*, vol. 23, no 4, 1996, pp. 477-514.

⁸⁷ J. A. Charles, « Early Arsenical Bronzes — A Metallurgical view », *American Journal of Archaeology*, vol. 71, no 1, janvier 1967, p. 21-26.

⁸⁸ Lechtman, Heather, « Arsenic Bronze : Dirty Copper or Chosen Alloy? A View from the Americas », *Journal of Field Archaeology*, vol. 23, no 4, 1996, pp. 477-514.

⁸⁹ Lechtman, Heather, « Arsenic Bronze : Dirty Copper or Chosen Alloy? A View from the Americas », *Journal of Field Archaeology*, vol. 23, no 4, 1996, pp. 477-514

⁹⁰ POLLARD *et al.* 1991.

de la température de réduction (cf. ci-dessous : variation des teneurs des impuretés). En atmosphère réductrice, le cuivre est obtenu dès 700 °C avec uniquement des traces d'antimoine et d'arsenic (il faut dépasser les 1000 °C pour que les oxydes de nickel soient réduits). Pour une incorporation plus importante de l'arsenic, il faut que le cuivre soit sous sa forme liquide.⁹¹ Ces données analytiques confirment que le meilleur moment pour introduire le minerai arsénié est dans un bain de fusion du cuivre. La perte de température occasionnée par cette introduction d'un matériel froid (température ambiante) est partiellement compensée par l'effet du fondant qui fait descendre le point de fusion de l'alliage (cf. ci-dessus : diagramme de phase Cu-As). Le mérite revient aux métallurgistes antiques qui ont pu, par empirisme, déterminer ce moment critique (fusion du cuivre) pour l'adjonction de minerai arsénié.

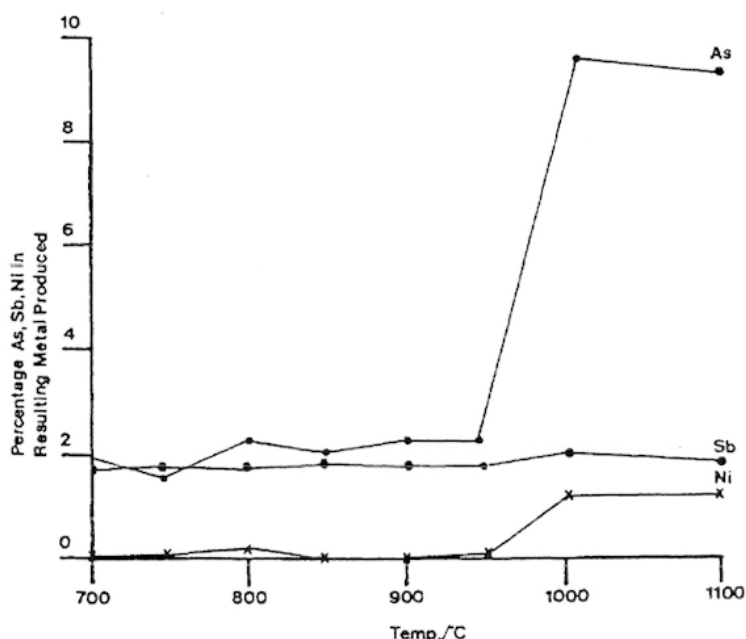


Figure 43, variation des teneurs des impuretés dans du cuivre en fonction de la température de réduction.

(Réduction expérimentale de trois différentes charges contenant soit 10 % As, soit 2 % Sb, soit 2 % Ni (en masse), obtenues par mélange de malachite ($\text{Cu}_2(\text{CO})_3(\text{OH})_2$) avec soit de l'olivénite ($\text{Cu}_3\text{AsO}_4(\text{OH})_3$), soit de l'oxyde d'antimoine Sb_2O_3 , soit de l'oxyde de nickel NiO. (Pollard et al.))

Les informations qui suivent proviennent de l'article de Mödlinger *et al.*⁹² Ils aimeraient travailler sur les alliages arséniés préhistoriques afin de déterminer si l'arsenic se volatilise lors d'une exposition prolongée à une température. Il y a en effet une perte de masse non-linéaire de l'alliage expérimental qui a été caractérisée par des analyses thermiques différentielles (DTA) et des analyses thermogravimétriques (TGA), en atmosphère réductrice. En comparant les résultats expérimentaux aux calculs thermodynamiques et aux données de la littérature, les pertes de poids ne seraient pas uniquement dues à la perte élémentaire d'arsenic.

Les auteurs soulignent que l'interprétation de ces pertes, lors du recyclage, est complexe :

⁹¹ MILLE, BOURGARIT 2000.

⁹² MÖDLINGER *et al.* 2019.

« Nevertheless, several studies within the last few years have broadly addressed the issue of artifact compositional change with linear elemental loss models, and an assumed static element behavior to explain and identify chemical patterns in artifacts throughout Europe.⁹³ For example, it has been suggested that arsenic and other element losses are gradual and easily predictable by creating categories of “present” and “absent” elements. These categories require the use of predefined element cut-off percentages as constants (e.g., 1% arsenic and silver, or, as in (Bray et al. 2015), 0.1% after mathematical removal of any major alloying elements present and renormalization) in order to create a basis from which to work and draw conclusions. This approach does not consider the behaviorally influencing effects of both alloyed and trace elements, nor does it address primary and secondary processing, which can greatly influence the distribution of elements in a final product (e.g., segregation during solidification, interaction with a reducing or oxidizing atmosphere). Also, it does not consider the changes induced by recycling of metals with different chemical and isotopical composition, which excludes the possibility to reconstruct any “metal flow” (on the opposite, if metals from the same source were mixed, useful information can be gained). Inconsistent heat distribution and varying accompanying materials were also not considered.⁹⁴

A variety of factors can influence the loss of elements during the recycling, and reuse and working, of an alloy in order to best facilitate the decipherment of possible recycling patterns, and of “metal flow”. As discussed, we have measured the mass loss of arsenic from arsenical copper using thermogravimetric analyses (TGA). These data are in agreement with the loss behaviors described by past thermodynamic modeling in a controlled environment. This work supports past research into archeologically relevant alloy modeling⁹⁵ shows one aspect, of many possible influences, aimed towards understanding ancient recycled metal elemental change. Thermodynamics in metallurgy have long been used for chemical modeling and to understand the reactions during recycling of copper-based alloys.⁹⁶

It is important to note that we explore in our experiments elemental arsenic loss under reducing atmosphere (all experiments were carried out under argon); hence, we do not assess arsenic loss under oxidizing conditions (such as the formation of arsenic oxides, or as it happens when sulfidic ores containing arsenic are roasted). Arsenic losses are much lower under reducing atmosphere, while higher losses appear under oxidizing atmosphere. But since the exact conditions during prehistoric recycling are unknown, and may well alternate from oxidizing to reducing atmosphere, we preferred to study the loss of arsenic under the “more difficult” reducing atmosphere in the following. »⁹⁷

⁹³ P. BRAY *et al.* 2015 ; P.J. BRAY, POLLARD 2012 ; POLLARD, P. BRAY 2014 ; POLLARD, P.J. BRAY 2015 ; POLLARD *et al.* 2014.

⁹⁴ HAUBNER *et al.* 2017 ; JOCHUM-ZIMMERMANN *et al.* 2004 ; MCKERRELL, TYLECOTE 1972 ; MÖDLINGER, SABATINI 2016.

⁹⁵ MÖDLINGER, SABATINI 2016 ; SABATINI 2015.

⁹⁶ VOISIN 2012 ; YAZAWA, NAKAZAWA 1998.

⁹⁷ MÖDLINGER *et al.* 2019, p. 134.

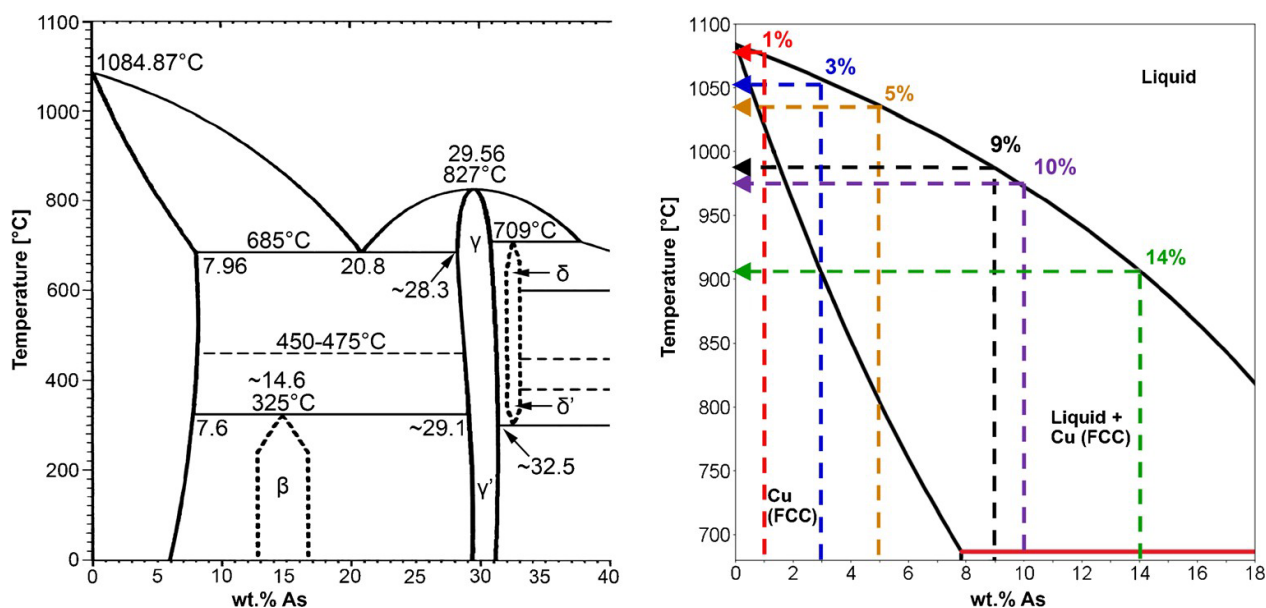


Figure 44, diagramme de phase Cu-As.

(À gauche, le diagramme de phase Cu-As d'après (Subramanian et Laughlin 1988). À droite, partie agrandie du diagramme de phase, tel qu'il a été calculé avec le logiciel ThermoCalc®.⁹⁸)

7 Premières conclusions

En conclusion, « l'ajout d'arsenic pur au cuivre fondu entraîne une perte directe d'environ 10 % d'arsenic dans l'alliage. Les calculs thermodynamiques de Mödlinger et Sabatini⁹⁹ suggèrent (ensuite) que l'évaporation de l'arsenic d'une fusion Cu-As est faible, principalement en raison de la bonne liaison de l'arsenic au cuivre. L'arsenic s'évapore de préférence pendant la solidification, et moins pendant la fusion et la manipulation de la matière fondue. La perte d'arsenic n'est pas linéaire et semble être plus élevée à la fin de la solidification. Afin d'évaluer la perte d'arsenic pendant les activités de recyclage préhistoriques (qui n'est pas évalué dans cet article), il faut également prendre en compte d'autres facteurs qui influencent de manière significative (?) la perte d'arsenic dans les bronzes arsenicaux, tels que : la composition chimique du métal ; la composition des métaux fondus ensemble pendant la solidification et la manipulation de la matière fondue ; et l'évaporation de l'arsenic. »¹⁰⁰

Les essais conduits à Melle ont montré sur le plan de l'histoire technique que plusieurs modes de production ont pu exister selon les contraintes techniques de chaque époque : nature des pâtes des creusets de fusion, mode ventilation, usage d'un couvercle ou d'une couverte. En fonction de ces paramètres qui rejoignent nos questionnements sur la place des matériaux associés aux productions métalliques, le geste et la gestion du travail qui entourent ces fontes, diffèrent largement. Parallèlement, ce travail ouvre 2 perspectives particulières dans le registre de ce qu'il est convenu d'appeler « l'expérimentation prédictive ». Nous savons aujourd'hui ce que nous devenons rechercher sur site pour caractériser la production de ce type d'alliage. Nous avons également en main nos céramiques expérimentale qui nous permettront dans un avenir proche la détection de céramique ayant été utilisé pour produire ces bronzes. Ce sujet est particulièrement sensible pour le monde médiéval, période à laquelle le bronze arsénié est sensé avoir disparu.

⁹⁸ MÖDLINGER *et al.* 2019, p. 135, Fig. 2.

⁹⁹ MÖDLINGER, SABATINI 2016.

¹⁰⁰ MÖDLINGER *et al.* 2019, p. 139-140.

Remerciements

Financements : DRAC-SRA Nlle-Aquitaine, IRAMAT UMR 7065, Centre des sciences archéologiques KU Leuven, Mission suisse-franco-soudanaise de Kerma-Doukki Gel, MEAE (Ministère de l'Europe et des Affaires Etrangères), CNRS-UMR 8167 (Orient et Méditerranée, équipe Mondes pharaoniques), Fondation Kerma (SEFRI), Université de Genève (Laboratoire ARCAN), NCAM (National Corporation for Antiquities and Museums) et SFDAS (MEAE/CNRS-UAR 3336).

Nous remercions pour son soutien financier l'ED de Sorbonne Université et UMR 8167 Orient et Méditerranée ainsi que Pierre Tallet et Claire Somaglino pour leurs aides respectives.

Nous remercions l'ensemble de l'équipe, en particulier Johannes Auenmüller, Charlotte Doyen, Lente Castelein et nos collègues des RMAH.

Enfin des remerciements chaleureux à Hemimex pour son soutien financier, ainsi qu'à l'*association Les Amis de la Villeder* qui œuvre pour faire connaître le patrimoine minier de cette exploitation de cassitérite et qui a bien voulu nous faire don de cassitérite pour mener à bien une partie de ces essais.

Bibliographie

M. Abd el-Raziq, G. Castel, P. Tallet, P. Fluzin, *Ayn Soukhna II, Les ateliers métallurgiques du Moyen Empire*, FIFAO 66, Le Caire, 2011 (IFAO éd.).

G. Agricola, *De Re Metallica*, H.C. Hoover, L.H. Hoover (trad.), Georgius Agricola, *De re metallica*, Dover Publications, New-York, 1986, Bâle, 1556.

P. Ballet *et al.*, « Bouto », *Bulletin archéologique des Écoles françaises à l'étranger [En ligne]*. *Egypte*, 2020.

C. Bonnet, « L'atelier de bronziers », dans C. Bonnet, et al. (éd.), *Les fouilles archéologiques de Kerma (Soudan): rapport préliminaire des campagnes de 1980-1981 et de 1981-1982*, Genève, 1982, p. 1-25.

C. Bonnet, *La ville de Kerma. Une capitale nubienne au sud de l'Égypte. Mission archéologique de l'Université de Genève au Soudan*, Lausanne, 2014 (Éditions Favre SA éd.).

C. Bonnet, D. Valbelle, S. Marchi, *Le jububier ville sacrée des pharaons noirs*, Paris, 2021 (Éditions Khéops éd.).

P. Bray *et al.*, « Form and flow: the 'karmic cycle' of copper », *Journal of Archaeological Science* 56, 2015, p. 202-209.

P.J. Bray, A.M. Pollard, « A new interpretative approach to the chemistry of copper-alloy objects: source, recycling and technology », *Antiquity* 86/333, 2012, p. 853-867.

P. Budd, « Eneolithic arsenical copper: heat treatment and the metallographic interpretation of manufacturing processes », dans *Proceedings of the International Symposium on Archaeometry*, Heidelberg, 1990, p. 35-44.

P. Budd, *A metallographic investigation of Eneolithic arsenical copper*, PhD thesis, University of Bradford, Dep. of Archaeological Science, Bradford, 1991.

P. Budd, B.S. Ottaway, « The Properties of Arsenical Copper Alloys: Implications for the Development of Eneolithic Metallurgy », dans P. Budd *et al.* (éd.), *Archaeological Sciences 1989*,

Proceedings of a Conference on the Application of Scientific Techniques to Archaeology. Bradford IX, Oxford, 1991.

F. Burgos, E. Laroze, « L'extraction des blocs en calcaire à l'Ancien Empire. Une expérimentation au ouadi el-Jarf », *The Journal of Ancient Egyptian Architecture* 4, 2020, p. 73-95.

J. Flament, *Les métallurgies associées de la fin du XIIIe siècle au XVe siècle : L'argent, les cuivres et le plomb à Castel-Minier (Ariège, France)*, Thèse UMR 5060, CNRS-Université d'Orléans, Orléans, 2017.

D. Hanson, C. Marryat, « Investigation of the effects of impurities on copper. Part III – The effect of arsenic on copper », *Journal of the Institute of Metals* 37, 1927, p. 121-148.

R. Haubner, F. Ertl, S. Strobl, « Examinations of a bronze ingot made of fahlore », *Practical Metallography* 54(2), 2017, p. 107-117.

E. Jochum-Zimmermann, E.M. Senn, A. Wichser, « Zum Verhalten von Spurenelementen und Legierungsbestandteilen in Kupfer bei der Weiterverarbeitung des Metalls », *Experimentelle Archäologie in Europa* 3, 2004, p. 127-136.

M. Junk, *Material properties of copper alloys containing arsenic, antimony, and bismuth The material of Early Bronze Age ingot torques*, Technischen Universität Bergakademie Freiberg, 2003.

A. Lallemand, *Energétique de la combustion-caractéristiques techniques*, Techniques de l'ingénieur, [s.l.], 2013.

D.R. Lide, *CRC Handbook of Chemistry and Physics*, CRC Press Inc, [s.l.], 2009 (90e éd. éd.).

H. McKerrell, R.F. Tylecote, « The working of copper-arsenic alloys in the Early Bronze Age and the effect on the determination of provenance », dans *Proceedings of the Prehistoric Society XXXVIII*, [s.l.], 1972 (Cambridge University Press éd.), p. 209-218.

B. Mille, D. Bourgarit, « 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* 24/1, 2000, p. 13-26.

M. Mödlinger, R. de Oro Calderon, R. Haubner, « Arsenic loss during metallurgical processing of arsenical bronze », *Archaeological and Anthropological Sciences* 11/1, 2019, p. 133-140.

M. Mödlinger, B.J. Sabatini, « A Re-evaluation of inverse segregation in prehistoric As-Cu objects », *Journal of Archaeological Science*/74, 2016, p. 60-74.

P. Northover, « Properties and use of copper-arsenic alloys », dans A. Hauptmann, E. Pernicka, G.A. Wagner (éd.), *Archäometallurgie der Alten Welt, Beiträge zum Internationalen Symposium 'Old World Archaeometallurgy' Heidelberg 1987, Der Anschnitt Beiheft 7*, Bochum, 1989, p. 111-118.

G. Philip, *Tell el-Dab'a XV. Metalwork and Metalworking Evidence of the Late Middle Kingdom and the Second Intermediate Period III-IV*, Bibliotheca Orientalis LXV, [s.l.], 2006.

G. Philip, M.J. Cowell, « Metallurgy at Tell el-Dab'a », dans G. Philip, *Tell el-Dab'a XV: metalwork and metalworking evidence of the late Middle Kingdom and second intermediate period*, 26, [s.l.], 2006 (Verlag der Österreichischen Akademie der Wissenschaften éd.), p. 169-216.

A.M. Pollard *et al.*, « Experimental smelting of secondary copper minerals: implications for Early Bronze Age metallurgy in Britain », *Archaeometry* 90, 1991, p. 127-136.

A.M. Pollard, P. Bray, « Chemical and Isotopic Studies of Ancient Metals », dans B.W. Roberts, C.P. Thornton (éd.), *Archaeometallurgy in Global Perspective: Methods and Syntheses*, New York, NY, 2014, p. 217-238.

- A.M. Pollard, P.J. Bray, « A new method for combining lead isotope and lead abundance data to characterise archaeological copper alloys », *Archaeometry* 57(6), 2015, p. 996-1008.
- A.M. Pollard, P.J. Bray, C. Gosden, « Is there something missing in scientific provenance studies of prehistoric artefacts? », *Antiquity* 88, 2014, p. 625-631.
- E.B. Pusch, C. Tasiaux, « Metallverarbeitende Werkstätten der frühen Ramessidenzeit in Qantir-Piramesse/Nord », *Ägypten und Levante I*, Wien, 1990 (Verlag der Österreichischen akademie der Wissenschaften éd.), p. 76-113.
- F.W. Rademakers *et al.*, « From desert ores to Middle Kingdom copper: elemental and lead isotope data from the RMAH collection, Belgium », *Archaeological and Anthropological Sciences* 13/6, 2021.
- F.W. Rademakers *et al.*, « Copper at ancient Kerma: A diachronic investigation of alloys and raw materials », *Advances in Archaeomaterials*, 2022.
- F.W. Rademakers *et al.*, « Alloying copper, arsenic and tin – the first crucible evidence from Kerma », *Sudan & Nubia* 27, 2023.
- F.W. Rademakers *et al.*, « Speiss at Amarna (Egypt, c. 1353–1336 BCE) – Exotic anachronism or cherished commodity? », *Journal of Archaeological Science* 170/106043, 2024, p. 1-16.
- F.W. Rademakers, T. Rehren, E.B. Pusch, « Bronze production in Pi-Ramesse: alloying technology and material use », dans E. Ben-Yosef (éd.), *Mining for Ancient Copper: Essays in Memory of Professor Beno Rothenberg*, Tel Aviv, 2018 (Institute of Archaeology of Tel Aviv éd.), p. 503-525.
- F.W. Rademakers, G. Verly, L. Delvaux, P. Degryse, « Copper for the afterlife in Predynastic to Old Kingdom Egypt: provenance characterization by chemical and lead isotope analysis (RMAH collection, Belgium) », *Journal of Archaeological Science* 96, 2018, p. 175-190.
- M. Radivojević *et al.*, « Experimental design of the Cu-As-Sn ternary colour diagram », *Journal of Archaeological Science* 90, 2018, p. 106-119.
- I.G. Ravic, N.V. Ryndina, *Izučenie svojstv i mikrostruktury splavov med'-myš'jak v svyazi s ich ispol'zovaniem v drevnosti (On the investigation of the properties and microstructure of the copper-arsenic alloys in conjunction with their use in antiquity)* 39(9), Chudožestvennoe nasledie (Art Heritage), [s.l.], 1984.
- G.A. Reisner, *Excavations at Kerma Part I-III*, Harvard African Studies V, Cambridge, Massachusetts, 1923 (Peabody Museum of Harvard University éd.).
- G.A. Reisner, *Excavations at Kerma Part IV-V*, Harvard African Studies VI, Cambridge, Mass., U.S.A., 1923 (Peabody Museum of Harvard University éd.).
- B.J. Sabatini, « The As-Cu-Ni System: A Chemical Thermodynamic Model for Ancient Recycling », *JOM* 67/12, 2015, p. 2984-2992.
- A. Schimmel, *Metallographie der technischen Kupferlegierungen*, Springer, Berlin, 1930.
- P.R. Subramanian, D.E. Laughlin, « The As–Cu (Arsenic-Copper) system », *Bulletin of alloy phase diagrams* 9/5, 1988, p. 605-618.
- P. Tallet, *La zone minière pharaonique du Sud-Sinaï I. Catalogue complémentaire des inscriptions du Sinaï. Texte.*, MIFAO 130, Le Caire, 2012 (IFAO éd.).
- P. Tallet, « Les « ports intermittents » de la mer Rouge à l'époque pharaonique : caractéristiques et chronologie », *Nehet* 3, 2015, p. 31-72.

P. Tallet, « Discovering the harbor of king Khufu at Wadi el-Jarf in Egypt », *Bulletin of the Shanghai archaeology forum* 2, 2017, p. 86-97.

P. Tallet, *Les papyrus de la mer Rouge II. Le « journal de Dedi » et autres fragments de journaux de bord (papyrus Jarf C, D, E, F)*, MIFAO 145, Le Caire, 2021 (IFAO éd.).

F. Téreygeol, F. Maqueda, J. Gauthier, « De Sardes à Castel-Minier : expériences autour de 2000 ans d'affinage de l'argent », dans *International Congress of Experimental Archaeology*, Pézenas, 2022.

F. Téreygeol, L. Mazou, « Les creusets métallurgiques de l'antiquité tardive à Bouto : une expérimentation autour de l'adaptation de l'objet et de son usage à la matière disponible », dans G. Verly, F.W. Rademakers, F. Téreygeol (éd.), *Studies in experimental archaeometallurgy: methodological approaches from non-ferrous metallurgies*, Monographies Instrumentum 60, [s.l.], 2019 (Dreimil Lafage, Editions Mergoïl éd.), p. 165-179.

A. Texier *et al.*, « Leadlines of stained glass From treaty of Antoine de Pisa, master glazier of Trecento », dans F. Téreygeol, *Comprendre les savoir-faire métallurgiques antiques et médiévaux*, [s.l.], 2013 (Errance éd.), p. 211-228.

G. Verly, « Four de fusion égyptien pour la production d'outils en alliage cuivreux au Moyen Empire », dans F. Téreygeol, *PCR. Paléométaballurgies et expérimentations. Document Final de Synthèse. Recherches sur les chaînes de production des métaux aux périodes anciennes 2013-2015*, [s.l.], 2014.

G. Verly, « Four de fusion égyptien pour la production d'outils en alliage cuivreux au Moyen Empire », dans *PCR. Paléométaballurgies et expérimentations. Document Final de Synthèse. Recherches sur les chaînes de production des métaux aux périodes anciennes 2013-2015*, [s.l.], 2015, p. 208-236.

G. Verly, « The smelting furnaces of Ayn Soukhna: the excavations of 2013, 2014 and 2015 », dans *Archaeometallurgy in Europe IV* Vol. XXXIII, Bibliotheca praehistorica Hispana, Madrid, 2017 (CSIC, Consejo Superior de Investigaciones Científicas éd.), p. 143-157.

G. Verly *et al.*, « Le four en croix de Kerma, données archéologiques, expérimentales et archéométriques », dans *Paléométaballurgies et expérimentations. Document Final de Synthèse. L'expérimentation paléométaballurgique de l'analogie à la modélisation*, Université Technologique Belfort Montbéliard, 2019 (Centre National de la Recherche Scientifique éd.), p. 203-220.

G. Verly, *Les chaînes opératoires métallurgiques du cuivre, spécifiques à Ayn Soukhna Ancien/Moyen Empire. Alliage volontaire d'arsenic*, Sorbonne Université, 2024.

G. Verly, F.W. Rademakers, S. Marchi, C. Bonnet, « Le four en croix de Kerma revisité », dans *PCR. Paléométaballurgies et expérimentations. Rapport intermédiaire. Recherches sur les chaînes de production des métaux aux périodes anciennes 2019*, [s.l.], 2019, p. 105-113.

G. Verly, F.W. Rademakers, S. Marchi, C. Bonnet, « Le four en croix de Kerma revisité », dans *PCR. Paléométaballurgies et expérimentations. Rapport intermédiaire. Recherches sur les chaînes de production des métaux aux périodes anciennes 2020*, [s.l.], 2020, p. 142-154.

G. Verly, F. Téreygeol, F.W. Rademakers, « Minerais arséniés et production d'alliages de cuivre », dans *PCR. Archéologie expérimentale des matériaux associés aux productions métalliques : (Re)mettre la science en culture*, [s.l.], 2022, p. 19-40, ².

L. Voisin, « Distribution of precious metals during the reducing pyrometallurgical processes of complex copper materials », *Noble metals. InTech, Rijeka, Croatia*, 2012, p. 47-70.

A. Yazawa, S. Nakazawa, « Evaluation of non-equilibrium minor components in pyrometallurgy », [s.l.], 1998, p. 641-655.

G. Younes *et al.*, « The construction of the Giza pyramids chronicled by human copper contamination », *Geology* G51965, 2024, p. 1-11.

U. Zwicker, « Natural copper-arsenic alloys and smelted arsenic bronzes in early metal production », dans J.-P. Mohen (éd.), *Découverte du métal II*, Millénaires, Picard, Paris, 1991, p. 331-340.

III Les minerais de zinc et la cémentation d'après l'exemple d'un four de cémentation du IIIe s ap. JC.

2022-2024

Téreygeol F.* Le Quellec, V.**, Maqueda F.*, Brossier D.*****, Géraud M.***, Méaudre J.-C.*, Vingolte O.****, Peyrat F.*****

* LAPA-IRAMAT, NIMBE, CEA, CNRS, Université Paris-Saclay, CEA Saclay, 91191 Gif-sur-Yvette

** Département du Calvados, Service Archéologie, 14032 Caen

*** TERRAE-TRACES, CNRS, Université Jean-Jaurès, Toulouse

**** École du Louvre, Paris

***** Céramiste professionnel

***** Université de Poitiers

Les expérimentations sur l'usage de la cémentation ont débuté dès 2003¹⁰¹. Cette thématique a été renouvelée suite aux fouilles du Clos-Paul à Charleville-Mézières en 2013. En 2014, nous avons organisé une première série d'expériences portant principalement sur le creuset et des chauffes au bois et au charbon. Nous avons pu alors confirmer par analogie les profils de diffusion du zinc dans la pâte céramique et la capacité de production des creusets archéologiques. Les expériences avaient été mises en attente faute de minerai de zinc pour pouvoir les poursuivre, et dans l'attente des résultats de l'étude céramologique des creusets. Celle-ci a été achevée en 2018. Dans le même temps, nous avons pu nous procurer des minerais (voir rapport 2019). De 2019 à 2020, une nouvelle approche a été menée : en 2019, réalisation des creusets ; en 2020, cémentation dans un four en trou de serrure, réflexions sur le lut, modélisation de la circulation de la chaleur dans le creuset¹⁰². Les résultats ayant été positifs, et disposant maintenant d'un jeu de données conséquent portant sur le laiton comme sur les creusets, nous avons décidé d'engager la 3^e et dernière phase : l'essai grandeur nature dans une structure élaborée sur les bases des données archéologiques, en mettant en œuvre plusieurs creusets.

L'année 2022 a été consacrée à l'élaboration du four de cémentation en briques et terre crues. L'objectif est moins de produire du laiton que d'observer les marqueurs de ce travail sur les terres mises en jeu afin de proposer un jeu de données analogiques pour un retour vers l'objet archéologique qu'il s'agisse du four du Clos-Paul ou d'autres structures dans lesquelles on peut soupçonner une cémentation. Les années 2023 et 2024 ont porté sur l'usage et la production de ce four. Cela a fourni l'opportunité d'observer à terme le marquage résiduel de cette activité et le niveau de consommation en combustible et minerai pour produire du laiton.

1 Élaboration d'un four de cémentation (IIIe s. ap.)

Rappel sur les données archéologiques

Le choix naturel d'élaborer un four sur le modèle archéologique n'a pas été retenu dès le début de notre démarche. Tout d'abord des éléments fonctionnels (creuset, lut) et des matériaux (minerais, combustible) devaient être correctement compris avant de tenter un assemblage global. Et surtout le vestige du four se prête à une large extrapolation. En effet, une destruction partielle de celui-ci lors des sondages prospectifs en 2007 (Kasprzyky, 2007) rend l'interprétation de la structure particulièrement délicate. Nous savons cependant que cette dernière dispose d'un laboratoire ayant une largeur de 80 cm, compartimenté dans la longueur par 2 pilettes en schiste. Ces dernières suggèrent aussi bien l'existence

¹⁰¹ Doridot A., Robbiola L., Téreygeol F., Production expérimentale de laiton par cémentation en creuset ouvert, avec du minerai de zinc, selon des recettes médiévales et modernes, *Archéosciences Revue d'Archéométrie*, n°30, 2006, p. 15-24.

¹⁰² Premiers résultats présentés à l'occasion des journées annuelle de la Société Française de Métallurgie et Matériaux en octobre 2021 : Ars C., Téreygeol F., Le Quellec V., Méaudre J.-C., Foy E., La production du laiton antique sur le site du Clos-Paul à Charleville-Mézières (08), approche expérimentale et simulation numérique.

d'une sole suspendue qu'un usage direct comme support. Sans passer par un argument *a silentio*, la sole suspendue peut être rejetée, car, pour permettre une bonne circulation de la flamme, elle aurait dû être percée. Le fromage en aurait gardé l'empreinte. Or les fromages retrouvés sont uniformément plats. Les creusets sont vraisemblablement posés à même les pilettes. Dans l'état de conservation, le four peut accueillir un creuset par pilette. Les dimensions longitudinales que l'on peut proposer pour le four archéologique sont délicates à définir, le godet lisse de la pelleuse ayant emporté les vestiges sur le 1,2 m de large correspondant à la largeur de l'outil utilisé, ne laissant en regard du laboratoire qu'une dépression, possiblement une fosse de décentrage. On le voit, cette architecture n'a rien d'extraordinaire en soi. Elle se rapprocherait de celles en usage aussi bien chez les potiers que chez les verriers. En dissociant le foyer du laboratoire, le choix du bois comme combustible s'impose pour produire de la flamme qui amènera la chaleur jusqu'aux pilettes, mais nous l'avons démontré expérimentalement par les traces de chauffes observées sur les creusets selon que le travail se fait au bois ou au charbon. L'analogie est correcte avec une chauffe au bois (cf rap. 20015).

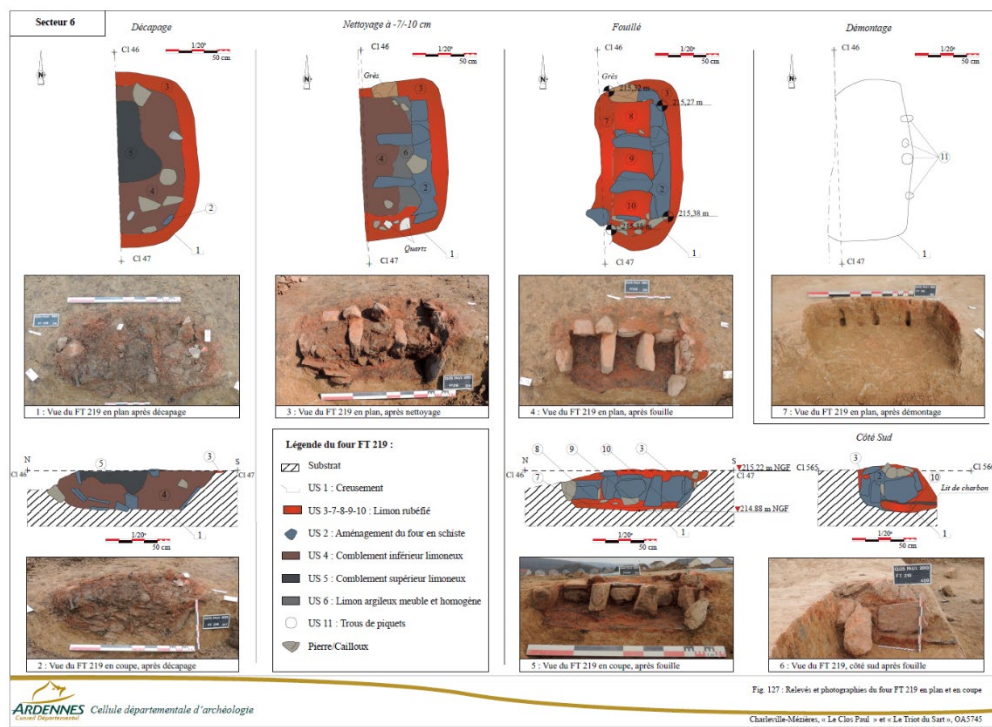


Fig. 127 - Relevés et photographies du four FT 219 en plan et en coupe

Figure 45, vestiges du four à différentes étapes de fouille (in Marian (dir), 2016, DFS, vol. 3, p. 247)

(sur cette planche, seul le laboratoire est représenté. En regard de ce fond de four, il a été fouillé une portion de la fosse de décentrage)

Le modèle expérimental

À l'aide de ces quelques données qui sont les seules existantes pour ce type de four dans l'ensemble de l'Empire romain, il a fallu élaborer notre modèle expérimental. Nous avons choisi de doubler arbitrairement la longueur existante du laboratoire. Le modèle expérimental a dans l'œuvre 1 m de long et forme ainsi grossièrement un carré en interne. Un alandier d'un maximum de 60 cm de long complète le four. Le foyer n'est pas disposé à même le sol, mais sur une fosse afin de permettre une bonne ventilation et de faciliter l'évacuation des cendres et des braises. Le foyer a 74 cm de large, se prolonge sur 50 cm, alors que la fosse est profonde de 28 cm. Elle est ouverte sur les deux côtés et peut facilement être obturée à l'aide de briques selon les besoins de ventilation. Sur un de côtés, l'ouverture se prolonge en une fosse de décentrage. Sur l'autre, l'ouverture ne permet que de repousser les cendres vers les cendres vers le centre du foyer pour faciliter leur extraction vers la fosse.

L'ensemble du four est voûté. Ce modèle s'apparente à un four couché, disposé à même le sol. Le laboratoire est couvert par une voûte qui se développe vers l'alandier en se réduisant en largeur et hauteur. La difficulté de réalisation réside dans l'assemblage des 3 voûtes dont celle du centre qui se réduit et s'abaisse selon une pente de 8° depuis le laboratoire jusqu'au foyer. Par rapport au modèle archéologique, nous doublons la longueur des pilettes dans le laboratoire permettant ainsi d'enfourner jusqu'à 4 creusets. Les creusets et les pilettes sur lesquelles ils reposent fournissent une idée assez précise de la hauteur sous voûte. Elle est de 70 cm en interne.

Le problème de l'enfournement comme du défournement des creusets a été résolu sans mettre en place de porte, mais en établissant une paroi amovible à l'extrémité de la voûte. Cette paroi est constituée de briques non scellées disposées en quinconce, sans être jointives. Les trous ainsi ménagés sont autant d'ouvertures permettant la circulation des fumées. Ces trous peuvent être très facilement obturés comme débouchés en cours de travail pour réguler le tirage. Il n'y a donc pas de cheminée. Le four est monté en double paroi pour l'espace du laboratoire. Dans la partie intérieure, nous utilisons des briques crues chamottées de notre fabrication (dim. 15x11 x4 cm avant séchage) alors que la paroi externe est montée à l'aide de briques crues mécaniques non chamottées (22x11,5x5 cm). Les clés de voûte ont été faites à la demande. Pour l'alandier et le foyer, la paroi est simple. La pose des voûtes a nécessité le recours à des berceaux en bois qu'il a fallu fabriquer à l'aide de gabarits. La construction a mobilisé une équipe de 4 personnes durant 5 jours. À l'issue des opérations, une structure de couverture de l'ensemble a été installée pour préserver ce four en terre crue d'une session à l'autre. Après 3 ans, le four n'a pas souffert des intempéries, aucune réparation majeure n'a été nécessaire.



Figure 46, étapes de construction du four de cémentation

Préparation de l'enregistrement des données

Outre la construction, nous avons pris soin dès la mise en œuvre de faciliter le recueil des données expérimentales à venir selon trois axes : le relevé graphique des opérations, la prise de température et la mesure des accumulations de zinc et de cuivre aux abords du four.

Modélisation 3D

Afin de faciliter les représentations graphiques, la restitution en coupe et profil et la modélisation thermique (voir ci-après), nous avons choisi de réaliser un modèle en 3 dimensions de la structure. La couverture a été faite en couplant acquisition par drone et par appareil photographique manuel. L'objet est à présent enregistré et ses données géométriques facilement accessibles.



Figure 47, extraits de vues du four (sans sa paroi amovible) d'après la photogrammétrie

Mesure de la température et modélisation

Toujours en prévision des opérations et de l'enregistrement de l'information lors des essais de cémentation, nous avons préparé les emplacements pour disposer des thermocouples. Le four ayant une forme géométrique régulière, seul un côté a été équipé. Quatre sondes sont placées de façon à contrôler les températures en des points que cruciaux du laboratoire. La première est dans la voûte au milieu du laboratoire. Elle est destinée à venir dans un creuset placé à l'avant du laboratoire. Elle permet de connaître la température au plus près d'un des réacteurs et d'apprécier facilement le différentiel de température entre le four et les creusets où se déroule l'opération de cémentation proprement dite. La seconde est en élévation à 50 cm au-dessus du sol du laboratoire et à 34 cm du mur droit du fond. La troisième est au niveau des pilettes à 68 cm du mur du fond et à 40 cm de hauteur. Enfin la quatrième au bas du mur du fond. Pour les 3 premières, il s'agit d'emplacements matérialisés avec des tubes céramiques et des percements dans le four (sondes 1,2 et 3) qui ont été réalisés avant séchage. L'ensemble est dans l'axe du four.

À l'aide du modèle photogrammétrique ci-dessus, de la modélisation des creusets (cf rapport 2020) et des données thermiques que nous accumulons, nous espérons être en mesure de décrire le déroulement de l'opération et comprendre les écueils que nous pourrions rencontrer. En couplant ces données avec nos observations de terrain, nous pourrions alors définir si des éléments perceptibles par l'opérateur peuvent conduire également à l'optimisation du procédé : couleur des flammes, départ de fumées, etc.

Mesure des taux de zinc et de cuivre

Au cours de la fouille du four du Clos-Paul, l'équipe du GEGENAA, EA 3795 (Université de Reims) a entamé une mesure des taux de zinc et de cuivre dans et autour du four participant ainsi à une très bonne caractérisation de la structure archéologique¹⁰³.

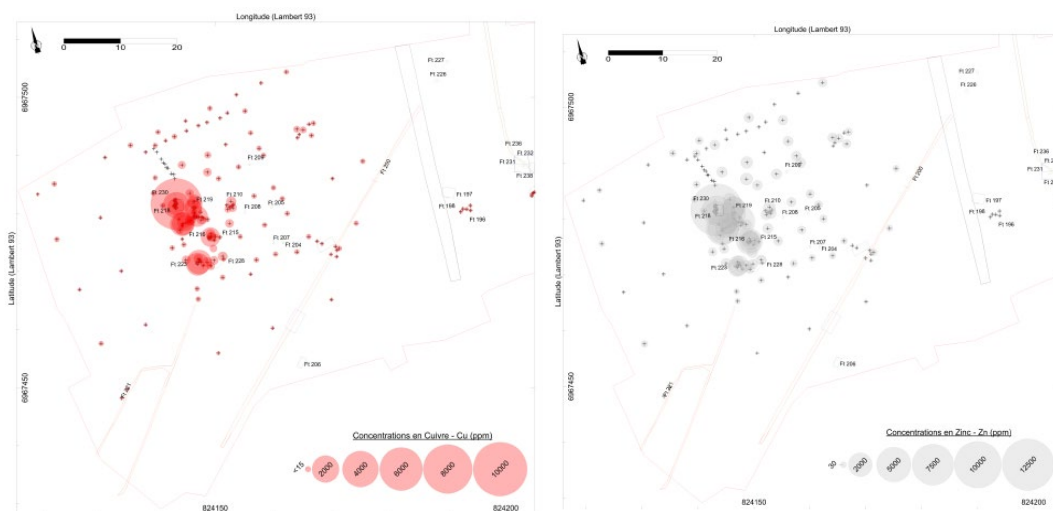


Figure 48, cartes géochimiques du cuivre (à gauche) et du zinc (à droite), Clos-Paul, Ardennes, atelier du IIIe s., (Marian (dir.), 2016, DFS Vol 2, p. 307-308).

Afin d'évaluer également les dépôts de métaux lors de nos opérations, nous avons aménagé des points de contrôle autour du four. Les informations sur cette partie de l'expérience sont données dans la partie synthèse.

¹⁰³ Cancés B., Marin B., Pnthieu M., Conreux A., Laratte S., Section IX, Réalisation d'analyse de sols archéologiques lieu-dit Clos-Paul, Charleville-Mézières (08), marché public 2013-21, *DFS Charleville-Mézières Le Clos-Paul, le Triot du Sart*, Vol. II Études des spécialistes, 2019, p. 279-320.

Premières chauffées à vide (2022)

Dans notre approche d'archéologie autant expérimentiel qu'expérimentale, il importait de pouvoir conduire des chauffées dès cette année. Il s'agit d'un nouveau four et nous ne pouvons présumer exactement de son comportement. Ainsi avant d'engager une chauffe avec minerais, cuivre et creuset, il est apparu raisonnable de tester la structure à vide.

Au cours de la session, une fois le four élaboré, trois chauffées successives ont été faites. Nous livrons les séquences d'enregistrement sans graphique, car d'une part nous n'avons pas essayé de pousser le four préférant le laisser sécher, d'autre part il s'agissait de notre premier usage, et enfin il était vide.



Figure 49, première chauffe du four de cémentation avec appareillage

Chauffe 1	Sonde 1	Sonde 2	Sonde 3	Sonde 4
14h30	allumage	allumage	allumage	allumage
15H55	34	100	105	21
16h25	130	123	114	25
16h55	185	166	165	28
17h25	151	128	132	27
17h55	172	140	132	28
18h25	195	160	158	32
Chauffe 2	Sonde 1	Sonde 2	Sonde 3	Sonde 4
9h05	allumage	allumage	allumage	allumage
9h25	245	171	179	34
9H55	99	87	87	49
10h25	178	140	135	41
10h55	219	157	158	45
11h44	161	123	119	20
12h14	239	180	181	21
12h36	224	170	170	21
13h30	160	130	122	22
14h00	245	176	178	23
14h30	255	203	208	29
15h00	195	164	163	24
15h30	220	160	170	28
16h00	220	155	165	25
16h30	210	147	150	27
17h00	179	154	155	28
17h30	217	165	163	29
18h00	179	143	141	29
Chauffe 3	Sonde 1	Sonde 2	Sonde 3	Sonde 4
10h00	allumage	allumage	allumage	allumage
10h30	256	215	201	43
11H00	255	222	193	53
11h30	180	160	146	52
12h00	211	161	146	46
12h30	400	283	255	57
13H00	309	261	247	83
13h30				
14h00	224	176	158	53
14H30	416	325	300	98
15h00	345	271	256	127
15h30	262	221	216	79
16h00	414	330	321	152
16h30	257	225	222	97
17h00	200	171	168	82
17h30	159	123	122	62
18h00	140	111	110	40

Figure 50, tableau des relevés de température

De ces chauffes, il faut retenir que :

- Nous n'avons pas cherché à atteindre les températures de travail pour la cémentation (vers 900°C), mais simplement à sécher et apprécier le mode de fonctionnement et notamment le tirage
- À ce stade, les essais n'ont pas porté sur des variations des ouvertures arrière pour faciliter ou gêner le départ des fumées et le tirage en général.
- Dès le départ, un très bon tirage se met en place.
- La masse à chauffer est importante et nécessitera une montée en température longue, mais une fois le four sec, la montée en température pourra être efficace. Lors de l'essai 3, nous avons atteint 400°C en 2h30.
- La température est très hétérogène. La partie basse du four sera difficile à chauffer, ce qui est une moindre difficulté puisque les creusets se trouvent dans la moitié supérieure.
- La conduite du feu se fait correctement avec des bûches refendues de 30 à 50 cm.
- Le décendrage est efficace.

À ce stade de l'expérimentation, nous sommes prêts pour entamer la production de laiton. Pour s'assurer que cela reste possible dès le début de la prochaine session, un abri a été construit. Un risque subsiste. La double voûte est faite de la même argile, mais l'une préparée avec chamotte, l'autre sans dégraissant. Cette « sécurité » visait une meilleure tenue de la voûte. Une difficulté est apparue lors des chauffes de séchage. L'eau vaporisée a du mal à s'évacuer et à circuler dans les briques mécaniques dont les porosités sont bien plus réduites que dans la terre chamottée. Il se produit des points de condensation qui pourraient nuire à la stabilité des parois.



Figure 51, état du four en novembre 2022

2 Réunir les outils et matières nécessaires à l'expérimentation

Outre le bois que nous achetons directement à Melle sous forme de bûches de 50 cm de long préalablement refendus, mais qu'il nous faut encore fendre pour obtenir 6 à 8 morceaux par bûches,

cette expérimentation nécessite de disposer de mobiliers céramiques, du poussier, du cuivre et du minerai de zinc.

Les pièces céramiques

Le besoin de creusets similaire à ceux retrouvés en fouille est un premier prérequis puisque nous réalisons une expérience à l'échelle 1. Ces creusets ont été présentés dans le rapport 2019. Nous synthétisons ci-après les informations les concernant.

Les creusets font bien évidemment partie à part entière de l'expérience. En effet, nous voulons suivre la diffusion du zinc dans la pâte. Pour cela un certain nombre a été réalisé, anticipant leur casse rapide. Pour l'instant, il n'en est rien. Les creusets enchaînent les chauffés sans rompre. L'étude de la diffusion a été reportée faute d'un matériel suffisant ! Déjà, cette constatation permet de mieux apprécier, à la hausse, la productivité de l'atelier antique.

Les creusets ont été réalisés par François Peyrat sur le modèle des fragments du site du Clos-Paul. Les remontages poussés ont permis de définir les dimensions de ces récipients alors qu'aucun n'a été trouvé archéologiquement complet. Ils présentent une forme régulière oblongue. L'ouverture, entre 14 et 16 cm, se referme par rapport à la panse (autour de 20 cm). Le fond arrondi a un diamètre entre 8 et 10 cm. La pièce a une hauteur d'une trentaine de centimètres. Tous sont réalisés en terre de Langeais, montés au colombin, finis au tour et cuits. Le volume interne s'établit à plus ou moins 5 litres. Une autre série a été réalisée en 2022. Leur volume est légèrement inférieur à celui calculé par nos collègues puisque les volumes évoluent autour de 4 litres.



Figure 52, modèles des creusets expérimentaux

Le lut, les fromages et les couvercles des creusets

Pour ce qui touche au lut, sa réalisation nécessite de recourir à une terre fondant assez facilement. Les éléments archéologiques retrouvés sont effectivement vitrifiés à la température de cémentation c'est-à-dire autour de 950-1000°C. Notre choix se porte sur la terre de décalcification disponible directement sur le site de Melle. Sur les coupes de lut réalisées, nous distinguons aisément des phyllosilicates et des quartz. De la chamotte peut donc être ajoutée. Les fibres végétales ne sont pas ou plus visibles sur les exemples archéologiques. On peut exclure l'usage de la paille hachée qui aurait laissé des vestiges reconnaissables même lors de la fonte du lut. En revanche, les éléments végétaux présents dans le crottin sont déjà très dégradés après rumination, et ne se lisent plus après une fonte. Un volume de chaque matériau (terre, crottin, dégraissant) compose ce lut.

Les fromages qui assurent la stabilité des creusets sur les pilettes du four sont des pâtons de même composition que le lut. Ils sont déposés crus dans le four.

Pour débiter, nous avons décidé de fermer les creusets à l'aide d'un couvercle. Cet objet existe sur le site du Clos-Paul bien qu'il soit rare. Ce couvercle est luté. L'usage d'un couvercle peut être discuté d'autant que nous avons déjà démontré que sa présence ou son absence ne semble pas influencer la qualité du résultat (Doridot *et al.*, 2006). Dès 2023, il est apparu que l'on pouvait sans difficulté obturer les creusets avec le lut et sans adjoindre de couvercle. Le faible nombre de couvercles identifiés sur le site archéologique laisse penser que la cuisson a également pu être faite ainsi. En 2024, un test a été conduit en disposant dans le four 2 creusets avec luté recouvrant l'ouverture, deux sans recouvrir l'ouverture.

Le cuivre

Il s'agit de cuivre de récupération. Une partie (2023) est sous forme de fil. Une autre partie est sous forme de tôle (2023 et 2024) de surface et d'épaisseur variables (0,4 à 1,5 mm). Enfin pour les besoins spécifiques d'un test, nous avons utilisé des barreaux (2024) d'une vingtaine de centimètres de long pour 2 cm de large pour 1 cm d'épaisseur. Quelle que soit la forme utilisée, il s'agit d'un cuivre électrolytique. Mise à part une présence de silicium minime, ce matériau est pur. Ainsi, dans le suivi analytique de nos productions, nous pouvons isoler sans aucun doute la contribution du minerai dans la signature chimique de l'alliage formé.

Le minerai de zinc

Du minerai de deux origines bien différentes est à notre disposition lors de nos essais.

- Un stock ancien et aujourd'hui entièrement consommé issu de la mine de Jabali au Yémen

Ce stock provient du gisement de Jabali au Yémen sur lequel nous avons travaillé jusqu'en 2009. Il s'agit d'un gisement de sphalérite (ZnS) complètement altéré, encaissé dans une formation calcaire. Cette sphalérite altérée est associée à de la galène. Par ailleurs elle est porteuse d'argent (ce qui a justifié la mise en exploitation aux premiers siècles de l'islam). La phase altérée dans la partie sommitale du gisement se compose essentiellement d'hémimorphite ($Zn_4(Si_2O_7)(OH)_2 \cdot H_2O$), soit en petits cristaux blancs et limpides, soit en masses grenues de teinte grise, friables formant de petits cristaux coalescents. On note aussi la présence de smithsonite ($Zn(CO_3)$) tenant du fer issu de la blende originelle. Occasionnellement on note des reliquats de sphalérite. Les mineurs anciens se sont concentrés exclusivement sur l'exploitation de la galène, rejetant les minéralisations zincifères qui ont fait l'objet d'une exploitation nouvelle par la ZincOx company jusqu'au début de la dernière guerre civile yéménite.

Il a été utilisé pour une expérience de 2024 (cémentation n°3, creusets 1 et 5)

- Un stock de minerai issu d'un gisement pyrénéen (Les Argentières, Ariège)

La collecte de ce stock a été effectuée par nos soins. Nous avons à notre disposition une centaine de kilogrammes. La qualité du minerai est supérieure, avec notamment une fraction pure, ce qui n'existe pas pour les autres. Il est dans un encaissant calcaire dolomitisé du Dévonien au contact des graniorites. Des veines de quartz sont bien présentes. L'ensemble forme un gîte de type stockwerk. Comme dans les cas précédents, outre le quartz, la minéralisation se compose de produits d'altération de la sphalérite et de galène, mais au regard du type yéménite, la sphalérite est plus présente. Cela a deux conséquences. L'estimation qualitative du stock doit être considérée avec prudence puisque le dosage est élémentaire et combine le zinc issu aussi bien des minerais altérés que du minerai sulfuré. Par ailleurs, plus qu'avec le minerai de Jabali, nous introduisons du soufre dans notre système.

Ce minerai a servi pour toutes les cémentations à l'exception de l'expérience n°3, creusets 1 et 5.

Rappel sur le traitement du minerai

Dans chaque cas, le minerai a fait l'objet d'une chauffe préalable au bois qu'on peut assimiler à un grillage, à une calcination ou à une déshydratation. Celui-ci est pratiqué sur une aire ouverte au sein d'un réceptacle en cuivre pour limiter les pertes mécaniques. Ce grillage vise d'une part à sécher le minerai et d'autre part à entraîner une transformation vers un oxyde simple. Ce travail s'effectue autour de 400-450°C. Il entraîne la transformation du carbonate de zinc (smithsonite) en oxyde de zinc par expulsion du dioxyde de carbone et la transformation de l'hydroxysilicate de zinc hydraté (hémimorphite) en silicate de zinc sous forme de willémitte ($Zn_2(SiO_4)$). Le mode de contrôle du procédé repose sur le changement de couleur, le minerai passant de l'ocre clair au foncé (pour les fractions riches en fer). Ce travail conduit à une légère augmentation massique de la teneur en zinc par départ de l'eau. Surtout le minerai devient friable et plus simple à travailler pour sa mise à la bonne granulométrie. Notons que la présence de sphalérite passe ici inaperçue. Nous n'avons pas noté de dégazage de soufre.

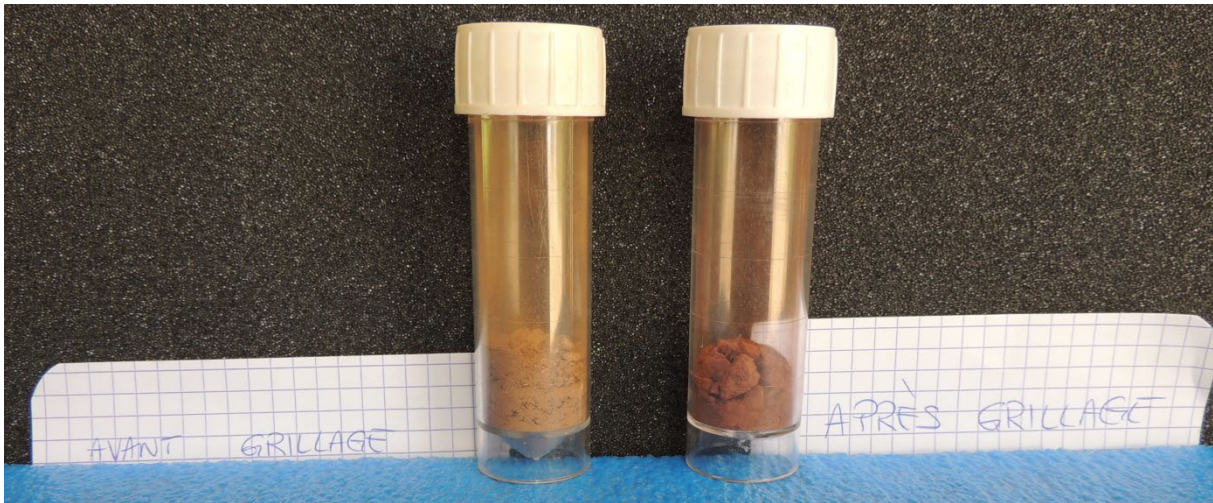


Figure 53, aspect du minerai de zinc avant et après grillage

Nous avons effectué un concassage manuel des plus gros blocs pour obtenir des morceaux n'excédant pas 5 cm dans leur plus grande dimension afin qu'ils puissent être introduits dans notre broyeur mécanique. Ce premier concassage, certes fastidieux, reste important, car il donne l'occasion d'évacuer les morceaux trop stériles. Ces derniers, même après grillage, ne cèdent pas sous les coups du marteau et sont donc facilement écartés. La « mise à la maille » s'effectue à l'aide d'un broyeur mécanique. Les grains obtenus sont hétérogènes (du gravier à la poudre) et sont utilisés sans autre préparation qu'un passage au tamis 2 mm. Nous disposons donc de deux granulométries : l'une inférieure à 2 mm, l'autre supérieure à cette dimension. Le minerai de zinc étant friable, il est probable que la fraction fine est plus riche. Par ailleurs, elle offre une surface de contact supérieure facilitant la transformation du minerai au sein du creuset.

La teneur du minerai

D'un point de vue minéralogique, ces deux minerais sont similaires. Ils diffèrent en revanche par rapport à leur encaissant et à la teneur en zinc qui est le reflet du ratio entre minerai et roche. Cette différence de teneur est perceptible à l'œil nu sur les morceaux avant traitement. Une fois broyé, il devient difficile de faire une différence et chaque stock se trouve alors moyenné. C'est le résultat qui est donné ci-dessous. Nous avons pris soin dans le cas du minerai pyrénéen d'isoler un lot particulièrement riche pour apprécier la variation que cela entraîne au final sur le laiton produit.

Pour cette session 2023, nous avons puisé principalement dans notre stock de minerai de zinc issu d'un stock ramené par nos soins de la mine de l'Argentière en Ariège. La teneur en zinc évoluant de 11 à 42%massZn avant grillage. Il s'agit d'un simple ordre de grandeur reposant sur le dosage de 7 échantillons. En moyennant, le taux s'approche de 23%massZn. Pures, ces espèces minérales devraient dépasser 50%massZn.

Reading No	Type	Duration	Units	SAMPLE	Loc.	Sb	Sb Error	Sn	Sn Error	Bal	Bal Error	As	As Error	Pb	Pb Error	Zn	Zn Error	Cu	Cu Error	Total
3981	Mining	30%		Argentière		< LOD	0,013	< LOD	0,011	56,59	1,035	< LOD	0,013	0,056	0,008	41,091	1,009	0,187	0,013	97,924
3968	Mining	30%		Argentière		0,03	0,007	0,064	0,009	53,713	0,928	< LOD	0,038	0,81	0,038	32,494	0,802	0,212	0,016	87,323
3980	Mining	30%		Argentière		< LOD	0,01	< LOD	0,014	60,38	0,718	0,018	0,01	0,136	0,011	31,845	0,656	0,21	0,013	92,589
3970	Mining	30%		Argentière		0,012	0,005	0,03	0,005	64,788	0,493	0,032	0,013	0,418	0,016	16,148	0,304	0,406	0,016	81,834
3982	Mining	30%		Argentière		< LOD	0,009	< LOD	0,006	66,42	0,409	0,016	0,006	0,104	0,006	14,017	0,241	0,378	0,014	80,935
3979	Mining	30%		Argentière		0,027	0,005	0,02	0,006	70,884	0,428	0,026	0,009	0,152	0,009	13,083	0,267	0,27	0,015	84,462
3971	Mining	30%		Argentière		< LOD	0,004	< LOD	0,005	83,813	0,18	0,032	0,008	0,281	0,009	11,628	0,147	0,243	0,009	95,997
Moyenne		%								65,227				0,2796		22,901		0,272		

(NB : dans cette série, le fer n'a pas été dosé, il est de facto dans la colonne « Bal. »)

Figure 54, analyses pXRF du minerai des Argentières (09) utilisé en 2023 pour les expérimentations

Reading No	Type	Duration	Units	SAMPLE	LOCATION	Sb	Sb Error	Sn	Sn Error	Bal	Bal Error	As	As Error	Pb	Pb Error	Zn	Zn Error	Cu	Cu Error	Fe	Fe Error	Total
2413	Mining	60%		Argentière	Grillé	0,058	0,006	0,286	0,014	48,155	0,891	0,069	0,02	0,61	0,027	25,79	0,602	1,447	0,045	21,46	0,237	97,875
2414	Mining	60%		Argentière	Grillé	0,033	0,004	0,032	0,005	57,682	0,637	0,028	0,013	0,319	0,015	24,36	0,482	0,14	0,011	15,79	0,154	98,378
2415	Mining	60%		Argentière	Grillé	0,017	0,004	0,016	0,004	57,878	0,763	0,049	0,032	1,742	0,06	28,58	0,6	0,145	0,011	9,404	0,105	97,832
Moyenne										54,5217				0,89		26,24						

Figure 55, analyses pXRF des minerais de l'argentière après calcination

À l'issue de ces chauffes, de nouveaux dosages sont effectués. Le taux moyen s'élève alors à 26,2%mass, soit un gain en masse de 3%. Si nous étions en présence d'un minerai pur, le taux serait compris entre 40 et 50%mass (en fonction du rapport entre smithsonite et hémimorphite). Notre teneur est donc honorable sans être exceptionnelle.

Dans le cas de la cémentation n°3, creusets 1 et 5, nous avons utilisé le minerai issu de la mine de Jabali. Sa teneur avant et après calcination évolue de 19% à 22%mass Zn. Sa qualité est donc légèrement inférieure. En revanche on voit ici que dans un cas comme dans l'autre, la calcination amène un gain massique de l'ordre de 3%. Travaillant en masse, il est préférable d'introduire un minerai calciné, mais surtout, la calcination assure un gain de temps lors de la cémentation correspondant à la masse d'eau évaporée pendant cette opération préalable. Reste une interrogation sur sa réalité historique, puis qu'aucune aire de chauffe, aucun foyer n'a été identifié comme ayant servi à cet usage.

Teneur moyenne en Zn (%mass)	Avant calcination	Après calcination
Minerai de l'Argentière	22,9 % Zn	26,2 % Zn
Minerai yéménite	19,35 % Zn	22,45 % Zn

Figure 56, Analyses élémentaires par XRF portable des minerais de zinc

Le poussier

Ce dernier matériau, sûrement le plus ingrat, se résume à de la poussière de charbon. Il est fondamental pour la bonne conduite de la production. Il doit être produit par nos soins par broyage du charbon de bois. Pour limiter le travail et rentabiliser nos consommations, nous utilisons préférentiellement les

fonds de sacs qui ne peuvent pas être utilisés pour d'autres usages. Le charbon est tamisé. La poudre qui en résulte est collectée et le refus est broyé manuellement. La granulométrie finale du matériau est hétérogène. Cela ne semble pas gênant pour le procédé et s'accorde probablement bien avec la réalité historique.

3 Les cémentations (2023-2024)

Sur les deux exercices, nous avons été en mesure de travailler à 6 reprises dans ce four. À chaque fois, la chauffe a porté sur 4 creusets.

Cémentation 1 (2023)

Le 29 juin, T° extérieure 18-26°C avec des coups de vent

Pour la première cémentation, nous avons mis en œuvre 4 creusets lutés remplis du ciment et de fil de cuivre (1,5 kg chacun). L'opération s'est déroulée sur 10 heures de chauffe. Le défournement a eu lieu le lendemain de l'opération. Nous avons malheureusement rencontré un problème de connectique avec la sonde du creuset, problème qui n'a été résolu qu'à T+255 nous privant de la première phase de montée en température du creuset. Au cours des 10 heures de l'opération, nous n'avons pas noté de difficulté particulière mis à part le tirage de l'appareil. Lors de l'enfournement de bois, les flammes sont correctement tirées vers le laboratoire et l'on voit des échappements sur la porte mobile. Passées les premières minutes de la flambée des bois ajoutés, le circuit des flammes se fait moins bien ce qui se traduit par des sauts de température entre deux mesures pouvant atteindre la centaine de degrés notamment lors de la phase de montée en température (jusqu'à 700°C). Au-delà cet effet se ressent moins. À T+495, des prises de températures sur la voûte du four sont réalisées. La structure est globalement à 200°C alors que la température dans le laboratoire est autour de 900°C.

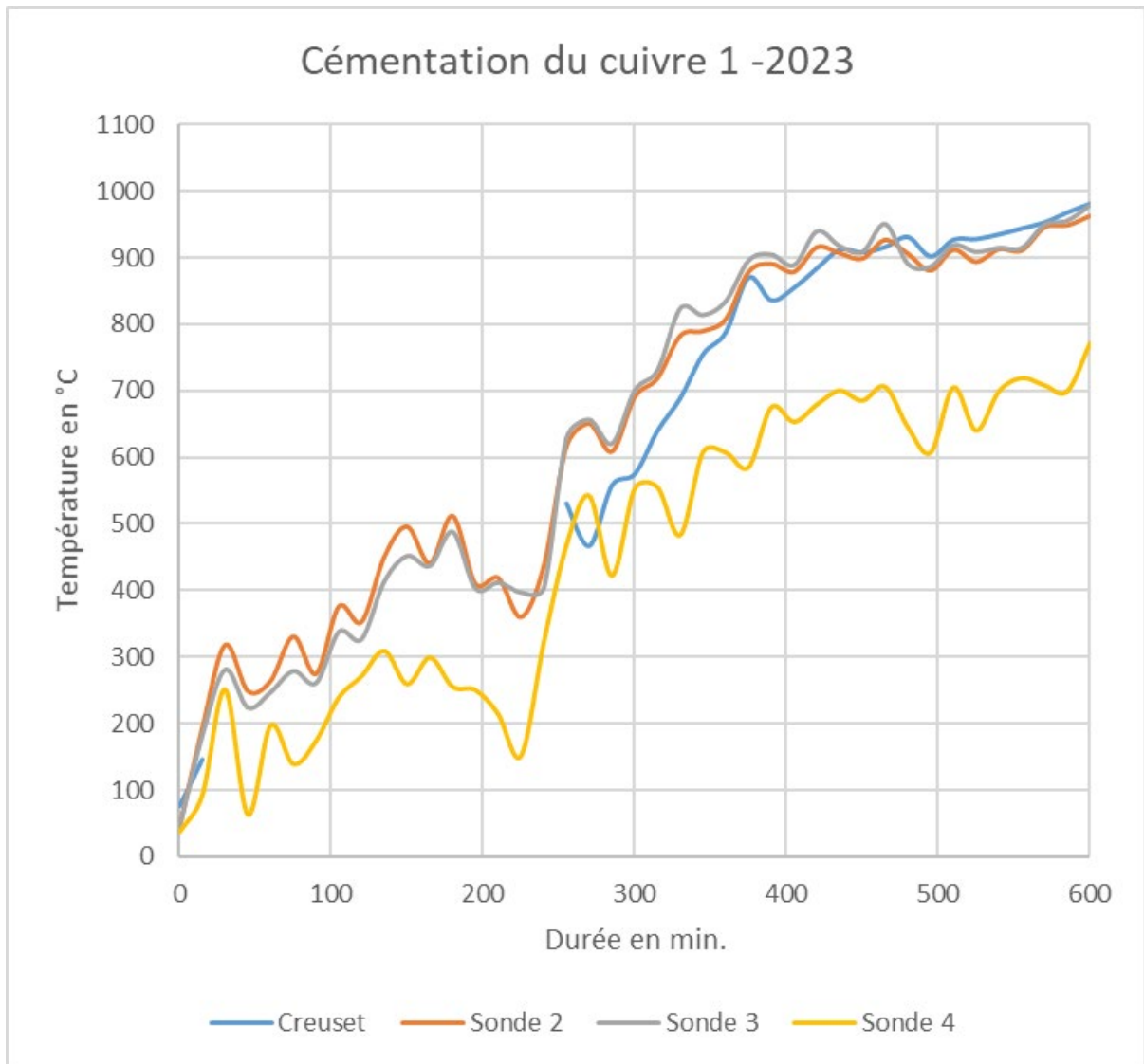


Figure 57, évolution des températures lors de la première cémentation

Le lendemain de l'opération, les creusets sont défournés, alors que le laboratoire affiche encore 60°C. Le lut n'a pas tenu correctement et ne présente pas un faciès de fonte. Les creusets sont ouverts les uns après les autres, en débutant par celui équipé d'une sonde (creuset IV). Les fils de cuivre ont un aspect doré. Ils se sont soudés entre eux et représentent une masse difficile à extraire, tant et si bien que nous devons briser le creuset pour récupérer l'alliage. En lavant le ciment, nous récupérons des billes d'alliage. Pour les 3 autres creusets (I à III) l'extraction a été possible sans rompre les pièces céramiques qui seront réemployées pour la seconde cémentation. Des billes de métal sont également présentes dans le creuset III, mais non dans les creusets II et I qui se trouvent proches de la porte d'échappement des gaz.

Nous procédons à la pesée de l'alliage sachant que chaque creuset contient originellement 1500 g de cuivre :

	Masse de métal récupéré	Zinc disponible en g (1,5 kg à 26.2%mass Zn)	Estimation de la qualité du laiton obtenu en %mass de Zn
Creuset IV	1812 g	393 g.	312 g ajoutés. Teneur en Zinc estimée du laiton : 17%mass
Creuset III	1667 g	393 g.	167 g ajoutés. Teneur en Zinc estimée du laiton : 9,2%mass
Creuset II	1627,4	393 g.	127,4 g ajoutés. Teneur en Zinc estimée du laiton : 7%mass
Creuset I	1627,3	393 g.	127,3 g ajoutés. Teneur en Zinc estimée du laiton : 7%mass

Figure 58, quantification de la production par creuset de cémentation (1^{er} cémentation)

Eu égard à la qualité du minerai employé, nous serions en capacité de former 1893 g de laiton soit une teneur de 20,7%mass dans l'alliage. Les creusets IV et III sont à égale distance du foyer, mais présentent des rendements en zinc bien différent : 79% du zinc disponible se retrouve dans l'alliage pour le creuset IV et seulement 42% pour le creuset III. Cette différence pourrait caractériser une distribution très hétérogène de la température dans le four. Pourtant en observant le résultat des creusets II et I, qui se trouvent dans la zone plus froide. On voit bien évidemment un rendement encore moins bon (32%), mais cette fois identique dans les deux creusets.

Quant à l'aspect de l'alliage, les variations de couleur qui ne reposent pas uniquement sur des questions d'oxydation indiquent des teneurs inscrites dans une gamme assez large. Par ailleurs les éléments fondus attestent à l'évidence que nous avons atteint le point de fusion de l'alliage en montant au mieux à 980°C rendant possible la fonte d'un alliage avec un minimum de 26% de zinc. Notre production est donc particulièrement hétérogène.

Cémentation 2 (2023)

Le 3 juillet, T° extérieure 18-24°C, pas de vent

Pour le second test, nous avons introduit un nouveau creuset (V) et réemployé les creusets I, II et III. Ce choix de réemploi repose sur une logique économique que nous supposons pour les sociétés anciennes, et par ailleurs nous souhaitons poursuivre notre réflexion engagée sur l'enrichissement des pâtes céramiques lors de ces opérations (voir le rapport intermédiaire 2020, p. 125-127). Il importe donc d'avoir un lot de creusets issus d'une même terre et ayant subi un nombre variable de chauffés. L'emplacement des creusets en fonction de leur numéro fait l'objet d'une rotation antihoraire, le creuset III prenant la place du creuset cassé, et le creuset V venant à l'ancien emplacement du creuset I. Les quantités et qualités de matière mises en œuvre ne varient pas, pas plus que la durée de l'opération (10 h). En revanche, nous utilisons principalement des tôles de cuivre (ép. 0,45 mm) et non plus du fil.

Forts de notre expérience précédente, nous améliorons la rapidité de la montée en température et surtout nous arrivons à limiter les fluctuations de celle-ci en chargeant plus fréquemment le foyer et en disposant le bois à cheval entre la grille du foyer et l'alandier. Sur le graphique, on lit cette fois clairement la montée en température à l'intérieur du creuset avec le palier classique des 100°C correspondant au départ de l'eau. Les 800°C atteints dès 4 h de chauffe dans le four sont également atteints au bout de 5 h dans le creuset. Celui-ci suit alors fidèlement la montée en température. Vers la 8^e heure, le creuset semble même avoir acquis une certaine énergie qui lui permet de dépasser la température du laboratoire.

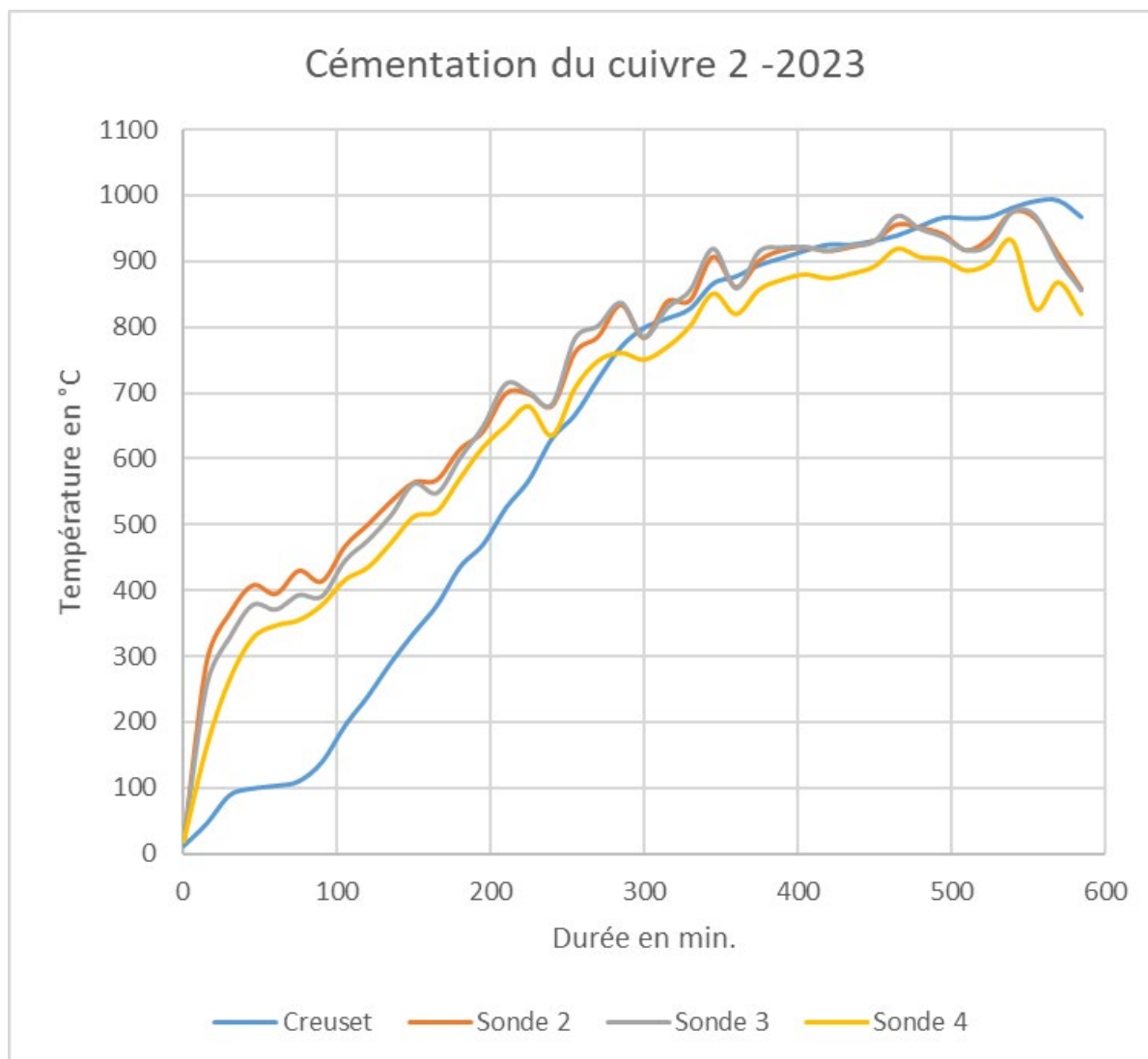


Figure 59, évolution des températures lors de la seconde cémentation

Le lendemain, lors du défournement, la température dans le laboratoire avoisine les 90°C, soit une différence positive de 30°C avec la première cémentation. Comme dans le premier cas, le lut n'a pas tenu au creuset, ni fondu. Les creusets sont vidangés les uns après les autres. Les tôles sont plus aisées à retirer du creuset même si elles sont nombreuses à être soudées entre elles. Dans le creuset III appareillé avec la sonde thermique, nous n'observons que très peu de métal fondu. Dans le creuset II qui se trouve sur le même front que le précédent, on note le début de formation d'une masse fondue au fond du creuset et les tôles sont plus nombreuses à être soudées entre elles. Les creusets I et V sont posés sur la seconde ligne. L'un comme l'autre a été vidangé sans difficulté et présente très peu de traces de fonte sur le métal. Dans l'ensemble des cas, les tôles ont pris partiellement une couleur dorée.

Comme précédemment, nous procédons à la pesée de l'alliage sachant que chaque creuset contient originellement 1500 g de cuivre :

	Masse de métal récupéré	Zinc disponible en g (1,5 kg à 26.2%mass Zn)	Estimation de la qualité du laiton obtenu en %mass de Zn
Creuset III	1741,25 g	393 g.	241,2 g ajoutés. Teneur en Zinc estimée du laiton : 13,4%mass
Creuset II	1817.61 g	393 g.	327,6 g ajoutés. Teneur en Zinc estimée du laiton : 18,2%mass
Creuset I	1734.7 g	393 g.	234,7 g ajoutés. Teneur en Zinc estimée du laiton : 13%mass
Creuset V	1725.4 g	393 g.	225,4 g ajoutés. Teneur en Zinc estimée du laiton : 12,5%mass

Figure 60, quantification de la production par creuset de cémentation (2^e cémentation)

Les deux creusets en position avant présentent sans surprise un meilleur rendement que les deux creusets de l'arrière. De nouveau une différence de teneur notable existe entre ces 2 creusets, mais cette fois le meilleur rendement s'observe sur le côté droit.

Avec la même qualité de minerai employé précédemment, nous restons en capacité de former 1893 g de laiton soit une teneur moyenne de 20,7%mass dans l'alliage. Les creusets II et III sont à égale distance du foyer, mais présentent des rendements bien différents : 83% pour le creuset II et seulement 61% pour le creuset III. Cette différence réelle, mais moindre que lors de la première cémentation, confirme une distribution très hétérogène de la température dans le four d'autant mieux que cette fois le creuset de droite a donné lieu à la formation de plus d'alliage. À l'arrière, la remarque est identique à la première cémentation : le rendement est moins bon qu'à l'avant, mais équivalent dans les 2 cas (57 et 59%). Surtout il est le double de celui enregistré lors de cémentation 1.

La mesure de la température à l'intérieur du creuset indique que nous avons réduit le taux zinc dans le cuivre à partir duquel la fonte a lieu : avec simplement 10 à 12°C de plus dans le creuset, l'alliage fond avec une teneur de 23%mass de Zn.

Cémentation 3 (2024)

Le 22 juin, temps humide et calme, 20°C

Cette nouvelle série (cémentations 3 à 6) a vu au préalable des chauffes à vide (17, 18 et 19 juin) visant à évacuer au mieux l'humidité du four et de son environnement immédiat, accumulée au cours de 12 mois d'inactivité et surtout lors des mois de mai et juin particulièrement pluvieux.

Pour cette cémentation nous avons remis en service les creusets I, II, III et V. Le creuset II a été placé à l'avant gauche, le I à l'avant droit, le V en arrière gauche et le III en arrière gauche. L'enregistrement de leur position nous permet bien sûr de mieux comprendre la production du laiton selon la place du creuset (et donc l'importance de la chauffe), mais aussi comment fonctionne le four lui-même lors d'une opération (les flammes ne se répartissent pas uniformément et systématiquement un côté est plus exposé que l'autre). Enfin, nous avons souhaité les faire bouger dans l'idée qu'ils n'avaient pas raisonnablement de place attirée dans le four historique. Ainsi lorsque nous observerons la circulation du zinc dans la pâte nous n'introduirons pas un biais – supposé – de positionnement.

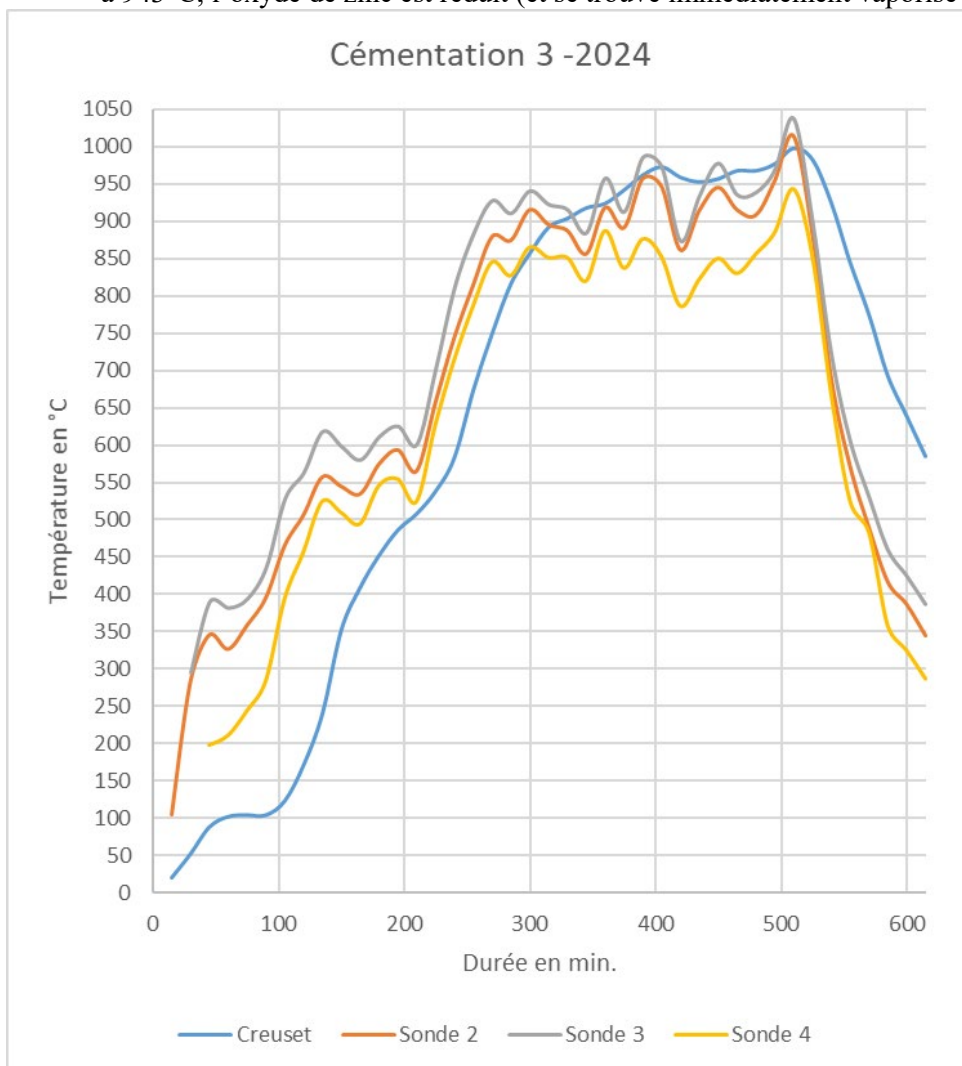
Le creuset II est doté de la sonde de température ainsi que d'une barre de cuivre de 380 g. Avec le creuset III, ils sont remplis de ciment composé avec le minerai des Argentières alors que les 2 autres creusets utilisent du minerai de Jabali. Tous sont fermés par un bouchon de lut. À l'extrémité du four par où s'échappent les flammes, des briques sont disposées formant une enceinte dont la hauteur équivaut à celle du four. Cette enceinte a pour objet d'amener un meilleur tirage. La porte arrière du four n'a pas été jointoyée.

L'opération s'est déroulée sur 10h15 dont 8h45 de chauffe effective. Cette fois, nous avons mesuré la baisse en température après l'arrêt d'alimentation en bois durant 1h30. Le déroulé de l'opération s'est fait sans difficulté. Comme pour toutes les expériences 3 paliers sont à noter. Ils sont pris en compte à partir de la température à l'intérieur du creuset :

vers 600°C, la smithsonite est transformée en oxyde de zinc et l'hémimorphite est transformée en silicate de zinc (Zn_2SiO_4)

à 907°C, le zinc métallique est vaporisé.

à 943°C, l'oxyde de zinc est réduit (et se trouve immédiatement vaporisé dans notre système)



En tenant compte de ces paliers, le grillage débute à T+240. À T+375, la réduction de ZnO est engagée et le laiton commence à se former. Ce sera le cas jusqu'à T+555 marquant le passage sous le point de vaporisation du zinc. Ainsi la durée de production réelle du laiton est comprise a minima entre T+375 et T+555 soit 180 minutes. Cette plage, comme sa durée, est donnée à titre indicatif, car elle ne repose que sur un point de mesure dans le creuset. Durant cette période, la cémentation a lieu. À mesure que le cuivre se charge en zinc, l'alliage voit son point de fusion s'abaisser suivant le diagramme de phase

classique : pour un laiton à 15%Zn, il faut atteindre 1030°C pour une fonte, 990°C pour une teneur à 22%Zn et 980°C pour une teneur à 25%Zn.

Au cours de cette chauffe, nous n'avons pas noté la formation d'un dépôt blanchâtre en sortie de four.

La consommation en bois, mesurée pour la première fois, s'établit à 255 kg (37.6 kg de bois pour 1 kg d'alliage à 12.2%).

Le lendemain, le four est ouvert, les creusets retirés et le métal récupéré. Aucun casse n'est à déplorer. Le lut composé de terre de Langeais, de crottin, de chamotte et de foin a tenu correctement, mais ne présente pas de faciès de fonte.

	Masse de métal récupéré en g	Zinc disponible en g (selon qualité)	Estimation de la qualité du laiton obtenu en %mass de Zn
Creuset I	1753	326 g.	303 g ajoutés. Teneur en Zinc estimée du laiton : 17.3%mass
Creuset II	1724	390 g.	234 g ajoutés. Teneur en Zinc estimée du laiton : 13.6%mass
Creuset III	1614	390 g.	114 g ajoutés. Teneur en Zinc estimée du laiton : 7%mass
Creuset V	1676	265 g.	176 g ajoutés. Teneur en Zinc estimée du laiton : 10.5%mass

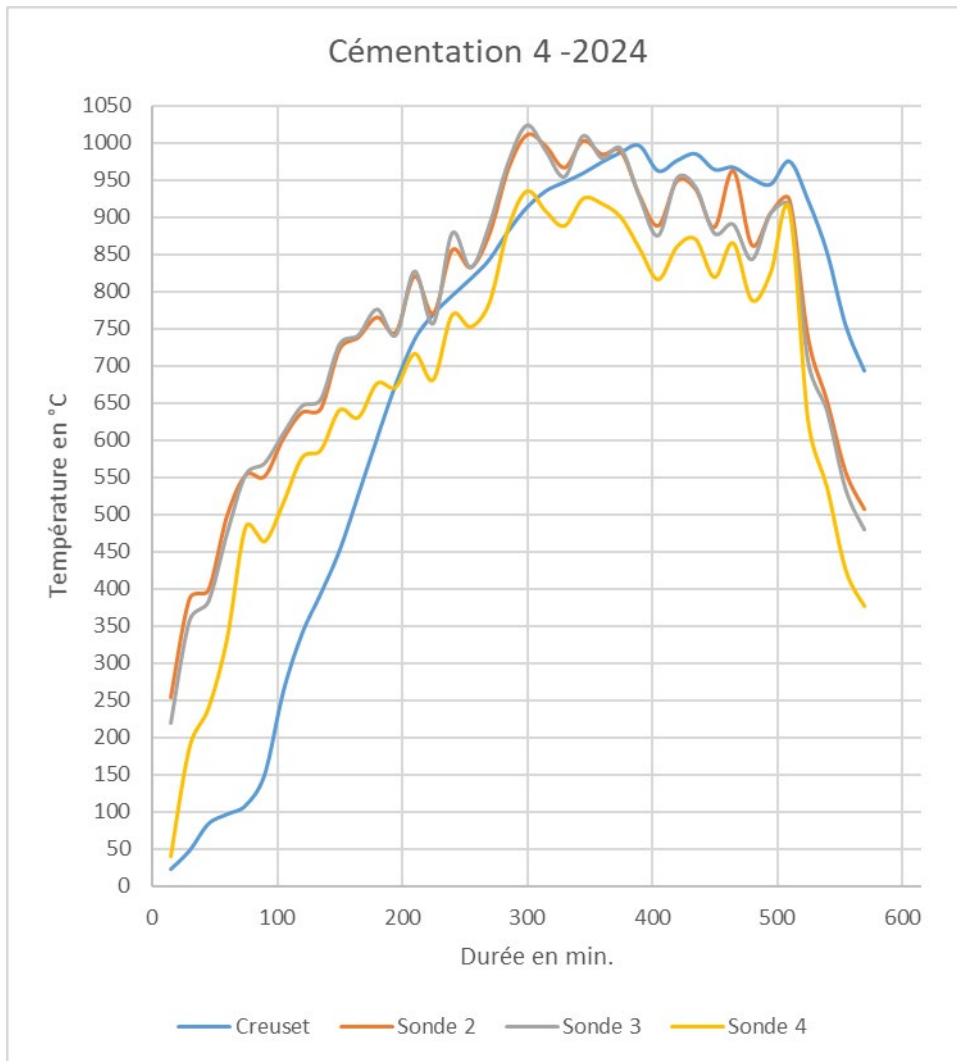
Pour cette cémentation, les creusets avant ont donné lieu à la formation d'un laiton dont la teneur varie globalement entre 13 et 17%Zn mass. À l'arrière la teneur est plus faible, comprise entre 7 et 10%.

Pour cette expérience, nous avons 2 qualités de minerai (22 et 26 %), elle se retrouve dans la qualité des laitons aussi bien pour les creusets avant que ceux à l'arrière. Le rendement (c'est-à-dire notre capacité à utiliser le zinc du minerai pour former le laiton) est très variable selon les creusets, allant de 29 à 92 %. Cette notion de rendement, comme toutes celles qui découlent de la teneur du minerai, doit être prise avec circonspection. Nous montrerons plus loin que la teneur du minerai est variable malgré le broyage. Nous détectons une sous-estimation de celle-ci dès lors que notre rendement est supérieur à 100%... cela doit nous alerter y compris pour les faibles rendements bien que nous n'ayons pas de moyen de contrôle à ce stade (des analyses complémentaires sont en cours).

Cémentation 4 (2024)

Le 22 juin, temps calme et sec.

Cette 4^E cémentation est faite uniquement avec du minerai des Argentières dont la teneur est estimée autour de 31%mass de zinc. Les quantités mises en jeu sont similaires aux précédents essais. Les creusets I et III sont à l'avant (la sonde est dans le creuset I). Les creusets II et V à l'arrière. Le creuset I est équipé d'une sonde et sa charge comporte une barre de cuivre de 344 g. Tous sont fermés par un bouchon de lut. À l'extrémité du four par où s'échappent les flammes, l'enceinte est de nouveau disposée pour amener un meilleur tirage. La porte arrière du four n'a pas été jointoyée. Les flammes, comme les gaz, ne sont donc pas canalisées. Elles s'échappent durant la chauffe par le moindre interstice. Un colmatage obligera la flamme à modifier son parcours qui se fait naturellement dans la zone sommitale du four. En limitant le passage à la base de la porte, nous la forçons à se courber et donc à passer plus efficacement sur les creusets. Cependant, cette logique était-elle dans le champ conceptuel des métallurgistes antiques comme elle l'est aujourd'hui dans celui des céramistes ?



La chauffe a duré 8h30, puis nous avons mesuré la baisse des températures durant 1 h. Le four étant déjà fonctionnel malgré les 2 jours séparant la cémentation 4 de la cémentation 3, la montée en température s'est faite plus rapidement. Le palier des 600°C a été atteint à T+180 (gain d'une heure par rapport à la cémentation 3), le palier des 943°C est atteint à T+330, gain de temps se réduisant à 45 minutes). La plage utile (au-dessus de 903°C) est maintenue pendant 195 minutes (15 minutes de plus que précédemment).

Au cours de cette chauffe, nous avons pu observer la formation d'un dépôt blanchâtre en sortie de four. Il s'agit d'un dépôt d'oxyde de zinc provoqué l'oxydation du zinc vaporisé lors de son refroidissement.

La consommation en bois s'établit encore une fois à 255 kg (33,2 kg de bois pour 1 kg d'alliage à 21.6%). La consommation brute est identique, mais le ratio s'améliore puisque le laiton produit est plus riche en zinc donc plus lourd.

Le lendemain, le four est ouvert, les creusets retirés et le métal récupéré. Aucun casse n'est à déplorer. Le lut composé de terre de Langeais, de crottin, de chamotte et de foin a tenu correctement. Il ne présente pas de faciès de fonte et commence à se détacher du creuset. Nous remarquons un dépôt de blanchâtre sur les plaques de cuivre du creuset V. Elles semblent être le signe d'un refroidissement rapide alors que l'atmosphère de ce creuset était encore chargée en zinc. Parallèlement, le ciment du creuset II a des couleurs verdâtres (jusqu'ici, le ciment était noir avec quelques grains gris durs assimilés à des fragments de quartz stérile) dans l'attente des analyses, nous posons l'hypothèse d'un minerai plus riche en soufre que les autres.

	Masse de métal récupéré en g	Zinc disponible en g (selon qualité)	Estimation de la qualité du laiton obtenu en %mass de Zn
Creuset I	1934	465 g.	434 g ajoutés. Teneur en Zinc estimée du laiton : 22.4%mass
Creuset II	1810	465 g.	305 g ajoutés. Teneur en Zinc estimée du laiton : 16.85%mass
Creuset III	1973	466.86 g.	473 g ajoutés. Teneur en Zinc estimée du laiton : 23.97%mass
Creuset V	1948	465.62 g.	442 g ajoutés. Teneur en Zinc estimée du laiton : 22.69%mass

Pour cette cémentation, les creusets avant ont donné lieu à la formation d'un laiton dont la teneur varie globalement entre 22 et 24%Zn mass. À l'arrière la teneur est plus faible, comprise entre 16 et 22%.

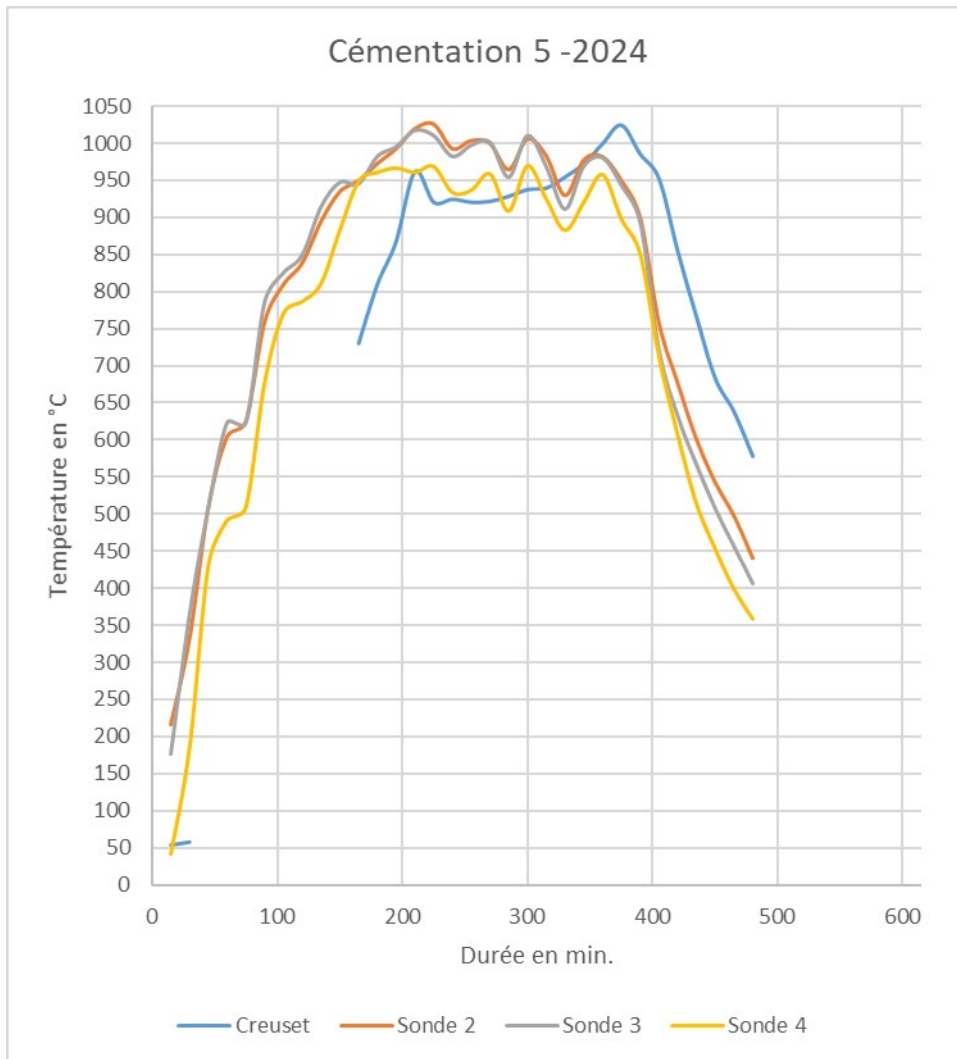
Pour cette expérience, nous avons une seule qualité de minerai (31 %). Si l'avant permet de produire mieux que l'arrière, l'intervalle se réduit. Le rendement (c'est-à-dire notre capacité à utiliser le zinc du minerai pour former le laiton) est équivalent pour 3 des creusets et proche de 100% alors qu'il n'est que de 65% pour le creuset. Toute chose étant égale par ailleurs, il semble que cette différence traduise d'abord une variation non perçue à l'œil dans la nature du ciment plus que l'hétérogénéité de la chaleur dans le four.

Cémentation 5 (2024)

Le 29 juin, temps orageux, chaud (30°C), humide.

Une semaine sépare cette opération de la précédente. Le four a donc retrouvé une température équivalente à celle de son environnement. La chauffe ne bénéficie pas d'une quelconque inertie thermique, bien que le temps soit resté sec entre ces 2 moments.

Comme précédemment, nous utilisons pour composer le ciment du minerai des Argentières dont la teneur est estimée autour de 31%mass de zinc. Les quantités mises en jeu restent similaires. Les creusets III et V sont à l'avant (la sonde est dans le creuset III). Les creusets I et II à l'arrière. La charge du creuset V comporte une barre de cuivre de 358 g. Pour cette chauffe, nous avons choisi d'apprécier l'influence d'une fermeture du creuset. À l'avant, le creuset V n'a pas été fermé, et à l'arrière c'est le creuset I qui reste ouvert. L'ouverture des deux autres est classiquement scellée par du lut. À l'extrémité du four par où s'échappent les flammes, l'enceinte est de nouveau disposée pour amener un meilleur tirage. La porte arrière du four n'a pas été jointoyée. Le mode de travail comme la chauffe reste donc similaire aux autres opérations.



La chauffe a duré 6h30, puis nous avons mesuré la baisse des températures durant 1 h30. Malgré la semaine séparant cette chauffe de la précédente, la montée en température s’est faite rapidement. Un problème sur la sonde du creuset nous empêche de fournir la courbe de montée en température, mais nous pouvons extrapoler que le palier des 600°C a été atteint vers T+150 (gain d’une demi-heure par rapport à la cémentation 3). Le palier des 943°C est atteint très rapidement à T+210 (gain de temps de 2 h par rapport à la cémentation 3). La plage utile (au-dessus de 903°C) est maintenue pendant 210 minutes (15 minutes de plus que précédemment). Notons que dans l’atmosphère du four comme dans le creuset, nous avons cette fois dépassé les 1000°C, le travail s’est donc déroulé à une température supérieure de 50 à 100°C par rapport aux autres essais.

La consommation en bois est logiquement en baisse puisque le temps de chauffe a été réduit. Elle s’établit à 225 kg (28,5 kg de bois pour 1 kg d’alliage à 23.9%). La consommation brute est inférieure, et le ratio s’améliore d’autant que le laiton produit est plus riche en zinc avec moins de bois brûlé.

Le lendemain, le four est ouvert, les creusets retirés et le métal récupéré. Le creuset II montre une fissure. Il est déclassé ayant connu 5 chauffés (pour mémoire, le creuset IV a été déclassé dès la fin de la première chauffe). Le lut composé de terre de Langeais, de crottin, de chamotte et de foin a tenu correctement. Il ne présente pas de faciès de fonte. Cette fois, la voûte du four et la porte arrière sont couvertes d’oxyde de zinc. L’absence de fermeture sur deux des quatre creusets se fait très facilement sentir.

	Masse de métal récupéré en g	Zinc disponible en g (selon qualité)	Estimation de la qualité du laiton obtenu en %mass de Zn
Creuset I (ouvert)	1959	465 g.	459 g ajoutés. Teneur en Zinc estimée du laiton : 23.3%mass
Creuset II	1993	466.5 g.	491 g ajoutés. Teneur en Zinc estimée du laiton : 24.6%mass
Creuset III	2004	465 g.	506 g ajoutés. Teneur en Zinc estimée du laiton : 25.2%mass
Creuset V (ouvert)	1939	465.3 g.	436 g ajoutés. Teneur en Zinc estimée du laiton : 22.5%mass

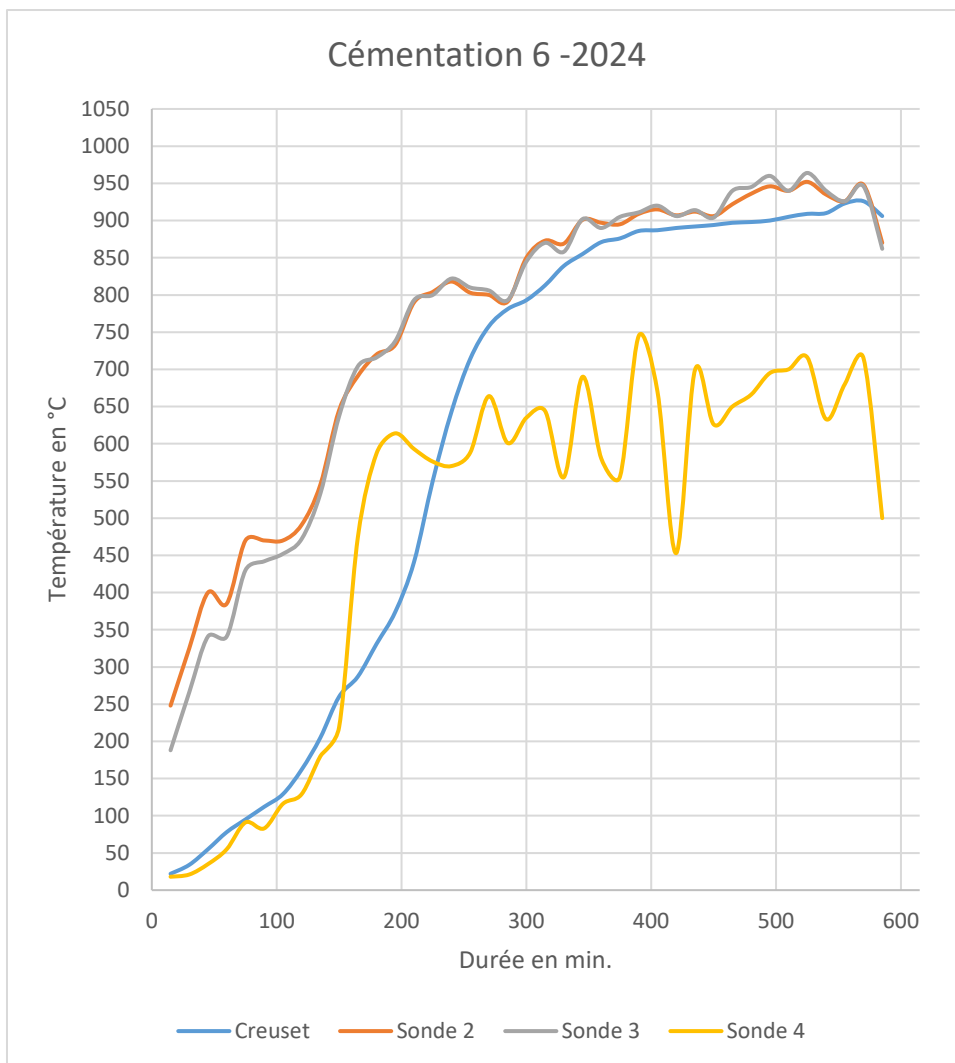
Pour cette cémentation, outre la position dans le four, il faut distinguer entre creusets ouverts et creusets fermés. Sans surprise, les rendements restent meilleurs à l'avant qu'à l'arrière, mais ils s'améliorent de 2 à 3% au regard de la qualité de laiton formé par comparaison avec l'essai précédent. Il existe bien une différence sur cette qualité selon que le creuset est fermé ou non. Pour les creusets ouverts, le taux de zinc dans l'alliage évolue de 22.5 à 23.3%, contre 24,6 à 25.2% pour les creusets fermés. Cette différence qui se retrouve dans les 2 positions reste pourtant difficile à attribuer à la présence ou non d'une fermeture. Il suffit d'observer les résultats sur les autres essais pour s'en convaincre. Ainsi la présence d'un couvercle n'aurait pas d'autre effet que d'atténuer le ressenti de perte en zinc lorsqu'on ouvre le four !

Le rendement est équivalent pour les 4 des creusets, et proche de 100%. Cette bonne réussite semble à mettre en lien avec les températures atteintes qui ont permis une homogénéisation des conditions thermiques dans le four au moins dans la gamme de température utile pour la formation du laiton.

Cémentation 6 (2024)

Le 2 juillet, temps frais (17°C), sec.

Cette dernière chauffe pour la saison 2024, s'est faite à 3 jours d'intervalle. Encore une fois, nous utilisons du minerai des Argentières dont la teneur estimée autour de 26%mass de zinc pour composer le ciment. Cette teneur est similaire à celle mise en œuvre pour la cémentation 3 avec les creusets II et III. Les quantités mises en jeu restent identiques bien que seules des plaques composent les charges. Les creusets V et VI sont à l'avant (la sonde est dans le creuset V), les creusets I et III à l'arrière. Les ouvertures des quatre creusets sont fermées par du lut. Pour cette chauffe, nous avons choisi d'apprécier l'influence du pare-flamme disposé jusqu'à maintenant en sortie de four pour canaliser le tirage. Il n'a pas été mis en place. La porte arrière du four n'a pas été jointoyée. Le mode de travail et la chauffe restent similaires aux autres opérations.



La chauffe a duré 9h30, puis nous avons mesuré la baisse des températures durant simplement 15 minutes. Sans le pare-flamme, la montée en température a été laborieuse. Au sein du creuset, le palier des 600°C a été atteint vers T+230 (équivalent à la cémentation 3). Le palier des 943°C n'est jamais touché et parallèlement la plage utile (au-dessus de 903°C) est maintenue pendant la dernière 1h40 de chauffe. Sur la seule base de ces données, le laiton ne devrait pas s'être formé puisque nous n'avons pas atteint la température de réduction de l'oxyde de zinc.

Si la courbe de température est erratique en sortie de four (sonde 4) traduisant le mauvais tirage du four, les sondes 2 et 3 suivent un tracé régulier qui ne lui est pas corrélé.

La consommation en bois s'élève à 250 kg, ce qui équivaut à 33,7 kg de bois pour la formation 1 kg de laiton à 15,6% de zinc.

Le lendemain, le four est ouvert, les creusets retirés et le métal récupéré. Sans surprise eu égard aux températures de travail, les creusets sont tous réutilisables. Le lut composé de terre de Langeais, de crottin, de chamotte et de foin a tenu correctement sans, évidemment, montrer de faciès de fonte.

	Masse de métal récupéré en g	Zinc disponible en g	Estimation de la qualité du laiton obtenu en %mass de Zn

		(selon qualité)	
Creuset I	1773	364 g.	268 g ajoutés. Teneur en Zinc estimée du laiton : 16.5%mass
Creuset III	1760	369.2 g.	260 g ajoutés. Teneur en Zinc estimée du laiton : 15.98%mass
Creuset V	1800	391 g.	289 g ajoutés. Teneur en Zinc estimée du laiton : 17.76%mass
Creuset VI	1813	390 g.	290 g ajoutés. Teneur en Zinc estimée du laiton : 18.32%mass

Comme à l'accoutumée, les rendements restent meilleurs à l'avant qu'à l'arrière. En bonne corrélation avec les températures, la qualité de laiton formé est inférieure aux deux essais précédents. Cependant, le laiton s'est pourtant bien formé alors que la mesure de température dans le creuset aurait laissé envisager qu'il en allait autrement. Cela pointe directement l'aspect partiel des mesures de température que nous produisons. Si dans la partie sommitale du creuset, les 943°C n'ont pas été atteints, il en va autrement dans le reste du creuset. Comme nous l'avancions depuis longtemps, la prise de température est importante, mais elle ne reflète qu'une réalité très incomplète de la dynamique thermique dans les creusets. Pour améliorer cette vision, et puisqu'il est difficile de truffer un creuset de sondes, deux possibilités s'offrent à nous. La première est de travailler par modélisation. Nous avons ouvert ce chantier avec Ch. Ars (voir rapport 2020, p.110-117). La seconde est de doser les laitons formés dans un creuset II y a en fait une gradation nette entre le haut et le bas du creuset, allant de la feuille cémentée à la masse fondue, mais également à l'échelle d'une même plaque ou des traces de fusion sont visibles. Plus qu'en donnant une teneur globale par creuset, nous serons en mesure de titrer les extrêmes à savoir les masses fondues en fond de creuset et les tôles de la zone sommitale du creuset.

Pour l'heure, en se basant sur la masse globale d'alliage, le rendement de cette chauffe est équivalent pour les 4 des creusets évoluant entre 70 et 76%.

4 Synthèse

Ces 6 séquences de travail au four au bois sont riches d'enseignement tant sur les structures de production, les alliages formés que sur la consommation et l'impact de l'activité dans son environnement immédiat.

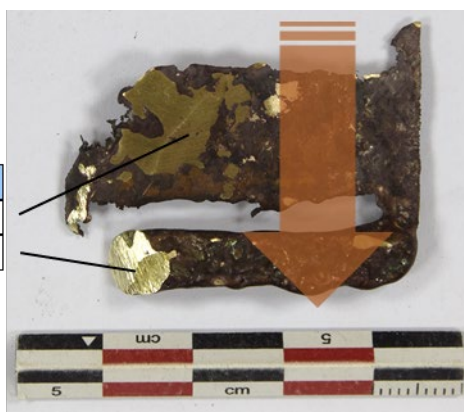
Dans l'attente des résultats d'analyse sur la nature des laitons formés selon la position dans le four et dans les creusets, nous ne nous étendrons pas au-delà des pistes qui s'ouvrent sur la qualité à l'aide de tests préliminaires faits sur des tôles du creuset II après la 2nd cémentation.

Reading No	Sample	Units	Zn	Cu
4662	Feuille	%	13,4	86,6
4663	Feuille 1/2 fondue	%	14,9	85,1
4664	Feuille 3/4 fondue	%	14,8	85,2
4665	Goutte	%	25,7	74,3



Sur cet exemple où la teneur moyenne est estimée globalement à 17.45%mass de zinc, le taux varie ici de 13,4% à 25,7%mass Zn sur 3 échantillons différents. À partir du même lot, nous avons également observé une plaque en cours de cémentation au moment de l'arrêt de l'opération. Ici encore la teneur en laiton selon la zone d'analyse varie grandement (de 14,9% à 22,4%mass Zn).

Reading No	Sample	Units	Zn	Cu
4666	Haut de feuille	%	14,9	84,9
4667	Bas de feuille	%	22,4	76,8



Ces observations préliminaires ouvrent la voie à deux réflexions. Lors de la récupération de l'alliage, il est possible d'effectuer différents tris :

- soit en séparant ce qui vient de la partie haute, de la partie centrale et la base souvent liquide. On procède ainsi à un tri qualitatif assez global, le plus riche étant à la base. Ce tri qualitatif permet d'obtenir à bon compte 3 qualités et donc 3 couleurs d'alliage.
- soit en triant plus soigneusement. Tous les éléments fondus (gouttes, culots) ont une teneur élevée en zinc et donneront une belle couleur or. Un simple coup de ciseau sur les plaques non fondues donne à voir la couleur de l'alliage que l'on peut alors également classer et utiliser en fonction des besoins.

Ces propositions sont valables en se basant sur la forme du cuivre utilisé pour ces expériences. Or, à notre échelle, nous ne savons rien du conditionnement du cuivre porté à la cémentation : plaques, gouttes, lingots. Les formes peuvent être multiples, mais plus le fractionnement est important, plus le travail de préparation du cuivre en amont est conséquent, jusqu'à sûrement devenir prohibitif. Pourtant, plus le fractionnement est grand, plus la surface de contact augmente et facilite les échanges avec les gaz zincifères. Il y aurait donc un terme moyen à trouver. Dans notre cas, nous avons utilisé du fil de cuivre lors des premiers essais. Il est apparu que la production de fil pour être mis à fondre semblait trop coûteuse en temps. Nous avons arrêté d'utiliser ce conditionnement. Les plaques mises à cémenter seraient une solution que nous prolongerons bien que la mise en plaque à une période où n'existe pas le laminoir représente une très importante somme de travail. Il serait envisageable de couler en granules le

cuivre. Cela semble plus qu'à la portée des métallurgistes, mais cela a un coût. Rappelons également que la sphère est la pire des solutions pour ce qui touche à la surface de contact. Enfin, nous avons commencé à tester l'introduction de lingot (c'est-à-dire de blocs massifs). Il est encore trop tôt pour porter un avis sur cette possibilité qui induit sûrement un changement dans la conduite du four, avec un allongement de la chauffe. Cependant, cet allongement de la durée de cémentation trouve un écho intéressant dans les rares notions de durée fournies dans le corpus des recettes de cémentation (voir par exemple : « teinture du cuivre inventée par les Perses décrite par ordre de Philippe » in traité des arts et métiers, coll. Les alchimistes grecs, tom. IX, 1^{er} part. ; ou la recette 74 de la *mappae clavicula*). La durée de cémentation donnée est de l'ordre d'un jour. Pour notre part, la phase de cémentation n'a duré que 3 heures !

La question de la mise en place d'un couvercle sur les creusets peut se poser. L'essai que nous avons conduit (cémentation 5) a montré qu'une différence existait entre un creuset fermé et un creuset ouvert. Mais celle-ci reste assez limitée. Sur le site de Charleville-Mézières, les couvercles sont attestés, mais restent rares par rapport au nombre de creusets retrouvés. Dans le corpus des recettes de production de laiton, les deux solutions existent (avec en plus celle consistant à disposer sur le ciment un lit de verre pilé qui, une fois fondu, forme bien également une couverture). Si dans un foyer laisser le creuset ouvert permet une vision directe et une action sur le contenant si besoin, il n'en va pas de même dans le four où ce n'est qu'une fois froid qu'il est possible d'accéder aux creusets. Sans autre élément de preuve et sur la seule base de notre essai, la fermeture du creuset semble de bon sens.

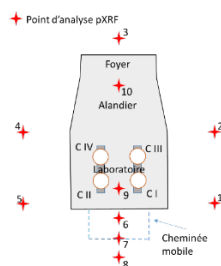
Ces essais ont également donné l'occasion de réfléchir à la consommation en combustible. La chauffe s'est faite intégralement au bois.

N° cémentation	Masse laiton produit en kg	Qualité moyenne en Zn	Bois brûlé en kg	Ratio bois/laiton et bois/cuivre en kg
1	6.773	11,4%	375	55,7 / 62.5
2	7.017	14.5%	375	53.4 / 62.5
3	6.767	12.2%	255	37.7 / 42.5
4	7.665	21.6%	255	33.2 / 42.5
5	7.895	23.9%	225	28.5 / 37.5
6	7.146	15.6%	250	33.7 / 41.6

Il ne faut pas tenir compte des 2 premiers essais que nous avons conduits sciemment lentement pour ménager le four. Les 4 suivants semblent plus réalistes puisque nous avons cherché, sans nous précipiter, à alimenter le four de façon à toujours connaître une montée en température et surtout un foyer actif. Nous arrivons à une consommation d'une trentaine de kilogrammes de bois pour produire un laiton titrant autour de 20%massZn. Étant les seuls à avoir conduit ce type d'expériences, nous avons cherché un élément de comparaison dans un procédé de production similaire, mais qui varie par l'usage du combustible et la nature de creuset. Il faut donc se tourner vers les travaux de N. Thomas & D. Bourgarit. Selon les données publiées et partant du principe que 1000 kg de bois donne 150kg de charbon, les auteurs annoncent avoir brûlé 1000 à 3000kg de charbon pour 70kg de cuivre. Indépendamment de l'imprécision de la donnée, cela correspond à 6500 kg à 20 000kg de bois pour 70 kg, soit 92 à 285 kg de bois pour un seul kilogramme de cuivre (dans notre cas le ratio s'établit entre 37.5 et 62.5 kg). Deux conclusions s'imposent face à cette différence. Il est possible que le travail expérimental au charbon n'ait pas été maîtrisé, ou que la quantification ait été mal faite. Mais surtout, le four au bois s'avère énergétiquement plus rentable. C'est sans compter le temps nécessaire à la production du charbon. Par ailleurs, nous avons utilisé des creusets en terre proches du modèle archéologique alors que les expériences de N. Thomas & D. Bourgarit ont été faits à l'aide de creusets en graphite. Ce matériau, moderne, a une conductivité thermique excellente alors que la terre est beaucoup plus isolante. La terre cuite à une conductivité thermique de 0,84 (sans compter le dégraissant et les vacuoles qui réduisent encore sa conductivité), le graphite a une conductivité thermique de 5,7 à 80 selon l'orientation de ses feuillettes. Ainsi dans le pire des cas, le graphite conduit 7 fois mieux la chaleur que la terre !

De cette série expérimentale, il faut également retenir un point d'amélioration portant sur le lut. Jusqu'à présent, nous avons utilisé une terre et une composition qui ne peuvent pas reproduire la couche de protection appliquée sur les creusets de Charleville-Mézières avant leur enfournement. Pour progresser dans ce sens et en suivant ce que nous avons pu observer lors de nos travaux sur les creusets de Bouto (Téreygeol, 2019), nous mettrons en œuvre le lut à partir de la terre des mines de Melle. Cette argile de décalcification est fusible à basse température (autour de 900°C). Elle devrait convenir. Cet objectif vise une approche par analogie. Il est à peu près certain que cela ne changera pas la nature et la qualité de nos productions.

La réalisation de ces expériences donne également l'occasion d'observer comment la teneur en zinc évolue dans le four et dans l'environnement immédiat de celui-ci. Pour mener ce travail, nous avons implanté de 10 petits tubes cylindriques afin de disposer d'un maillage représentatif de la zone sans prétendre à la mise en place d'une cartographie de détail. Le choix des tubes est là pour assurer que l'analyse se fait systématiquement aux endroits préalablement testés. Sur ce point, l'analyse est donc reproductible, ce qui enlève un biais appréciable. Un plot est posé proche de la face avant (n°3), deux équipent chacun des côtés (n° 1, 2 et n° 4, 5). Trois sont sur l'axe perpendiculaire à la paroi amovible. Ils sont disposés sur cette ligne respectivement à 29, 53 et 80 cm du four (n° 6, 7 et 8) dans l'axe de la zone d'échappement des gaz. Deux sont dans le four lui-même (l'un au niveau de l'alandier n°10, l'autre entre les creusets arrière n°9). Classiquement les dosages ont été faits à l'aide de notre pXRF en mode mining ou soil (selon les teneurs estimées en zinc) sur une durée de 30 secondes. Ces changements sont préjudiciables et nos prochains dosages se feront uniquement en mode « soil ». Le dosage systématique des points n'a pas été de mise entre les différentes expériences.



Tx de Zn en %mass																
	N°pXRF	Avant XP 2023	N°pXRF	Cem 1	N°pXRF	Cem 2	N°pXRF	Avant XP 2024	N°pXRF	Cem 3	N°pXRF	Cem 4	N°pXRF	Cem 5	N°pXRF	Cem 6
1	1093	0,02			2522	0,10	288	0,06			426		513	0,04	522	0,06
2	1094	0,03			2521	0,05	289	0,03			427		514	0,04	523	0,02
3	1095	0,04			2520	0,05	290	0,04			428		515	0,05	524	0,06
4	1096	0,05			2519	0,04	291	0,06			429		516	0,07	525	0,06
5	1097	0,02			2518	0,05	292	0,05			430		517	0,25	526	0,04
6	1098	0,03	2487	1,75	2515	0,42	293	0,08	414	0,09	431		504	3,5	519	0,06
7	1100	0,04	2488	0,11	2516	0,03	294	0,04	415	0,06	432		505	0,07	520	0,09
8	1099	0,02	2489	0,03	2517	0,07	295	0,03	416	0,05	433		506	0,02	521	0,07
9	2404	0,02					296	0,09					512	0,63	527	0,70
10	2403	0,01					297	0,01					511	0,03	528	0,01

Sans rentrer dans le détail propre à chaque séquence de dosage, il ressort de cette série une première difficulté reposant sur le travail même autour de ce four. Au cours des expériences, nous sommes amenés à circuler autour du four, à démonter la porte arrière, nettoyer par balayage les zones de travail. Ainsi nous avons clairement une action mécanique sur la circulation du zinc. Bien que le dosage se fasse systématiquement sur un même point, celui-ci est piétiné, parfois balayé, ce qui induit des apports ainsi que des retraits des éléments reposant sur sa surface. Le dosage n'est donc pas représentatif du seul apport éolien, pondéré par le lessivage en cas de pluie. La conséquence chimique est que sur un même point le dosage d'une séquence à l'autre peut montrer une évolution qui n'est pas linéaire ni croissante. Bien que ne disposant que de 10 points de contrôle, notre « grille » de lecture apparaît trop serrée. Parallèlement, les évolutions des taux de zinc d'une séquence à l'autre restent limitées, il est possible que ce ne soit qu'à l'issue de l'ensemble des essais que nous puissions obtenir une approche comparative intéressante en observant nos dosages avant les expérimentations et ceux effectués après l'ultime chauffe.

La seconde difficulté tient à notre activité à Melle depuis 2003. Elle a donné lieu à d'autres essais impliquant l'usage du laiton et le sol n'est donc pas vierge. L'environnement immédiat du four affiche des teneurs autour de 200 à 500 ppm. Combiné à la première difficulté, sans même travailler au four, nous pouvons conduire par déplacement mécanique des poussières à des enrichissements de nos zones d'analyses. Il y a donc un bruit de fond que nous estimons autour de 0,05% en deçà duquel, nous ne pouvons rien dire sur l'apport propre à ces expériences. Ce taux a été choisi en fonction de la plus forte réponse observée avant la première expérimentation (point 4, n°pXRF 1096).

En gardant à l'esprit ces contraintes, la série d'analyses dont nous disposons aujourd'hui montre une tendance progressive, mais encore faible, à l'enrichissement en zinc dans les zones testées. Sans surprise, la zone arrière connaît l'accumulation de zinc la plus importante. Dans le four, l'alandier ne connaît pas de hausse notable alors qu'en bonne logique le taux de zinc dans le laboratoire croît sensiblement. En synthétisant, autour du four, nous atteignons des taux entre 0.05% et 0.1% (soit de 500 à 1000 ppm) et de 0.7% (7000 ppm) dans le laboratoire. Ces deux informations sont à mettre en regard de la prospection géochimique menée sur le four du Clos-Paul (ci-dessous). Au cœur du phénomène, le taux atteint 12500 ppm alors que dans l'environnement immédiat, il est entre 5000 et 7000 ppm. Les chiffres ne peuvent pas être comparés directement puisque ces dosages sur site archéologique sont le reflet d'une activité s'étant déroulée il y a 1700 ans (perte par lessivage) et dont l'intensité a dû être nettement supérieure à la nôtre. Il sera néanmoins intéressant de poursuivre nos efforts au cours de nos essais, et si possible de contrôler le taux de zinc à une ou deux années de distance après l'arrêt de notre activité. Les analyses donnent également accès aux autres éléments chimiques parmi lesquels nous pourrions suivre le cuivre puisque ce référentiel existe aussi pour le site archéologique. L'objectif final de ces dosages reste d'offrir un élément de comparaison qu'il sera possible d'employer à l'occasion de la découverte de nouveaux sites archéologiques.

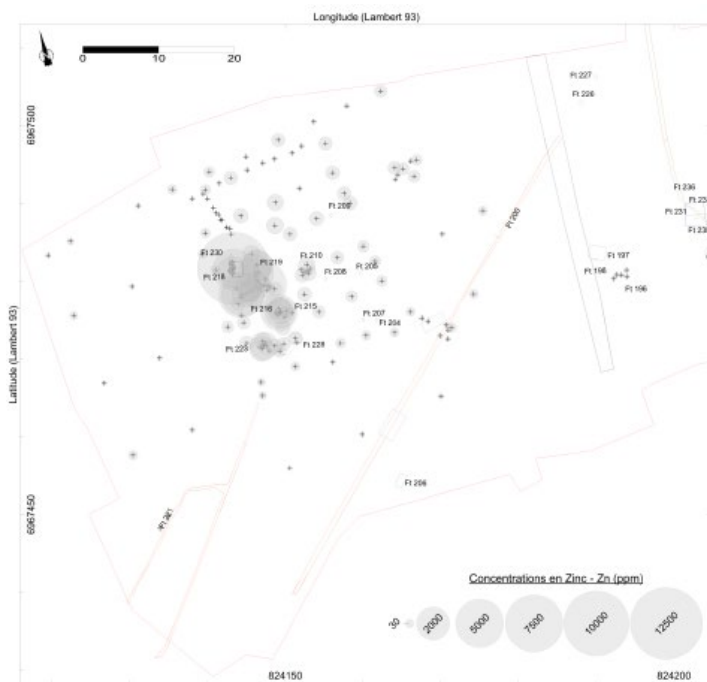


Figure 61, cartes géochimiques du zinc, Clos-Paul, Ardennes, atelier du IIIe s., (Marian (dir.), 2016, DFS Vol 2, p. 307-308).

5 Conclusions et perspectives

Cette séquence entamée en 2022 a été couronnée de succès et, si elle n'est pas refermée, elle donne déjà un lot appréciable d'informations touchant à la nature des laitons formés à l'aide d'un minerai connu, aux savoir-faire qui entourent cette production, et à la taphonomie qui découle de sa mise en œuvre. Ces

3 ans nous ont permis de gagner en expérience et nous sommes aujourd'hui à même de conduire sans difficulté une cémentation du cuivre en four à bois avec des volumes de production qui sont en accord avec la donnée archéologique. Des essais devront être poursuivis pour améliorer notre donnée statistique dans les différents domaines qui nous intéressent : consommation en bois, qualité des productions, durée des opérations, etc.

Nous envisageons également en amont des expérimentations sur la production du laiton de poser la question de la ressource. En effet, à ce jour, personne ne s'est intéressé aux réseaux d'approvisionnement en minerai de zinc. Si pour le Clos-Paul, une réponse générique est assez évidente, elle n'est pas satisfaisante dans le détail. Que dire alors de la bimbeloterie que l'on retrouve sur l'ensemble du territoire ! L'expérience menée sur le minerai des Argentières pourrait conduire à reconsidérer les minerais exploités au sein de certaines anciennes mines.

Toujours en amont, et nous avons déjà ouvert ce dossier (cf les expériences conduites par Léa Chanal), nous souhaitons développer une démarche de production incluant la réalisation du cuivre à partir de minerais connus et selon des procédés anciens. Elle aura l'avantage de nous fournir des analogues expérimentaux dont le cortège chimique correspond à des minerais connus, facilitant ainsi la mise en œuvre des pistes de filiation.

Au cœur du procédé, nous souhaitons entamer une double réflexion portant sur le possible recyclage du ciment. Il s'agit de le réemployer au moins pour bénéficier du poussier usagé dont la réalisation est particulièrement délicate. Dans certains cas, le réemploi pour capter le zinc restant est également envisagé. Parallèlement, nous devons éclairer le point touchant à la forme du cuivre mis à cémenter. Les premiers essais conduits en 2024 sur des barreaux montrent des résultats tangibles qu'il faut confirmer en abandonnant le travail à l'aide de feuille. À l'autre extrémité du spectre des formes, un travail avec des granules devra également être organisé. Notre capacité à cémenter d'autres types d'alliages (cuivre-plomb, bronzes, caldarium) doit également être testée pour aboutir à la réalisation d'un référentiel correspondant aux différents alliages cuivreux pour lesquels le zinc est un composé majeur.

En amont de la production, un tri et une sélection des laitons selon leur qualité restent à faire. Il ne s'agit pas de doser par XRF et de trier, mais bien de faire confiance à l'œil pour classer la production. Ceci fait, des refontes seront conduites pour pouvoir doser des lingots qui, nous l'espérons, seront de différentes qualités. Le travail que nous avons réalisé sur une dague que nous avons trouvé a montré par exemple que son assemblage impliquait l'usage de 3 types de laiton bien distincts par leur couleur : des laitons or, des laitons au plomb et des laitons rouges¹⁰⁴.

Bibliographie

- Cancés B., Marin B., Ponthieu M., Conreux A., Laratte S., Section IX, Réalisation d'analyse de sols archéologiques lieu-dit Clos-Paul, Charleville-Mézières (08), marché public 2013-21, *DFS Charleville-Mézières Le Clos-Paul, le Triot du Sart*, Vol. II Études des spécialistes, 2019
- Doridot A., Robbiola L., Téreygeol F., Production expérimentale de laiton par cémentation en creuset ouvert, avec du minerai de zinc, selon des recettes médiévales et modernes, *Archéosciences Revue d'Archéométrie*, n°30, 2006, p. 15-24.
- Thomas N., Bourgarit D., 2018, « La peine emporte-t-elle le profit ? Économie de la production du laiton par cémentation au Moyen Âge », *Medieval copper, bronze and brass, Proceedings of the symposium of Dinant and Namur, 15-17 May 2014*, coll. Etudes et documents, Archéologie, 39, Namur, 2018, p. 71-88.

¹⁰⁴ Téreygeol F., Dissier A., Flament J., Sarah G., Une dague à oreilles et son fourreau du XV^e siècle découverts à Castel-Minier (Pyrénées françaises), *Gladius Estudios sobre armas antiguas, arte militar, y vida cultural en oriente y occidente*, XXXIX (2019), pp. 109-126,

IV les minerais de fer manganésifères du Rancié et la production des pointerolles (XIV-XVe s.)

2023-2024

Méaudre J.-C. *, Disser A. *, Téreygeol F. *

*LAPA-IRAMAT UMR 7065 UPSac-CNRS et LAPA-NIMBE UMR 3685 CEA-CNRS, 91191 Gif-sur-Yvette

Castel-Minier est un site de production polymétallique situé sur la commune d'Aulus-les-Bains dans les Pyrénées ariégeoises. À la fin du XIII^e siècle, la mise en exploitation des gisements d'argent de la Vicomté du Couserans induit la mise en place d'un atelier sidérurgique au contact de la zone minière. Durant trois siècles, du fer est produit et consommé à Castel-Minier grâce au minerai de fer provenant de la mine de Rancié située dans une vallée voisine. L'atelier de Castel-Minier se trouve déconnecté de zones d'habitats et ne doit donc dans un premier temps sa raison d'être qu'à l'activité minière sous la forme d'une simple forge d'élaboration ou d'entretien d'outils (XIII^e s.). Au moment où l'exploitation minière bat son plein, les métallurgistes se mettent, en parallèle de la chaîne opératoire de l'argent, à réduire le minerai fer d'abord dans des forges à bras (XIV^e s.), puis adoptent la force hydraulique pour le martelage (XV^e s.). Dans sa dernière phase d'exploitation (XVI^e s.), la mine étant épuisée, le site ne produit plus que du fer au sein d'une véritable mouline, appareil sidérurgique emblématique des Pyrénées. Le fer fait ainsi l'objet d'une consommation immédiate dans un premier temps, puis la production évolue et s'ouvre sur des espaces élargis avant de se limiter strictement à l'exportation. Les fouilles ont livré plusieurs dizaines de kilogrammes d'objets en fer. Il s'agit aussi bien d'objets finis utilisés dans la vie courante, d'outils spécifiques liés à la mine que de chutes associées à la production de produits intermédiaires tels que des barres.

La galène argentifère constituait la principale ressource exploitée au Castel-Minier. L'encaissant est majoritairement du schiste, une roche tendre, mais également de la dolomie et du quartz. Les mineurs médiévaux attaquaient le schiste à l'outil, mais la dolomie et le quartz imposaient une attaque au feu en amont du recours à l'outil. Les fouilles archéologiques menées depuis 20 ans au Castel-Minier ont permis de mettre au jour un ensemble d'outils associés à cette exploitation minière ; pointerolles, pics, coins, marteaux et houe. Ces découvertes, qui couvrent la période d'exploitation des mines du Castel-Minier, ont été réalisées aussi bien en milieu souterrain que dans les ateliers de surface et les habitats. La présente étude se focalise sur un type d'outil, la pointerolle. Cet outil emblématique du mineur est un burin emmanché utilisé en tant qu'outil à percussion posée.

1 Le minerai de Rancié

Les textes nous renseignent sur l'origine du minerai de fer utilisé pour produire le fer du Castel-Minier, à savoir les mines du Rancié situées dans la vallée du Vicdessos (Verna, 2001 : 125). Une étude de provenance réalisée sur une pointerolle retrouvée dans la mine des Ouels, proche du site du Castel-Minier, confirme cette origine (Leroy 2010, Leroy 2012). « Depuis l'époque moderne, les sources historiques et géologiques décrivent les minerais de la mine de Rancié. Les gisements ferrugineux de la zone pyrénéenne sont d'origine hydrothermale. Les gîtes se présentent essentiellement sous la forme de veines ou filons à hématite. Ils ont pris leur caractère apparent par l'effet de substitution à des calcaires encaissants. Le minerai primaire, qui était de la sidérite, est manganésifère. Par conséquent, l'ensemble des minerais de substitution contient l'élément manganèse. Il reste des quantités de sidérite mélangées à de la limonite. Il en résulte différents types de minerai pour le Rancié [...]. Les mineurs et les forgers réduisaient ces variétés à trois types : les mines fortes (ou ferrues), c'est-à-dire les différentes hématites, les mines douces ou noires (les fers spathiques plus ou moins décomposés) et les mines pauvres, montrant par ailleurs que différentes qualités minéralogiques étaient identifiées par les hommes. [...] [L]es minerais sont riches en oxydes de manganèse (>2%mass) et pauvres en oxydes de phosphore. Ces

teneurs sont une caractéristique des minerais ariégeois, et pyrénéens de manière générale, ce qui les rend différenciables par ces critères d'autres minerais collectés en France. » (Leroy 2010, 84-85).

2 Le corpus d'outils

Quarante-six pointerolles proviennent du Castel-Minier (26 outils complets, 12 fragmentaires, 2 chutes et 6 pointes). Ce corpus a été étudié du point de vue typomorphologique et métallographique (Méaudre 2023, sous-presse, Gosselin 2021). Cette étude a permis d'aborder deux questions. La première consistait à déterminer, grâce aux observations typologiques et métrologiques, si une évolution de la pratique de forge était perceptible durant les trois siècles d'exploitation. La seconde était d'associer des gestes techniques à cette mise en forme en regard des observations métallographiques.

Typologie

La typologie est établie d'après deux études réalisées sur des corpus de Bohême-Moravie (Luna & Zimola 2007 : 306, Hrazdil et al. 2007 : en particulier 284, fig. 1/59). Ces études définissent trois faciès. Le type A se caractérise par une forme ovoïde, c'est-à-dire un renflement au niveau de l'œil de l'outil. Ce faciès, le plus répandu, est similaire à celui décrit par Agricola (Agricola 1556 : VI, 114-115). Le type B est de forme triangulaire et le type C rectiligne (Figure 62, gauche). Parmi les 25 outils discriminables, 18 appartiennent au type A et 7 au type C. La distribution entre les deux familles demeure identique durant les deux siècles d'exploitation (60% - 40%), reflétant la coexistence de différents savoir-faire et non une adaptation à différentes matières premières. Une seconde caractéristique apparaît ; la présence de quatre chanfreins, parfois deux, entre l'œil et la zone de frappe (Figure 62, droite). La proportion d'outils chanfreinés décroît au XVe siècle, passant de 57% à 33%, mais demeure similaire au sein des deux familles (environ 40%).

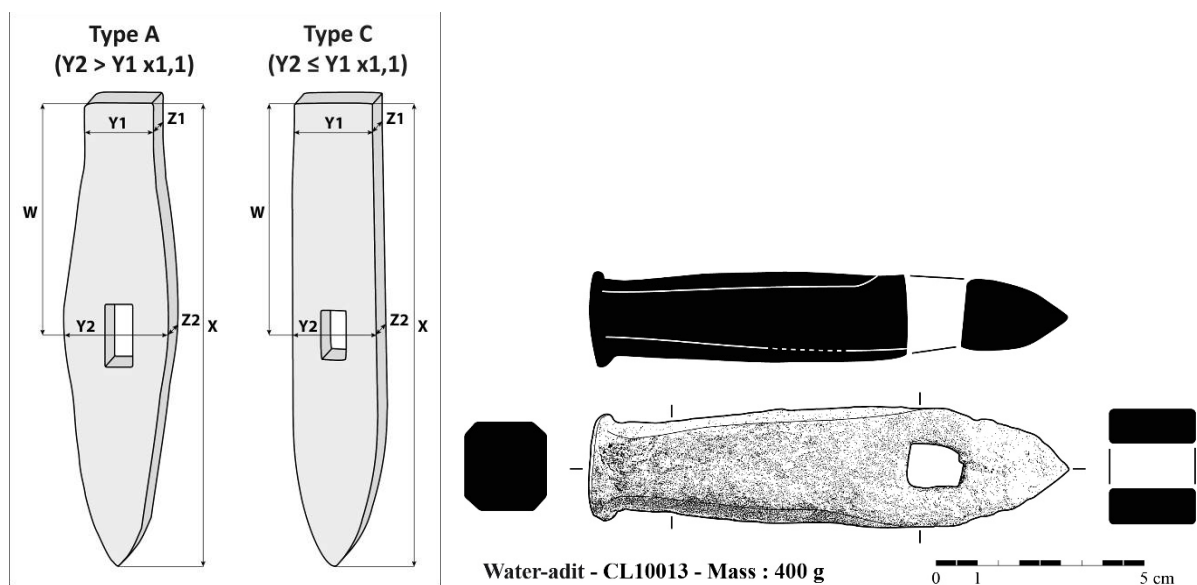


Figure 62, Castel-Minier, gauche, typologie des outils, droite, pointerolle chanfreinée

Métrologie

Cette étude permet d'estimer la longueur minimale des outils du Castel-Minier grâce à l'observation du positionnement de l'œil des pointerolles présentées dans le De Re Metallica (Agricola 1556 : VI, 114-115, Guillot 1995 : 510). En appliquant un ratio W/X de 0,4 ($X = W \times 2,5$), cette longueur est estimée à minima à 220 mm avec une augmentation de 30 mm minimum entre le XIVe et le XVe siècle (Figure 62, gauche). La section des talons (Y1-Z1) est carrée et avoisine les 20 mm de côté. Aucune évolution chronologique ne transparaît. Les dimensions des yeux sont en moyenne de 15 mm de long pour 8 mm de large, mais peu représentative, car soumises à de grandes fluctuations.

Études métallographiques

Des études métallographiques ont été menées sur 10 pointerolles : 8 outils complets, 1 dénué de taillant et 1 pointe (Gosselin 2021, Leroy 2010). Parmi ces outils répartis à l'identique entre les XIV^e et XV^e siècles, 4 appartiennent à la famille A et 5 à la famille C. La totalité des pointes est en acier trempé, mais la nature des corps et des assemblages des taillants varie. 5 pointerolles ont un corps constitué d'acier ferrito-perlitique et 4 d'un matériel hétérogène composé d'acier et de ferrite. Trois types de montage des pointes coexistent : taillant forgé dans la masse (3), soudure en bout (3) et soudure en insert (2) (Figure 63). Au regard de la chronologie, aucune évolution notable quant à la nature du corps des outils ou à l'assemblage du taillant ne ressort. Il est néanmoins intéressant de faire un parallèle avec 5 pointerolles datées du XV^e siècle découvertes à Pampailly présentant exclusivement des soudures en insert (Benoit 1997 : 60-63, Guillot et al 1995, Gosselin 2021 : 468-470).

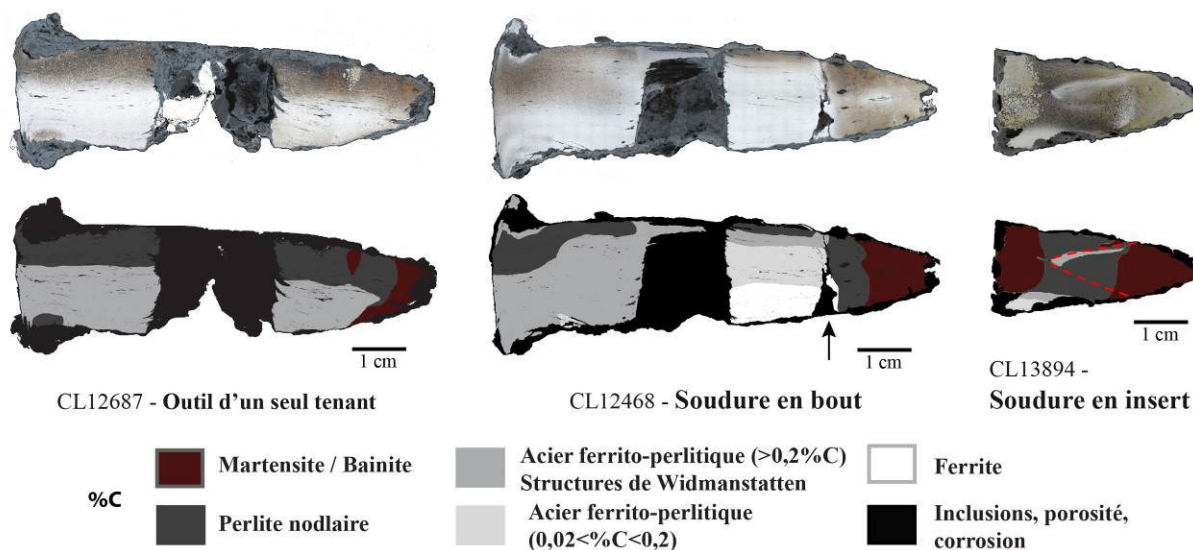


Figure 63. études métallographie présentant les trois types de montage des pointes

3 Problématique

Ce programme d'expérimentation touche en premier lieu la réduction du minerai de fer du Rancié et vise à la fois à comprendre le comportement de ce minerai et à obtenir des masses brutes. L'objectif est d'examiner le métal produit d'un point de vue microstructural afin de qualifier le taux de carburation des masses produites par la réduction du minerai de Rancié. Les hématites manganésifères du Rancié sont en effet réputées propices à la production d'«acier naturel». Néanmoins, les études archéométriques et expérimentales menées sur d'autres types de minerai ont souvent souligné le caractère hétérogène de la distribution des aciers au sein d'une masse de métal brute de réduction. Il s'agit donc, par la réduction expérimentale du minerai qui a servi de matière première aux métallurgistes du Castel-Minier, de qualifier les alliages obtenus et comparer ces derniers aux caractéristiques métallographiques des pointerolles archéologiques. Ceci vise à déterminer si le métal produit était employé sans distinction ou si des sélections étaient opérées au sein des masses de métal brutes.

Néanmoins, la réduction expérimentale d'un minerai donné nécessite une adaptation des opérateurs à ses caractéristiques spécifiques (notamment chimiques). Cette première campagne expérimentale est principalement destinée à déterminer les choix techniques les plus adaptés à la réduction du minerai du Rancié : température de la zone chaude du bas-fourneau, hauteur de la colonne (liée au temps de parcours du minerai), calibre de la charge... De précédentes expérimentations ont été tentées sur ce minerai, mais ont livré des résultats mitigés (réductions expérimentales menées à Lercoul en 1998 et sur la plateforme de Melle en 2007, Leroy 2007 : 20-26). À partir des enseignements tirés de ces expériences antérieures, nous avons choisi d'appliquer différentes conditions opératoires.

Le métal produit expérimentalement est destiné à permettre la mise en forme de pointerolles. Les études métallographiques n'étant pas achevées, il ne s'agit pas à ce stade de répondre à l'ensemble des

questionnements liés aux microstructures, mais de s'interroger sur les caractères macroscopiques, c'est-à-dire le geste technique associé à la mise en forme des outils de type C et la raison de ce faciès atypique. Il s'agit également de se questionner sur la présence de chanfreins. Cette production d'outils rejoint en outre les problématiques de Florence Maqueda (cf. le dernier chapitre de ce rapport). En employant l'outillage issu de l'expérimentation dans le cadre de son travail sur l'énergie déployée lors de l'extraction de la galène, notre collègue nous permettra d'observer l'usure et les déformations des outils.

4 Réduction du minerai de Rancié

Deux réductions ont été menées durant cette campagne. L'investissement humain pour la préparation du minerai, le montage de la colonne de réduction et la conduite des réductions représente au total huit jour-homme.

La colonne de réduction

Le Castel-Minier n'a pas livré d'informations sur les bas-fourneaux utilisés au XIVe, mais a permis la découverte d'un bas-fourneau et d'un bas-foyer, le premier daté du XVe siècle, le second du XVIe siècle. Le caractère imposant de ces structures, destinées à réduire des charges totales de minerai de plusieurs dizaines à plus d'une centaine de kilogrammes, rend néanmoins difficilement envisageable la réalisation de fac-similés, même à échelle réduite. Ces difficultés sont moins liées à la quantité de matières premières et à l'investissement humain nécessaires à leur édification, qu'aux volumes de combustible et de minerai consommés. Le réacteur ne constitue donc pas le cœur de la problématique et le choix se porte sur une colonne de réduction constituée d'un creuset en briques sur lequel est disposée une colonne préfabriquée en céramique (Figure 64). Une tuyère de 2,5 cm de diamètre interne relie cette colonne à une soufflerie électrique. Une porte de 25 cm de hauteur pour 15 cm de large est aménagée à la base de cette colonne. Le creuset est enduit d'un mélange de 9 parts de cendre pour 1 d'argile destiné à éviter à la loupe de se fixer aux parois. Le creuset mesure en définitive 30 cm de diamètre interne et la colonne 80 cm de hauteur, soit un volume utile avoisinant les 50 litres.

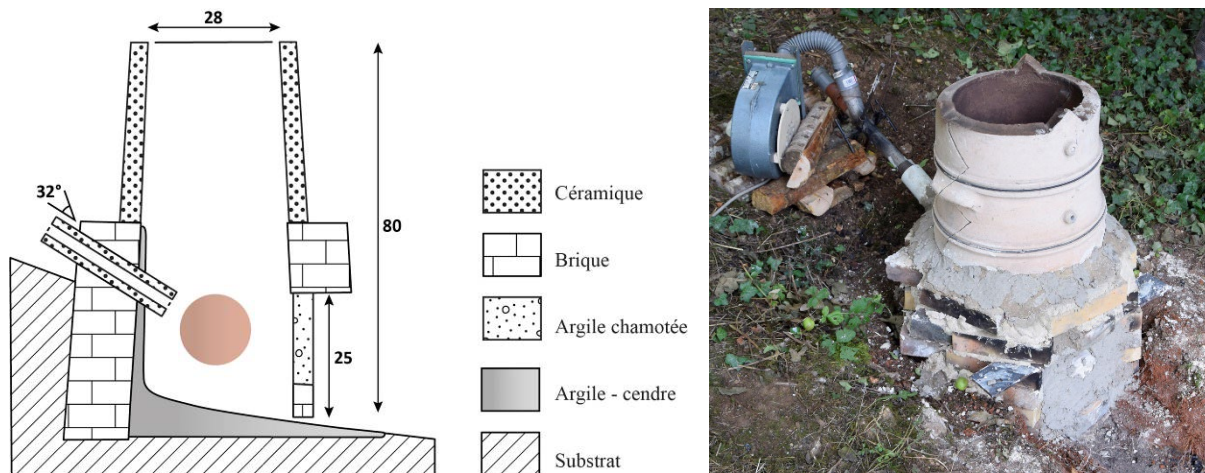


Figure 64, la colonne de réduction

Le minerai et le combustible

Le minerai est constitué de goethite et d'hématite. Il provient pour partie de prospections (Leroy 2010) (23 kg), le restant étant constitué de minerai archéologique mis au jour au Castel-Minier. Ce minerai archéologique regroupe du minerai brut (24 kg) et grillé (14 kg). La première opération a consisté à griller le minerai brut sur un bûcher de bois, le minerai étant régulièrement brassé une fois le bois réduit à l'état de braises. Cette opération n'a pas tant vocation à désulfurer le minerai ou à le sécher, qu'à optimiser le frittage et ainsi faciliter le concassage. Après grillage, le minerai est concassé à une granulométrie noix. Le choix de cette granulométrie se fonde sur les observations archéologiques effectuées sur le site du Castel-Minier, notamment sur le minerai mis au jour dans les stalles de grillage.

Nous supposons qu'il s'agit de la granulométrie utilisée pour la réduction du minerai. Le combustible est constitué de charbon de bois du commerce (La Forestière du Nord) calibré à environ cinq centimètres.

Les réductions 1 et 2

Deux réductions sont réalisées sur la plateforme de Melle. La figure qui suit présente les principaux paramètres. L'opération consiste à introduire des charges de 600 g de minerai suivis de 600 g de combustible, une fois initiée la combustion des gaz au niveau du gueulard. La première opération nécessitant de sécher le creuset, la montée en température de la colonne a duré 2h50 contre 1h30 pour la seconde opération. 24 kg de minerai ont été réduits durant la première opération et 26 kg lors de la seconde. Après consommation totale de la charge, la porte est ouverte et la loupe retirée puis cinglée à l'aide d'un maillet en bois.

	Réduction 1	Réduction 2
Préchauffe	2h50	1h30
Réduction	6h40	6h10
Combustion terminale	1h20	1h10
Durée totale	10h50	8h50
Minerai (charges de 600 g)	24 kg	26 kg
Charbons	325 L	275 L
Nombre de charges	40	42
Intervalles entre les charges	10'	9'
Loupe	7,4 kg	4,3 kg
Scorie interne	8,4 kg	5,5 kg
Durée totale	15,8 kg	9,8 kg

Figure 65, tableau synthétique des réductions de minerai de fer

La masse brute issue de la première réduction s'est délitée lors du cinglage (Figure 66, gauche). L'observation au microscope optique d'une coupe confirme sa nature hétérogène (Figure 66, droite).

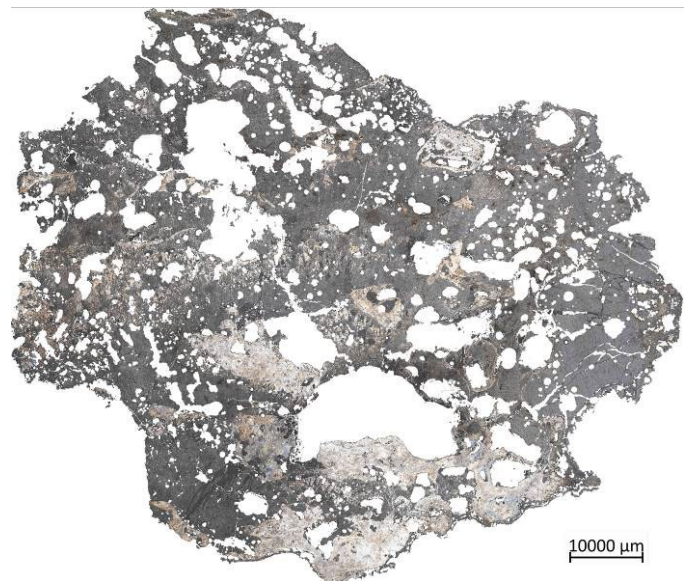


Figure 66, masse brute issue de la réduction 1

Attribuant cet échec à une température insuffisante et un calibre de minerai trop gros, une seconde opération est conduite en faisant varier ces paramètres. Le calibre du minerai est réduit jusqu'à une granulométrie comprise entre sable et noisette, soit entre 2/3mm et 10mm. Ces changements interviennent en cours d'opération afin d'en observer les effets, en considérant la loupe obtenue comme un témoin stratigraphique de l'opération. L'observation de la seconde masse brute montre bien un litage avec une moitié inférieure constituée d'une matière hétérogène similaire à la masse brute 1 et une partie supérieure constituée majoritairement de métal. L'usage d'un minerai de calibre réduit (<10mm) semble adéquat. En outre, afin d'optimiser la réduction du minerai tout en abaissant la consommation de combustible, il semble nécessaire de rehausser la hauteur de la colonne d'une vingtaine de centimètres tout en abaissant son diamètre.



Figure 67, à gauche, minerai de calibre noix, à droite, minerai de calibre sable à noisette

La masse de métal produite à l'issue de la seconde séquence opératoire présente plusieurs caractéristiques dignes d'intérêt au vu des questionnements liés aux propriétés du métal issu de la réduction du minerai du Rancié. En premier lieu, la composition de la masse souligne clairement le bénéfice des changements opératoires effectués en cours de réduction, qui se traduisent par l'obtention d'une partie métallique relativement compacte, et comportant relativement peu de scories résiduelles. Cette partie métallique se compose majoritairement d'un acier hypoeutectoïde, mais présente toutefois des hétérogénéités en termes de taux de carburation. Ceci se traduit surtout par la présence d'acier eutectoïde (perlite) dans les parties supérieures de la masse. Dans le cas de cette opération, il est probable que cette carburation différentielle soit due à la dernière phase opératoire, qui consiste à conclure le chargement du bas fourneau par plusieurs charges de charbon de bois uniquement. La partie sommitale de la masse a donc été exposée plus longtemps au charbon de bois en combustion, ce qui a pu apporter du carbone supplémentaire au métal.

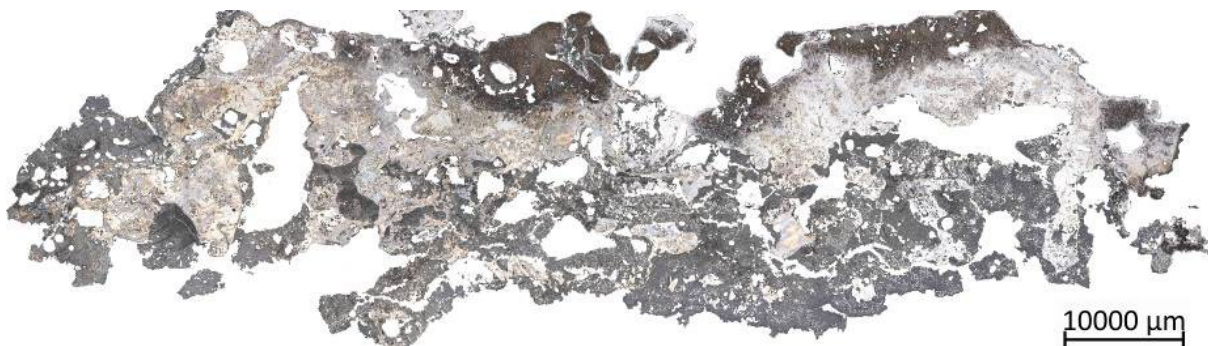


Figure 68, masse brute issue de la réduction 2

À l'issue de cette première campagne expérimentale, les paramètres expérimentaux optimums sont définis. De futures réductions s'appuieront donc sur une colonne rehaussée et un calibre de minerai plus fin. La haute viscosité de la scorie observée en 2023 nécessitera d'augmenter la température de la zone chaude. La composition de la charge et le calibre du charbon de bois semblent adaptés, la fréquence de charge étant régulière. Le caractère hétérogène de la masse métallique en termes de taux de carburation sera à confirmer par le biais de nouvelles réductions expérimentales. Si ce caractère venait à être confirmé, il contribuerait à expliquer l'hétérogénéité des structures observées dans le corps des pointerolles archéologiques, qui ne seraient pas dues à des actions conscientes comme la sélection de parties métalliques.

5 La mise en forme des pointerolles rectilignes (type C)

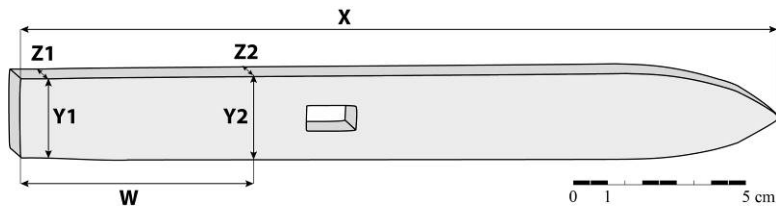
Le second volet de cette étude concerne la mise en forme des pointerolles et nécessite au total un jour-homme. Ce travail est mené sur le site des Forges de Pyrène (<https://www.forges-de-pyrene.com/>), écomusée doté d'un marteau hydraulique et d'une forge maréchale. Nous remercions chaleureusement pour leur participation Philippe Fernandez, guide et responsable du marteau hydraulique, et Quentin Babin, taillandier. La qualité des masses brutes obtenues sur la plateforme de Melle ne permettant pas de mener à bien le compactage, du fer peu carburé (majoritairement 0,02% C) est utilisé pour le corps des outils et de l'acier pour les inserts. Comme évoqué, il ne s'agit pas ici de répondre à l'ensemble des questionnements touchant aux microstructures, mais de s'interroger sur l'existence des pointerolles de type C et la présence de chanfreins. Le postulat de départ implique un martelage en creux de la zone de percement de l'œil afin d'anticiper la déformation, le métal repoussé latéralement lors du percement de l'œil compensant ce manque de matière et un martelage final rendant l'outil parfaitement rectiligne. La présence inhabituelle de chanfreins est quant à elle considérée comme purement esthétique et relevant d'une marque de forge.

La première opération consiste à étirer les barres à chaud à l'aide du marteau hydraulique (Figure 69), opération qui a malheureusement été trop poussée ; les barres mesurant en sortie d'opération la largeur adéquate (25 mm), mais seulement 15 mm d'épaisseur, défaut néanmoins non réhabilitaire.



Figure 69, étirement de la barre au martinet

Le travail de mise en forme de l'outil est laissé à l'appréciation du taillandier ; seuls les croquis des outils lui sont présentés (Figure 70) et non les métallographies qui pourraient influencer sur le geste technique à adopter. Il s'agit donc de laisser l'artisan travailler de manière intuitive sans le contraindre dans son modus operandi.



Type C ($Y2 \leq Y1 \times 1,1$)

$X = a \text{ minima } 220 \text{ mm}$ (projection d'après Agricola, VI ($W/X = 0,4$))

$W = a \text{ minima } 90 \text{ mm}$

$Y2 \times Z2$ (moy.) = $22 \times 20 \text{ mm}$

Oeil (moy.) = $15 \times 8 \text{ mm}$

$Y1 \times Z1$ (moy.) = $22 \times 20 \text{ mm}$

Figure 70, croquis côté des pointerolles de type C

La première étape consiste à façonner un mandrin destiné au percement de l'œil de l'outil. Il s'agit d'un poinçon de section rectangulaire mesurant 15 mm de large pour 8 d'épaisseur à mi-longueur. La seconde étape consiste à effectuer quelques corrections sur la barre afin de la rendre parfaitement rectiligne, puis de la trancher à chaud à la longueur souhaitée, soit 250 mm. Un insert en acier est ensuite monté à son extrémité selon la technique de la soudure en gueule de loup (Figure 71).

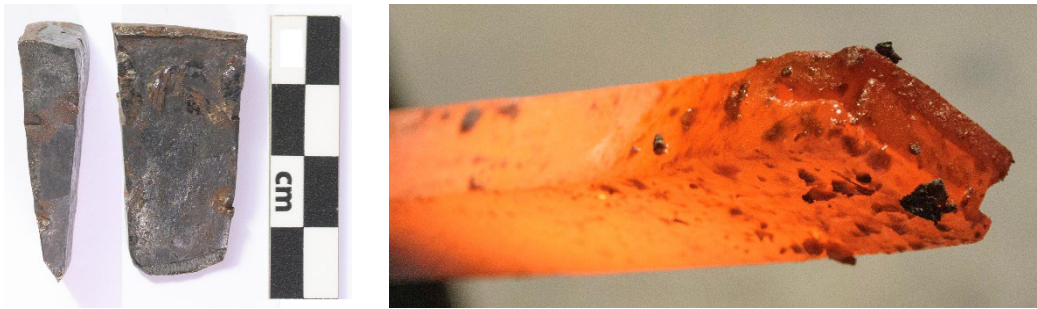


Figure 71, insert en acier et soudure en gueule de loup

Le taillant est alors mis en forme (Figure 72, gauche), puis l'œil percé. Ce percement se fait en deux temps, le mandrin étant positionné sur l'avant puis le revers de la barre (Figure 72, centre et droite).

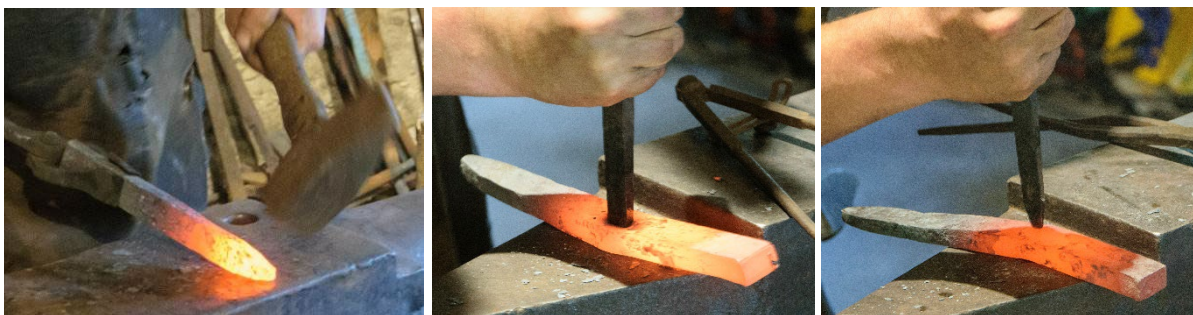


Figure 72, à gauche, mise en forme du taillant, au centre et à droite, percement de l'œil

La dernière étape consiste à éliminer par martelage le surplus de métal latéral apparu suite au percement de l'œil. Enfin, le mandrin est retiré à chaud, puis le pourtour de l'œil martelé afin de rectifier la déformation. La trempe finale de l'outil est alors réalisée.

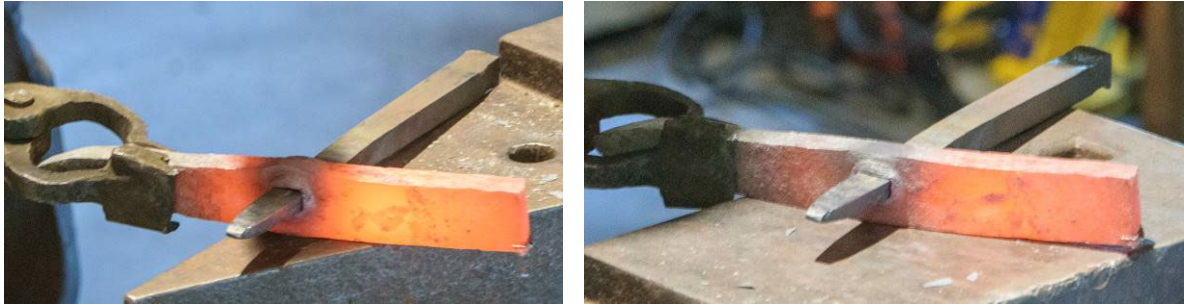


Figure 73, martelage de l'excroissance formée lors du percement de l'œil



Figure 74, à gauche et au centre, retrait du mandrin, à droite martelage de l'œil

Plusieurs enseignements peuvent être tirés de la production de cette pointerolle, en premier lieu concernant le modus operandi associé aux outils de type C. Contrairement au postulat énoncé, il est très simple de retirer le mandrin à chaud. Le type C est donc aisé à produire, mais sa raison d'être demeure énigmatique. L'élimination du surplus de métal accroît en effet la faiblesse au niveau de l'œil ; l'hypothèse d'une « marque de forgeron » demeure d'actualité.



Figure 75, pointerolle expérimentale de type C

Bien qu'aucune observation métallographique n'ait été à ce jour menée sur l'outil produit durant cette expérimentation, le fait que, sans indication de notre part, le taillandier ait effectué le percement de l'œil en deux étapes, corrobore la métallographie d'un outil archéologique (Figure 76). L'observation de la

section de l'outil CL11085/1 après attaque Oberhoffer (mise en valeur des zones aciérées) montre en effet un percement en deux temps de l'œil, les feuilletts présentant une orientation bidirectionnelle.

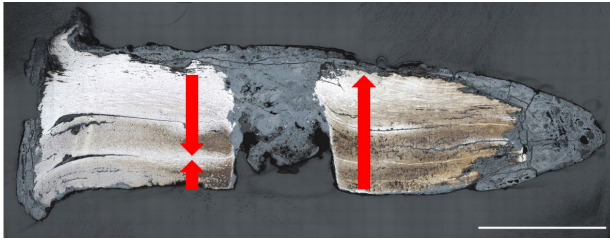


Figure 76, métallographie de la pointerolle CL11085/1

Les échanges avec Quentin Babin ont également permis de progresser sur la question des chanfreins. Selon ce taillandier, cet attribut ne relève aucunement de la marque de forge, mais permet de limiter les déformations au niveau de la zone de frappe, ralentissant ainsi l'usure de l'outil. La déformation de la matière se fait de manière uniforme produisant ainsi un « champignon » et non quatre lamelles qui se détacheraient de manière prématurée.

6 Perspectives

De nouvelles réductions seront menées avec du minerai de Rancié en respectant les paramètres énoncés. Parallèlement, de nouvelles études métallographiques menées sur les exemplaires archéologiques et expérimentaux permettront de poursuivre le travail sur la mise en forme des pointerolles. Cette mise en forme se fera dans sa globalité afin de fournir des outils à Florence Maqueda et son équipe et ainsi travailler sur les questions d'usure, de bris et de réparation. Il s'agira également de mises en forme partielles, le travail sur la mise en forme de l'œil, par exemple, ne nécessitant pas un processus de forge global.

La fin de l'année 2023 (après la session expérimentale) et l'année 2024 ont été mises à profit pour préparer les futures réductions. La fouille des structures de stockage du minerai du XVe siècle à Castel-Minier avait montré un niveau d'accumulation constitué de grains et de poudre de minerai grillé. Nous avons alors assimilé ce dépôt à une accumulation par fragmentation naturelle que les métallurgistes avaient délaissé. La seconde expérience a montré qu'il n'en était rien et que cette granulométrie de minerai semblait tout à fait appropriée pour la réduction. Au cours de l'ultime campagne de fouille, la structure a été rouverte car nous n'avons fouillé que par moitié ce niveau. Nous avons alors pu prélever et envoyer à Melle une grosse centaine de kilogrammes de cette matière. Cette année 2024 a donc été consacrée au séchage de ce lot. L'intégralité du stock a été passée sur un feu de manière à évacuer l'eau. L'opération a nécessité deux jours de travail à temps plein pour notre collègue Hemmamuthé Goudiaby. Le minerai est aujourd'hui, stocké en caisse et hors d'eau dans l'attente de sa transformation.

Bibliographie

- AGRICOLA G., *De Re Metallica*, VI, Bâle, 1556, traduction France-Lanord A., 1992.
- GOSELIN M., *Qualités des alliages ferreux : une approche diachronique et statistique*, Thèse de doctorat, Université Paris Nanterre, 2021, 2 volumes.
- GUILLOT I., BERTIN F., FLUZIN P., BENOIT, P., BERANGER, G., *La pointerolle, outil des mineurs du XVIe siècle: synthèse des études métallographiques*, dans *Paléométaballurgie du fer et cultures*. Symposium international du Comité pour la Sidérurgie Ancienne, Belfort - Sévenans, BENOIT, P. & P. FLUZIN (éd.), Vulcain/A.E.D.E.H., 1995, 509-524.
- HRAZDIL V., DOCKAL P., VOKAC M., *Rudní lokality na Českomoravské vrchovině s nálezy hornických nástrojů. Gezähelfunde aus polymetallischen Erzlagerstätten des Böhmischemährischen*

Berglandes, Stříbrná Jihlava 2007, Silberne Stadt Jihlava 2007, Archeologické výzkumy na Vysočině, Supplementum 1, 2007, 282-305.

LEROY S, COLLIUO C., DILLMANN Ph., TEREYGEOL F., La réduction du minerai de fer de Rancié, recherches sur les éléments traces, in TEREYGEOL F., PCR Paléométallurgies et expérimentations, Recherches sur les chaînes de production des métaux aux périodes anciennes, SRA Poitou-Charentes, 2007, 20-26.

LEROY S., Circulation au Moyen Age des matériaux ferreux issus des Pyrénées ariégeoises et de la Lombardie. Apport du couplage des analyses en éléments traces et multivariées, Thèse de doctorat, Université Technologie Belfort-Montbéliard, 2010, 2 volumes.

LEROY S., COHEN S.X., VERNA C., GRATUZE B., TEREYGEOL F., FLUZIN P., BERTRAND L., DILLMANN P., The medieval iron market in Ariège (France). Multidisciplinary analytical approach and multivariate analyses, Journal of Archaeological Science, 39, 2012, 1080-1093.

LUNA J., ZIMOLA D., Historické hornické nástroje z centrální části Českomoravské vrchoviny, Historische Gezüge aus dem Zentralraum des Böhmisch-mährischen Berglandes, Stříbrná Jihlava 2007, Silberne Stadt Jihlava 2007, Archeologické výzkumy na Vysočině, Supplementum 1, 2007, 306-325.

MEAUDRE, J.-C., TEREYGEOL, F., GOSSELIN, M., DILLMANN, P., Study of the medieval mining tools of Castel-Minier, France, in the European context between the 14th and 15th centuries, Stříbrná Jihlava 2022, Silberne Stadt Jihlava 2022, Archeologické výzkumy na Vysočině, Supplementum, sous presse.

TEREYGEOL F. (2016), L'apogée de la mouline : Castel-Minier au XVIe siècle, in Gasquet D., Actes du colloque Les Chemins du fer, Belledonne, 22-25 mai 2013, 2016, 105-112.

VERNA C. (2002), Le temps des moulines, Fer, technique et société dans les Pyrénées centrales (XIIIe-XIVe siècles), 425 p.

2^e PARTIE – Les roches et les terres

V Le talc et la fonte du plomb au sol (XVe siècle)

2022-2024

Maqueda F.*, Bernard M.*, Téreygeol F.*

* LAPA-IRAMAT, NIMBE, CEA, CNRS, Université Paris-Saclay, CEA Saclay, 91191 Gif-sur-Yvette

Au cours de la fouille de Castel-Minier (Ariège) à l'été 2021, nous avons identifié au sein de l'espace castral les vestiges d'une activité métallurgique scellés et bien préservés grâce à l'édification tardive d'un petit mur en pierres sèches construit à même le sol de travail du XVe siècle. Avant retrait du mur, la structure se présentait comme un niveau rubéfié accompagné d'un fin lit de cendres. Des dosages par pXRF sur l'argile cuite montraient une forte présence de plomb (autour de 1% mass - n° d'analyse 3975, 3978, 4532 et 4535). Les dosages portant sur les niveaux cendreux étaient encore plus significatifs, le taux de plomb augmentant jusqu'à des taux signant des couches d'oxyde de plomb et non pas un simple enrichissement dû à l'activité (sur l'US 3388 : n°pXRF 3977 : 6,87%mass Pb ; n°pXRF 4534 : 26%mass Pb !). Après démontage du mur, nous avons eu la surprise de trouver un foyer sous l'exacte emprise de celui-ci. Cette structure a mobilisé notre attention, car il s'est avéré s'agir du vestige rare pour ne pas dire unique d'un foyer pour le travail du plomb. Ce genre de témoignage étant inconnu jusqu'à maintenant dans un contexte de métallurgie primaire, nous avons choisi d'assurer une couverture photogrammétrique à différents moments de la fouille (Figure 77).

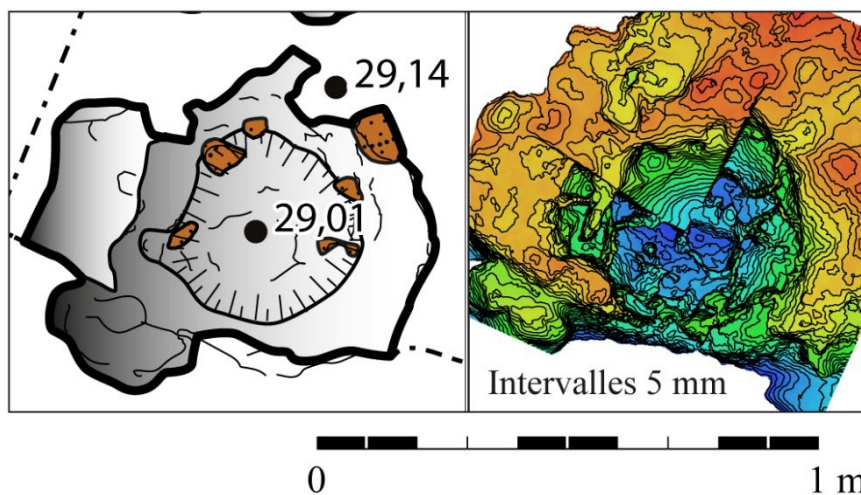


Figure 77, dessin de l'état final à gauche, photogrammétrie en cours de fouille (O. Vingolte, J.C. Méaudre)

Cette structure de combustion a une morphologie atypique en regard de ce que nous avons déjà pu mettre au jour sur ce site. Il s'agit d'une cuvette circulaire creusée à même le sol mesurant 36 cm de large pour une profondeur de 13 cm. Son remplissage résiduel se compose de restes charbonneux et cendreux. Il s'agit d'un dépôt secondaire, mais semblant en lien avec l'activité dans cette structure. Une analyse par pXRF (n°30) vient confirmer cette hypothèse. Le sédiment affiche une teneur conséquente en métaux lourds : 3,64% Pb, 0,3% Cu, 0,3% Zn et 0,9% Sn. La présence d'étain, bien que limitée, interroge, car ce métal ne provient pas des minerais locaux. Dans un premier temps, sa présence a été mise en relation avec des phénomènes d'altération de bronze, peut-être de l'outillage utilisé dans le cadre de l'affinage. Nous avions tort.

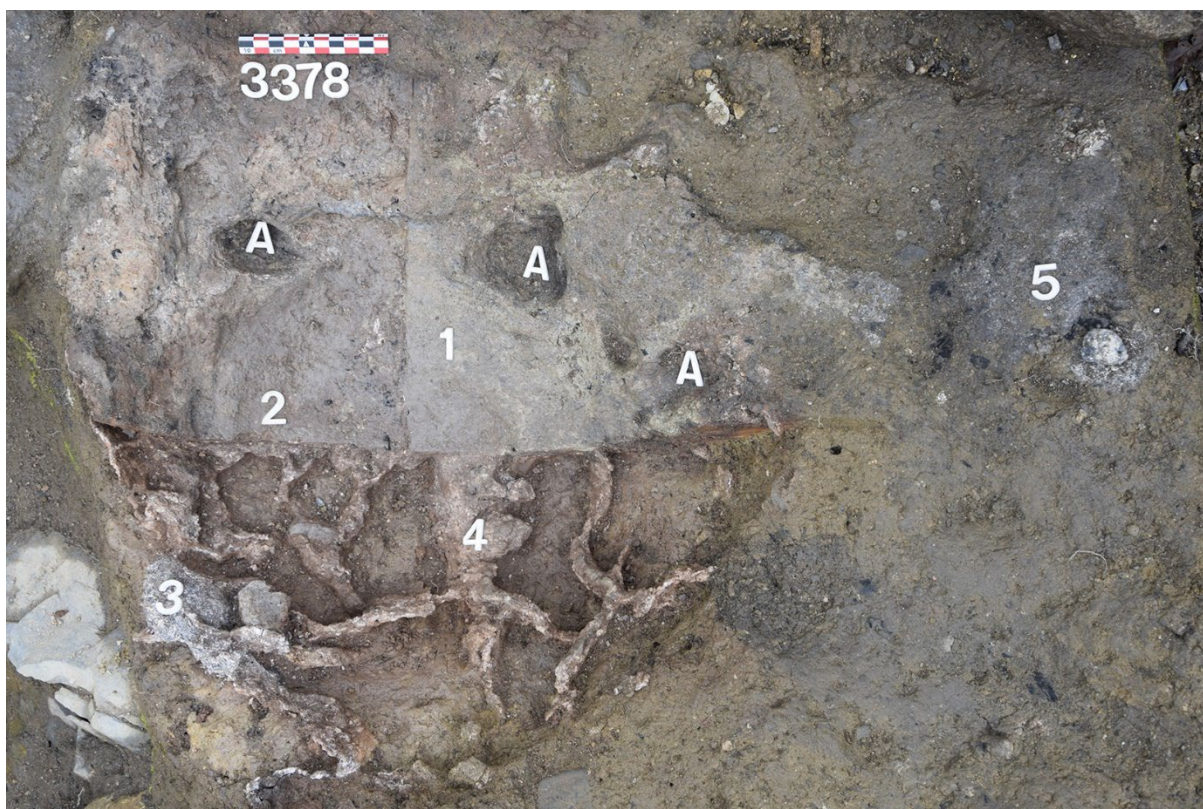


Figure 78, foyer de fonte du plomb en cours de fouille.

Une fois le comblement retiré et alors que la rubéfaction se développe en périphérie (Figure 78), le fond de cette cuvette présente un aspect blanchâtre presque uniforme (zone notée 1, ci-dessus). Un test fait au doigt indique qu'il s'agit d'un revêtement à base de talc ou de chlorite¹⁰⁵. Il a une épaisseur de 3 mm. Passé ce niveau, la couche s'apparente à un mélange de talc/chlorite avec une argile de décomposition (zone notée 2, ci-dessus). Cette fois, la teinte orangée/rouge caractérise une chauffe. Enfin, l'argile jaune, non cuite forme la base. Cette argile est similaire à celle qu'on rencontre comme interface avec le rocher sur le castrum.

Sous le fin niveau de talc, il est apparu des infiltrations importantes de plomb (plus de 6000 g ; notées 3 et 4, ci-dessus). Elles se répartissent sur toute la surface de la structure. Certaines sont stables (4) alors que d'autres s'effritent (3). Elles ne sont pas sans rappeler des éléments plombifères que nous avons déjà trouvés en position secondaire ailleurs sur le site.

Piégé dans le plomb, nous avons collecté un charbon de hêtre doté de 5 cernes larges (sup. à 1mm) plutôt extérieurs, qui a fait l'objet d'une datation ¹⁴C. En tenant compte de la logique intrinsèque du site, sa datation s'inscrit entre 1393 et 1435¹⁰⁶. Cette datation est en parfaite cohérence avec la première phase

¹⁰⁵ Sur ce type de matériaux, la détection est très simple même si elle reste grossière. En passant le doigt, celui se couvre d'une fine couche brillante et douce. Nous avons déjà identifié la présence de talc-schiste en sortie du four de fusion Fr72 mis au jour dans la fonderie du XIV^e siècle.

¹⁰⁶ Datation ETH-118335, Age ¹⁴C AMS conventionnel : 534 ± 22 BP ($\delta^{13}\text{C}$ mesuré de $-24,7 \pm 1$ ‰ vs PDB) Date ¹⁴C calibrée : 1325 cal AD - 1435 cal AD (courbe de calibration « IntCal04 », Reimer et al, 2004, Radiocarbon, 46).

L'interprétation de la courbe de densité de probabilité de la date calibrée permet de proposer les intervalles de datation suivants :

La probabilité que la date calibrée soit située :

- ◆ entre 1325 cal AD et 1344 cal AD est de 13,4 %
- ◆ entre 1393 cal AD et 1435 cal AD est de 86,6 %

d'occupation du castrum (après 1350). Il s'agit donc bien d'une structure métallurgique installée à même le sol au sein de la fonderie castrale après la reprise en main de l'exploitation par le vicomte de Couserans. Si l'on comprend aisément le besoin de fondre du plomb dans cet atelier métallurgique, l'usage du talc interroge.

1 Le talc

Un arrêt sur cette roche est nécessaire. Il peut aussi bien s'agir de talc ($Mg_3(Si_4O_{10})(OH)_2$) que, plus génériquement, de chlorites ($(Fe,Mg)_3(Si,Al)_4O_{10}(OH)_2(Fe,Mg)_3(OH)_6$).

Des prélèvements de la terre constituant le fond ont été réalisés pendant la fouille. Après avoir été broyés et transformés en pastille, ils ont été analysés au MEB-EDS à 15kV avec un grossissement de 200 et trois fois $20\mu s$ de mesure (Figure 79). Un des prélèvements a été fait à la surface du foyer et le second prélèvement a été réalisé en profondeur.

Prélèvement	O	Si	Al	Mg	Na	Fe	Minerai
Prélèvement de surface	76.2	11.53	8.99	0.56	2.21	0.21	Argile?
Prélèvement en profondeur	55.6	23.1	13	0.76	2	2.58	Argile?
B	64.44	13.48	6.82	12.63	/	1.17	Talc, chlorite ?
E	62.97	19.91	11.5	/	2	1.5	argile?

Figure 79, composition élémentaire des phases principales dans les prélèvements faits sur le four au talc

Il s'agit d'un silicate qu'il s'agisse de talc ou de chlorites (une approche par DRX sera nécessaire pour statuer). Cette roche n'est pas inconnue dans les littératures alchimique et métallurgique anciennes, mais reste très anecdotique. On la retrouve dans l'anonyme de Zuretti¹⁰⁷. Ce texte rédigé vers 1300 en Italie du Sud présente dans un chapitre dédié comment traiter le talc brut, mais ne l'associe pas à une pratique métallurgique. Des traités métallurgiques classiques (*De Re Metallica*, *De la pyrotechnia*, *Schedula diversarum artium* etc.), seul celui de Lazarus Ercker mentionne son emploi. Il préconise l'usage du talc comme additif aux terres servant à la réalisation des creusets et des scorificatoires (Ercker, 24). Cet usage se rapproche indubitablement de l'usage observé à Castel-Minier, mais sans le recouper puisque chez Ercker, le talc sert autant de dégraissant que de matériau réfractaire pour les céramiques métallurgiques alors que dans notre cas, la couche de talc vise à isoler le produit fondu du sol, isolation physique, mais non thermique¹⁰⁸. Archéologiquement l'identification de ce matériau dans un contexte métallurgique reste donc une première qui n'est éclairée ni par les textes ni par la culture matérielle¹⁰⁹. Notre exemple reste ainsi un *unicum* bien que sur le site de Castel-Minier, l'usage de poudre talqueuse a été repéré à 5 reprises. Dans trois cas, l'usage est en lien avec une structure métallurgique (du plomb ou du fer) alors que deux cas indiquent un usage comme isolant hydrophobe : dans une stalle de stockage de minerai et dans une zone de stockage du charbon. Les exemples se distribuent entre le XIIIe siècle (1 cas), le XIVe siècle (1 cas), le XVe siècle (2 cas) et le XVIe siècle (1 cas).

Nous excluons la séquence 1325-1344 qui s'inscrit au moment du procès alors que l'exploitation est probablement mise en sommeil.

¹⁰⁷ COLINET A., *Les alchimistes grecs, L'anonyme de Zuretti ou l'art sacré et divin de la chrysopée par un anonyme*, ed. Les belles lettres, Paris, 2002, p. 136 et ss

¹⁰⁸ La conductivité thermique du talc est de 2.97 W/(m.K) contre 0.7W/(m.K) pour de l'argile seule. Donc le talc est 4 fois plus conducteur de chaleur que l'argile. Son usage comme isolant thermique est à rejeter.

¹⁰⁹ Sur le même site de Castel-Minier, nous avons déjà identifié l'usage du talc en sortie d'un fourneau de fusion de la galène datant du XIVe siècle.

2 Le plomb piégé dans le foyer archéologique

Plus de 6 kg de plomb piégés ont été abandonnés montrant si besoin le peu de cas fait de ce métal. Ce plomb a pu pénétrer jusqu'à près de 10 cm en profondeur sous le foyer. Il a donc fallu qu'il soit suffisamment chaud pour parcourir cette distance avant de se figer sous l'effet de la baisse de sa température. Son cheminement suit vraisemblablement les fentes de dessiccation qui se créent lors de l'utilisation du foyer. Il faut noter qu'au moment de la fouille ces fentes remplies de plomb n'affleuraient pas. Ce n'est qu'une fois retirée la première couche de talc (zone notée 1, Figure 78) que nous avons trouvé le sommet de ces remplissages. En première hypothèse, nous avons pensé à des surfacages volontaires et successifs du creuset qui masquent ces fentes et le plomb qui les remplit.

Disposant de matériel en abondance, une série d'analyse sur ce métal a été entreprise à l'aide du MEB-EDS (Figure 80).

Les résultats sont donnés ci-dessous :

(les traces sont données par ordre d'importance)

Coulée	Sn% masse	Pb% masse	Somme % masse	Autres (traces)
1	1,43	98,13	99,56	Ag, Sb
2	2,79	97,04	99,83	Sb, As, Fe
3	1,81	97,86	99,67	Fe, Sb, As
4	1,29	98,57	99,86	Sb, As, Cu
5	1,56	97,74	99,3	Sb, Fe
6	2,04	97,74	99,78	Sb, Fe
7	2,49	97,25	99,74	Fe
8	2,84	96,76	99,6	Fe
Moyenne	2,03	97,64	99,67	

Figure 80, composition chimique du métal retrouvé dans la structure

S'il s'agit indubitablement de plomb. Les traces identifiées et qui varient d'un prélèvement à l'autre témoignent d'une multiplicité de fontes avec des plombs d'origines diverses à mettre en relation avec la variété minéralogique de l'exploitation. La présence d'étain interroge. Les 8 échantillons ont été pris aléatoirement excluant de facto un biais de recrutement. L'étain n'est pas présent géologiquement dans la zone d'approvisionnement du site métallurgique. Il a donc été importé. C'est un point essentiel dans la compréhension de la place du site dans une économie régionale, mais elle dépasse la question technique qui nous intéresse ici.

Ainsi cette structure a visiblement servi à préparer un alliage Pb-Sn titrant autour de 2% d'étain. En l'état de nos recherches, le seul alliage à cette teneur serait celui utilisé, parfois, pour la production des plombs de vitraux. Mais les connaissances sur les qualités du métal gris sont encore trop lacunaires pour être plus affirmatif.

Nous sommes donc face à un foyer d'une conception particulière mettant en œuvre du talc et servant à produire un alliage impliquant des importations de métal au sein même d'une unité de production métallurgique. Cette configuration pourrait apparaître comme un unicum. Ce n'est cependant pas le cas. Les ateliers de cémentation du cuivre procèdent vraisemblablement de la même logique¹¹⁰.

¹¹⁰ L'exemple de l'atelier du Clos-Paul à Charleville-Mézières (IIIe s. AD) montre un approvisionnement en cuivre métal destiné à la production de laiton à l'aide de minerai de zinc prélevé sur place.

Trois séquences expérimentales ont été menées autour de cette structure. Elles ont permis de répondre aux différentes problématiques soulevées : l'usage de la structure, le combustible utilisé, les pertes métalliques sous forme d'infiltration dans le sol. Chacune des séquences expérimentales a permis de répondre à ces différentes questions à travers trois variations d'un même protocole.

3 Matériel et méthode

Matériel

Le talc

La question principale repose sur l'usage de ce matériau au sein d'un foyer ouvert dans le cadre de la préparation d'alliage. L'usage du talc qui appartient au cortège des pierres tendres remonte à la préhistoire. Dans l'environnement du site de Castel-Minier, la ressource en talc n'est pas rare. Mieux, le département de l'Ariège dispose actuellement de la plus importante exploitation de ce minéral à l'échelle mondiale avec la carrière de Trimouns. Il existe par ailleurs de nombreuses petites exploitations plus anciennes et Lacroix en signale même dans la haute vallée d'Ustou qui jouxte celle de Castel-Minier (Lacroix, 1896). Dans un premier temps, pour organiser cette expérimentation, nous avons fait appel à Jean-Noël Lamiable qui a bien voulu nous fournir 3 prélèvements de talc en roche. Il s'agit de talc de Trimouns et de la mine de Biancou (talc et stéatite chloriteuse).

Dans le cadre de la première séquence expérimentale (2022), nous avons choisi de préparer le talc de Trimouns. En effet, il s'agit du plus gros échantillon, le seul qui peut nous permettre de tapisser intégralement le foyer. Le talc a été broyé manuellement, opération longue, car bien que tendre cette roche est résistante. Une fois mis en poudre, et après échantillonnage, une moitié du talc a été isolée alors que l'autre a été mélangée avec de terre. Il s'agit de disposer des deux niveaux reconnus dans le foyer archéologique : l'un pur en talc qui est au contact du métal, l'autre volontairement associé à une terre préparée formant à proprement parler la paroi du foyer.

Ayant épuisé ce stock, le talc que nous avons utilisé dans la seconde séquence expérimentale (2023) a été acheté dans le commerce. Même si ce talc vient probablement d'Ariège, il est plus pur et a été broyé plus finement que la couche de talc observée sur le terrain. Notons que nous l'avons trouvé chez un fournisseur de matériel pour la métallurgie, le talc étant utilisé aujourd'hui en fonderie comme agent démoulant.

Le talc industriel par sa pureté et surtout par la finesse de ses grains ne réagit pas de façon similaire à celui qui aurait pu être employé aux périodes anciennes. Le talc industriel devant être rejeté, nous nous sommes mis en quête de roche talqueuse. En août 2023, un lot de chlorite a pu être collecté grâce au soutien de Jean-Noël Lamiable qui nous a conduits sur l'entrée de la mine de talc de Blancou (Rabats-Trois-Seigneurs, Ariège). Sans être à proximité directe du site de Castel-Minier, ce gîte distant de 15 km à vol d'oiseau se trouve dans un périmètre accessible. C'est cette roche qui a servi lors de la dernière séquence en 2024.

Le plomb

Parallèlement, la charge métallique est préparée. Il s'agit, pour la première année d'expérimentation, d'une part de lingots de plomb formant une masse de 3904 g, et d'autre part de « lingotins » d'étain pour 80,5 g. Potentiellement, l'alliage à produire devrait titrer 2%mass Sn. À cette teneur, l'alliage a un point de fusion proche de celui du plomb pur (327°C) : 320°C selon le diagramme de phase Pb-Sn. Un contrôle post-expérimental montre une teneur en étain de l'ordre 1,8%mass Sn dans les lingots, marquant une légère perte au feu durant les opérations.

Pour les autres opérations, l'alliage utilisé est un plomb médiéval avec 2% d'étain déjà présent.

Combustible

Deux choix de combustible sont possibles pour cette structure et pour la période considérée. Il peut s'agir de bois ou de charbon de bois.

Le bois utilisé est prélevé localement. Il s'agit de charville avec une longueur de 20 à 30 cm afin de dépasser le diamètre de la structure de combustion. Les morceaux sont refendus de façon à brûler rapidement.

Le charbon de bois est celui que nous utilisons classiquement. Il est fourni par la Forestière du Nord, et il a toujours donné satisfaction. Sans que l'essence soit définie, il s'agit de feuillus. Ce charbon de bois a été utilisé lors de tous les essais de 2022 et 2023, à l'exception de l'essai 3-2023. En 2024, ayant solutionné la question du combustible, nous avons utilisé pour des raisons de disponibilité un charbon de bois fabriqué artisanalement sans que cela influe sur la conduite des expériences.

Reproduction du foyer

La mise en place de la structure de combustion est très simple. Il s'agit de creuser à même le sol une dépression de forme grossièrement hémisphérique. Aucune attention spécifique n'est portée à l'état de surface du creusement. Seules les petites racines et les radicelles sont coupées de façon à ne pas dépasser dans l'emprise du futur foyer. Puis nous mettons en place le chemisage. Le mélange de talc (1/3 en masse) et de terre¹¹¹ (2/3 en masse) est humidifié et vient tapisser l'intégralité de la dépression sur une épaisseur proche du centimètre. Sur ce revêtement humide, nous disposons la poudre de talc pur en frappant légèrement le tout pour faire pénétrer la poudre dans la première couche encore humide. Un dernier saupoudrage avec un très léger tassement assure de présenter en surface une couche uniforme de talc pur. L'ensemble est laissé à sécher naturellement. Au cours de cette mise en œuvre, nous notons des projections de talc pulvérulent en périphérie de l'ensemble. Cette structure utilisée en 2022 a un diamètre de 20 cm, inférieur au modèle archéologique. Cette réduction a été nécessaire en raison de la quantité réduite de talc disponible.

¹¹¹ Nous avons utilisé des terres différentes pour les structures réalisées : pour la première nous avons utilisé de la terre de Langeais, pour les autres nous avons utilisé de la terre provenant du site de Castel-Minier.



Foyer 2022



Foyer 2024

Figure 81, réalisation des foyers (2022 et 2024)

Les expérimentations réalisées en 2023 et 2024 ont pour but de valider l'hypothèse quant à l'utilisation de cette structure sur un foyer de taille similaire que celui retrouvé lors des fouilles de Castel-Minier. Un nouveau foyer a donc été créé. Les parois du creusement ont été humidifiées puis une terre argileuse

humide provenant du site de Castel-Minier a été apposée en une couche d'un centimètre d'épaisseur. Le talc, mélangé à un peu de terre a été ajouté après. Nous avons ensuite laissé le foyer sécher avant de l'utiliser pour la première fois.

Au cours des trois années d'expérimentations, les structures utilisées ont varié dans leur dimension. La première séquence expérimentale n'ayant pas une vocation quantitative, les dimensions de la structure étaient réduites par rapport aux vestiges : une profondeur de 7 cm et un diamètre de 14 cm. Les dépressions utilisées pour les séquences expérimentales suivantes sont de taille similaire à celle retrouvée sur le site de Castel-Minier :

- XP 2022 : 7 cm de profondeur et 14 cm de diamètre (3 fontes successives)
- XP 2023 : 15 cm de profondeur et 30 cm de diamètre (8 fontes successives)
- XP 2024 : 18 cm de profondeur et 39 cm de diamètre (7 fontes successives et une refonte)

Séquence	Année	Talc	Plomb	Volume estimé de la structure (cm ³)	Masse de plomb (kg)
1	2022	Talc de Trimouns	Expérimental	700	4
2	2023	Industriel	Médiéval	7000	10
3	2024	Talc de Blancou	Médiéval	12000	40

Figure 82, table récapitulative des variations entre les différentes séquences expérimentales

Le matériel mis en œuvre autour de cette expérience reste classique, un soufflet-ouïe pour assurer la ventilation, une louche métallique pour recueillir l'alliage et une lingotière pour le couler.

4 Protocole

Une fois les traces d'humidité disparues (mais la structure n'est pas sèche), nous avons disposé à chaque fois directement dans le fond du foyer quelques charbons ardents et sur eux des charbons froids. Puis les métaux sont posés sur cet amas avant d'être couverts par une couche de charbons froids. Sans difficulté et avec une ventilation forcée, l'ensemble est embrasé. Rapidement, eu égard aux points de fusion respectifs du plomb (327°C), de l'étain (232°C) et de l'alliage (+/-320°C), les matières sont fondues. Une fois le bain obtenu sur lequel surnagent les charbons chauds, nous prélevons à la louche le métal et le coulons en lingotière. L'opération est aisée. Sans avoir à ventiler ou apporter de nouveaux charbons, la totalité de l'alliage est ainsi récupérée. L'opération est répétée au total 18 fois sur les 3 ans. Seize opérations sont conduites avec le même succès, deux présentent un résultat mitigé avec une masse importante de plomb qui n'a pu être mise en lingots. Lors d'une expérience sur la plus petite structure (2023), nous utilisons une sonde thermique fichée à l'interface entre la terre et le revêtement d'argile mêlé de talc. La sonde est enfoncée de quelques centimètres. Elle renseigne ainsi sur la circulation de la chaleur au travers du chemisage. Nous notons que lorsque l'alliage est fondu, elle affiche 44°C, et 69°C à l'issue de l'opération.

À ce stade, nous pouvons valider le caractère opérationnel d'un tel foyer. Après arrêt de la ventilation, le bain n'a figé que dans de rares cas : lors de l'utilisation de bois ou lorsque les expérimentateurs ont ôté trop de charbon lors de la coulée.

Il a toujours été possible de prélever le métal liquide pour tous les essais sur une durée allant jusqu'à une demi-heure pour les opérations les plus longues. En outre, nous avons pu confirmer les propriétés du talc pour la métallurgie. Il n'interagit pas avec le plomb et est un agent démoulant et performant. Il

permet de prendre aisément la masse de plomb figée au fond de la structure, faute de pouvoir la récupérer à la louche, après refroidissement.



Figure 83, fonte du plomb



Figure 84, coulée du plomb dans la lingotière

Il est intéressant de noter que pour de petites masses de plomb (>10kg), un seul expérimentateur est nécessaire pour l'opération. Cependant, lorsque nous travaillons sur 40 kg de plomb, deux expérimentateurs sont nécessaires. Tout d'abord, lors de la fonte du métal, pour s'occuper du feu pendant que le second est au soufflet, et aussi pendant la coulée. Le premier ôte et remet les charbons dans la structure, pendant que le second prélève le métal en fusion.



Figure 85, coulée du plomb dans les lingotières par deux expérimentatrices

5 Résultats

Observation du foyer

Pour chaque séquence expérimentale, à l'issue des essais, la place de travail a été nettoyée et le foyer démonté pour observation.

- Les abords du foyer

La mise en œuvre du foyer comme son usage a laissé des traces en périphérie de la structure. Il s'agit d'une part d'un léger saupoudrage de talc se créant lors du dernier surfacage. Cet élément serait susceptible d'être détecté lors d'analyse des sols au contact immédiat de la structure archéologique. Durant la chauffe, des charbons ardents ont pu sortir du foyer sous l'effet du souffle. On note quelques traces de cuisson du sol limité à la zone de contact avec le foyer.



Figure 86, zone de travail aux abords du foyer après trois essais (séquence 1)

- L'aspect du foyer

Globalement, après trois cuissons, le foyer a conservé la couleur blanche propre au talc. La montée en température ne modifie pas sa couleur. Les teintes grises noires sont à mettre en relation avec la présence de cendres et de poussier. En revanche, quelques zones où la sous-couche composée de talc et d'argile affleure ont pris une teinte rosâtre caractérisant un début de cuisson de la terre de Langeais. Pour autant, ces zones plus riches en argile n'ont pas interagi avec le plomb. Les rares gouttes d'alliage visibles sur la paroi ont pu refroidir dans cette position grâce aux aspérités propres à un lissage à la main assez grossier. Leur forme arrondie montre sans surprise que le talc (forme chimiquement oxydée) ne mouille pas le plomb métallique.



Figure 87, aspect du foyer après usage (séquence 1)

Pour la deuxième séquence expérimentale, l'usage d'un talc industriel a impacté l'aspect de la structure. La granulométrie plus fine du talc utilisé a donné une texture à la surface du foyer différente de celle retrouvée sur le site de Castel-Minier. Sur une partie de la surface, le revêtement en talc a disparu. La terre y est donc rubéfiée. Le reste du revêtement est beaucoup plus fin qu'il ne l'était au départ. On note aussi de nombreuses aspérités sur la surface du foyer et une texture s'éloignant de celle du talc.



Figure 88, foyer à l'issue des opérations avec usage d'un talc industriel (séquence 2)

L'aspect du troisième foyer s'est aussi altéré. Cet aspect ne provient pas de la préparation du talc, mais plus certainement du nombre plus important d'essais dans la structure, huit contre trois pour la première séquence expérimentale. Enchaînant les fontes, le surfacage au talc a disparu. La structure présente alors d'importantes marques de rubéfaction. Cela pose alors la question d'un surfacage régulier de la structure. Le simple saupoudrage de la structure avec du talc ne suffit que pour un essai. Un surfacage en humidifiant la structure peut donc être envisagé. Il impliquerait sans doute l'apparition de nouvelles fissures et donc une perte de métal plus importante. Cependant, grâce au mélange terre et talc en dessous, les fontes se sont bien déroulées même sans surfacage. En comparant avec le modèle archéologique, un resurfacement régulier s'intègre dans la gestion de ce foyer de fonte.



Figure 89, foyer à l'issue des opérations (séquence 3)

Combustible

1/ essai au bois

Nous avons voulu essayer si ce foyer pouvait être alimenté à l'aide de bois, combustible moins onéreux, plus facile d'accès, et qui apparaît suffisant dans un foyer ouvert pour atteindre et maintenir une température supérieure au point de fusion du plomb. Alimenté au bois, un foyer ouvert permet d'obtenir une température de l'ordre de 500°C, largement au-dessus des 327°C du point de fusion du plomb. Nous avons ainsi déposé du bois finement refendu au-dessus du foyer, puis les lingots de plomb par-dessus. Afin d'amorcer la combustion, des braises sont glissées au fond du foyer.

Si le plomb a bien fondu avec cette structure, l'opération n'a pas été couronnée de succès. En effet, du fait de sa combustion rapide, le bois ne forme pas une couche de braise à la surface du plomb liquide, il faut alors rajouter du combustible pour maintenir le bain liquide ce qui complexifie l'accès au bain avec la louche.

Lors de cet unique essai, 2,6 kg de plomb n'ont pas pu être mis en lingot soit un peu plus de 30% du plomb. La structure alimentée avec du bois ne maintient donc pas la température adéquate sur une longue durée.

2/ essais au charbon

Chacun des dix-sept essais au charbon a été réalisé selon le même protocole. Dans le foyer est déposé du charbon ainsi que des braises pour amorcer la combustion. Nous utilisons un soufflet outre pour démarrer le feu. Le plomb est ensuite ajouté sur les charbons. Le plomb est recyclé d'un essai à l'autre après pesée pour apprécier les pertes. La ventilation forcée est maintenue jusqu'à la fonte totale du métal.

Le charbon est facilement manipulable pendant tout le temps de la coulée des lingots. Il peut être tiré sur le côté puis positionné à nouveau sur le bain sans perte notable de chaleur. Son temps de combustion (20 à 30 minutes) fait qu'il n'y a pas besoin d'un nouvel ajout de combustible au cours d'un essai. Bien qu'en foyer ouvert et pour un travail à basse température, l'usage du charbon apparaît plus pertinent que le bois. Nous avons donc procédé à l'aide de ce combustible.



Figure 90, essai au bois (gauche) et essai au charbon (droite)

Infiltration et perte en alliage

Des fissures apparaissent dans le revêtement du foyer dès la première chauffe et lors des suivantes. Ces fentes de retrait sont liées au séchage du matériau à chaque utilisation. L'humidité ambiante ne permet pas de garder une structure parfaitement sèche entre deux jours d'utilisation.



Figure 91, foyer présentant des fissures de retrait (séquence 3)

L'étude de la perte en alliage dans les fissures s'est faite sur les séquences expérimentales menées en 2023 et 2024. De par le nombre plus important d'essais lors de ces séquences, il est plus aisé d'observer l'évolution de la masse perdue. À chaque fois, la plus grande masse perdue survient lors de la première fonte : 1.1 kg pour la séquence 2 et 1.7 pour la séquence 3. La masse perdue à chaque essai va alors en diminuant jusqu'à se stabiliser autour de 150g par fonte indépendamment de la masse en jeu.

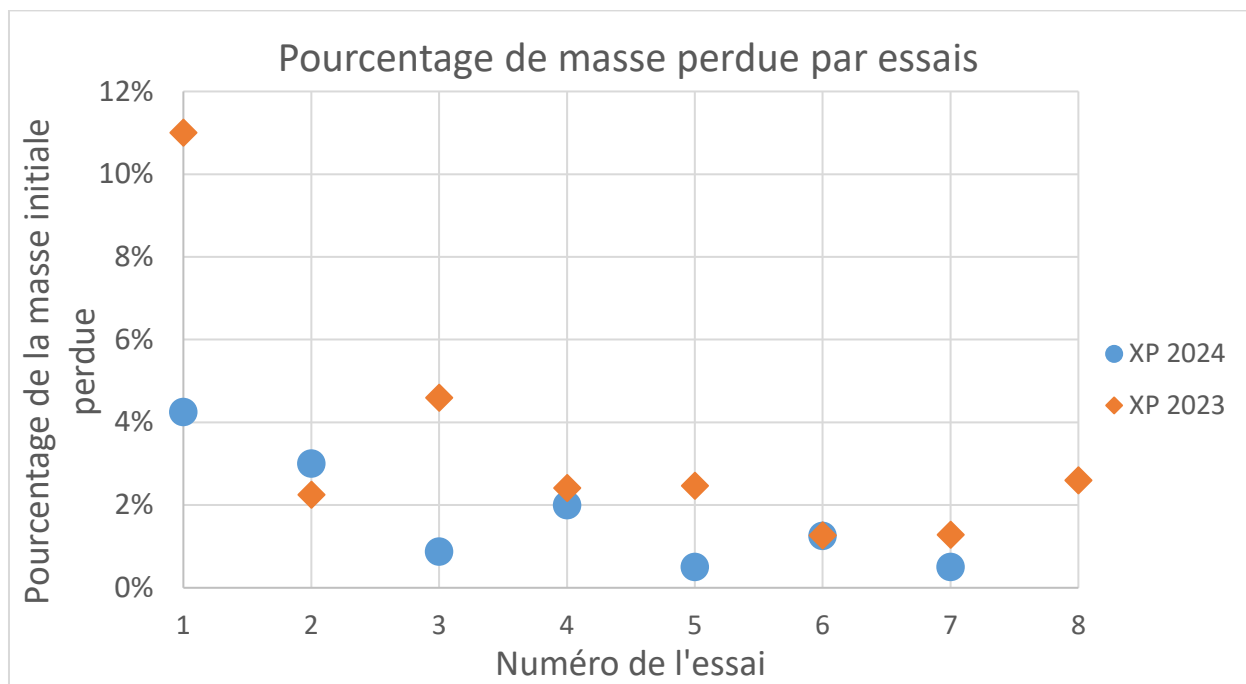


Figure 92, pourcentage de la masse d'alliage initiale perdue pendant une opération en fonction de l'essai

Une partie des foyers a été fouillée lors des expérimentations de 2023 et 2024. Il a alors été mis en évidence l'infiltration du métal dans les fentes de retrait. Un réseau de plomb se forme emplissant les fissures ainsi que les vides laissés par le retrait des racines et des radicules. Ces infiltrations atteignent environ 7 cm de profondeur.



Figure 93, fouille d'un quart de la zone foyer (séquence expérimentale 3)

Cette évolution se comprend facilement par l'observation du foyer au cours des essais. Des fissures importantes se forment dès la première utilisation et se remplissent de plomb. Lors des essais suivants, seules de petites fissures apparaissent, la structure étant plus sèche que pour le premier essai, et l'argile ayant fait son retrait. Ainsi peu de plomb s'infiltré dans le sol après la 1^{re} chauffe. Cependant selon la gestion du feu durant l'expérimentation, une partie du plomb présent dans les fissures peut être refondu ou au contraire le métal nouvellement apporté s'accumule à la surface des fissures (voir ci-dessous). Ce processus explique alors les variations de masse d'alliage perdu au cours des différents essais.



Figure 94, plomb accumulé au niveau des fissures de la structure

6 Conclusion

À l'aide de cette séquence expérimentale, la pertinence de l'usage de talc ou de chlorite pour surfacer un foyer ouvert a été montrée. La facilité de mise en œuvre est avérée. Son intérêt comme matériau non mouillant pour le plomb est évident. Rétrospectivement, l'expérience éclaire également la présence de talc en sortie d'un four de fonte de galène fouillé en 2013. Le plomb qui s'écoule hors du four se répand et se fige sur le niveau talqué permettant une récupération sans peine et laissant un métal propre. C'est un problème que nous avons rencontré tant lors de nos expériences sur le four à réverbère que lors des essais sur le four de réduction de la galène. L'usage d'une brasque pour le four à réverbère avait été préconisé, alors que les écoulements plombifères du bas fourneau de fonte de la galène étaient recueillis dans un récipient en fer.

En comparant les données issues de la fouille et celles provenant des expériences, nous voyons une très bonne analogie quant à l'infiltration du plomb sous le foyer. Cette facilité d'infiltration de l'alliage dans le sol a été montrée en produisant une accumulation très semblable à celle observée à Castel-Minier. Les essais successifs et une masse importante de plomb ont montré des infiltrations sur l'ensemble de la structure. Archéologiquement, 6 kg de plomb perdu ont été récupérés sous de foyer. Nos expériences faites dans une structure similaire montrent une perte similaire de l'ordre de 5 kg.

Nous comprenons mieux également le travail autour de ce foyer. En effet, si le plomb s'infiltré par gravité, sa distribution est nettement radiale. Ainsi la hauteur des infiltrations observée pourrait renseigner sur le niveau maximum atteint par le plomb liquide lors du travail. L'utilisation du foyer s'est avérée également très simple. Creusé à même le sol, il n'y a pas d'évacuation possible par gravité, mais l'usage d'une louche permet de recueillir si besoin l'intégralité de l'alliage fondu. La gestion de la position des charbons permet tout à la fois un accès facile au bain métallique et un apport de chaleur suffisant pour maintenir le plomb liquide.

Dans les cas archéologiques du foyer de fonte d'alliage et de fonte des minerais, il s'agit d'un palliatif efficace à l'usage de la brasque qui reste plus longue à mettre en œuvre par le broyage du charbon qu'elle implique. Encore faut-il avoir accès à la ressource, ce qui est le cas dans les vallées qui jouxtent le site. Encore une fois, les métallurgistes montrent leur connaissance empirique de la minéralogie régionale, leur capacité à s'adapter à leur environnement et à le mettre à profit.

Reste un point d'interrogation qui dépasse notre approche expérimentale. Alors que la roche « talc » au sens large est utilisée dès les premières métallurgies, alors que la poudre de talc est encore aujourd'hui un agent démoulant en métallurgie, pourquoi n'en trouvons-nous pas de traces dans les traités métallurgiques médiévaux et du début de la période moderne ? Ces derniers trouvent leurs sources principalement en Europe centrale (à l'exception de Biringuccio). Cet espace n'est pas dépourvu de ressource en talc et il est connu comme en atteste sa description dans le *De natura fossilium* d'Agricola (1546). Mais le matériau ne semble pas avoir suffisamment retenu l'attention des métallurgistes pour que son passage dans le monde de l'écrit se soit fait via les témoignages d'Agricola, d'Ercker ou de Biringuccio portant sur les savoir-faire miniers et métallurgiques. Il pourrait ainsi s'agir d'une nouvelle preuve des savoir-faire propres à l'espace pyrénéen (ou ibérique) comme il a déjà été pressenti avec le cas des entrées de mine en escalier.

VI La terre de moulage pour la production de fausses monnaies au III^e s. ap. JC.

2022

Méaudre J.-C.* , Le Quellec, V.** , Guihard P.-M.*** , Téreygeol F.*

* LAPA-IRAMAT, NIMBE, CEA, CNRS, Université Paris-Saclay, CEA Saclay, 91191 Gif-sur-Yvette

** Département du Calvados, Service Archéologie, 14032 Caen

*** Centre Michel de Bouïard-CRAHAM, UMR 6273, CNRS, Université de Caen Normandie, 14032 Caen

Du II^e au IV^e siècle, la production sérielle de monnaies coulées à partir de moules en argile est attestée dans de nombreuses officines locales disséminées sur l'ensemble du territoire gaulois¹¹². Étrangères au réseau des *monetae publicae*, ces officines ont produit des monnaies non officielles, qui au regard de la loi sont des fausses monnaies. Rappelons en effet qu'une monnaie est considérée comme officielle et authentique tant qu'elle n'a été manipulée ni dans sa substance métallique ni lors de la frappe¹¹³. C'est un principe général important auquel font précisément obstacle les monnaies coulées. Généralement issues du surmoulage de deniers, d'antoniniens et de bronzes, les monnaies coulées utilisent donc la technique du coulage en lieu et place de la frappe, tout en trompant sur la nature du métal utilisé, qui se composait dans le cas des deniers et des antoniniens de cuivre et d'une forte proportion d'étain et de plomb. Ainsi, le recours à des techniques typiquement illégales interdit d'y voir une production qui aurait été plus ou moins tolérée par l'État. Nul doute alors que les monnaies coulées étaient destinées à se glisser subrepticement dans la circulation et qu'il s'agissait bel et bien de contrefaçons.

Recréer le travail d'une officine de fausses monnaies romaines coulées est une démarche expérimentale en soi. S'agissant d'une activité illégale, il est assez attendu que les textes romains ne disent rien sur les techniques monétaires déployées par les faux-monnayeurs. Si les témoignages de l'archéologie permettent de progresser dans cette voie, ils restent malheureusement insuffisants et n'apportent que trop peu d'éléments de réponse, qui, à leur tour, suscitent de nouvelles questions. En revanche, les tentatives de reconstitution ont démontré leur intérêt.

En appuyant ses travaux sur des moules à couler des deniers et des bronzes des II^e-III^e siècles découverts à Pachten, H. Drescher a amorcé à une enquête féconde sur la fabrication des fausses monnaies¹¹⁴. Même si la méthode proposée par H. Drescher apporte une série d'informations sur la réalisation des moules et la prise d'empreintes, il semblait important d'élargir l'enquête à l'ensemble des maillons de la chaîne opératoire, de la préparation de la terre destinée au façonnage des moules monétaires à la coulée des monnaies et à leur post-traitement. Les récentes découvertes réalisées à Charleville-Mézières au Clos-Paul¹¹⁵ (Figure *infra*) ont été l'occasion de mettre en œuvre un programme expérimental.

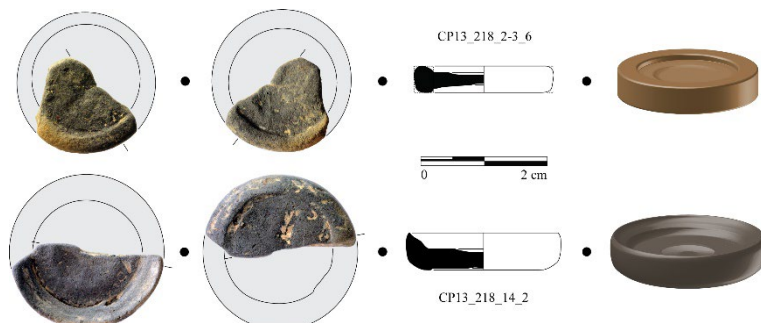


Figure 95, Charleville-Mézières, familles dites à « couronne plate » (en haut) et à « bord biseauté » (en bas)

¹¹² Aubin 2003 ; Chameroy 2007 ; Chameroy, Guihard 2016

¹¹³ Wolters 1999, 370.

¹¹⁴ Drescher 1974.

¹¹⁵ Marian 2016.

Nous présentons ici le protocole établi au cours des campagnes passées¹¹⁶, avant de revenir sur le travail réalisé durant la campagne 2022. Les problèmes soulevés et les progrès réalisés dans la compréhension de la copie par surmoulage sont ainsi abordés. Recréer un atelier de faussaires antiques est une opération chronophage. Afin d'établir des données significatives, c'est-à-dire reproductibles, six opérateurs ont été mobilisés au cours des campagnes d'expérimentation, 2019, 2020 et 2021. Cet investissement représente en temps cumulé vingt semaines. Parmi ces opérateurs, trois ont participé à l'ensemble des campagnes, permettant ainsi une continuité et une transmission du savoir-faire acquis. Ces trois opérateurs sont à nouveau intervenus en 2022, soit un investissement de quatre semaines supplémentaires. Afin de respecter les temps de séchage et ainsi limiter les contraintes subies par les matériaux, le façonnage des potées a débuté en amont de notre venue sur la plateforme de Melle.

1 Les paramètres maîtrisés

La préparation de la terre

De la terre collectée *in situ* est confiée à notre céramiste François Peyrat. Un test par lévigation permet de caractériser une terre faiblement argileuse et riche d'un granulat quartzique. Le granulat est composé quasi exclusivement de quartz très fins et réguliers associés à de petits grains d'oxyde de fer. La réalisation d'une éprouvette permet de déterminer le pourcentage de retrait au séchage (4,5%), ainsi que lors d'une cuisson à 1100°C (9%). Ces deux tests mettent en évidence la présence d'une terre « maigre » à faible retrait. Les moules monétaires étant utilisés crus, la terre prélevée semble appropriée. Une terre riche en éléments non plastiques abaisse en effet le risque d'apparition de fissures ou de déformations lors du séchage, mais aussi de chocs thermiques lors de la coulée.

Après séchage, une portion de cette terre est broyée et débarrassée de ses éléments végétaux et de ses composants les plus grossiers. Impropre à ce stade pour la prise d'empreintes fines, car de granulométrie trop importante, deux options sont testées. La première consiste à tamiser la terre, la seconde à la laisser décanter. Les observations par microscopie optique montrent la similitude de la terre décantée avec les échantillons archéologiques¹¹⁷. La mise en regard avec un moule provenant du site de La Coulonche (Orne) est révélatrice. Tout comme au Clos-Paul, la terre utilisée pour façonner les moules présente une forte proportion inclusionnaire, supérieure à 30%, et une granulométrie fine et homogène. L'hypothèse de la « décantation/préparation de l'argile » est là aussi privilégiée¹¹⁸.

L'usage d'une terre exogène ne pouvant néanmoins être écarté, des analyses par fluorescence X portable sont réalisées¹¹⁹. Trois familles de prélèvement sont analysées : moule archéologique, terre non décantée et terre décantée. Ces dernières, tout en ne permettant pas d'affirmer qu'il s'agit de la même source d'approvisionnement, ne présentent aucune caractéristique qualitative qui viendrait écarter cette hypothèse. Afin de statuer, de nouvelles analyses par p-XRF¹²⁰ et spectrométrie d'émission atomique¹²¹ sont menées au Centre Michel de Boüard - CRAHAM¹²². Ces dernières, tout en ne permettant pas là encore d'être catégoriques, confortent l'hypothèse d'une source d'approvisionnement endogène¹²³.

Le choix des monnaies

Deux aspects entrent en ligne de compte dans le choix des monnaies : la quantification des résultats et la proximité avec la réalité archéologique. Cette quantification devient possible grâce à une standardisation du surmoulage et donc l'usage de modèles identiques. Bien qu'elles ne soient pas

¹¹⁶ Méaudre *et al.* 2021a et 2021b

¹¹⁷ Méaudre *et al.* 2021a et 2021b

¹¹⁸ Chameroy, Guihard 2014, 162-167.

¹¹⁹ Niton XL3t GOLDD+, anode Ag 50 kV et 200 µA, paramétrage usine, mode sol, collimateur 8 mm, acquisitions comprises entre 60 et 100 secondes. <https://www.thermofisher.com/order/catalog/product/XL3TGOLDDPLUS>

¹²⁰ Niton XL 3t-980 GOLDD+

¹²¹ ICP-AES, Optima DV 2100 de Perkin Elmer

¹²² Centre de recherches archéologiques et historiques anciennes et médiévales, UMR 6273 (CNRS/Université de Caen Normandie)

¹²³ Méaudre *et al.* 2021b, annexe

contemporaines, nous optons pour des fac-similés d'un denier d'Hadrien daté de 132 p.C. (Avers - HADRIANVS – AVG COS III PP, tête laurée d'Hadrien à droite, Revers - FELICITATI AVGUSTI, galère voguant à gauche)¹²⁴. Quoiqu'antérieure, cette monnaie est similaire aux titres utilisés pour le façonnage des moules archéologiques. La proximité avec la réalité archéologique passe par l'usage de monnaies ayant circulé. Les découvertes archéologiques prouvent que les Antiques n'opéraient pas une sélection des modèles, mais avaient recours aux monnaies en circulation, parfois frappées au siècle précédent, indépendamment de leur degré d'usure¹²⁵. Trois deniers issus de découvertes isolées réalisées lors des fouilles de l'Hôtel de Ville à Rouen dans les années 80 et 90 sont ainsi intercalés dans les piles.

Le façonnage des moules, le protocole inspiré de H. Drescher

En dépit de certaines modifications, le mode d'exécution reste fidèle aux préconisations de H. Drescher¹²⁶. Il est nécessaire de disposer des éléments suivants (Figure *infra*) :

- une argile homogène et d'une bonne plasticité, mais non excédentaire en eau
- une plaque poreuse sur laquelle l'argile n'adhère pas
- un tube aux parois minces et de diamètre supérieur d'une dizaine de millimètres aux monnaies à copier
- un tampon de section légèrement inférieure au tube
- un cercle ou deux règles permettant de maîtriser l'épaisseur des disques d'argile
- 10 à 12 monnaies légèrement graissées (huile végétale)
- une lame aiguisée et une pointe fine, voire une pince fine et une spatule.
- de la ficelle de chanvre ou de lin



Figure 96, matériel nécessaire à l'exécution du protocole inspiré de H. Drescher

Le *modus operandi* se résume ainsi. Un pàton d'argile est disposé au centre du cercle puis aplani. Des disques sont ensuite découpés à l'aide du tube en exerçant un mouvement circulaire (Figure *infra* A). Une fois les onze valves réalisées, une monnaie est disposée entre deux d'entre-elles (B). Après positionnement du tube, une pression verticale est réalisée sur les disques d'argile à l'aide du tampon (C). Une nouvelle monnaie est placée dans le tube, en la lançant simplement tomber (D1) ou en la positionnant à l'aide d'une pince, ce qui facilite le centrage et évite une chute biaisée de la monnaie (D2). Un nouveau disque est positionné dans le tube (E). Une fois les onze matrices réalisées, le tube est retourné et le rouleau extrait (F). Une fois l'argile verte, le canal de coulée est incisé (G), puis les monnaies extraites (H) et le rouleau finalement remis en forme (I).

¹²⁴ www.decumanus.fr

¹²⁵ Lallemand 1994, 146 ; Chameroy, Guihard 2016, 253 ; Guihard, Fichet de Clairfontaine 2015.

¹²⁶ Drescher 1974

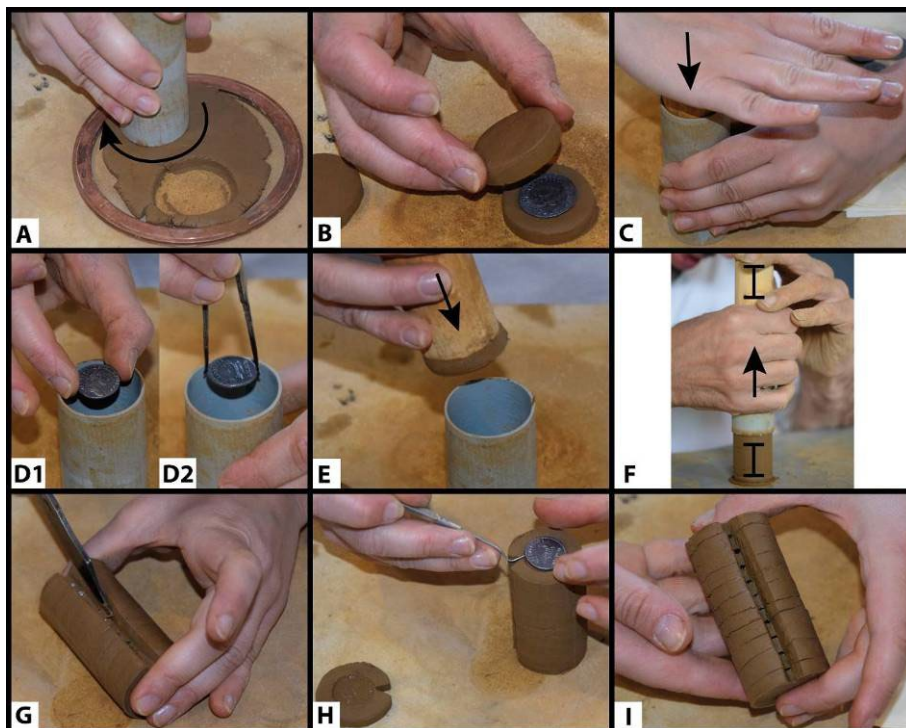


Figure 97, protocole de mise en forme inspiré de H. Drescher

Les fragments de moules de Charleville-Mézières ne présentent aucun témoignage d'orifices de coulée et nous ne disposons d'aucun indice métallique. S'agit-il de canaux de section triangulaire, telle la pile mise au jour à Trèves¹²⁷ et à Corseul¹²⁸, ou d'entonnoirs, comme les moules associés de la collection du RGZM¹²⁹ ? Les premiers semblent plus répandus¹³⁰ et de réalisation plus aisée ; nous optons pour une découpe des canaux de coulées sur argile verte à l'aide d'une simple lame. Après séchage complet, les moules sont ligaturés à l'aide de cordelettes en fibres végétales.

Le façonnage de la couche-évent

L'appareillage des potées, c'est-à-dire le façonnage d'une enveloppe externe, est nécessaire à deux titres : solidariser les piles et constituer un entonnoir de coulée. L'entonnoir de coulée reçoit un surplus d'alliage, réserve compensant l'effet de succion tout en facilitant l'entrée du métal dans les opercules et le dégazage sous l'effet de sa masse. Il est fondamental que cette couche n'entrave pas l'évacuation des gaz. Deux possibilités s'offrent alors : recourir aux événements ou élaborer une couche poreuse. Aucun témoignage archéologique ne vient conforter la première hypothèse. Nous nous inspirons de techniques en usage durant la Basse époque dans la vallée du Nil¹³¹. Cette chaîne opératoire reste cohérente, bien que plus complexe, car destinée à la fonte à la cire perdue. La fonte par surmoulage ne nécessite pas cette alternance de badigeon et de couches chargées en matière organique ou fortement dégraissées ; l'enveloppe se limite à une couche composée d'un tiers d'argile et de deux tiers de crottin de boudet frais. Reste à définir le nombre de moules par pile et le type d'assemblage. Variable selon les sites, chaque pile permet généralement de produire dix à douze monnaies et nécessite donc entre neuf et onze matrices à double empreinte et deux valves à impression unique pour les extrémités. L'assemblage se

¹²⁷ Guihard 2015, 268, fig. 3.

¹²⁸ Aubin 1990, 258, fig. 1.

¹²⁹ Chameroy 2007, 562, planche 2, C (Nr. 17 u. 7).

¹³⁰ Guihard 2015, 267.

¹³¹ Auenmüller *et al.* 2019

présente sous trois formes : une pile unique disposée à l'horizontale (Qasr-Quarum, Égypte)¹³² ou des piles regroupées par deux (Lingwell Gate, York, Grande-Bretagne)¹³³ ou par trois (Damery, Marne)¹³⁴ et positionnées à la verticale (Figure *infra*).



Figure 98, de gauche à droite, Qasr-Quarum, Lingwell Gate et Damery

La fonte dans des piles uniques disposées à l'horizontale semble plus aisée ; nous nous orientons vers ce modèle pour ensuite façonner des triplettes d'après le protocole inspiré de H. Drescher. Après séchage complet, les piles sont ligaturées puis disposées à l'horizontale sur un disque composite. Ce disque est rabattu sur la pile puis travaillé afin de former un entonnoir de coulée tout en homogénéisant la matière (Figure *infra*, gauche). Dans le cas des triplettes, les piles sont placées par trois sur un grand disque et après colmatage des jonctions entre les rouleaux, le disque composite est rabattu sur les piles et travaillé de façon à le faire remonter jusqu'à leur sommet (Figure *infra*, droite A-B). Le bloc est alors retourné afin de poursuivre ce travail d'homogénéisation de l'appareil. L'entonnoir de coulée est finalement réalisé (Figure *infra*, droite C-D).



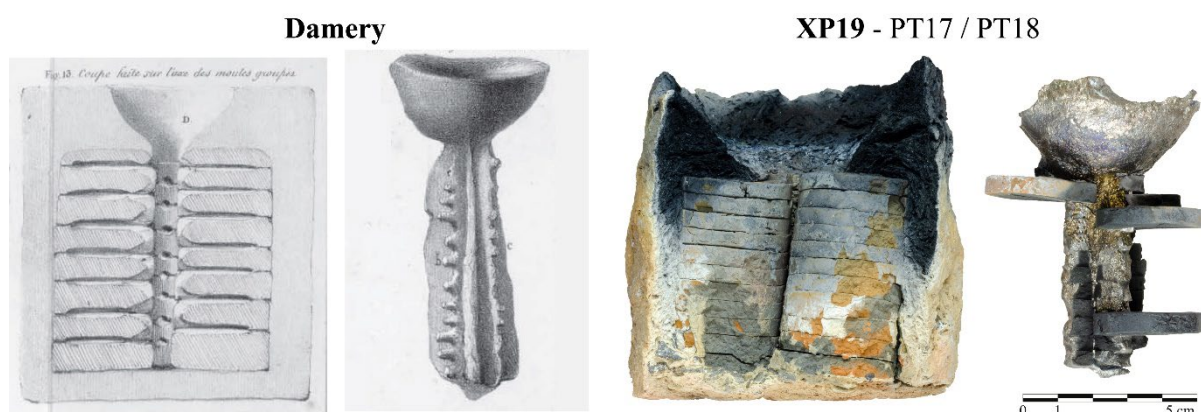
Figure 99, à gauche, potées horizontales, à droite, façonnage d'une triplette

¹³² Qasr-Quarum, Guihard, Blanchet et Chamero, étude en cours ; Guihard *et al.* 2019

¹³³ Akerman 1838-1839, planche 1, figure 5

¹³⁴ Hiver 1837, planche VI, figures 12 à 16

Le recours à un protocole inspiré de H. Drescher permet de résoudre la question de la variabilité des faciès des moules du Clos-Paul : moules dits à « couronne plate » et moules à « bord biseauté ». La morphologie des assemblages en triplettes et des canaux de coulée s'avère elle aussi similaire aux éléments archéologiques découverts à travers l'Empire. La mise en regard des potées expérimentales avec les témoins découverts dans les thermes de Damery est des plus révélatrices (Figure *infra*), de même que la comparaison avec les déchets de productions en provenance de Mainz-Kastel (Allemagne)¹³⁵, Pachten (Allemagne)¹³⁶, Londres¹³⁷ ou encore Châteaubleau (Seine-et-Marne)¹³⁸. La difficulté à insérer les monnaies dans le cylindre métallique explique quant à elle le nombre maximal de moules par pile.



Figure, à gauche, Damery¹³⁹. A droite, XP19 PT17-PT18 (après carbonisation)

Le post-traitement

Après récupération des monnaies, il est nécessaire de les nettoyer et de les limer. Le protocole de nettoyage initial se décline en deux sous-opérations : l'une mécanique vise à supprimer les résidus terreux, l'autre chimique, le blanchiment, destinée à éliminer les crasses et les oxydes résultants de la coulée. L'usage de brosses et d'un petit outillage en métal ou en bois permet de supprimer les nodules terreux si tant est que la préchauffe des potées ait été optimale (Cf. *infra*). La deuxième étape vise à redonner aux monnaies leur aspect argenté en recourant à un bain de sel de mer additionné de gravelle¹⁴⁰. Ce sous-produit de la fermentation alcoolique est un solide cristallisé composé majoritairement de bitartrate de potassium ou de sodium recueilli dans les fûts de vieillissement du vin. Ce procédé, étudié par A. Arles dans le cadre du monnayage de billon, permet un enrichissement de surface des flancs en éliminant les oxydes de cuivre, « la solution n'ayant pas d'effet sur les métaux, mais uniquement sur les phases oxydées »¹⁴¹. Le protocole consiste ici à saturer à part égal en gravelle et en sel de l'eau portée à ébullition, puis à y plonger dix monnaies durant trente à quarante-cinq minutes. Après rinçage, les monnaies sont lustrées à l'aide d'un tissu, puis séchées. Un second protocole de nettoyage est basé sur une action purement mécanique, le polissage. Les monnaies sont positionnées sur une toile à grosse trame sur laquelle a été disposé du sable de Fontainebleau. En dépit des reliefs, l'exécution de mouvements circulaires permet aisément d'éliminer les résidus terreux et les oxydes (Figure *infra* gauche). Cette action est relativement rapide, de l'ordre de 5 minutes pour les unités les plus encrassées et d'une à deux minutes pour les monnaies ne présentant pas de nodules terreux. La dernière étape consiste à éliminer le canal de coulée et les ébarbures par limage, à l'aide d'une pierre à aiguiser (Figure *infra* droite) ou d'une meule rotative.

¹³⁵ Behrens 1920-1921, Abb. 3

¹³⁶ Radnoti-Alföldi 1974, Tafel 53

¹³⁷ Hall, Goodburn Brown 2015, 125, fig. 4

¹³⁸ Pilon 2016, 63-64

¹³⁹ Hiver 1837

¹⁴⁰ Arles 2009, 96-101 ; Arles, Téreygeol 2011, 251-254

¹⁴¹ Arles, Téreygeol 2011, 25



Figure, polissage puis limage d'une monnaie



Figure, PT19, PL2, MN7, de gauche à droite, monnaie brute de fonte, polie, limée

2 Les questions approfondies durant la campagne 2022

Le choix de l'alliage

Devant l'absence de témoins métalliques, des analyses par fluorescence X portable¹⁴² ainsi que par spectrométrie X (Aztec® Oxford©) couplée au microscope électronique à balayage (JEOL)¹⁴³ sont réalisées sur le profil d'un moule archéologique. Il en ressort la présence de Cu, Pb et Zn à des taux non représentatifs, l'étain n'étant quant à lui pas détecté par la XRF portable. La mise en regard avec des analyses menées sur la surface d'une matrice expérimentale en contact avec un alliage 80Cu, 10Pb, 10Sn permet de relativiser ces résultats puisque le plomb se trouve surreprésenté, tandis que l'étain demeure indétectable. La présence de zinc s'explique aisément par la réutilisation de creusets destinés à la production du laiton, activité première du site du Clos-Paul¹⁴⁴.

Afin de compenser cette absence d'indices archéologiques et d'approcher des choix faits par les Antiques, nous prenons en compte un ensemble d'analyses de faux coulés des deuxièmes et troisièmes siècles¹⁴⁵. En dépit de l'hétérogénéité des protocoles d'analyses, aucune de ces 139 analyses n'est écartée afin de compenser leur rareté. Ce travail permet d'établir des gammes de composition pour les éléments Cu, Sn, Pb et Zn. Si les intervalles interquartiles montrent des compositions dominantes comprises entre 72 et 81% pour le cuivre, 14 et 21 % pour l'étain, 2 et 7 % pour le plomb et 1 et 6% pour le zinc, des compositions représentatives sont établies entre 61 et 90% pour le cuivre, 4 et 32% pour l'étain, 1 et 14% pour le plomb et 0 et 10% pour le zinc. De fortes proportions de cuivre et d'étain caractérisent ainsi les deniers coulés.

Face à cette grande variabilité de composition, différents alliages sont testés. Le choix se porte sur trois bronzes non plombifères, le plomb étant assimilé à l'étain : 70Cu 30Sn, 75Cu 25Sn et 80Cu 20Sn. Les points de fusion des trois alliages sont respectivement de 760°C, 840°C et 900°C. Les propriétés

¹⁴² Niton XL3t GOLDD+, anode Ag 50 kV et 200 µA, paramétrage usine, mode sol, collimateur 8 mm, acquisitions comprises entre 60 et 100 secondes. <https://www.thermofisher.com/order/catalog/product/XL3TGOLDDPLUS>

¹⁴³ Profils de concentration obtenus sur des épaisseurs de 4 mm avec des pas de 50 µm (tension d'accélération 15 kV, courant de sonde 3,5 nA)

¹⁴⁴ Marian 2016

¹⁴⁵ Mitchiner 1988, 56-57; Pilon 1993, 572-573 ; Pilon 1998, (F.), 93 ; Frey-Kupper 1999, 83 ; Pilon 2004, 241 ; Cécillon *et al.* 2011, 58-59 ; Raub, Zwicker 2012, 222-224 ; Blanchet 2015, 99 ; Woytek, Blet-Lemarquand 2017, 211-212 et 233.

colorimétriques de ces alliages correspondent en tout point à la volonté des faussaires d'imiter l'argent, « la couleur jaune-brun de l'alliage s'éclaircit [en effet] nettement au-delà de 15 % d'étain pour devenir presque blanche aux taux supérieurs à 25 % »¹⁴⁶.

Il s'agit ici de tester la coulabilité, la dureté et colorimétrie de ces alliages. Du premier critère découle la qualité des copies obtenues, du deuxième la facilité à séparer les monnaies du canal de coulé et du dernier la possibilité de dissimuler le caractère frauduleux des copies.

Nous testons deux bronzes : 70Cu 30Sn et 80Cu 20Sn. Ce choix permet de couvrir l'ensemble du spectre des alliages employés par les Antiques. Plusieurs constats en découlent. Le niveau de détails des copies obtenues avec le bronze 80Cu 20Sn se révèle inférieur, mais suffisant. Rappelons que les Antiques n'opéraient pas une sélection dans les modèles et recouraient parfois à des monnaies usées.



XP19_PT13 - 70% Cu 30% Sn XP19_PT11 - 80% Cu 20% Sn
Figure 100, deniers d'Hadrien surmoulés avec détail de la chevelure

Le problème réside dans la dureté de ces alliages. Le recours à un alliage 70Cu 30Sn permet une séparation aisée des monnaies du canal de coulée. Cette facilité conduit à un faible degré de fractionnement des moules, similaire aux témoins archéologiques (Figure *infra*). La fragilité de cet alliage pose néanmoins question. Ce bronze est très cassant, les monnaies trop fines se brisant même parfois au refroidissement. À l'inverse, la dureté du bronze 80Cu 20Sn rend très ardue et chronophage le détachement des monnaies et conduit à une fragmentation des moules qui ne correspond pas aux éléments archéologiques, seuls les moules situés aux extrémités des piles sont préservés.

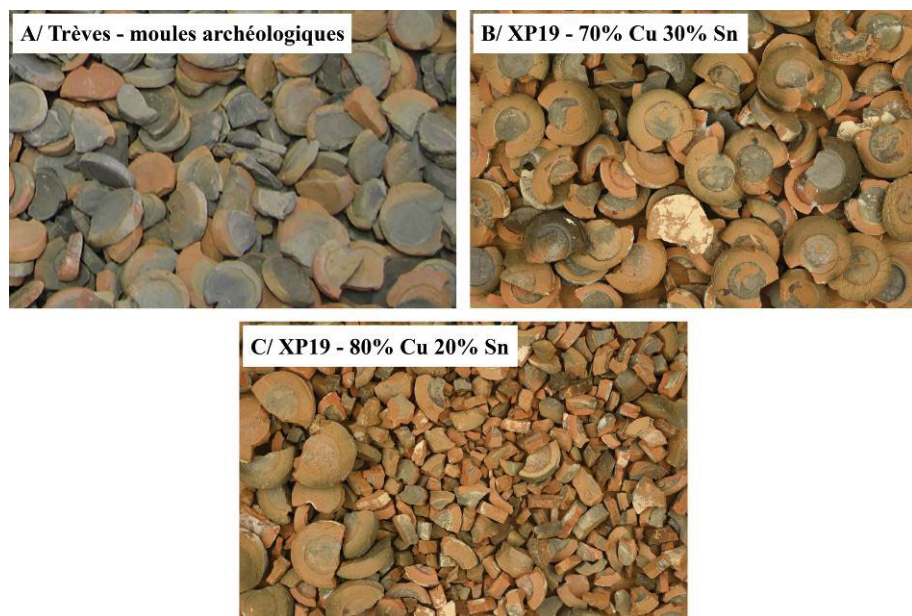


Figure 101, A, Trèves, B et C, moules expérimentaux

¹⁴⁶ Picon *et al.* 1966, 191.

Le dernier problème réside dans la teinte des bronzes à 80Cu 20Sn. En dépit des propos de M. Picon, l'expérience montre qu'à l'issue du post-traitement, c'est-à-dire blanchiment ou polissage puis limage, cet alliage possède une teinte dorée. Le caractère frauduleux de la copie est ainsi impossible à dissimuler.



Figure 102, à gauche bronze 70Cu 30Sn, à droite, bronze 80Cu 20Sn

Nous testons un bronze 75Cu 25Sn. L'expérience montre que l'emploi de cet alliage est idéal, qu'il s'agisse des critères de coulabilité, de dureté ou de colorimétrie. Les copies présentent un niveau de détail satisfaisant. Elles sont aisées à détacher du canal de coulée tout en étant résistantes. En dernier lieu, cet alliage possède un aspect argenté.

Les recettes de la couche-évent

L'ensemble du protocole étant validé à l'issue de la campagne 2019, il est décidé d'entamer une production sérielle destinée à aborder les questions de productivité.

Un séchage rapide des matériaux argileux comporte un risque potentiel de fissuration dû au retrait différentiel de la matière. En dépit des précautions suivies durant la campagne 2020, cette dernière présente un niveau de fracturation inhabituel (Figure *infra*). Malgré les tentatives de comblement, cette fragilisation se traduit par le bris d'environ 10% des potées lors de la phase de carbonisation. Les nouveaux colmatages réalisés avant les coulées empêchent rarement le métal en fusion de chasser, ou, à l'inverse, imperméabilisent les potées, conduisant à des défauts de dégazage.



Figure 103, fractures visibles sur un fragment de couche évent après séchage

La recette de cette couche présente une seule variable : l'ancienneté du crottin d'équidé. Prélevé dans le stock constitué en 2019, ce matériau, entreposé à l'extérieur, mais à l'abri des intempéries, ne présente pas de différences macroscopiques. Afin de valider cette explication, quatre éprouvettes sont façonnées,

les deux premières avec du crottin frais¹⁴⁷ (échantillons Ia et Ib), les suivantes avec celui prélevé en 2019 (échantillons IVa et IVb). Tout comme les potées, les échantillons de la famille IV présentent des déformations significatives dès le séchage (Figures *infra*) et leur retrait est de 9% contre 3 pour la famille I. Les échantillons sont finalement carbonisés dans l'enceinte aménagée à cet effet. Les retraits observés sur les échantillons de la famille IV atteignent 11% après carbonisation, tandis qu'aucune évolution significative n'est à signaler pour la famille I (Figure *supra*). L'expérience met ainsi en lumière la source du problème sans toutefois l'expliquer. En outre, la nécessité de laisser fermenter les mélanges d'argile et de crottin destinés à façonner la couche-évent apparaît dans plusieurs sources ethnoarchéologiques¹⁴⁸ et modernes¹⁴⁹, laissant présager le caractère bénéfique de l'ancienneté de la matière première. Le problème vient-il d'une proportion insuffisante de fragments végétaux ? Afin de poursuivre l'investigation, des observations par microscopie optique sont réalisées. Tout comme le laissaient présager les observations macroscopiques, aucune différence notable n'est à signaler ; le réseau de cavités, fruit de la carbonisation des matières organiques, est similaire.

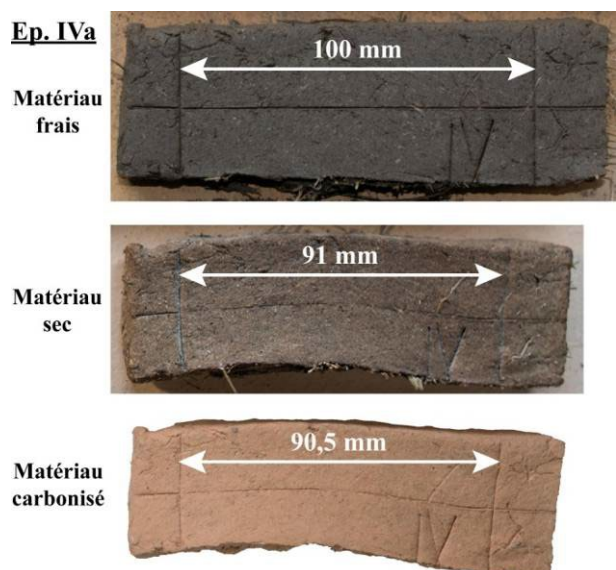


Figure 104, déformations observées sur l'échantillon IVa

	Matériaux	Frais	Sec		Carbonisé	
		Dimension (mm)	Dimension	Déformations	Dimension	Retrait (%)
Ep.Ia	2/3 crottin de cheval frais	100	97	Néant	97	3
Ep.Ib	1/3 terre de Langeais					
Ep.IVa	2/3 crottin d'âne 1 an	100	91	Importantes	90,5	9,5
Ep.IVb	1/3 terre de Langeais			Néant	89	11

Figure 105, tableau synthétique des observations faites sur les échantillons des familles I et IV

La campagne 2022 est l'occasion de façonner des couches-évents en employant du crottin d'ânes élevés sur pâture humide. Ce matériau est considéré comme optimal par les fondeurs « traditionnels », car constitué de restes végétaux fins et homogènes. Le retrait et la porosité posent néanmoins d'emblée question. La faible proportion de fibres végétales nécessite en effet un ajout important d'argile, environ 4/5, pour obtenir un mélange à la tenue suffisante pour être mis en forme. Six potées sur huit présentent des fissurations après carbonisation, fissurations probablement liées à une trop faible proportion de

¹⁴⁷ Devant les difficultés d'accès au matériau, du crottin de cheval est utilisé. En dépit de variations morphologiques entre ces deux familles d'équidés, cette variable semble secondaire.

¹⁴⁸ Verly 2013

¹⁴⁹ Bra 1836, 93-94 ; Anonyme 1752

dégraissant. Cette faible proportion de dégraissant végétal conduit de plus à une trop faible porosité de la couche-évent et par conséquent à un dégazage insatisfaisant.

Nous prélevons du crottin de chevaux élevés sur des pâtures constituées pour partie d'herbes sèches. Une recette similaire à celle validée par le passé est élaborée : 2 tiers de crottin – 1 tiers de terre de Langeais. En dépit d'une recette similaire à celle déjà validée, les résultats des coulées ne sont pas concluants.

Devant l'absence d'études paléométallurgiques consacrées spécifiquement à l'appareillage des potées, le recours à l'analogie a permis de développer un protocole qui s'est révélé opérationnel. Néanmoins, les problèmes rencontrés durant les sessions 2020 et 2022 ont à nouveau mis l'accent sur ces problématiques. L'étude de potées archéologiques est donc nécessaire. Le recours à l'expérimentation permet quant à lui de constituer des référentiels et d'observer le comportement des matériaux. Afin de débiter cette réflexion, deux nouvelles recettes sont testées sous forme d'éprouvette durant la campagne 2020¹⁵⁰. La première vise à substituer la terre dite de Langeais à une argile plus fusible, la seconde à introduire une part de dégraissant minéral. Un premier mélange est ainsi constitué de deux tiers de crottin de cheval frais et d'un tiers de terre dite des mines de Melle (éprouvettes II). Il s'agit d'une argile jaune de décalcification présente en surface de la couche calcaire du Pliensbachien. Cette terre produit de forts dégazages à partir de 950/1000°C et commence à fondre dès 1050°C. Le second mélange présente des proportions égales de crottin frais, de terre de Langeais et de grabeaux tamisés (éprouvettes III). La terre dite de Langeais provient de la carrière de La Rouchouze située sur la commune de Langeais (37)¹⁵¹. Il s'agit d'argiles blanches à spongiaires constituées à parts égales de kaolinite et de montmorillonite et mêlées à de la silice sous formes diverses. Ces couches appartiennent à un épisode Sénonien (Crétacé supérieur)¹⁵². La terre commerciale est le fruit du broyage du tout-venant de la carrière, galets siliceux compris. Le dégraissant minéral utilisé à Melle est constitué des grabeaux obtenus en fin d'opération, c'est-à-dire des refus de tamis issus de ce tout-venant. Cette terre peut être qualifiée de terre « maigre » très riche en silice. Notre céramiste, François Peyrat, précise que le biscuit demeure poreux à 1320°C en réduction, sans plus de précision. Trois nouvelles éprouvettes sont également élaborées à l'issue de la campagne 2022. Les deux premières d'après les recettes utilisées pour appareiller les potées, la troisième en intégrant un dégraissant minéral. À cela vient s'ajouter des prélèvements de crottin destinés à étoffer le référentiel :

- l'éprouvette AI, 1/5 de crottin d'âne frais et 4/5 de terre de Langeais,
- l'éprouvette CI : 2/3 de crottin de cheval frais, 1/3 de terre de Langeais,
- l'éprouvette AII : 2/5 de crottin d'âne frais, 2/5 de terre de Langeais, 1/5 de chamotte de Langeais non tamisée.

Réflexions autour de la structure de carbonisation et la préchauffe des potées

Les indices archéologiques concernant les creusets¹⁵³ et les fours¹⁵⁴ liés à l'activité de faux-monnayage sont à la fois peu nombreux et hétéroclites. Nous ne cherchons pas à les intégrer à notre démarche. Nous travaillons avec des creusets en graphite placés dans une enceinte en briques dotée d'une ventilation électrique. Devant l'absence de témoins archéologiques directs relatifs aux structures de carbonisation des potées, nous travaillons à nouveau par analogie. Suite à des échanges avec notre collègue George Verly, qui produit depuis de nombreuses années de la petite statuaire en bronze d'après la technique de la cire perdue, un protocole est élaboré¹⁵⁵. Ce protocole initial, volontairement sommaire, consiste à disposer les potées sur un lit de charbons ardents dans un foyer ouvert et à renouveler le combustible

¹⁵⁰ Méaudre et al. 2021b

¹⁵¹ <http://www.terre-cuite-touraine.com/contact/>

¹⁵² Macaire 2016

¹⁵³ Jacques et al. 1993, 555 ; Akerman 1838-39, planche (Lingwell Gate, G-B) ; Schindler 1964, 18 (Pachten, All.) ; Pilon 2016, 156, fig.145 (références à Meyer 1993) (Sarreinsming, 57) ; Raub 2012, 219, Plate 13.2 (Rottweil/Neckar, Allemagne) ; Schindler 1964, 18, Abb.6-9 (Pachten, All.)

¹⁵⁴ Cécillon et al. 2011 (Lyon, 69) ; Pilon 2016, 154, fig. 141 (Sarreinsming, 57) ; Schindler 1964 : 15-18, Tafel 5-6 (Pachten, Allemagne) ; Schwartz, Wild 1950, 101 et Schwartz 1975, 207 (Quasr-Quarum, Égypte)

¹⁵⁵ Auenmüller et al. 2019 ; Verly 2013 ; Verly 2014 ; Verly et al. 2017

durant cinq à six heures (#1). Cette pratique évolue progressivement vers l'usage d'un foyer à trois montants dans lequel le combustible vient recouvrir les potées, permettant ainsi d'homogénéiser la carbonisation tout en limitant les interventions. Deux calibres de charbon sont utilisés : un très petit calibre (de la taille noisette au poussier #2), et un calibre d'une noix (#3). Après cinq à six heures de combustion, les potées carbonisées dans le combustible de très petit calibre possèdent à cœur une teinte anthracite, symptomatique d'une atmosphère exclusivement réductrice (Figure *infra*). Celles disposées dans du charbon de plus gros calibre présentent une grande variété colorimétrique s'étalant du rougeâtre au brunâtre et révélatrice d'une combustion en atmosphère oxydo-réductrice. Suite à des fouilles réalisées sur le site de *Quantir* dans le delta du Nil (Nouvel Empire), la pratique de notre collègue a évolué vers une carbonisation au bois sans contact avec le combustible¹⁵⁶. Cette pratique, qui offre de meilleurs résultats en termes d'accident de chauffe, motive l'aménagement de l'enceinte de briques similaire dans son aspect au foyer de fusion. Elle présente néanmoins deux différences notables ; l'absence de ventilation forcée et la mise en place d'une sole suspendue. Le parallèle avec les pratiques encore en usage au Vietnam au XIXe siècle est intéressant. La carbonisation de moules destinés à la confection de salpêtres, de petites monnaies en alliage cuivreux, y est réalisée dans une enceinte chauffée au bois, les moules étant disposés sur des barres de fer¹⁵⁷. L'enceinte réalisée sur la plateforme de Melle reproduit ce principe (#4). Ainsi, après deux à trois heures de chauffe au bois, l'élimination des matières organiques est achevée. La teinte des moules, rouge orangé à cœur, est symptomatique d'une carbonisation en atmosphère oxydante. La couche-évent présente quant à elle deux teintes ; rose sur la moitié externe et crème sur la partie interne. La teinte rose, révélatrice là encore d'une atmosphère oxydante, se mue en tons crème en raison d'une atmosphère rendue réductrice par la carbonisation des matières organiques. Cette atmosphère réductrice localisée est par ailleurs à l'origine de l'apparition d'une pellicule brunâtre sur les piles à l'interface avec la couche évent.



Figure 106, à gauche, foyer de carbonisation à trois montants, à droite, enceinte de carbonisation

Ce mode de carbonisation sur sole pose question. Cette pratique offre de meilleurs résultats en termes d'accident de chauffe. Néanmoins, contrairement aux moules mis au jour sur le site de Qasr-Quarum en Égypte, la majeure partie des artefacts découverts dans l'ouest de l'Empire présentent les stigmates d'une atmosphère oxydo-réductrice. Il est décidé de travailler au charbon durant trois à quatre heures, puis au bois durant une heure supplémentaire, tout en obturant l'ouverture de l'enceinte. La première phase permet d'atteindre une température avoisinant les 250°C et d'éliminer l'humidité résiduelle et de débiter la carbonisation. La seconde permet d'atteindre une température avoisinant les 750°C et

¹⁵⁶ Non publié

¹⁵⁷ Schroeder 1905, 292-293.

« FOUR POUR LA CUISSON DES MOULES. Il est composé de deux parties construites toutes deux en briques crues. La partie inférieure, devant contenir le combustible, a comme dimensions dans œuvre trois pieds six pouces de longueur, un pied sept pouces de largeur et un pied deux pouces cinq *phàn* de hauteur; les murs sont élevés en forme de dôme tronqué, sur lesquels reposent cinq barres de fer destinées à soutenir les moules; une porte est réservée sur un des grands côtés pour le chargement du combustible. La partie supérieure, qui a la forme d'un parallélépipède, a pour dimensions dans œuvre trois pieds deux pouces de longueur et huit pouces cinq *phàn* de largeur, permettant ainsi l'admission de dix moules. »

d'achever la combustion des matières organiques. À l'issue de ce travail, les stigmates visibles sur la couche-évent et les moules sont révélateurs d'une atmosphère oxydo-réductrice (Figures *infra*).

	Struct. de carbonisation	Combustible	Calibre	Teinte moules	Teinte couche évent	Atmosphère
# 1	Foyer ouvert	Charbon	≥ noix	Rougeâtre ► brunâtre	Beige ► anthracite	Oxydo-réductrice
# 2	Foyer à trois montants		≤ noisette	Anthracite	Anthracite	Réductrice
# 3			Noix	Rougeâtre ► brunâtre	Beige ► anthracite	Oxydo-réductrice
# 4	Enceinte - sole suspendue	Bois	Buchettes	Rouge orangé	Rose ► crème	Oxydante
# 5	Enceinte - sole suspendue	Charbon puis bois	Noix et buchettes	Rougeâtre ► brunâtre	Beige ► anthracite	Oxydo-réductrice

Figure 107, tableau synthétique des modes de carbonisation



Figure 108, à gauche, protocoles #2, #3 et #4, à droite, protocole #5

La teinte des matériaux évolue à nouveau au contact de l'alliage en fusion, provoquant la formation d'une patine à la surface des valves. De ces étapes de carbonisation et de fonte résulte un spectre colorimétrique très large. L'expérience montre ainsi que le faciès rouge orangé des moules de Qasr-Quarum est symptomatique d'une carbonisation sur sole menée au bois. À l'inverse, les moules du Clos-Paul, de même que la majorité des témoins archéologiques découverts au nord de la Méditerranée, présentent des gradients colorimétriques en adéquation avec les protocoles #1, #3 et #5. L'expérience montre ainsi qu'il est impossible de rattacher ces témoins archéologiques avec une technique donnée.

D'un point de vue archéologique, l'utilisation d'un appareil constitué d'argile et de crottin reste cohérente. Après carbonisation, celui-ci devient pulvérulent et se délite aisément, prenant la forme d'une poudre jaunâtre similaire à des indices retrouvés dans la fosse Fs218 sur le site du Clos Paul. Afin de pousser la comparaison, des fragments sont enfouis en décembre 2016. Après quatre ans d'enfouissement et indépendamment des variations colorimétriques liées à une combustion en atmosphère plus ou moins oxydante, cette mise en parallèle s'avère concluante.

La logique veut qu'une préchauffe des potées de quelques centaines de degrés permette au métal en fusion de figer moins rapidement lors de la coulée, améliorant ainsi la qualité des copies. L'expérience montre à l'inverse qu'une coulée dans des potées préchauffées à même les charbons ardents entraîne une adhésion de l'épiderme des moules au métal. Cette adhésion rend chronophage, voire impossible, le nettoyage des monnaies. Les canaux et entonnoirs deviennent difficiles à recycler, la terre présente à leur surface encrassant le creuset lors de la nouvelle fonte. Au-delà, il semble que la coulée dans des potées chaudes engendre des phénomènes de dégazage inopportuns. La pratique consiste ainsi à présent à simplement disposer les potées sur le linteau du foyer de fusion, c'est-à-dire à les préchauffer aux environs de 100 degrés.

Production sérielle et temps déployé

Le savoir-faire développé au cours de ces sessions permet à présent d'estimer le temps nécessaire à la pratique de la copie par surmoulage d'après le protocole inspiré de H. Drescher. Seules les phases « actives » sont ici comptabilisées. Les phases « passives », séchage et carbonisation, qui demandent peu d'interventions de l'opérateur et permettent la préparation simultanée de plusieurs unités, sont renseignées, mais n'entrent pas en ligne de compte. De même, le pétrissage de la terre et de la couche composite, qui permet de produire simultanément les matériaux nécessaires à la confection de dizaines d'unités, n'est pas intégré au décompte.

Le temps de réalisation d'une pile est compris entre quinze et vingt minutes, auxquelles viennent s'ajouter cinq à dix minutes nécessaires au nettoyage et à la ligature de celle-ci. Le temps de modelage de la couche-évent est également compris entre quinze et vingt minutes, indépendamment du type de potées ; piles uniques disposées à l'horizontale ou triplettes positionnées verticalement. La récupération des monnaies est variable selon l'alliage employé, passant du simple au double.

Le temps déployé se décline ainsi :

- Pétrissage de la terre : 10 à 15 minutes.
- **Façonnage** : 15 à 20 minutes par pile, soit **45 à 60 minutes par triplette**.
- Séchage : 0,5 à 1 jour, voire 2
- **Nettoyage et ligature** : 5 à 10 minutes par pile, soit **15 à 30 minutes par triplette**.
- Pétrissage de la couche composite : 30 à 45 minutes.
- **Façonnage de la couche évent** : **15 à 20 minutes par triplette**.
- Séchage : 3 à 5 jours minimum
- Carbonisation : 4 à 5 heures.
- **Montée en température et coulée** : **30 à 45 minutes**.
- Refroidissement : 1 heure
- **Ouverture** :
 - 30 minutes pour un alliage 70Cu 30Sn
 - 45 minutes pour un alliage 75Cu 25Sn**
 - 60 minutes pour un alliage 80Cu 20Sn.
- **Polissage d'une monnaie** :
 - Monnaie coulée dans une potée « froide » : 1 minute par unité, soit potentiellement **30 minutes par triplette**
 - Potée mise au feu : 5 minutes par unité, voire impossibilité, soit potentiellement 150 minutes par triplette.
- **Limage** :
 - Meule rotative : 1 minute par unité, soit potentiellement **30 minutes par triplette**
 - Pierre à aiguiser : 5 minutes par unité, soit potentiellement 150 minutes par triplette

Ainsi, dans le cas du recours à un alliage 75Cu 25Sn et d'un post-traitement limité, le temps déployé pour produire 30 monnaies (potentielles) est compris entre 3,5 et 4,5 heures, soit 7 à 9 minutes par monnaie. À cela s'ajoutent la préparation des matériaux et les opérations nécessitant peu d'intervention, telles que le séchage et la carbonisation. Il s'agit ainsi de 3,5 à 4,5 heures d'opérations « actives » réparties sur 5 à 7 jours.

L'objectif *in fine* de la reconstitution du processus de fabrication et d'appariement des moules est de couler des monnaies. On remarquera d'emblée que la majorité des numismates s'accordent sur le fait que la part des monnaies coulées est généralement modeste sur les sites archéologiques, représentant en moyenne *c.* 3% des trouvailles isolées de deniers et *c.* 1% des bronzes¹⁵⁸. Cependant, un paramètre reste hypothétique, puisque rien n'est moins sûr quant à la bonne identification des monnaies coulées. En effet, nombre de monnaies listées, par exemple, dans les volumes des *Fundmünzen der römischen Zeit in Deutschland* les plus récents ne sont en fait connues que par de simples mentions glanées dans les archives, où l'économie des descriptions ne permet pas de vérifier les identifications plus anciennes. En outre, il était certainement plus aisé pour l'utilisateur antique (comme pour le numismate moderne) de repérer les monnaies d'argent *subaerati*, dont l'enveloppe argentée, une fois endommagée, laisse

¹⁵⁸ Chamero, Guillard 2016, 253

apparaître l'âme en métal vil, que les monnaies d'argent coulées. Dans l'Antiquité, les monnaies *subaerati* avaient ainsi plus de chance d'être jetées en rebut puis recensées comme telles lors de leur découverte à notre époque, expliquant peut-être en partie leur plus forte représentation au sein des trouvailles isolées. Ces remarques invitent donc à la prudence dans l'interprétation des données. Elles nous ont aussi et surtout décidés à examiner les rendements atteignables, en se libérant de l'impression laissée par les résidus de production des officines de faux-monnayage, qui par leur volume, pourraient laisser croire, de façon paradoxale, que les produits eux-mêmes jouèrent un rôle important au sein de la circulation. Aurait-on dès lors tendance à surestimer l'importance de la production de monnaies coulées en oubliant que les moules, aussi nombreux soient-ils sur certains sites¹⁵⁹, n'étaient utilisés qu'une seule fois ? Quel est l'effet, en définitive, de cette pratique dans l'économie monétaire romaine ? C'était là l'un des enjeux de cette expérimentation : tenter de déterminer ce qu'il est raisonnable d'attendre d'une telle pratique, en essayant de s'approcher au plus près des techniques de l'époque et en utilisant ces techniques dans le cadre d'une officine produisant un certain nombre de monnaies coulées.

Étant donné le prix du charbon de bois, la productivité était sans aucun doute un point essentiel aux yeux du faux-monnayeur. Ce n'est donc pas un hasard si les activités de faux-monnayage se retrouvent souvent associées à des ateliers de métallurgistes, bronziers en l'occurrence¹⁶⁰. Elles pouvaient ainsi tirer parti de l'efficacité d'un four utilisé à d'autres fins, sans que cela n'engendre une consommation supplémentaire trop importante de charbon tout en bénéficiant d'un savoir-faire spécialisé.

Sans se perdre en conjecture, il faut souligner que sous l'Empire romain la monnaie officielle avait reçu la *forma publica* (Paul, *Dig.* XVIII, 1, 1 : « *Eaque materia forma publica percussa usum dominiumque non tam ex substantia praebet quam ex quantitate* »), c'est-à-dire l'image tout entière par impression du coin officiel sur le flan monétaire. Frappée au coin de l'autorité publique la monnaie tire ainsi sa valeur officielle et permanente de la marque¹⁶¹. Tel que nous le rapporte le juriste Paul, le type apparaît comme la clé de voûte du caractère reconnu d'une monnaie. Il est donc à présumer que cette « limite réglementaire » a été recherchée par les faux-monnayeurs. Nous pouvons même admettre, *a priori*, que les caractéristiques visuelles devaient être déterminantes pour permettre le bon écoulement d'une fausse monnaie dans la circulation. Prenons ici l'exemple du trésor de Beaurains (Pas-de-Calais), qui a été interprété comme le résultat de *donativa* distribués à un officier de l'armée romaine¹⁶². Bien que celui-ci fut certainement attentif à l'authenticité des monnaies d'or et d'argent qui lui ont été remises en guise de paiement, deux monnaies coulées (deniers) ont été néanmoins identifiées (Figure *infra*). Lorsqu'on les examine, elles ne présentent aucune anomalie notable si ce n'est un aspect plus « empâté » du type. Rien ne pouvait quoi qu'il en soit les différencier au premier regard de frappes officielles usées par une circulation prolongée, si ce n'est le diamètre inférieur, conséquence du retrait de la terre lors du séchage des valves. Notons d'ailleurs qu'un siècle et demi sépare ces monnaies de la date supposée d'enfouissement du dépôt.

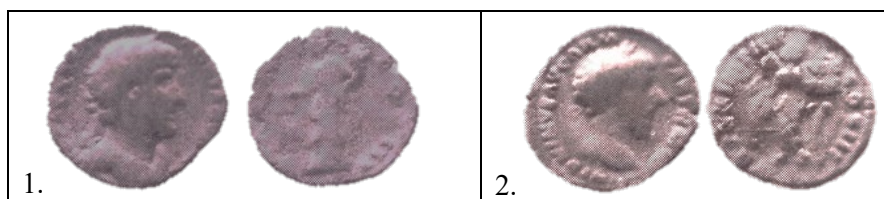


Figure 109, deniers coulés issus du trésor de Beaurains (1. N° 63 denier coulé d'Hadrien ; 2. N° 104 denier coulé de Marc Aurèle)

¹⁵⁹ Ainsi, il a été possible d'estimer à 5400 le nombre de moules monétaires découverts dans la ville antique de Trèves. **Chameroy, Guihard 2016**

¹⁶⁰ **Guihard 2015**

¹⁶¹ **Nicolet 1984**

¹⁶² **Bastien, Metzger 1977**

Les monnaies produites expérimentalement à Melle

D'un point de vue morphologique, les monnaies coulées à Melle se répartissent selon trois groupes principaux. Les monnaies se caractérisent (Figure *infra*) :

- 1/ (-) par un défaut de remplissage du moule, une cassure au niveau du canal de coulée entamant profondément le flan, un défaut majeur lié à un défaut d'empreinte et/ou un dégazage incorrect ;
- 2/ (+) par des empreintes altérées (reliefs lissés, effet de granulosité, petites crevasses à la surface du flan liées à des défauts de dégazage ou de légers défauts du moule) ;
- 3/ (++) par un rendu fidèle à l'original.

Les groupes 2 et 3 sont constitués de monnaies dont le caractère frauduleux peut être masqué et donc potentiellement injectables dans le circuit monétaire. Il est à l'inverse impossible de dissimuler la supercherie dans le cas du groupe 1, ces monnaies étant condamnées au recyclage, voire au rebut.

Groupe 1 (-) : défaut de remplissage du moule, bris biaisée au niveau du canal de coulée, défaut du moule		
		
XP21 - PT 13 - PL1 - MN4	XP21 - PT7 - PL1 - MN9	XP19 - CL6 - PT11
Groupe 2 (+) : empreintes altérées (reliefs lissés, légers défauts de dégazage, granulosité)		
		
XP19 - CL7 - PT13	XP21 - PT12 - PL1 - MN3	XP21 - PT19 - PL2 - MN7
Groupe 3 (++) : monnaies fidèles à l'original		
		
XP19 - CL6 - PT11	XP21 - PT12 - PL1 - MN7	

Figure 110, échelle de qualité des monnaies

L'objectif de ce programme était donc de quantifier la productivité associée à cette pratique du faux-monnayage par surmoulage. Le caractère erratique de nos résultats, lié à notre expérience somme toute limitée, nous a conduits à revoir nos ambitions à la baisse. Il est néanmoins possible de tirer certains enseignements. Peut-être est-il en effet préférable de voir ce travail comme à même de nous fournir des fourchettes en écartant certains résultats négatifs liés à un manque de pratique. Ainsi, cette technique

permettrait de produire aux alentours de 70 à 85% de monnaies diffusables, avec parfois une chute à 50%. Cette productivité étant dans les faits abaissée par les inévitables accidents de carbonisation et de fonte, comme en témoignent les pièces archéologiques. Ainsi, un Antique expérimenté aurait potentiellement été en mesure de produire 15 à 25 pièces diffusables dans le circuit monétaire après 3,5 à 4,5 heures de travail réparties sur 5 à 7 jours. En prenant la fourchette haute et en ajoutant les phases de préparation des matériaux, cette estimation passe à 5 heures. Bien qu'il soit difficile de quantifier les accidents de carbonisation et de fonte rencontrés par un opérateur expérimenté, abaisser de 10% la productivité semble acceptable. Ainsi, 5 heures de travail réparties sur 7 jours permettraient à un faussaire antique de produire entre une douzaine et une vingtaine de monnaies. Le temps nécessaire à la production d'une monnaie serait ainsi compris entre 15 et 25 minutes.

3 Conclusion et perspectives

Ces expérimentations menées sur la plateforme des Arts du feu ont permis de mieux appréhender les chaînes opératoires associées à la production des fausses monnaies coulées dans l'Antiquité. Les résultats obtenus montrent à l'évidence que cette fabrication par coulage faisait appel à un savoir-faire qualifié. Au-delà, la nécessité de réaliser ce travail sur le long court, afin d'éviter tout séchage hâtif et toute carbonisation sans surveillance, vient renforcer l'idée d'une activité inscrite dans le cadre d'ateliers de fondeurs établis. Notre équipe s'est restructurée et des travaux de réfection de notre outil de travail – la forge expérimentale de la plateforme – ont été conduits en 2022 (cf introduction générale). Parallèlement, grâce aux besoins de Vincent Le Quellec, un nouveau stock de terre provenant directement du site de Charleville-Mézières a pu être collecté en 2024. Il offre ainsi la possibilité de poursuivre nos réflexions sur le moulage de ce type de mobilier. Bien évidemment cette terre doit au préalable être préparée et laissée à décanter sur une période minimum d'un an.

Remerciements

Nous tenons à remercier Oksana Vingolte pour l'aide apportée durant quatre campagnes. Nos pensées vont également à François Peyrat et George Verly pour les conseils et les enseignements prodigués.

Bibliographie

- Akerman (J.)**, Roman coins mould, *Numismatic Chronicle*, 1, 1838-1839, pp. 147-165, 2 planches.
- Anonyme**, Fonderie en bronze, dans *l'Encyclopédie, ou Dictionnaire raisonné des Sciences, des Arts et des Métiers, par une société de gens de lettres de Diderot et d'Alembert*, 1752, pl. I-VIII.
- Arles (A.)**, *Entre monnayage officiel et faux-monnayage. La fabrication de la monnaie au marteau en France (XIIIe – XVIIe siècles). Approche physico-chimique, expérimentale et historique*, Volume 1 : texte, thèse de doctorat, 2009, 779 pages.
- Arles (A.)**, **Téreygeol (F.)**, L'apport de l'expérimentation paléométallurgique dans une discussion technique, *Revue Numismatique*, 167, 2011, pp. 245-263.
- Aubin (G.)**, Les moules monétaires de Corseul (Côtes-d'Armor) et la date de fabrication des faux deniers en Gaule, *Gallia*, 47, 1990, pp. 257-263.
- Aubin (G.)**, Les moules monétaires en terre cuite du III^e siècle : chronologie et géographie, *Revue Numismatique*, 159, 2003, pp. 125-162.
- Auenmüller (J.) et al.**, Bronze casting artefacts from the Qubbet El-Hawa – Moulds, materials, and experimental methods. In: Verly, G., Rademakers, F. W., Téreygeol, F. (Eds), *Studies in experimental archaeometallurgy, Methodological approaches from non-ferrous metallurgies*, 2019, pp. 141-163.
- Bastien (P.)**, **Metzger (C.)**, *Le trésor de Beaurains (dit d'Arras)*, Mémoires de la Commission Départementale des Monuments Historiques du Pas-de-Calais, XVII, 1977.
- Behrens (G.), Eine römische Falschmünzerwerkstätte in Mainz-Kastel, *Mainzer Zeitschrift*, XV-XVI, 1920-21, pp. 25-31.
- Blanchet (G.)**, *Contrefaire la monnaie d'argent : analyses archéométriques appliquées à un lot de deniers plaqués des Ier-IIIe siècles*, Mémoire de Master 2, Université de Bordeaux Montaigne, 2015, 103 pages.

- Bra (M.)**, Détails historiques et techniques sur la sculpture, *Le magasin pittoresque* n°4, 1836, pp. 74-75 et 93-94.
- Cécillon (C.) et al.**, Des faux-monnayeurs à Lyon/ Lugdunum, *L'Archéologue*, 115, 2011, pp. 57-59.
- Chameroy (J.)**, Münzgussformen des 3. Jahrhunderts in den Sammlungen des Römisch-Germanischen Zentralmuseums Mainz, *Jahrbuch des Römisch-Germanischen Zentralmuseums Mainz*, 54, 2007, pp. 533-572.
- Chameroy (J.), Guihard (P.-M.)**, L'officine de faux-monnayeurs de La Coulonche (Orne) : nummi coulés de la Tétrarchie en Occident, *The Numismatic Chronicle, The Royal Numismatic Society*, 174, 2014, pp. 153-191.
- Chameroy (J.), Guihard (P.-M.)**, *Falsa fusio* à Trèves. Les moules monétaires du III^e siècle de la Löwenbrauerei et la place du denier dans la circulation monétaire en Gaule du nord. In: Chameroy, J., Guihard, P.-M., (dir.), *Produktion und Recyclen von Münzen in der Spätantike. Produire et recycler la monnaie au Bas-Empire*, RGZM, Tagunden Band 29, 2016, pp. 235-263.
- Drescher (H.)**, Beobachtungen und Versuche zur Herstellung römischer Münzgußformen, *Bericht der Staatlichen Denkmalpflege im Saarland*, 21, 1974, pp. 95-99, planches 16-17.
- Frey-Kupper (S.)**, Les trouvailles monétaires d'Avenches En Selley, fouilles 1997 : une séquence d'ensembles du Bas-Empire, *Bulletin de l'association Pro Aventico*, 41, Avenches, 1999, pp. 71-109.
- Guihard (P.-M.)**, Les faux-monnayeurs au travail, *Archäologisches Korrespondenzblatt, Jahrgang*, 45, 2015, pp. 263-282.
- Guihard (P.-M.), Fichet de Clairfontaine (F.)**, Les moules monétaires de Sées (Orne), Monnayeurs locaux et circulation du bronze au III^e siècle apr. J.-C, *Revue numismatique*, 172, 2015, pp. 257-292.
- Guihard (P.-M.) et al.**, Un atelier de faux monnayeurs en Égypte romaine, *Archéologia*, 582, 2019, pp. 48-53.
- Jacques (A.) et al.**, Les fouilles du centre hospitalier d'Arras, dans A. Jacques, D. Gricourt, Ch. Hosdez, M. Tuffreau-Libre, Les fouilles de sauvetage au centre hospitalier d'Arras, *Bulletin de la Commission départementale d'histoire et d'archéologie du Pas-de-Calais*, XIII-3, 1993, pp. 553-557.
- Hall (J.), Goodburn Brown (D.)**, Faking it – the evidence for counterfeiting coins in Roman London, *London Archaeologist*, été 2015, pp. 123-127.
- Hiver (A.)**, Notice sur un atelier monétaire découvert à Damery (Marne) en 1830, *Revue de la Numismatique Française*, 1837, pp. 171-180, pl. VI.
- Lallemant (J.)**, Les moules monétaires de Saint-Mard (Virton, Belgique) et les moules de monnaies impériales romaines en Europe : essai de répertoire. In: Cahen-Delhay, A. et al., *Un quartier artisanal de l'agglomération gallo-romaine de Saint-Mard (Virton)* (Etudes et documents, fouilles, 1), Namur, 1994, pp. 141-177.
- Macaire (J.-J.)**, Les exploitations d'argiles siliceuses sénoniennes de la Rouchouse à Langeais, Ministère du développement durable, CEN0010, 2016, 13 pages.
- Marian (J.) (dir.)**, Charleville-Mézières « Le Clos-Paul » « Le Triot du Sart » (Ardennes), rapport final d'opération, SRA Grand Est, 2016, 5 volumes.
- Méaudre (J.-Ch.) et al. 2021a : Méaudre (J.-Ch.), Lequellec (V.), Guihard (P.-M.), Blanchet (G.) et Téreygeol (F.)**, Counterfeiting at Le Clos-Paul in Charleville-Mézières (Ardennes, France). Reconstruction trial of a complex chaîne opératoire, *JAS Report*, 36, 2021, 13 pages.
- Méaudre (J.-Ch.) et al. 2021b : Méaudre (J.-Ch.), Guihard (P.-M.), Lequellec (V.), Blanchet (G.) et Téreygeol (F.)**, La fabrication de fausses monnaies coulées antiques, in Téreygeol F. (dir.), *PCR Paléométallurgies et expérimentations, L'expérimentation paléométallurgique de l'analogie à la modélisation*, DFS 2019-2021, SRA Nouvelle-Aquitaine, 2021, pp. 239-265.
- Mitchiner (M.)**, *Jetons, medalets and tokens. The medieval period and Nuremberg*, I, 1988, 704 pages.
- Nicolet (Cl.)**, Pline, Paul et la théorie de la monnaie, *Athenaeum*, 72, 1984, pp. 105-135.
- Picon (M.) et al.**, Recherches techniques sur des bronzes de Gaule romaine, *Gallia*, XXIV-1, 1966, pp. 189-215.
- Pilon (F.)**, Composition chimique d'un denier et d'un antoninien coulés, in Jacques, A., Gricourt, D., Hosdez, Ch., Tuffreau-Libre, M., Les fouilles de sauvetage au centre hospitalier d'Arras, *Bulletin de la Commission départementale d'histoire et d'archéologie du Pas-de-Calais*, XIII-3, 1993, pp. 572-576.
- Pilon (F.)**, La fabrication de monnaies d'imitation frappées et coulées à Châteaubleau (Seine-et-Marne) au III^e siècle après J.-C., *Trésors monétaires*, XVII, 1998, pp. 77-106, pl. X-XIII.

- Pilon (F.),** La fabrication de fausses monnaies coulées à Châteaubleau (Seine-et-Marne) au IIIe s. après J.-C. In: Vanni, F.M., Bussi, S. (eds.), *La moneta fussa nel mondo antico. Quale alternativa alla coniazione ? (Arezzo, 19-20 settembre 2003)*, Milano, 2004, pp. 235-262.
- PILON (F.),** *L'atelier monétaire de Châteaubleau. Officines et monnayages d'imitation du IIIe siècle dans le nord-ouest de l'Empire* (Gallia, 63^e supplément), Paris, 2016, 294 pages.
- Radnoti-Alföldi (M.),** Die « Fälscherförmchen » von Pachten, *Germania*, 52, 1974, pp. 426-447, pl. 44-53.
- Raub (Chr.), Zwicker (U.) (†),** Cast Forgeries of Roman Denarii and Antoniniani, Silver-tin-copper and Copper-tin Alloys, *The Numismatic Chronicle*, 172, 2012, pp. 219-226.
- Schindler (R.),** Bericht über die Forschungsgrabungen im römischen Pachten, *Beiträge zur saarländischen Archäologie und Kunstgeschichte*, 11. Bericht der Staatlichen Denkmalpflege im Saarland, 1964, 59 pages, 19 planches.
- Schroeder (A.),** *Annam: études numismatiques*, 1905, 651 pages, 111 planches.
- Schwartz (J.),** Moules monétaires, in J.-M. Dentzer, Ph. Gauthier et T. Hackens, *Numismatique antique, Problèmes et méthodes, Actes du colloque organisé à Nancy du 27 sept. au 2 oct. 1971 par l'Université de Nancy II et l'Université catholique de Louvain*, 1975, pp. 207-209.
- Schwartz (J.) et Wild (H.),** *Qasr-Qarun / Dionysias 1948 (Fouilles franco-suissees, Rapports, 1)*, Le Caire 1950 (Publications de l'I.F.A.O. du Caire), pp. 39-48.
- Verly (G.),** Etude de cas : restitution de potées pour la technique de la cire retrouvée / Case study : restitution of moulds, 2013, non publié.
- Verly (G.),** Europe - Restitutions d'ex-voto étrusques (V-IV^e siècle avant notre ère). Technique de la cire « retrouvée » : Restitutions expérimentales – Méthodologie, 2014, non publié.
- Verly (G.) et al.,** Fondation Roi Baudouin – Fonds Comhaire. Qubbet el-Hawa casting moulds (Aswan, Egypt) : Experimental Archaeology of the Process of Antique Lost Wax Technique: données archéologiques de Qubbet el-Hawa, archéologie expérimentale, archéométrie et μ CT-scans. Poster pour Experimental Archaeology Conference EAC10: 2017, 19-22 April 2017, Leiden, Holland. (poster)
- Wolters (R.),** Nummi Signati. *Untersuchungen zur römischen Münzprägung und Geldwirtschaft*, Vestigia, 49, 1999.
- Woytek (B. E.), Blet-Lemarquand (M.),** The C. L. CAESARES denarii RIC I Augustus 208, A pseudo-Augustan unsigned restoration issue. Corpus, die study, metallurgical analyses, *Revue Numismatique*, 174, 2017, pp. 183-248.

VII Les Vitriols au Moyen Âge

[2021] 2022

Vuillard C.*, Rouchon, V.*, Remazeilles C.***, Téreygeol F.***

* Centre de Recherche sur la Conservation (UAR 324), MnHn, Paris

** Laboratoire des Sciences de l'Ingénieur pour l'Environnement, Université de La Rochelle

*** LAPA-IRAMAT, NIMBE, CEA, CNRS, Université Paris-Saclay, CEA Saclay, 91191 Gif-sur-Yvette

Les sels de sulfates métalliques comprenant du fer ont eu, de tout temps, un rôle important en teinture, car ce sont des mordants qui fixent les couleurs. Ils sont aussi largement utilisés dans les procédés de tannerie, et dans la formulation des encres d'écriture. Ces composés ont reçu de nombreuses appellations depuis l'antiquité jusqu'à nos jours. Pline l'ancien au premier siècle utilisait le terme « Atramentum sutorium ». Beaucoup plus tard au XVI^e siècle, par exemple dans le traité de Georgius Agricola, on peut en trouver des descriptions sous les termes de « vitriol » ou de « couperose ». Ces termes ont perduré jusqu'au début du XIX^e siècle, puis, les progrès de la chimie et de la minéralogie aidant, ces sels se sont vus qualifiés d'appellations plus précises (par exemple, mélantérite pour le sulfate de fer heptahydraté), et le terme générique de « vitriol » a été réservé à des solutions concentrées d'acide sulfurique. Ces différentes appellations ne facilitent pas toujours l'interprétation des textes anciens. Ceci étant, dans le cadre de ce travail, les « vitriols » seront compris comme des sulfates métalliques.

Au cours d'une étude précédente menée au CRC, des mesures par fluorescence X ont été réalisées sur les manuscrits du Mont-Saint-Michel pour mieux connaître la composition élémentaire des encres noires utilisées, laquelle dépend largement de celle du vitriol employé. L'objectif était de mieux connaître la matérialité de ces œuvres, en particulier de comparer les signatures chimiques d'une main à l'autre ou d'une période à l'autre, pour mieux retracer les pratiques d'écriture de l'époque. Il est apparu que les tracés s'étendant du XI^e au XIII^e siècle ne contenaient pas d'autres métaux que le fer, ce qui signifie que, si ces encres étaient faites à base de Vitriol, celui-ci était très pur en fer. En revanche, le XIV^e siècle voit apparaître des encres fabriquées avec des vitriols contenant systématiquement, outre le fer, des proportions variables de cuivre et de zinc. Cela a amené les chercheurs à s'interroger sur l'origine des phases minérales employées pour la fabrication des encres. Une première question est de savoir si ces phases correspondaient à des minéraux naturels cueillis dans les mines, ou si, au contraire, elles avaient été fabriquées par l'homme et si, dans ce dernier cas, le procédé de fabrication avait une influence sur la pureté du produit final.

Il nous a donc semblé utile de mieux comprendre les procédés de fabrication des vitriols. Les connaissances actuelles, qui, en grande partie, résultent de travaux réalisés dans des contextes de drainages miniers acides, montrent que la minéralogie des sulfates métalliques est particulièrement riche. En tirant le meilleur parti de ces connaissances, nous cherchons à mieux connaître les phases minéralogiques qui peuvent être obtenues selon les anciens procédés de fabrication. Cette thèse aborde donc l'étude des réactions de précipitation de solutions saturées en sulfates métalliques et contenant, outre du fer, du cuivre, du zinc, voire encore de l'aluminium.

La question principale qui se pose c'est de savoir quelles sont les phases minérales majoritairement obtenues à partir de ces solutions, que ce soit à partir de produits purs dans un environnement de laboratoire, ou à travers une démarche d'archéologie expérimentale.

1 Les sources écrites

La réflexion s'articule principalement autour de l'étude des travaux de trois auteurs, Pline l'Ancien (I^e siècle) avec son Histoire Naturelle, Georgius Agricola avec le De Re Metallica (1556) et Diderot et d'Alembert avec l'encyclopédie (1772). Nous nous appuyons sur les traductions de Littré et Hoover pour les œuvres, respectivement, de Pline l'ancien et Georgius Agricola.

L'examen du De Re Metallica (1556) et de l'Encyclopédie (1772), suggère, qu'à l'époque moderne, il n'y a pas de changements drastiques dans les techniques de fabrication des vitriols. En revanche, les procédés de fabrication à partir de matériaux riches en sulfures et/ou en sulfates métalliques, décrits par Georgius Agricola ne sont pas relatés par Pline l'ancien. Il est donc probable que ces procédés soient apparus entre le I^{er} et le XVI^e siècle, vaste période pour laquelle les écrits sur le sujet sont aussi rares qu'elliptiques.

Pline l'Ancien, dans son Histoire naturelle, fait mention de sulfates de fer en deux endroits différents : dans le livre XXXV traitant de la peinture et des couleurs, il décrit différents types de sulfates, sous la dénomination générale *aluminis* (qui donnera plus tard le terme « alun » référant à des sulfates d'éléments légers). Parmi eux, on pourrait reconnaître, sous le terme de *trichitin* ou de *schiston* des sulfates métalliques formant de longs filaments, tels que l'halotrichite, la mélantérite ou la chalcantite. Il aborde également, sous le terme de *paraphoron* un sulfate blanc qui a la propriété de noircir avec la noix de galle, et qui pourrait donc bien être la rozénite, un sulfate de fer tetrahydraté.

Dans le livre XXXIV, traitant du cuivre, Pline évoque, sous le terme d'*atramentum sutorium*, un minéral (traduit fort improprement en « noir des cordonniers » par Littré), qui semble correspondre à la mélantérite. Une discussion sur l'ambiguïté de la terminologie *atramentum sutorium*, qui réfère à un produit qui n'est pas noir, mais sert à fabriquer du noir, peut être trouvée dans l'ouvrage de Monique Zerdoun¹⁶³. Une autre appellation employée par Pline pour qualifier ce matériau est *chalcantum*, en référence au minerai de cuivre dont il est issu, la chalcopyrite (CuFeS₂). En résulte une grande confusion entre fer et cuivre : doit-on considérer que le terme *chalcantum* fait référence à la chalcantite ou à la mélantérite ? Ce *chalcantum* est décrit comme un sulfate synthétisé par évaporation d'eaux de résurgences chargées, et dans la mesure où ces eaux étaient à la fois chargées en cuivre et en fer, ces deux options restent parfaitement probables. Enfin, Pline semble distinguer le *chalcantum*, obtenu par l'action de l'homme, des concrétions de sulfates rencontrées dans les mines, qu'il nomme *stalagmias* ou *lochoton*.

Georgius Agricola, de son vrai nom George Bauer, est un savant du XVI^e siècle, père de la minéralogie et de la métallurgie pour beaucoup. Il s'est attelé, dans ses écrits, à décrire les connaissances et les méthodes de l'industrie métallurgique de son époque. Ainsi, on retrouve dans le livre XII les procédés industriels de production des sels métalliques, et, entre autres, des aluns et des vitriols. Contrairement aux écrits de Pline, il semble qu'aluns et vitriols soient mieux différenciés, les premiers correspondant à des sulfates d'éléments légers (sulfates d'aluminium, d'ammonium, etc.), les seconds aux sulfates métalliques.

Agricola décrit quatre méthodes différentes pour la fabrication des vitriols : les deux premières utilisent des eaux de résurgence d'une manière assez semblable à ce qui est décrit chez Pline. Les deux autres, en revanche, diffèrent entièrement des écrits de Pline et partent d'une matière première qu'il n'est pas toujours aisé d'identifier, mais dont on comprend qu'elle contient des sulfures métalliques plus ou moins oxydés en sulfates.

Les vitriols sont en effet produits autour et dans les mines où sont présents des sulfures métalliques (pyrite, chalcopyrite, sphalérite, etc.) : la météorisation des minerais conduit à une oxydation des

¹⁶³ Zerdoun Bat-Yehouda (M.) *Les Encres Noires Au Moyen Age (Jusqu'à 1600)*; CNRS: Paris, 1983.

sulfures en sulfates. Or, si les sulfures sont peu solubles, les sulfates, eux, le sont particulièrement, et donnent des concrétions que l'on peut prélever sur les parois les plus humides. Ils sont aussi véhiculés par les eaux de pluie et se retrouvent dans les eaux de résurgences collectées dans les galeries des mines. Il s'agissait ensuite d'évaporer ces eaux pour provoquer une cristallisation. Cela pouvait se faire au soleil dans des auges creusées dans la terre, à la manière des marais salants. Une autre méthode consistait à utiliser des bacs tapissés de plomb et placés sur un feu jusqu'à ce que la concentration des produits dissous se rapproche du seuil de saturation. Une fois la solution refroidie, elle était disposée dans un bac dans lequel étaient suspendues des cordes lestées par des cailloux. Cela permettait d'initier une cristallisation autour de ces dernières.

Les deux autres méthodes décrites par Agricola partent d'une matière première qui se rapproche du minerai et cherchent à en extraire des solutions riches en sulfates. La fin de ces procédés rejoint la méthode décrite plus haut, à savoir la chauffe d'une solution concentrée en sulfates dans un récipient tapissé de plomb et placé sur un feu, plus la décantation dans des bacs avec des cordes lestées par des cailloux.

Les travaux réalisés sur la plateforme expérimentale de Melle se sont concentrés sur cette étape de chauffe et de cristallisation. En sus des proportions des métaux présents dans les vitriols synthétisés, nous nous sommes aussi intéressés à la dissolution éventuelle de plomb au cours des synthèses. En effet, l'origine du plomb, parfois détecté dans les encres anciennes, reste peu documentée et inexplicée. Nous avons cherché à savoir si cette présence de plomb pouvait être imputable à la présence de plaques de plomb au moment de la chauffe des solutions.

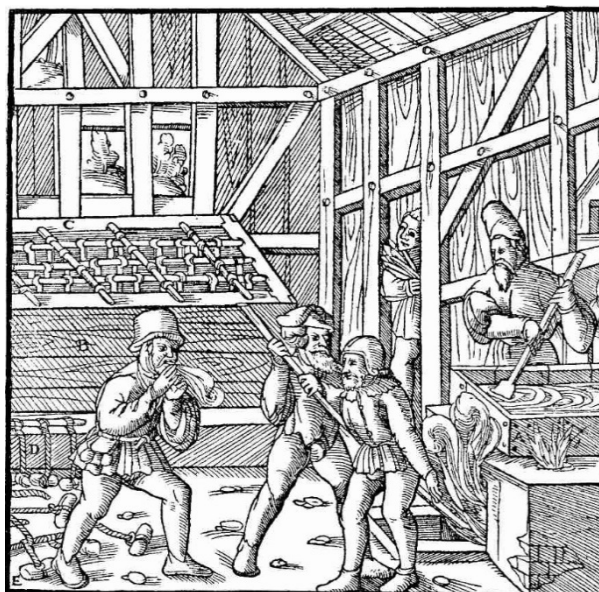


Figure 111, gravure issue du *De Re Metallica* illustrant l'utilisation de l'art du feu dans la synthèse des vitriols à partir d'eaux de résurgence

A droite de l'image, le chaudron utilisé, en arrière-plan le bac dans lequel il y a la cristallisation autour des cordes représentées au pied de ce cristalliseur à gauche.

2 Protocole et description des expériences

L'année 2021 avait été consacrée à la préparation, l'installation et la mise en œuvre des procédés de synthèse sur quelques solutions types. À partir des connaissances acquises en laboratoire, nous avons affiné la technique avec des solutions de sulfate de fer et cuivre purs, des mélanges de sulfates de fer et de cuivre ainsi que des mélanges de sulfates d'aluminium et de fer.

2022 s'est inscrit dans la continuité de 2021, et nous a permis de compléter le jeu des synthèses 2021 sur le système fer-cuivre et d'explorer la synthèse de sulfates de fer pouvant aussi contenir du zinc.

Les manipulations sont réalisées dans des conditions expérimentales en partie connues. Le réacteur utilisé sur place diffère du réacteur en verre du laboratoire. Il s'agit d'un chaudron en plomb qui nous a permis de nous approcher un peu plus des vitriols synthétisés au moyen-âge et d'étudier l'impact de ce plomb sur les réactions de précipitation.

Ainsi, au cours de cette session sur la plateforme expérimentale de Melle, nous avons utilisé les protocoles expérimentaux développés l'année précédente, afin de synthétiser un jeu d'échantillons de sulfates à partir de diverses eaux chargées en sulfate de fer, cuivre et zinc. De plus, ce fut l'occasion de faire un point sur les différents sulfures qui avaient été laissés à météoriser en 2021 avec l'intention d'en extraire du vitriol.

Réalisation des synthèses

Les synthèses ont toutes été menées dans un même chaudron en plomb. Le mode opératoire appliqué est le suivant :

Réaliser des solutions concentrées en sulfates métalliques à partir de réactifs de laboratoire :

- Mélanger 250 g de sulfate de fer et sulfate métallique dans des proportions molaires connues.
- Dissoudre dans un 1 L d'eau du robinet les sulfates précédemment mélangés à l'aide d'un pot en verre de 2,5 L.
- Agiter le mélange jusqu'à dissolution totale des sels.
- Mesurer le pH au papier pH

Concentrer les solutions de sulfates métalliques :

- Verser la solution précédemment réalisée dans un chaudron cylindrique, d'une vingtaine de centimètres de diamètre, en plomb de zinguerie soudé à l'étain.
- Déposer une plaque réfractaire dans la cheminée d'un four avec feu déporté.
- Déposer le chaudron en plomb précédent.
- Installer un thermocouple en contact avec la soudure à la base du chaudron.
- Allumer le feu dans le conduit déporté du four grâce à des bûches fendues de 5 cm de côté.
- Entretenir les flammes de sorte que la température mesurée se situe entre 110 et 150 °C.
- Retirer le chaudron avec sa plaque réfractaire lorsque le volume de solution a réduit de moitié.
- Mesurer le pH au papier pH

Initier la cristallisation :

- Laisser refroidir de sorte que le plomb du chaudron puisse être manipulé sans se déformer.
- Verser la solution saturée en sulfates métalliques dans un bocal de 2,5 L.
- Réaliser 3 cordelettes à partir de ficelle de chanvre.
- Plonger les cordelettes dans le bocal précédent.
- Mesurer le pH au papier pH
- Laisser la solution décanter sans agitation pendant 48 H.
- Retirer les cordelettes autour desquelles les cristaux de sulfates se sont formés.
- Mesurer le pH au papier pH
- Prélever une partie de la solution pour analyses élémentaires.
- Les cristaux formés sont ensuite conditionnés dans des sachets de film plastique (ESCAL, Long Life for Art) thermosoudés, étanches à l'eau et l'oxygène.

Les photos de l'installation, four, thermocouple et chaudron en plomb, sont disponibles Figure 112.



Figure 112, photos du chaudron en plomb ainsi que du four avec foyer déporté utilisé lors de la session expérimentale de 2021-2022

Nous avons complété le spectre de vitriols synthétisés en 2021. Les synthèses qui ont été effectuées en 2022 sont résumées Figure 113 :

Ref.	Melanterite	Chalcantite	Goslarite	A. Sulfurique
FeCu_11Melle2-02	131,8 g	118,5 g	-	-
FeCu_13Melle2	67,7 g	182,3 g	-	-
FeCu_11Melle2-01	131,7 g	118,3 g	-	-
FeCu_11Melle2_03	132 g	118 g	-	5 cL
FeZn_31Melle2	250 g	-	86 g	-
FeZn_11Melle2	250 g	-	258 g	-
FeZn_11Melle2_02	250 g	-	258 g	5 cL
FeZn_13Melle2	120 g	-	375 g	-
FeCuZn_111Melle2	181 g	118 g	136 g	-

Figure 113, résumé de l'ensemble des synthèses effectuées

(Il y figure les quantités de chacun des minéraux dissous. La proportion molaire d'ions métalliques incorporée est indiquée dans la référence de l'échantillon. Exemple : FeCu_13Melle2 est une solution de sulfate de fer et cuivre dans des proportions molaires Fe/Cu = 1/3.)

Caractérisation des synthèses

Les cristaux formés ont été analysés par diffraction des rayons X (DRX) et spectroscopie Raman, afin de déterminer les phases minérales qui se sont formées. La spectroscopie Raman permet d'identifier la plupart des phases de sulfates métalliques grâce à la bande d'élongation des liaisons S-O. Le principal avantage est que la méthode met en jeu des faisceaux peu énergétiques et est non destructive. La DRX permet quant à elle de confirmer les phases identifiées, mais demande une plus grande préparation des échantillons. De plus la DRX sur poudre est destructive.

Pour déterminer la composition élémentaire des phases formées, nous avons utilisé la spectroscopie de fluorescence X (FX). Un travail d'étalonnage (encore en cours d'optimisation) est mené en laboratoire pour rendre cette méthode quantitative, que ce soit par analyse ponctuelle ou par imagerie de surface. Ainsi, les cartographies FX de monocristaux dont la surface est plane permettent d'évaluer quantitativement la répartition et les proportions des éléments métalliques présents dans le cristal.

3 Résultats

Influence du pH

Le pH a été mesuré à des moments clés, avant l'évaporation de la solution, après évaporation, pendant la cristallisation, après avoir retiré les cristaux Figure 114.

Figure 114, tableau récapitulatif des pH mesurés au cours de la session d'archéologie expérimentale de Melle 2022

Ref.	pH avant évaporation	pH après évaporation	pH pendant cristallisation	pH après cristallisation
FeCu_11Melle2-02	6	2-3	1,8-2	1,6
FeCu_13Melle2	6	3	2,5-2,8	2,2
FeCu_11Melle2-04	6		2,2-2,5	2,5-2,8
FeCu_11Melle2_03	1,8	1	1	<1
FeZn_31Melle2	2,8	2	2,5-2,8	1,8
FeZn_11Melle2	4		2	1,8
FeZn_11Melle2_02	1,6	1	1	<1
FeZn_13Melle2	3,8	3,5	3-3,5	3
FeCuZn_111Melle2	3	2	2	1,8-2

(Les colonnes en bleu indiquent les prélèvements qui ont été effectués)

Le pH des solutions synthétisées est acide, ce qui n'est pas étonnant pour des sulfates métalliques. Les trois premières synthèses du tableau attirent l'attention, car le pH mesuré avant évaporation est aux alentours de 6 tandis que pour les autres synthèses il est systématiquement inférieur à 4. Cela est probablement dû à la manière dont les sulfates ont été dissous : ces synthèses ont été agitées en réalisant un vortex, ce qui doit limiter la solubilisation de l'oxygène dans l'eau et donc l'acidification du milieu par oxydation du fer (II) en fer (III).

Il apparaît que le milieu s'acidifie, ce qui est attendu, car (i) il y a évaporation d'eau, donc concentration des protons et (ii) il y a aussi des phénomènes d'oxydation du fer qui conduisent à une acidification du milieu. Cette acidification, rapide au cours de l'évaporation, se poursuit pendant l'étape de cristallisation, mais de manière moins spectaculaire, des pH particulièrement faibles ayant déjà été atteints.

Pour la plupart des synthèses, un dépôt brunâtre s'est formé dans les milieux réactionnels. Ce dépôt n'est en revanche pas observé lorsque les solutions sont acidifiées par un ajout d'acide sulfurique (voir Figure 114, FeCu11Melle2_03 et FeZn11_Melle2_02). Il comprend probablement des oxydes hydroxydes de fer (III), dont leur formation est beaucoup plus difficile en milieu très acide. Leur analyse est en cours.

Mélanges de sulfate de fer et cuivre

Les mesures physico-chimiques de ces synthèses s'appuient sur un travail qui vise à développer une méthode de quantification non destructive par XRF des éléments présents dans les cristaux de vitriol. Pour l'heure, la méthode de quantification est opérationnelle et permet d'extraire la proportion de fer

et cuivre dans le vitriol. Quelques ajustements de la méthode de traitement des données sont en cours pour rendre la quantification encore plus précise.

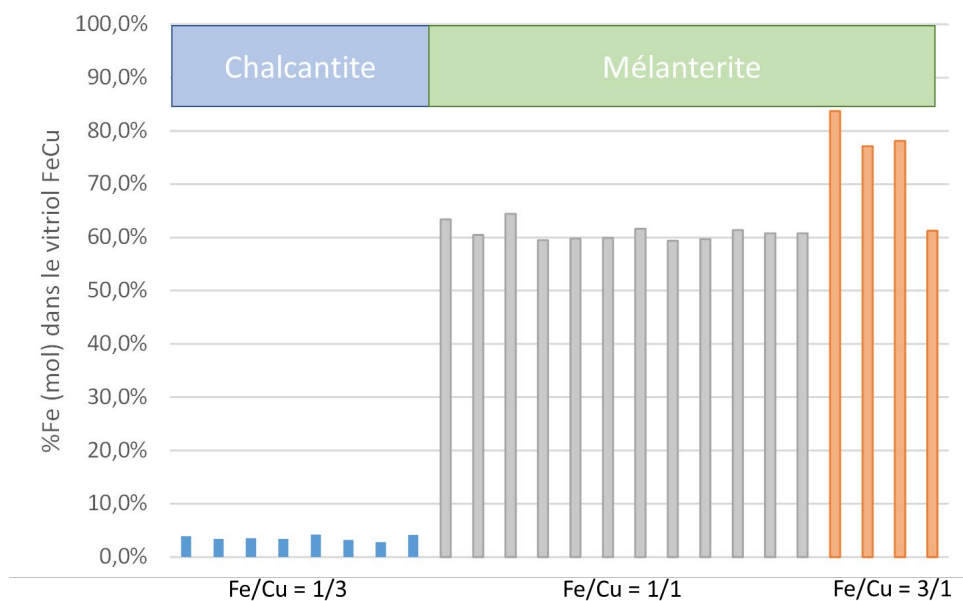


Figure 115, mesures, par imagerie de fluorescence X, des rapports molaires Fe/(Fe+Cu)

(il s'agit des prélèvements des synthèses de sulfate de fer et cuivre effectuées pendant les deux années de suite sur la plateforme expérimentale à Melle. Sont indiqués en abscisse les rapports molaires des solutions de départ : en bleu, les rapports Fe/Cu = 1/3, en gris Fe/Cu = 1/1 et en orange Fe/Cu = 3/1)

Les phases minéralogiques ont été identifiées par DRX et spectroscopie Raman. La phase majoritairement formée est la mélanterite ($\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) sauf lorsque la proportion de cuivre est largement supérieure à celle du fer (Fe/Cu=1/3). Dans ce cas, on observe alors exclusivement de la chalcantite ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$). Cette formation exclusive de chalcantite diffère de ce qui a été observé en laboratoire : lors des synthèses réalisées à partir de solutions riches en cuivre (Fe/Cu=1/3), c'était des cristaux de mélanterite qui s'étaient formés majoritairement avec quelques fois des concrétions de chalcantite à leur surface. Une différence majeure entre les synthèses de laboratoire et celles qui ont été menées à Melle réside dans l'acidification des solutions initiales par l'ajout d'acide sulfurique pour les échantillons de laboratoire, afin de prévenir la formation de dépôts marron d'oxydes-hydroxydes de fer (III). Cette présence d'acide sulfurique dans les synthèses de laboratoire semble favoriser la précipitation de la mélanterite, probablement grâce à un effet d'ion commun.

En extrapolant de manière très empirique ces résultats, il est possible d'avancer quelques idées générales. Le fer ayant une tendance importante à s'oxyder et à précipiter, il participe à l'acidification des eaux de résurgences, mais est probablement moins transporté que les sulfates formés. Ainsi, on peut imaginer que les eaux de résurgences très chargées en sulfate et en fer aient été particulièrement acides (pH<2 pour prévenir l'oxydation du fer et qu'il soit transporté). Dans ce cas, les synthèses de laboratoire correspondraient plutôt à ce qui peut être obtenu en utilisant des eaux de résurgences acides pour la synthèse de vitriol. Les synthèses réalisées à Melle, quant à elles, seraient peut-être plus proches de ce qui peut être obtenu en utilisant un matériau de base riche en sulfates métalliques (par exemple des concrétions recueillies dans les mines et dissoutes dans des chaudrons en plomb).

Ce raisonnement, qui mériterait d'être étayé par des observations complémentaires, laisserait entendre que l'utilisation d'eaux de résurgences, particulièrement acides et riches en acide sulfurique, favoriserait la cristallisation de la mélanterite au détriment de la chalcantite.

Mélange de sulfate de fer et zinc

Les vitriols issus des mélanges de sulfate de fer et sulfate de zinc ont été analysés par fluorescence X. La méthode de quantification n'est pour l'heure pas encore fonctionnelle. En revanche il est possible de comparer les proportions de signaux de fer qui sont extraits des spectres.

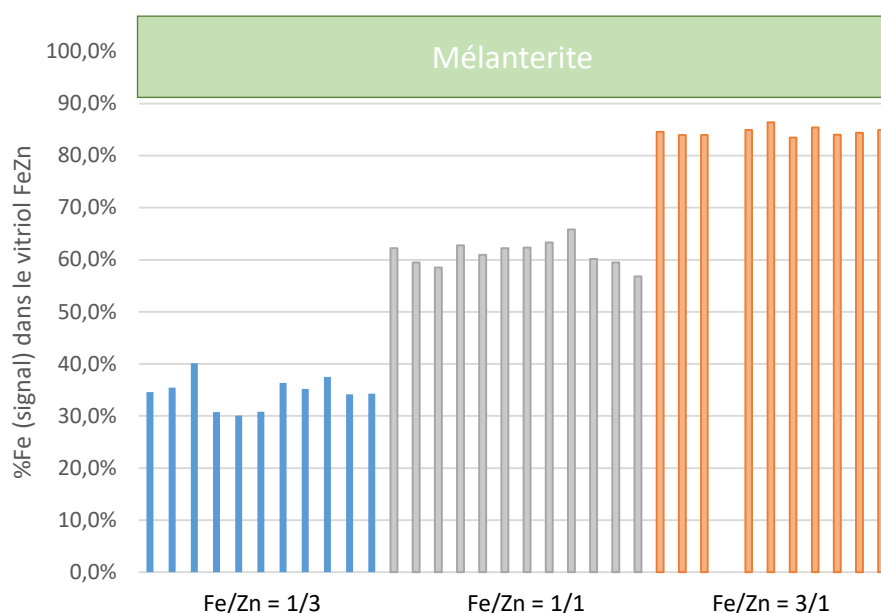


Figure 116, mesures, par imagerie de fluorescence X, des rapports de signal Fe/(Fe+Zn)

(Il s'agit des prélèvements des synthèses de sulfate de fer et zinc effectuées pendant les deux années de suite sur la plateforme expérimentale à Melle. Sont indiqués en abscisse les rapports molaires des solutions de départ : En bleu, les rapports Fe/Zn = 1/3, en gris Fe/Zn = 1/1 et en orange Fe/Zn = 3/1)

Alors que les mélanges de sulfates de fer et cuivre montraient une certaine homogénéité entre les prélèvements d'une même synthèse, les sulfates de fer et zinc sont plus hétérogènes. En revanche, on retrouve une certaine proportionnalité entre la proportion de fer en solution et celle du signal mesuré. Les phases minérales ont été déterminées, et il apparaît que la phase exclusivement précipitée est de la mélanterite. Ces conclusions rejoignent les mesures effectuées sur les synthèses de laboratoire.

La question du plomb

Un autre aspect de ces synthèses est d'apporter des éléments d'interprétation de la présence de plomb détecté parfois sur les inscriptions anciennes. Nous avons voulu vérifier si il pouvait être issu du vitriol qui entre dans la composition des encres ferro galliques. Après la cristallisation du vitriol, on ressort généralement trois types de produits (Figure 117):

- Le chapelet de cubes de vitriols issu de la cristallisation autour de celui-ci autour des cordelettes.
- La solution saturée en sulfates qui était généralement recyclée dans le cycle du procédé de sulfates de fer.
- Un dépôt brunâtre qui décante au fond qui devait en théorie rester au fond des cuves ou bien être lavé comme expliqué par G. Agricola.

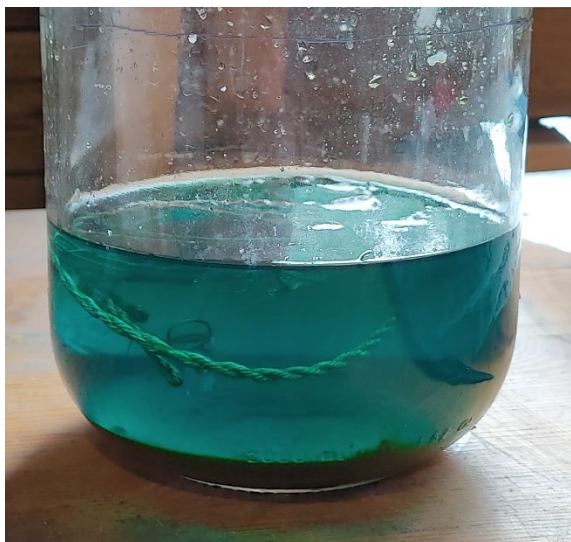


Figure 117, synthèse de sulfate de fer et cuivre après évaporation.

(trois phases sont présentes, le vitriol cristallisé sur les cordelettes, la solution de sulfates saturée et la boue brunâtre au fond du bocal)

L'analyse élémentaire de ces trois produits a été effectuée par spectroscopie par fluorescence X, il en ressort qu'il n'y a pas de plomb en solution, ce qui est en accord avec les diagrammes théoriques de Pourbaix de solubilité du plomb dans les sulfates. Il n'y a pas non plus de plomb dans les cristaux de vitriols, ce qui semble relativement logique puisque les ions plomb, trivalent, pourraient difficilement s'insérer dans la structure de la mélanterite largement encombrée par l'eau. En revanche les phases brunâtres d'oxyde d'hydroxyde de fer (III) contiennent du plomb. Il se pose donc la question suivante : sous quelle forme se trouve le plomb dans ces boues et de quoi sont-elles composées ? Cette question est en cours de résolution à l'heure actuelle.

Tentatives de météorisation des sulfures

L'année dernière, une manipulation avait été mise en place pour tenter d'oxyder les sulfures en sulfates, s'appuyant sur le texte de Georgius Agricola. Il y est indiqué que la « terre vitriolique » est déposée en monticules dehors et régulièrement retournée pendant six mois, puis couverte pendant six autres mois. Ce procédé est ce que l'on appelle la météorisation des sulfures. Cette terre vitriolique contient à l'évidence des sulfures métalliques, les plus communs étant la pyrite $[\text{FeS}_2]$, la chalcopryrite $[\text{CuFeS}_2]$, et la sphalérite $[(\text{Zn},\text{Fe})\text{S}]$. Nous avons de plus émis l'hypothèse qu'elle pouvait aussi s'apparenter à des matériaux résultants de la décomposition anoxique de végétaux dans des milieux saumâtres, propices à la formation de pyrite par activité bactérienne (les bois lignitisés pyriteux peuvent en être un exemple). Par chance, nous avons à disposition quelques échantillons de bois lignitisés pyriteux prélevés sur le site paléontologique d'Angeac..

On a donc décidé d'exposer aux intempéries, séparément, dans des sachets en plastiques, de la pyrite, de la chalcopryrite, de la sphalérite, des bois lignitisés et des concrétions de pyrite/marcassite déjà altérées. Ces matériaux ont passé six mois enfermés avec un peu d'eau dans des sachets hermétiques, puis 6 mois exposés sur une terrasse en étant régulièrement arrosés et séchés au soleil. Ils ont in fine été lavés à l'eau et les produits de lavage ont été récupérés. Un rapide test au thé a été effectué pour déterminer si les solutions contenaient du fer en solution. Il s'est avéré que seuls les bois lignitisés et la pyrite/marcassite altérée avaient donné lieu à la dissolution de sulfate de fer en quantité notable. Il est envisagé de mettre ces solutions à évaporer au laboratoire pour en extraire le vitriol. Les autres matériaux qui n'ont pas semblé avoir été particulièrement oxydés ont été grillés puis remis à

météoriser pour des tests ultérieurs. À l'heure actuelle, cela fait quelques mois que ces produits sont exposés au gré du climat afin d'oxyder les sulfures en sulfates

4 Conclusions et perspectives

La session expérimentale 2022 a été l'occasion de compléter le jeu de données acquises en 2021 pour mieux comprendre le spectre de composition des vitriols qu'il est possible de synthétiser à partir de différents mélanges de sulfates métalliques en solution. Ainsi, il a été déterminé que des solutions non acidifiées très riches en sulfate de cuivre avaient tendance à former de la chalcantite, contrairement à des solutions acidifiées pour lesquelles la mélantérite était prédominante. Les solutions acidifiées s'apparentent plus probablement à des eaux de résurgence que des solutions obtenues par le lavage de matériaux riches en sulfates. La question de la nature de la terre vitriolique reste également en suspens. La météorisation a donné des résultats bien plus probants sur les matériaux comportant de la pyrite que sur les concrétions de chalcopyrite et de sphalérite testées. Peut-être que le grillage sur feu de bois en s'inspirant des méthodes décrites par G. Agricola apportera des éléments de réponses complémentaires.

Bibliographie

G. Agricola, *De Re Metallica*, H.C. Hoover, L.H. Hoover (trad.), Georgius Agricola, *De re metallica*, Dover Publications, New-York, 1986, Bâle, 1556.

P. Borgard, J.-P. Brun, J.-P., M. Picon, M. (Eds.), 2005a. L'alun : une résurrection nécessaire, in: L'alun de Méditerranée. Publications du Centre Jean Bérard, pp. 7–11.
<https://doi.org/10.4000/books.pcbj.544>

D. Diderot, J. D'Alembert, 1751. Dictionnaire raisonné des Sciences, des Arts et des Métiers. Briasson, David, Le Breton, Durand, Paris.

Pline l'Ancien, Croisille (trad), J.M., 1997. Histoire naturelle (livre 35), Les belles lettres. ed.

Pline l'Ancien, Le Bonniec (trad), H., 1983. Histoire naturelle (livre 34), Les belles lettres. ed, Collection des Universités de France. 95 boulevard Raspail.

M. Zerdoun Bat-Yehouda, *Les Encres Noires Au Moyen Age (Jusqu'à 1600)*; CNRS: Paris, 1983

VIII Les ciments pour l'affinage de l'or selon Pline l'Ancien (diachronique)

2023

Téreygeol F., Loepp D., Foy E.

* LAPA-IRAMAT, NIMBE, CEA, CNRS, Université Paris-Saclay, CEA Saclay, 91191 Gif-sur-Yvette

** Orfèvre, Rome, Italie

*** LAPA-IRAMAT, NIMBE, CEA, CNRS, Université Paris-Saclay, CEA Saclay, 91191 Gif-sur-Yvette

Cette expérience s'inscrit dans des travaux engagés de longue date sur l'affinage de l'or et qui ont donné lieu à quelques publications des deux acteurs, chacun de leur côté :

Ferro Daniela, Brutti Sergio, Loepp David, Celauro Angela, "Characterization and thermodynamic interpretation of ancient gold refining processes based on a dioscorides recipe", Andrea Macchia, Enrico Greco, Biagia Antonella Chiarandà, Nicoletta Barbabietola (Eds.), *YOCOCU: Contribute and role of youth in conservation of cultural heritage*, Rome, 2011, p.131-140.

Blet-Lemarquand Maryse, Nieto-Pelletier Sylvia, Téreygeol Florian, « Tracer l'or monnayé : le comportement des éléments traces de l'or au cours des opérations de refonte et d'affinage. Application à la numismatique antique », *BSFN*, 4, 69e, 2014, p.90-94.

Celauro Angela, Loepp David, Ferro Daniela, "Ancient procedures of gold cementation and gold scorification: interpretation of their reliability through experimental archaeology, analytical characterization and thermodynamic interpretation", *Acta rerum naturalium*, 21, 2017, p. 177-200.

Blet-Lemarquand Maryse, Nieto-Pelletier Sylvia, Suspene Arnaud, Téreygeol Florian, Are Platinum and Palladium Relevant Tracers for Ancient Gold Coins? Archaeometallurgical and Archaeometric Data to Study an Antique Numismatic Problem'. In *Archaeometallurgy in Europe IV*, edited by Ignacio Montero-Ruiz and Alicia Perea Caveda, Consejo Superior de Investigaciones Científicas, 19–28. Bibliotheca Praehistorica Hispana, Vol XXXIII. Madrid, 2017, p. 19-28.

Loepp David, Ferro Daniela, Celauro Angela, Brutti Sergio, "Archaeological experimentation and thermodynamic interpretation of chloride-sulphate gold cementation based on ancient texts and evidence from Sardis," Georges Verly, Frederik W. Rademakers and Florian Téreygeol (Eds.) *Studies in experimental archaeometallurgy: methodological approaches from non-ferrous metallurgies*, Monographies Instrumentum, n°60, Editions Mergoïl, 2019, p.47-94.

Cuvigny Hélène, Bülow-Jacobsen Adam, Faucher Thomas, Téreygeol Florian, « Agatharchide et les mines d'or du désert Oriental, Nouvelle traduction et commentaire des passages de Photius et Diodore », in Redon B., Faucher Th. (éd.), *Samut Nord, L'exploitation de l'or du désert Oriental à l'époque ptolémaïque*, [Fouilles de l'Institut français d'archéologie orientale](#), 83, IFAO, 2020, p. 319-324.

Celauro Angela, Loepp David, Ferro Daniela, De Caro Tilde, "Experimental and analytical study of gold parting processes used in ancient times," Béla Török and Alessandra Giumlia-Mair (Eds.) *Proceedings of the 5th International Conference « Archaeometallurgy in Europe » 19-21 June 2019, Miskolc, Hungary*, Monographies Instrumentum, n°73, Editions Mergoïl, 2021, p. 433-456.

Parallèlement, chacun a également conduit plusieurs séries expérimentales, nous renvoyons aux différents rapports concernant les travaux sur la plateforme de Melle : DFS 2013-2015, p. 145-164 et rapports intermédiaires 2016, p. 28-36 et 2017 p. 53-57.

La difficulté première de ce type d'opération expérimentale réside bien entendu dans le besoin en or métallique, métal coûteux, uniquement disponible en petite quantité à notre échelle. Pour cette séquence expérimentale nous avons choisi d'unir nos efforts pour entamer une recherche sur l'usage d'un ciment particulier (du sel mélangé à de la copiapite) et d'une seule recette de cémentation, celle de donnée par Pline.

1 La recette

Pour cette expérience, nous nous appuyons sur le texte bien connu de Pline qui relate, au détour d'une explication sur un remède, le mode d'affinage de l'or :

« On grille aussi l'or avec un poids double de sel, triple de misy, puis à nouveau avec deux parties de sel et une de la pierre qu'on appelle « schiste ». De cette façon il retire l'âcreté des matières qu'on a fait brûler en même temps que lui dans un récipient de terre, tout en restant pur et inaltéré. » (Hist. nat., XXXIII, 35).

Sans que cela soit une surprise, cette recette manque de précision : il n'y a pas d'information, même grossière, sur une durée de l'opération, rien n'est dit sur le lut et le besoin de fermer le creuset. L'opération implique un premier travail à l'aide de sel et de misy, puis une chauffe avec du sel et du schiste, « schiston » que Craddock assimile à du talc sans le justifier (Ramage, Craddock, King Croesus gold, 2000, p. 36) tout en précisant que Healy propose de l'alun. Pour cette première approche, nous avons limité notre réflexion à la première partie de la recette afin d'avoir un meilleur contrôle sur notre production. Disposant d'alun et de talc, rien n'exclut de poursuivre ultérieurement le procédé.

Surtout nous avons décidé de pratiquer trois chauffes successives d'un même creuset d'une durée cumulée de 21h avec deux prélèvements intermédiaires (à +7h et +14h) impliquant évidemment un refroidissement à chaque ouverture. Ainsi avec une même charge, nous espérons suivre l'évolution de notre produit en 3 sessions de chauffe sur un même creuset alors que les renouvellements du creuset, de l'electrum et du ciment pour des chauffes arrêtées à ces mêmes intervalles étaient hors de notre portée tant par la quantité de matière nécessaire que par le temps cumulé de 42 h de travail difficilement exécutable en 3 jours. Ce choix a évidemment un défaut celui d'obliger à chaque remise au feu de remonter en température la pièce céramique. Si ce point est préjudiciable pour l'opérateur, il n'entraîne pas de conséquence sur la chimie du procédé. Repassant à température ambiante, le processus de cémentation stoppe et ne se réenclenche qu'une fois la température de travail atteinte à nouveau.

2 Structures et matériaux

La structure de chauffe

Faute de vestiges archéologiques liés ; nous disposons d'une certaine liberté pour le choix de la structure de chauffe. Pour des raisons de simplicité, nous avons opté pour un aménagement de notre four en trou de serrure. Il s'agit d'un foyer sur sole percée fonctionnant en tirage naturel. Il a été élaboré à Melle sur la copie de celui retrouvé lors des fouilles de l'atelier monétaire de La Rochelle. Depuis il a servi de nombreuses occasions, connaissant des modifications toujours réversibles (cf par exemple le chapitre II / protocole 01b de ce même rapport).

Dans le cas de notre essai de cémentation, la surface disponible (une sole percée de 50 cm de diamètre) a été réduite à l'aide de briques sur toute la hauteur de la cuve de façon à disposer d'une surface carrée de 20 cm. La profondeur de la cuve est de 40 cm. Les interstices entre la paroi originelle et celle des

briques ont été colmatés à l'aide de cendres de bois sèches (matériau isolant dont nous disposons en grande quantité).

Sur la sole même, deux pilettes sont fixées à l'aide d'argile. Elles sont destinées à recevoir le creuset de cémentation.

Le tirage se fait naturellement par le cendrier dont nous pouvons moduler l'ouverture pour gérer le flux d'air. De fait, une fois le feu lancé, l'ouverture est fermée et le tirage entretenu simplement par les fuites de la porte. La partie sommitale du four est couverte avec des carreaux limitant de facto le tirage et la consommation en bois. Notons que la gestion du tirage s'est donc faite par la couverture par retrait ou fermeture et non pas la base du four.

Le combustible

Pour rester au plus près de la donnée textuelle, nous avons bien évidemment utilisé du bois refendu et sec. Il s'agit de baguettes dont la plus grande épaisseur n'excède pas 4 à 5 cm. La quantité brûlée sur la totalité de cette opération équivaut à 1/3 de stères. L'objectif étant de ne pas développer une trop forte chaleur, les morceaux sont disposés verticalement dans les angles, un à un, régulièrement pour éviter tout emballement du feu.

Le creuset

Ici encore nous utilisons un pot provenant de la série réalisée par François Peyrat en 2015. Le pot dépourvu d'anse à la panse enflée est d'une contenance ne dépassant pas 300 ml. La terre utilisée provient de Langeais, aucun dégraissant n'est ajouté. La pièce céramique est cuite avant usage. Le couvercle qui coiffe le creuset est fait avec la même terre. Pour limiter les fuites, nous avons usé la périphérie du couvercle afin qu'il s'ajuste au mieux à l'orifice du pot.

Le lut

Pour sceller le couvercle au creuset, après humidification des deux pièces, nous apposons un lut composé de crottin, de terre et de fibres. Le scellement a lieu juste avant la mise en place du pot dans le four.

L'or à affiner

Nous disposons d'or de différentes origines : une pépite d'or pur (3.1g), un lingot de 9.2 g titrant 88% Au, 7% Cu, 5% Ag et une feuille de 1.3 g à 88% Au, 5,8% Ag et 4,3% Cu. À ces masses nous ajoutons 4 g d'argent pour obtenir un électrum soit 17,6 g d'alliage à affiner titrant 70% Au 26% Ag 4% Cu (voir la rectification du titre suite aux dosages par EDS dans la partie « 1^{er} résultats). Deux fontes successives ont lieu pour uniformiser le lot qui ne pèse plus que 16.7 g, ce qui n'a rien d'étonnant eu égard à la composition de départ et aux conditions environnementales. L'électrum est laminé jusqu'à obtenir un ruban de 0,12 mm d'épaisseur. Ce ruban est découpé en petites lamines de plus ou moins 1 cm de longueur. Nous prélevons 0,13 g de feuille comme témoin. La masse à cémenter est donc de 16.57 g



Figure 118, préparation des lamines d'électrum

Les composés du ciment

Dans le cadre de cette recette, le ciment est composé de sel marin (NaCl) et d'un minéral réunissant deux espèces proches :

la coquimbite / $\text{AlFe}_3(\text{SO}_4)_6(\text{H}_2\text{O})_{12} \cdot 6(\text{H}_2\text{O})$

la copiapite / $\text{Fe}^{2+}\text{Fe}^{3+}_4(\text{SO}_4)_6(\text{OH})_2 \cdot 20\text{H}_2\text{O}$

une analyse par diffraction des rayons X a été réalisée à l'issue des expérimentations et permet d'approcher le rapport entre ces deux minéraux.

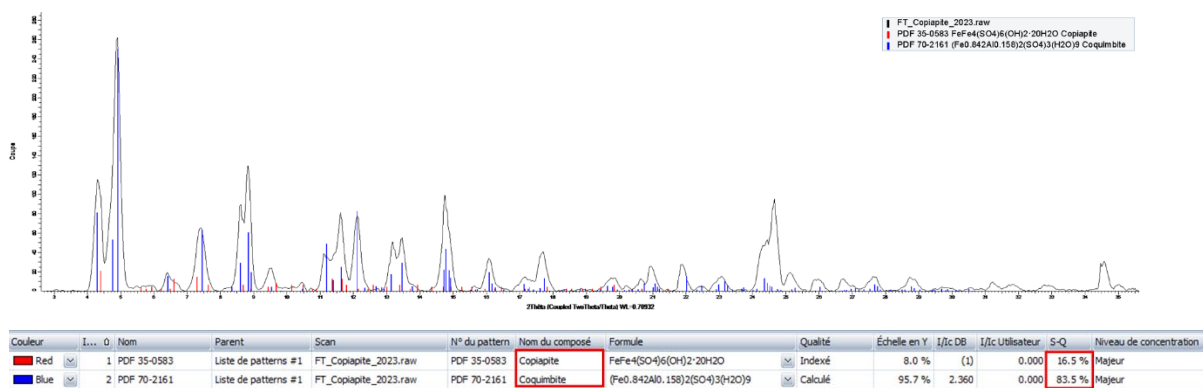
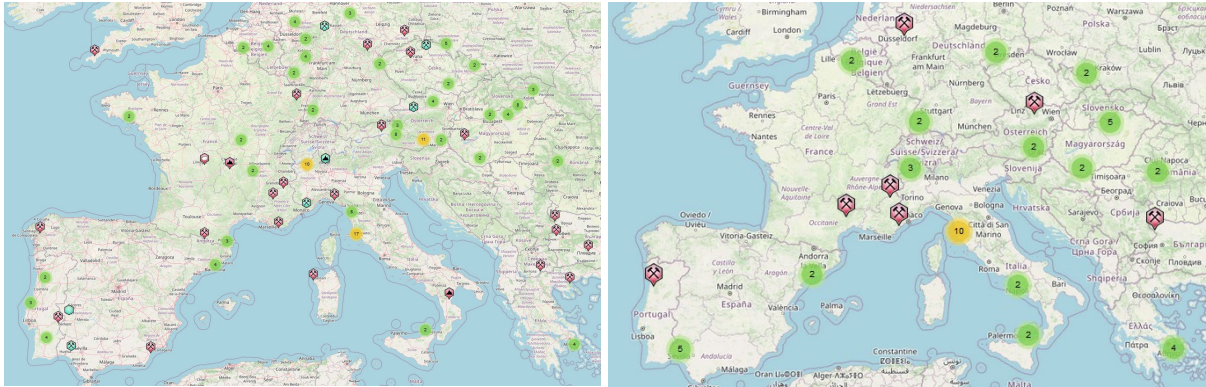


Figure 119, diffractogramme de la Coquimbite/Copiapite et calcul des rapports

Si le sel ne nécessite pas développement, la coquimbite et la copiapite sont moins connues. Dans les deux cas, il s'agit d'un sulfate de fer, facilement soluble dans l'eau. La coquimbite peut être violette à rosâtre alors que la copiapite est jaunâtre. En suivant la note 18 du livre III du *De Natura Fossilium* (Agricola, 1546), la misy pourrait être le nom ancien de cette famille de sulfates (que Bandy & Bandy résument à *copiapite* et *metavoltine*) et se retrouve ainsi dans plusieurs recettes métallurgiques. Les deux

sont présentes notamment en Toscane, mais également dans de nombreux autres districts miniers européens. Sans être connues, ce ne sont pas des espèces rares comme l'atteste la carte ci-dessous tout autant que l'explication d'Agricola (De Natura Fossilum, 1546, p 48-50).



Copiapite

coquimbite

Figure 120, distribution des gisements et des mines où se trouve de la copiapite et de la coquimbite (d'après Mindat.org : <https://www.mindat.org>)



Figure 121, échantillon de coquimbite/copiapite utilisé pour l'expérience

La coquimbite/copiapite (64 g) et le sel (64 g) sont broyés finement et mélangés. La masse ne pèse plus que 126,5 g (perte dans le mortier), L'ensemble prend une couleur jaunâtre (à droite sur l'image ci-dessous). Notons que nous n'avons pas respecté la proportion donnée par Pline : 2 fois le poids d'or en sel, soit potentiellement 33g de sel, et 3 fois le poids d'or en misy, soit 50g. Nous avons surdosé le sel pour cette première approche, et surtout surdosé le ciment (126 g) pour 16,57 g d'électrum, au lieu de 83 g si l'on suivait les préconisations de Pline. En effet le rapport proposé par Pline pose question. En le respectant, nous disposons d'un volume de ciment réduit. Déjà difficile avec notre surdosage, il deviendrait très délicat de disposer l'or de façon à ce que chaque lamelle soit en contact avec le ciment. Ce point devra être testé ultérieurement, notamment au vu des résultats qui laissent entrevoir la possibilité de travailler avec des lames d'or plus épaisses. Si cela s'avère possible, la préparation de l'or s'en trouvera limitée et entrainera une économie de temps, ce qui est un élément à prendre en compte y compris dans les économies anciennes.



Figure 122, mise en œuvre du sel et de la coquimbite/copiapite et disposition dans le creuset
 (barquette de gauche : sel et coquimbite/copiapite ; barquette de droite : mélange des deux produits)

3 Déroulé de l'expérience

Les lamines d'or sont disposées sur un lit de ciment dans le creuset puis nous altérons un niveau d'or avec un niveau de ciment jusqu'à ce que les 16,7g de métal soient épuisés, et en prenant soin que les lamines ne s'empilent pas. Le creuset est ensuite fermé et luté. Il est disposé à cheval sur les deux pilettes du four à l'aide d'un fromage de terre (masse de terre crue sur laquelle on pose le creuset).



Figure 123, la structure de chauffe (gauche) et le creuset en début de cémentation

Habituellement, nous insérons une sonde thermique dans le creuset pour connaître l'évolution des températures. L'avantage du procédé est d'obtenir une donnée au plus près de la matière essayée (cf. par exemple l'expérimentation sur le laiton dans ce rapport). L'inconvénient est la création d'une fuite facilitant les échanges gazeux avec l'extérieur. Cette fois, travaillant en foyer ouvert, nous avons une vue directe sur le creuset autorisant l'usage d'un pyromètre infrarouge. L'inconvénient de ce système est de n'offrir une mesure que sur la surface externe du creuset n'intégrant pas l'inertie thermique des matériaux. Les graphes de température doivent donc être lus en gardant cette limite à l'esprit. Dans

chaque cas, la durée de chauffe a été de 7 h, durée arbitraire correspondant à une session journalière de travail à laquelle s'ajoute les travaux préparatoires hors feu.

Trois chauffes ont été conduites en 3 jours. À l'issue de la première et de la seconde, le lut est retiré et une lamine prélevée avant de luter à nouveau et de mettre à chauffer. Nous avons décidé de conduire la chauffe autour de 600°C.

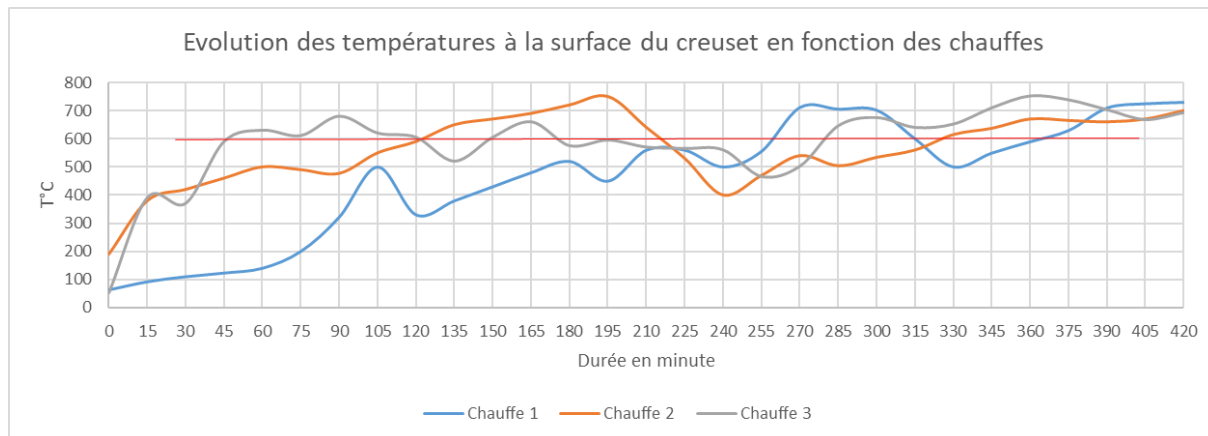


Figure 124, évolution des températures lors des 3 chauffes successives

La chauffe au bois rend le maintien d'une température donnée particulièrement délicat. On lit clairement sur les 3 courbes que la stabilisation autour de 600°C a été recherchée, mais difficilement maintenue. Ce n'est que dans la 3^e chauffe que nous nous en sommes approchés le mieux, mais même dans ce cas le delta reste important, autour de +/- 100°C. Hasard du travail, la fin de chaque chauffe montre une montée en température vers la minute 330. Hormis cette difficulté, l'expérience se déroule sans problème notable pour peu que le bois à brûler ait été refendu au préalable. Remarquons cependant que sans la mesure de température, nous aurions sûrement travaillé à plus haute température puisque le seul contrôle visuel aurait été la présence de bois flambant, ce qui aurait amené invariablement à ajouter plus fréquemment du combustible. C'est une donnée réflexive sur l'expérience en elle-même dont il faudra tenir compte pour l'interprétation finale de la production.

4 Premiers résultats

Les analyses par MEB-EDS ont été faites par Enrique Vega, celles en DRX et XRF à l'anode par Eddy Foy.

Hormis les 2 lamelles prélevées à l'issue des chauffes 1 et 2, le reste de l'or a été récupéré à notre retour en laboratoire. Le ciment qui a pris une teinte rouge sombre est isolé et conservé pour une future expérience de traitement des chlorures d'argent qu'il doit contenir. Les lamelles sont délicatement prélevées, elles font l'objet d'un premier nettoyage par abrasion manuelle puis le lot de lamelles est passé dans un agitateur automatique pour une auto-abrasion. Enfin, les lamelles sont lavées sous éthanol dans un bac à ultrason.

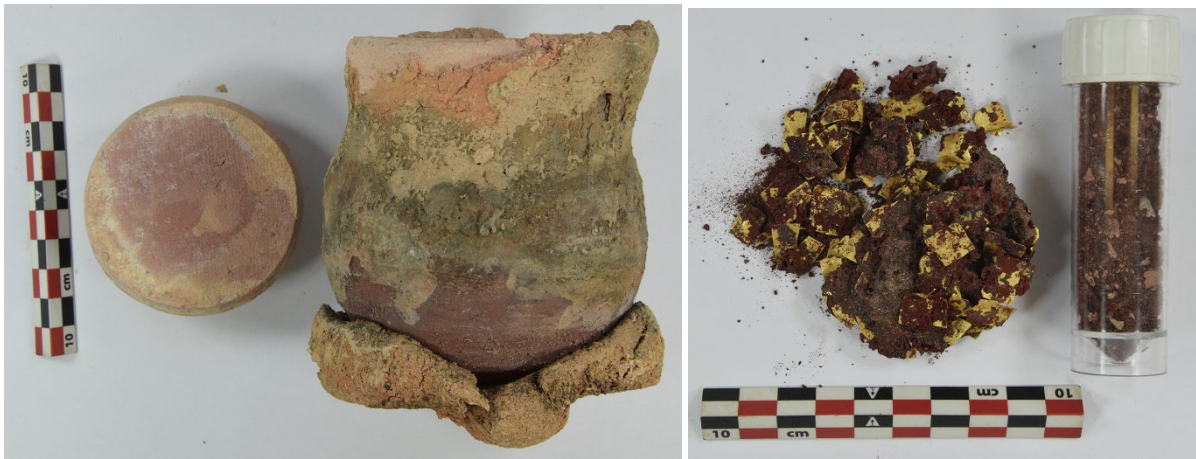


Figure 125, aspect du creuset et des matières à l'issue de la cémentation

À l'issue des nettoyages, la masse totale de l'or (intégrant les 2 lamelles prélevées en cours d'expérience) s'élève à 9.67 g (la première lamelle prélevée pèse 0,12 g, la seconde 0,8 g. Plusieurs lamelles présentes des passées noirâtres que l'on peut assimiler en première lecture à du chlorure d'argent. Pour s'en assurer, nous avons centrifugé l'éthanol de lavage (4000/min pendant 2 min) et récupéré la fraction lourde.

En fonction du taux d'or estimé (16,57g à 70% Au), nous devrions obtenir un lot de feuilles de 11,6 g. En considérant que nous n'avons que de l'or pur, il y a un déficit de 1,93 g. À la vue, nous n'observons pas de différence entre l'état de surface des 3 ors (7h ; 14h et 21h). On ne note pas, ou très rarement des départs de fonte sur les lamelles. En l'état, nous identifions trois raisons pouvant expliquer ce déficit :

-notre dosage des ors utilisés initialement est faux

Nous avons renouvelé notre analyse d'or. S'il existe des variations, globalement nos premières données sont justes. L'or titre 72%Au, 24,8%Ag et 2,5%Cu.

-la balance ayant servi aux pesées est fautive. Le matériel transformé ayant été pesé au retour au laboratoire sur une autre balance que celle utilisée sur le terrain.

La balance a été vérifiée et ne présente pas d'erreur propre à la machine (des erreurs de lecture et/ou de report sur le cahier de notes sont toujours possibles).

-Le choix de nettoyer par abrasion a entraîné une perte d'or dans le ciment

Les analyses de ciment présentées plus bas montrent que le nettoyage n'a pas provoqué d'enrichissement notable.

La question reste donc entière. Dans les deux premiers cas, ce sont des problèmes d'appareillage que l'analyse des métaux permettra *in fine* de contourner. Le troisième cas « d'erreur » est bien plus intéressant, car il recouvre la réalité historique de la préparation de l'or.

Les feuilles d'or

Indépendamment de la masse et/ou de la qualité de l'or mis à cémenter, nous pouvons déjà observer le résultat sous microscope optique. Pour ce faire, 4 lamines d'or découpées pour offrir une vue en section de l'or ont été indurées à chaud dans une résine carbonée (afin de faciliter des observations ultérieures par MEB). Elles ont été polies au carbure de silicium jusqu'à 9 μm puis à l'aide de solutions diamantées jusqu'à 1 μm .

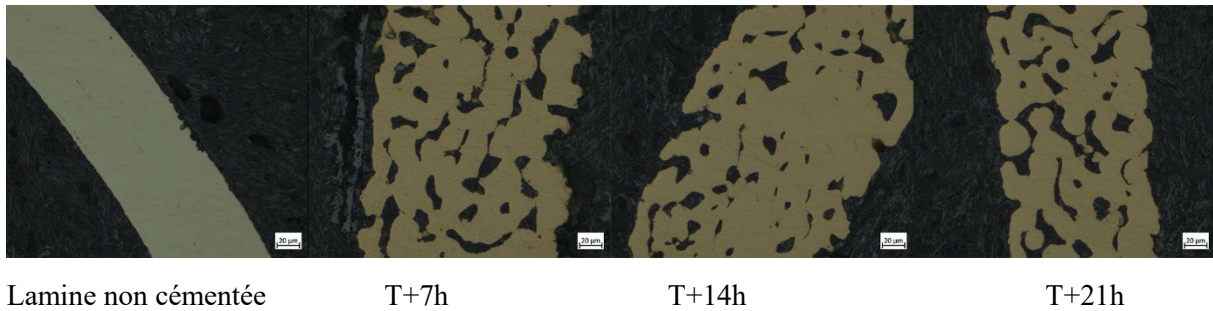


Figure 126, observation MO de 4 des lamines d'or

En comparant la lamine non cimentée avec celles ayant subi l'opération, il est évident que l'affinage a bien eu lieu. En revanche nous ne notons pas visuellement des différences liées à une plus ou moins longue chauffe. Dans les trois cas, nous trouvons un or vacuolaire qui est parfaitement en adéquation avec les exemples archéologiques de Sardes et avec les précédents travaux sur la cimentation de l'or :

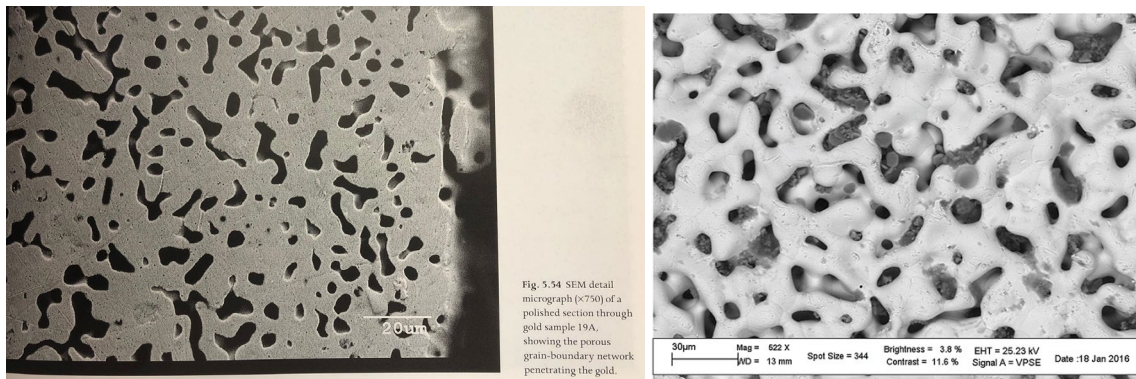


Figure 127, deux exemples d'or cimenté

À gauche, exemple archéologique de Sardes (Ramage, Craddock, 2000, p.149)

À droite exemple expérimental (Celauro et al., 2017, p.188)

Sur chacun des 4 échantillons, nous avons conduit en laboratoire des analyses EDS-MEB à 15 kV (merci à Enrique Véga pour sa disponibilité). Systématiquement 3 dosages ont été réalisés à différents endroits. Etant cohérents entre eux, il n'a pas jugé utile de les multiplier. Notons que le dosage de l'argent peut être discuté pour les échantillons cimentés eu égard à la tension d'accélération qui amène à définir le pourcentage à partir des raies L- α de l'argent vers 3 Kev. Le premier constat est que la matière première a un titre légèrement différent de celui estimé par pXRF (70% Au 26% Ag 4% Cu). Si le dosage de l'or reste identique, il y a un peu moins de cuivre (2,5% au MEB contre 4% en pXRF) et logiquement un peu plus d'argent (27,5% au MEB contre 26% en pXRF). Des deux modes d'analyse, celui au MEB étant fait dans de meilleures conditions, nous le prenons comme base. Concernant le résultat de l'opération, comme le laissaient voir les micrographies, la cimentation a été efficace. L'or s'affiche à une teneur supérieure à 98,6%. Le taux d'argent est ramené autour de 1,1%Ag.. Pour le cuivre qui était dans notre système, la cimentation ne permet pas de l'évacuer. À l'instar du plomb, une coupellation serait nécessaire pour revenir sur un alliage binaire Au/Ag. Enfin, et c'était également un des objectifs de cet essai, nous montrons que la cimentation est achevée dès la première chauffe de 7h. Les chauffés ultérieurement n'apportent rien à l'affinage. Lorsque nous aurons développé notre approche expérimentale, nous pourrons entamer une comparaison avec les données issues des objets archéologiques de Sardes (Craddock, Ramage, 2000, p. 145 et ss.). En première estimation, il apparaît que des taux de cuivre similaires se retrouvent. En revanche, l'argent semble légèrement mieux évacué ne subsistant qu'à hauteur de 0,7, 0,9%mass (idem, p.170).

Analyse EDS (15kV)	Cu	Ag	Au	Total
XP_Sardes_0_spectre1	2,6	27,3	70,14	100
XP_Sardes_0_spectre2	2,48	27,35	70,17	100
XP_Sardes_0_spectre3	2,49	27,68	69,92	100
Moy Sardes_0	2,51	27,44	70,08	100,00
XP_Sardes_1_spectre1	2,5	1,28	98,51	100
XP_Sardes_1_spectre2	2,51	1,65	97,95	100
XP_Sardes_1_spectre3	2,52	0,6	99,4	100
Moy Sardes_1	2,51	1,18	98,62	100,00
XP_Sardes_2_spectre1	2,53	0,77	99,23	100
XP_Sardes_2_spectre2	2,54	1,12	98,88	100
XP_Sardes_2_spectre3	2,55	1,45	98,55	100
Moy Sardes_2	2,54	1,11	98,89	100,00
XP_Sardes_3_spectre1	2,56	1,33	98,67	100
XP_Sardes_3_spectre2	2,57	1,14	98,86	100
XP_Sardes_3_spectre3	2,58	1,47	98,53	100
Moy Sardes_3	2,57	1,31	98,69	100,00

Figure 128, analyses EDS de 4 lamines d'or

Le ciment usagé

Nous avons mis en œuvre 126,5 g de ciment. À la fin de l'opération, nous n'avons récupéré que 18,83 g de ce produit, soit une perte de plus de 85% (107,67 g). Pour expliquer cette perte alors même qu'une part de l'argent contenu dans l'or s'ajoute au ciment récupéré, il faut considérer un premier point qui porte sur l'humidité du sel mise en œuvre initialement. Ce sel était stocké dans un sachet ouvert dans notre local et a connu les évolutions de l'humidité ambiante qui atteint à Melle un taux de 89% en hiver. En suivant les travaux de Dupas-Langlet, 2013 (p 50), à ce niveau d'humidité, la capacité d'absorption du sel est égale à 5 fois sa masse. Ainsi le sel réellement mis en jeu ne représenterait que 1/5 de la masse soit 12,8 g (et non les 64g effectivement pesés). L'eau que nous avons ainsi involontairement ajoutée (50g) s'est évaporée lors de la chauffe. La coquimbite/copiapite est également un sulfate hydraté avec $6(H_2O)_{12} \cdot 6(H_2O)$ pour la coquimbite et $20H_2O$ pour la copiapite. L'ensemble représente en masse 30% du produit (soit 19g). Au total près de 70g d'eau se sont évaporés. Cela n'équilibre pas la perte, mais indique qu'une part majeure de celle-ci provient de la simple évaporation de l'eau au départ de la 1^{er} chauffe (phénomène par ailleurs lisible sur le graphe de température). Pour comprendre le reste des pertes, des analyses s'imposent d'autant que lors de la vidange du creuset, nous avons noté une variation

d'intensité de la couleur du ciment : le ciment libre est brun-rouge (avec présence de fragments de lut introduits lors du retrait), le ciment dans la zone des lamines est rouge brique et celui adhérent aux lamines est rouge sombre. Dans ce dernier cas, la récupération a nécessité de placer les lamines dans un bécher disposé sur un agitateur. Le ciment s'est donc détaché mécaniquement au contact des lamines entre elles. Puis, nous avons rincé l'ensemble à l'éthanol sur un tamis. L'éthanol chargé a été ensuite centrifugé ce qui entraîne le dépôt sur les parois des matières lourdes, alors que l'éthanol est vidangé. Une fois sec, cette fraction solide en poudre peut être analysée et forme la 1^{ère} catégorie du ciment, présente en quantité très faible.



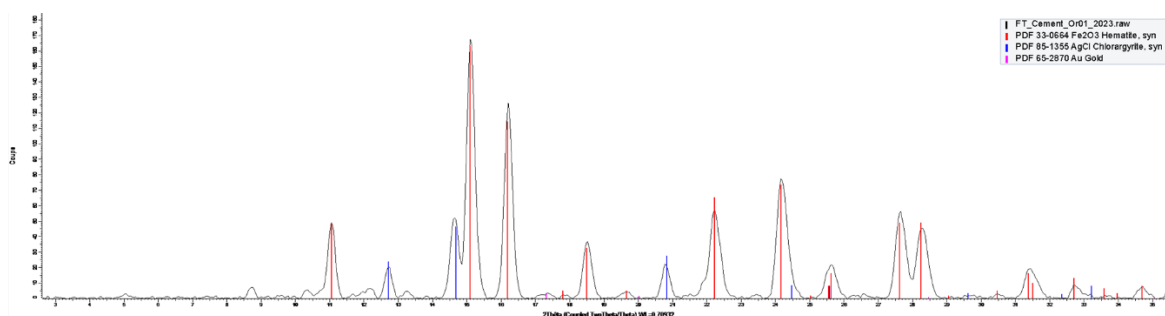
Figure 129, ciment usagé

À gauche, le ciment libre, à droite celui pris dans la masse des lamines d'or

Reading N	Type	Duration	Units	Flags	SAMPLE	LOCATION	Pb	Au	As	Cu	Fe	Ag
4669	TestAll Geo	90	ppm	-3mm	CemOr01	Poudre sur lamines	608	2391	9617	6466	556136	9119
4670	TestAll Geo	90	ppm	-3mm	CemOr02	Autour des lamines	9144	15438	5399	2211	351195	13739
4671	TestAll Geo	90	ppm	-3mm	CemOr03	Dans le reste du creuset	2870	11504	4363	1811	248404	9171

Figure 130, analyses pXRF du ciment selon sa position par rapport aux lamines d'or

Au contact direct des lamines, nous détectons la présence d'or (0,23%) et d'argent (0,9%). Ces taux augmentent respectivement à 1,54% pour l'or et 1,37% pour l'argent dans le ciment inter laminaire. Puis dans le ciment libre, le taux baisse à 1,15% pour l'or et 0,9% pour l'argent. Les deux métaux nobles ont donc un comportement proche, mais avec des différences notables. L'approche par DRX apportent quelques éléments de réponses :



Couleur	I...	0	Nom	Parent	Scan	N° du pattern	Nom du composé	Formule	Qualité	Échelle en Y	I/∫c DB	I/∫c Utilisateur	S-Q	Niveau de concentration
Red	1	PDF 33-0664	Hematite, syn	Liste de patterns #1	FT_Cement_Or01_2023.raw	PDF 33-0664	Hematite, syn	Fe2O3	Étoile (*)	97.3 %	2.400	0.000	94.1 %	Majeur
Blue	2	PDF 85-1355	Chlorargyrite, syn	Liste de patterns #1	FT_Cement_Or01_2023.raw	PDF 85-1355	Chlorargyrite, syn	AgCl	Calculé	27.7 %	11.170	0.000	5.8 %	Majeur
Ma...	3	PDF 65-2870	Gold	Liste de patterns #1	FT_Cement_Or01_2023.raw	PDF 65-2870	Gold	Au	Calculé	2.0 %	26.470	0.000	0.2 %	Trace

Figure 131, DRX de la poudre sur les lamines

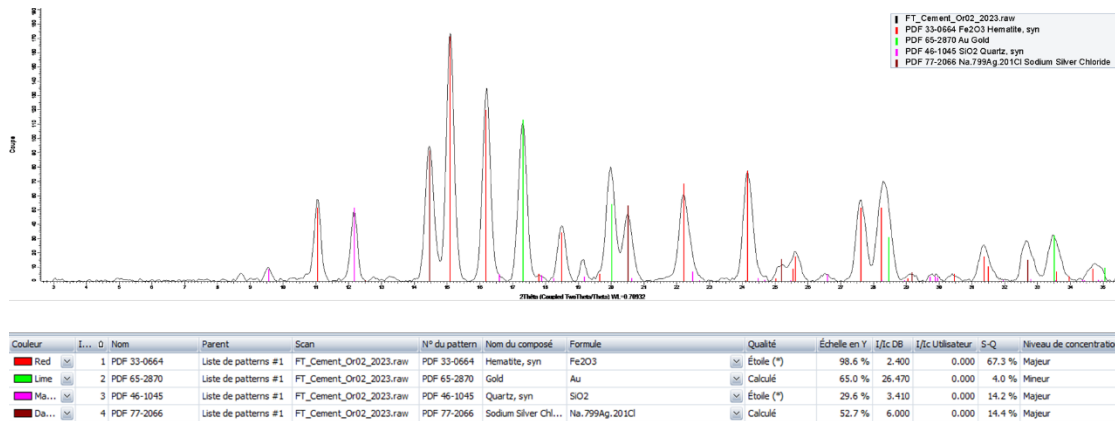


Figure 132, DRX du ciment inter-laminaire

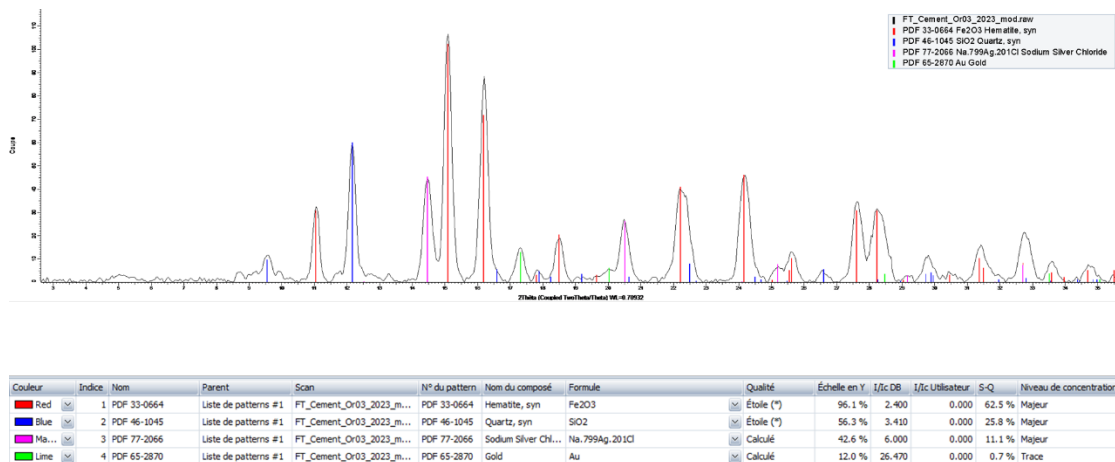


Figure 133, DRX du ciment libre

En nous focalisant sur les composés de l'argent, au contact de l'or nous avons un chlorure d'argent relativement attendu qui représente 5,8% des composés. Puis le composé évolue vers du sodium combiné au chlorure d'argent à hauteur de 14%. Dans le ciment libre, la combinaison est la même, mais ne représente plus que 11%

Quant à l'or, son évolution via la DRX suit la même tendance que par pXRF : 0,2%, puis 4% et enfin à 0,7%.

L'évolution de ses tendances montre que notre préparation du ciment adhérent par abrasion n'a pas entraîné d'enrichissement. Mieux, cette poudre a une teneur faible en Ag comme en Au. Sans grande surprise, les métaux nobles se concentrent bien dans le ciment inter-laminaire.

5 Conclusions

Sur le strict plan des matières mises en jeu, ces essais d'affinage de l'or se sont soldés par un succès. L'alliage d'or tenant 27.44%Ag et 2.51% de Cu a été affiné sans que nous rencontrions de difficulté et dans le cadre d'une opération conduite à basse température (600°C). Partant de ce constat, il est permis de se demander ce qu'ajoute la seconde étape de cémentation mentionnée par Pline : « [...] puis à nouveau avec deux parties de sel et une de la pierre qu'on appelle *schiston* » (Hist. nat., XXXIII, 35). Que peut-on espérer de cette nouvelle chauffe ? Des tests pourront être organisés, mais nous ne suivrons pas l'interprétation de Craddock concernant l'identification de schiston comme du talc ou de l'alun. En effet Pline décrit ce terme dans d'autres passages comme étant de l'hématite autant que de la limonite, donc un oxyde de fer (hématite) que nous avons créé comme le montrent les analyses de ciment usagé.

Avec Dioscorides et Galien, il s'agit de l'origine probable de la classification médiévale puis moderne : celui-ci est clairement considéré comme une forme d'hématite/limonite par Agricola (Hoover & Hoover, page 111).

Sur le plan méthodologique, le choix d'opter pour des ruptures dans la séquence de travail avec des arrêts après 7h et 14h de chauffe se pose comme un gain de temps très appréciable autant que comme une économie de combustible.

Surtout, cette série expérimentale organisée autour de 2 étapes intermédiaires nous a montré que la durée de l'opération de cémentation pouvait être beaucoup plus réduite que celle envisagée au travers de la lecture des textes (durée de chauffe fréquemment supérieure à un jour). Dans notre cas, au cours d'une journée, la cémentation est accomplie. On pourrait arguer que l'épaisseur des lamines utilisées permet ce gain de temps. Travaillant par cémentation (donc par diffusion en phase solide), l'épaisseur du métal à traiter est fondamentale. Mais nous avons suivi les épaisseurs observées sur les ors de Sardes. Une des perspectives de ce travail pour explorer les notions de longue durée présentes dans les réceptaires antiques et médiévaux serait de travailler avec des lamelles d'or plus épaisses. En fait la production de lamines de l'ordre de 0,1 mm est un travail long et d'autant plus délicat lorsqu'on ne dispose pas d'un laminoire (invention du XV^e siècle). À l'aide de l'or dont nous disposons, c'est une approche possible, mais qui trouve très vite une limite liée à la quantité mise en jeu. Cependant trois échantillons pourraient de nouveau être testés avec une épaisseur de l'ordre du millimètre. Cette épaisseur est accessible aisément par martelage.

La réflexion ne se limite pas à la qualité de l'or produit. En observant le ciment, il est clair qu'une part de l'or est contenue dans cette matière. Ce point n'avait pas dû échapper aux métallurgistes. Sur le site de Sardes, il a été caractérisé une grosse activité de coupellation. Celle-ci était bien mise en lien avec le retraitement du ciment, mais uniquement dans le but de récupérer l'argent capté par celui-ci sous forme de chlorure. Nous pouvons aller plus loin et proposer que l'emplombage du ciment à Sardes sert en premier lieu à récupérer l'or. L'emplombage consiste à simplement fondre du plomb en présence du ciment. À l'état liquide, les métaux précieux migrent dans le métal gris. Une fois coulé et refroidi, le plomb est devenu argentifère et aurifère. La coupellation qui s'en suit permet de libérer l'or et l'argent sous forme d'un électrum qui pourra alors de nouveau être cémenté.

Parallèlement, dans la logique de production de l'or toujours sur le site de Sardes et en croisant avec les expérimentations qui suivent sur l'affinage à la cendre, il apparaît intéressant de tenter une restitution de l'ensemble de la chaîne de production des métaux à Sardes au VI^e s. av JC.

IX Fusions expérimentales pour explorer la technique de production de verre au plomb du début de l'ère islamique et sa teneur en chlore

2023

Ana Cadena Irizar*, Nadine Schibille**

* Universidade NOVA de Lisboa (Portugal)

** CEB-IRAMAT, CNRS, Université d'Orléans

L'industrie verrière antique a été radicalement transformée au IX^e siècle de notre ère (Pactat, 2022). Jusqu'alors, le verre était produit à partir d'un mélange de silice et de soude minérale sur la côte levantine et en Égypte. Les choses changent à partir de la fin du VIII^e ou du début du IX^e siècle de notre ère. Le natron est remplacé par la cendre végétale comme principal fondant dans le monde islamique (Schibille, 2022a), et par la potasse dans l'Europe carolingienne. À peu près à la même époque, différents types de verre à haute teneur en plomb sont apparus dans les archives archéologiques, tant en Méditerranée (est et ouest) qu'en Europe centrale. Dans les archives vitreuses d'al-Andalus, plus spécifiquement dans la région de Cordoue, un type particulier de verre au plomb sodocalcique a été identifié (Schibille, 2022b), ce qui a inspiré notre protocole expérimental conçu pour reproduire les caractéristiques compositionnelles de ces verres à haute teneur en plomb. Différents types de verre à haute teneur en plomb sont connus dans le monde islamique depuis les IX^e et X^e siècles (Schibille, 2022b). Il y a le verre plombo-silice au sens strict, qui est essentiellement un mélange de plomb et de silice avec jusqu'à 70 % en poids de PbO. Ce type de verre au plomb et à la silice est probablement originaire de l'est du monde islamique, peut-être d'Asie centrale. En Espagne, en revanche, nous avons identifié deux variantes de verre à haute teneur en plomb avec des concentrations en PbO un peu plus faibles. L'une est littéralement une scorie de plomb trouvée dans une banlieue de Cordoue, la Rabad de Saqunda (Schibille et al., 2020), l'autre est un verre de plomb sodocalcique qui contient en outre des éléments alcalins et alcalino-terreux. Le verre à haute teneur en plomb de la Rabad de Saqunda diffère de tous les autres verres à haute teneur en plomb connus et représente la preuve la plus ancienne de la production primaire locale de verre en al-Andalus, datant du tournant du IX^e siècle de notre ère. Ces verres se caractérisent par environ 50 % de PbO et de fortes concentrations d'aluminium, de calcium et de fer. Ce verre de scorie de Saqunda a été de courte durée et sa distribution géographique est plutôt limitée. Dans les assemblages de verre de Cordoue du Xe siècle, le type de verre dominant est plutôt un verre de plomb sodocalcique qui contient, en plus de la silice et de l'oxyde de plomb, un composant de cendre végétale, ce qui se traduit par des concentrations élevées de soude et de magnésium. Ce verre au plomb sodocalcique a des teneurs en plomb un peu plus faibles, avec en moyenne environ 40 % de PbO, et des concentrations d'éléments alcalins et alcalino-terreux plus élevées, à l'exception de la chaux (De Juan Ares et al., 2021). Le verre au plomb sodocalcique présente en outre un faible rapport alumine/silice, ce qui indique l'utilisation d'une source de silice riche en quartz. En bref, il est beaucoup plus propre que le verre à laitier de plomb de Saqunda, et l'on suppose que la litharge provenant de la coupellation de l'argent a été utilisée comme matière première.

L'une des caractéristiques les plus surprenantes de ce verre au plomb sodocalcique d'al-Andalus est sa forte concentration en chlore, qui atteint environ 2,5 %, soit le double de la teneur en chlore habituelle des verres conventionnels de type natron et de cendres végétales (Schibille, 2022b). L'explication la plus simple de ces teneurs excessives en chlore est qu'un composé de chlorure a été ajouté séparément à la masse fondue du verre. Les sources textuelles médiévales mentionnent l'ajout de sel au matériau de base. Par exemple, au XII^e siècle, Theophilus décrit la production d'un verre à haute teneur en plomb pour les bagues en mélangeant de la cendre, du sel (chlorure de sodium), de la poudre de cuivre et du plomb. De même, les sources textuelles islamiques sur la production de verre au plomb recommandent d'ajouter du natron ou une solution de natron à un mélange de cailloux et d'oxyde de plomb ou de laver les matières premières dans de l'eau salée. Si le sel commun (chlorure de sodium) était utilisé à ces fins - la traduction

est ambiguë - cela pourrait expliquer la teneur élevée en chlore du verre de plomb sodique d'Al-Andalus. C'est précisément le point de départ de nos expériences à Melle. Plusieurs séries de fontes expérimentales ont été préparées avec de la litharge (PbO), un sous-produit du processus de coupellation, du sable de Fontainebleau et du sel marin commun de l'île-de-Ré, afin de vérifier si la teneur en chlore pouvait être augmentée de manière significative. Différentes compositions de lots ont été préparées et différents procédés de fusion et creusets ont été utilisés. L'objectif était de déterminer la combinaison la plus probable d'opérations et de matières premières. Les expériences ont été réalisées par Ana Cadena Irizar (doctorante), Nadine Schibille et Florian Téreygeol, avec l'aide ponctuelle de Petr Hrubý, qui surveillait le four à charbon de bois.

1 Matériaux et méthodes

François Peyrat a fabriqué divers creusets à partir de différents matériaux réfractaires, en s'inspirant des preuves du traitement du verre à haute teneur en plomb à Flaxengate (Bayley, 2008)). Pour la première série d'expériences, nous avons choisi des creusets en kaolin. Le kaolin est une argile alumineuse de grande pureté qui présente une excellente résistance aux chocs thermiques et qui s'est avérée adaptée à la fusion du verre. Le problème du verre à haute teneur en plomb est qu'il est très corrosif et qu'il pénètre facilement les autres matériaux.

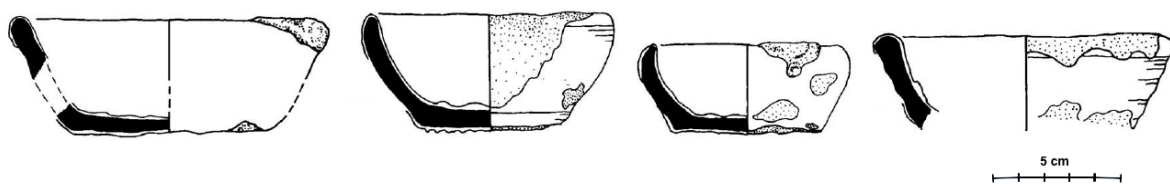


Figure 134, creusets de verrier publiés par Bayley (2008)

Comme matière première, nous avons utilisé du sable riche en quartz de Fontainebleau comme source de silice, car il s'agit d'un sable blanc à grain fin d'une grande pureté (97% à 99% de silice). Ces caractéristiques garantissent un mélange homogène et une faible teneur en impuretés des minéraux accessoires. La litharge disponible dans le commerce a fourni le composant de plomb. La litharge est un oxyde de plomb (II) rouge qui est un sous-produit du processus de coupellation, lorsque les minerais contenant du plomb, tel que la galène, sont grillés. Comme source de chlorure de sodium, nous avons ajouté du sel de mer commun provenant de l'Île-de-Ré. En raison de l'humidité élevée, le sel a été séché sur le dessus du four afin d'éliminer autant d'humidité que possible, avant d'être ajouté au creuset. Pour abaisser encore la température de fusion du lot, nous avons également testé les effets du savon sodique vénitien à base d'huile d'olive et d'huile végétale dans une seconde étape (Téreygeol et Gratuze, 2022).



Figure 135, matières premières en lots

L'idée de départ était d'essayer d'obtenir une fusion à l'aide d'un simple four ouvert en briques alimenté au charbon de bois, généralement utilisé pour les expériences de métallurgie. Le four à tirage ascendant est équipé d'une cheminée centrale, il est fait de briques d'argile et a une façade ouverte. Grâce à une ventilation électrique à l'arrière du four et à une cheminée efficace, nous avons effectivement atteint des températures de l'ordre de 700°C à 900°C après avoir fermé l'avant du four avec des briques. Bien que nous ayons réussi à atteindre la température de fusion du matériau du lot, nous n'avons pas pu maintenir la température suffisamment longtemps pour obtenir une fusion homogène qui aurait nécessité plusieurs heures de chauffage à haute température. Cela aurait entraîné une énorme dépense d'énergie, c'est-à-dire de charbon de bois. Nous avons ensuite essayé d'homogénéiser le matériau fritté dans une deuxième étape dans un petit four électrique, mais la température et/ou la durée n'étaient pas suffisantes pour créer une matrice entièrement vitreuse. Pendant les expériences, la température du four et du creuset a été étroitement surveillée à l'aide d'un thermomètre infrarouge Voltcraft (four à charbon de bois) et d'un multimètre à thermocouple numérique (four électrique).



Figure 136, ustensiles et appareils utilisés pour ces expérimentations

Fours et thermomètres. Four à charbon de bois avec ventilation fixée à l'arrière (à gauche), petit four électrique relié à un multimètre numérique à thermocouple (au milieu), thermomètre infrarouge Voltcraft (à droite).

2 Protocole expérimental et recettes

1^{re} expérience

Un mélange de 44 g de sable, 44 g de litharge et 12 g de sel marin a été pesé dans un creuset en kaolin et soigneusement mélangé. Le creuset a été fermé par un couvercle en céramique et placé directement dans le charbon de bois chauffé au rouge, avec des mesures de température prises régulièrement. Le matériau du lot a commencé à fondre à une température d'environ 700°C, après avoir chauffé le mélange pendant environ 30 minutes. Le mélange avait encore une viscosité très élevée et ne pouvait pas être versé du creuset. De plus, le creuset n'avait manifestement pas été exposé uniformément à la chaleur, probablement en raison de l'ouverture du four à l'avant et/ou de l'arrivée d'air à l'arrière de la chambre de cuisson. Après avoir été retiré du four, le creuset s'est fissuré sous l'effet du choc thermique.



Figure 137, séquence expérimentale

Time	Temperature	Notes
15:05	70°C (on the rim)	Placing crucible into the furnace
15:08	300°C (on the lid)	
15:13	400°C (on the lid)	
15:27	~700°C (on the lid)	A fluid phase developed on the surface of the mixture
15:40	-	Crucible was removed from the furnace and broken into two

Figure 138, suivi de l'évolution de la température

2^e expérience

Nous avons reproduit l'expérience 1, en utilisant le même mélange (44 g de sable, 44 g de litharge, 12 g de sel) et à nouveau un creuset en kaolin. Cette fois-ci, cependant, le creuset a été soutenu par une brique afin de répartir plus uniformément la chaleur autour du creuset. Le creuset a été placé dans le four à une température de 120°C et nous avons augmenté régulièrement la température pendant 35 minutes en ajoutant continuellement du charbon de bois. Cette fois, nous avons atteint des températures supérieures à 900°C, et le matériau du lot a commencé à fondre plus uniformément. Néanmoins, après avoir retiré le creuset du four, le mélange était encore très visqueux. Une partie de la masse a été retirée à l'aide d'un outil en fer et immédiatement trempée dans l'eau, ce qui l'a fait se détacher. Le reste du mélange a été laissé à refroidir jusqu'à la température ambiante comme précédemment.

Time	Temperature	Notes
14:50	122°C (on the lid)	Placing the crucible inside the furnace on top of a brick.
14:55	400°C (crucible)	Adding charcoal on top of the crucible
15:00	-	Drop of temperature.
15:06	400°C (crucible)	Adding charcoal on top of the crucible
15:11	670°C (crucible)	
15:17	761°C (crucible)	Adding charcoal on top of the crucible
15:22	918°C (crucible)	Adding charcoal on top of the crucible
15:27	-	Crucible removed from the furnace.

Figure 139, mesures de température

Par rapport à la première expérience, la seconde a permis d'obtenir une fusion plus uniforme, probablement en raison d'une répartition plus homogène de la chaleur dans le four et autour du creuset. Cependant, la charge était visqueuse et ne s'était pas transformée en une matrice de verre homogène. Dans les deux cas, l'interaction entre le matériau de la charge et la céramique du creuset semble avoir été minimale, probablement en raison de la courte durée du traitement thermique.



Creusets montrant le matériau du lot ayant réagi et un peu de charbon de bois sur le dessus. Les résultats de l'expérience 1

(à gauche) et de l'expérience 2 (à droite), qui montrent que le mélange a commencé à fondre, mais que la température ou la durée du traitement thermique n'étaient pas suffisantes pour obtenir une fusion homogène.

3^e expérience

Afin d'explorer la possibilité d'obtenir une substance plus homogène, nous avons décidé de refondre les produits de la deuxième expérience dans un petit four électrique. Le matériau semi-réactif de l'expérience 2 a donc été finement broyé dans un pilon et un mortier et placé dans un plus petit creuset en kaolin. Ce dernier a été placé dans un petit four électrique à 560°C. La température a été augmentée de façon continue pendant 80 minutes, jusqu'à atteindre la température maximale du four de 967°C. Le creuset a ensuite été retiré alors que la matière fondue était encore chaude et laissée dans l'environnement ambiant pour qu'elle refroidisse lentement.



Figure 140, expérience 3 dans un four électrique

De gauche à droite : lot finement broyé de l'expérience 3 dans un petit creuset en kaolin, placement du creuset dans le four, contrôle de la température à l'aide d'un thermocouple multimètre, retrait du creuset chauffé au rouge après 1h 20 minutes.

Cette expérience a livré un disque vitreux qui s'est facilement détaché du creuset. La fusion n'était pas complètement homogène, mais une phase vitreuse était clairement visible.



Figure 141, disque vitreux résultant de l'expérience du four électrique

4^e expérience

Il est bien connu que la solubilité du chlore dans un verre de silice est limitée (Tanimoto et Rehren, 2008). Pour vérifier si l'utilisation de chlorure de sodium (sel de mer) pouvait conduire à une séparation de phase et donc empêcher la formation d'une matrice vitreuse homogène, nous avons décidé de remplacer le sel de mer par du savon de sodium vénitien en tant qu'agent fondant. En utilisant le petit creuset de l'expérience 3, un mélange de 20 g de sable et de 20 g de litharge a d'abord été chauffé pendant 85 minutes dans le petit four électrique jusqu'à une température de 947°C. Le savon vénitien a ensuite été ajouté à la cuillère dans le petit four électrique. Le savon vénitien a ensuite été ajouté cuillère par cuillère. Le savon a immédiatement réagi avec le matériau de base, ce qui a fait mousser la masse fondue. La masse fondue obtenue n'était pas encore assez fluide pour être versée, mais elle semblait un peu plus homogène que les masses fondues expérimentales précédentes. La majeure partie de la masse fondue semblait être une substance vitreuse opaque blanchâtre (brillante) due à une fusion incomplète.

Time	17:43	17:47	17:57	18:07	18:17	18:27	18:41	18:57	19:08	19:15	19:29	20:30
Temperature	560°C	650°C	760°C	840°C	880°C	910°C	930°C	944°C	947°C	-	-	
Adding soap									1 st spoon	2 nd spoon	3 rd spoon	

Figure 142, profil de température du four électrique et moments où le savon a été ajouté.



Figure 143, expérience 4, avec du savon vénitien et un four électrique.

5^e expérience

Après avoir consulté un physicien du verre, nous avons tenté de reproduire la première expérience, mais avec un lot plus petit, une température de réaction plus élevée et un temps de réaction plus long. Les matières premières (22 g de sable, 22 g de litharge, 6 g de sel marin) ont été finement broyées et tamisées, introduites dans le creuset de kaolin et placées sur une structure métallique dans le four à charbon ouvert et entourées de charbon de bois rougeoyant. La température du four a été lentement augmentée pendant environ une heure jusqu'à 400°C pour éviter que le creuset ne se fracture et pour permettre à l'humidité contenue dans le mélange de s'évaporer. Il s'est avéré difficile de maintenir la température constante en raison du système de ventilation et de la structure ouverte du four. Lorsque la température du creuset a dépassé 400°C (à 10:58), le creuset a été placé directement dans le charbon de bois pour permettre un chauffage plus direct et plus rapide. Du charbon de bois a été constamment ajouté au four afin d'augmenter régulièrement la température. Le lot a commencé à fondre à une température légèrement supérieure à 650°C. Le creuset a été chauffé à plus de 950 °C et maintenu à haute température pendant 40 minutes. La couleur de la matière fondue est passée progressivement du jaune au blanc et, lorsqu'elle est apparue suffisamment fluide (à 11:37), le creuset a été retiré du four. Cependant, sa viscosité a augmenté instantanément et la matière fondue n'a pas pu être versée du creuset. Une spectroscopie Raman préliminaire a néanmoins montré que le matériau transformé de l'expérience 5 a une structure amorphe avec quelques résidus de carbonate (Adar, 2022), provenant probablement du charbon de bois de l'environnement du four.



Figure 144, expérience 5, petit lot dans un four à charbon de bois ouvert, produisant une masse fondue semi-homogène blanchâtre

Time	09:4 4	09:5 1	09:5 8	10:0 3	10:1 5	10:2 0	10:2 5	10:3 2	10:3 7	10:4 2	10:4 7	10:5 8	11:0 7	11:0 8	11:1 6	11:2 3	11:2 9	11:3 7
Temp Melt surface				249 °C	264 °C	315 °C	287 °C	349 °C	357 °C	359 °C	372 °C	452 °C	538 °C	631 °C	689 °C	900 °C	937 °C	957 °C
Temp Crucible rim	134 °C	197 °C	219 °C	302 °C	240 °C	285 °C	365 °C	373 °C	311 °C	330 °C	311 °C	433 °C	600 °C	655 °C	735 °C			
Temp Crucible wall	233 °C	263 °C	267 °C	370 °C	314 °C	402 °C	419 °C	514 °C	418 °C	442 °C	359 °C	491 °C	676 °C	747 °C	830 °C			

Figure 145, températures dans et autour du creuset

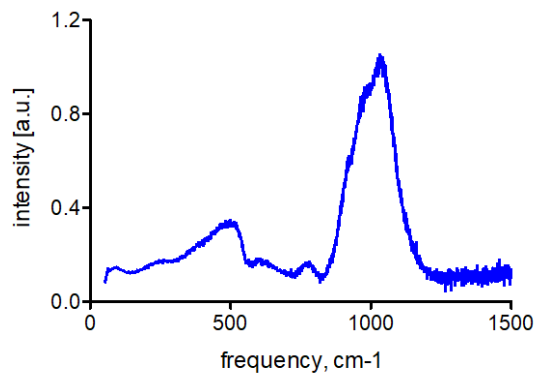


Figure 146, spectre Raman de la matière transformée du lot de l'expérience 5

3 Remarques conclusives

Notre première tentative de reproduction du verre au plomb sodocalcique andalou a été prometteuse, bien que quelque peu décevante et plus difficile que prévu. Nous avons identifié plusieurs points qui doivent être améliorés et abordés de manière plus systématique. Compte tenu de l'humidité élevée à Melle, les matières premières doivent être soigneusement séchées à basse température pour éliminer toute trace d'humidité avant d'être pesées, mélangées et chauffées. Les creusets en kaolin se sont avérés appropriés et l'interaction entre le revêtement du creuset et le verre formé a été minimale. Les conditions de cuisson doivent être mieux contrôlées. Les creusets remplis du mélange choisi doivent être chauffés lentement afin d'éliminer l'humidité restante et pour éviter qu'ils ne se fracturent sous l'effet du choc thermique. Après une phase initiale de chauffage lent, la température peut être augmentée plus rapidement jusqu'à la température de fusion. Le lot doit être maintenu à la température de transition vitreuse ou à une température supérieure pendant une période prolongée afin d'assurer une réaction uniforme et complète du matériau du lot et d'obtenir ainsi une matrice vitreuse homogène. Pour éviter la cristallisation pendant le refroidissement, il est préférable de retirer rapidement la matière fondue du creuset afin d'abaisser la température, puis de la recuire pour réduire les contraintes mécaniques dans le verre.

La solubilité du chlore dans le verre et le degré de séparation des phases provoqué par des concentrations élevées de chlore est un autre aspect qui doit être étudié plus en détail. Plusieurs études ont montré que les concentrations de chlore dans le verre silico-sodocalcique ne dépassent généralement pas 1,5 % en poids (Tanimoto et Rehren, 2008). Cependant, la solubilité du chlore dans un verre à haute teneur en plomb semble être plus élevée (Jolivet et al., 2023), mais les limites exactes ou les conditions de fusion du verre archéologique à plusieurs composants ne sont pas connues. Par conséquent, différentes compositions de lots avec des quantités variables de sel (chlore) devraient être préparées et testées pour leur solubilité et leur impact sur le comportement de fusion.

Bibliographie

- Adar, F., 2022. Use of Raman Spectroscopy to Qualify Carbon Materials. *Spectroscopy* 37, 11-15.
- Bayley, J., 2008. *Lincoln: evidence for glass-working on Flaxengate and other sites in the city*, English Heritage, London.
- De Juan Ares, J., Cáceres Gutiérrez, Y., Moreno Almenara, M., Schibille, N., 2021. Composition and origins of decorated glass from Umayyad Cordoba (Spain). *Heritage Science* 9.
- Jolivet, V., Morizet, Y., Trcera, N., Fernandez, V., Suzuki-Muresan, T., 2023. Incorporation of chlorine in nuclear waste glasses using high-pressure vitrification: Solubility, speciation, and local environment of chlorine. *American Mineralogist* 108, 1032-1042.
- Pactat, I., 2022. Le recyclage du verre au temps des Romains, des Francs et des Byzantins. *Reflets phys.*, 16-21.
- Schibille, N., 2022a. *Islamic Glass in the Making: Chronological and Geographical Dimensions*, Leuven University Press, Leuven.
- Schibille, N., 2022b. Verres au plomb islamiques. in: Bouquillon, A., Lehuède, P. (Eds.), *Le Plomb dans les matériaux vitreux du patrimoine*. ISTE Sciences Publishing, London. pp. 179-201.
- Schibille, N., Ares, J.D.J., García, M.T.C., Guerrot, C., 2020. Ex novo development of lead glassmaking in early Umayyad Spain. *Proceedings of the National Academy of Sciences* 117, 16243-16249.
- Tanimoto, S., Rehren, T., 2008. Interactions between silicate and salt melts in LBA glassmaking. *Journal of Archaeological Science* 35, 2566-2573.
- Téreygeol, F., Gratuze, B., 2022. Refining silver with glass and soap : experimentation with an atypical recipe from the Proberbüchli of 1524. Affiner l'argent au verre et au savon: expérimentation d'une recette atypique du Proberbüchli de 1524. *Meridies. Estudios de Historia y Patrimonio de la Edad Media* 36, 123-142.

3^e PARTIE – Les matériaux issus du monde des vivants

X La qualité des cendres et nature des combustibles pour les procédés d'affinage (diachronique)

2022-2024

Maqueda F.*, Téreygeol F.*

* LAPA-IRAMAT, NIMBE, CEA, CNRS, Université Paris-Saclay, CEA Saclay, 91191 Gif-sur-Yvette

Cette séquence expérimentale prolonge celle menée en 2021, en s'enrichissant des données obtenues dans le cadre du mémoire de Master de F. Maqueda¹⁶⁴. Les objectifs à atteindre pour cette série sont doubles. Il s'agit de :

- Détecter la pollution induite par la coupellation
- Préparer des casses composites avec une base en cendres de bois non lavée et en surface un lit de la cendre lavée pour obtenir un référentiel facilitant la compréhension des objets archéologiques
- Mettre en œuvre des essais d'affinage directement au sol sans préparation de celui-ci et sans couverture céramique (coupole ou moufle)

1 La coupellation sur foyer préparé avec moufle

Lors d'expériences précédentes, nous avons préparé une place foyère similaire à celle trouvée en fouille à Castel-Minier (Ariège). Nous avons mesuré les taux de métaux présents en surface au fur et à mesure de notre travail. Mais le procédé a rencontré deux écueils. Le premier est que nous sommes sur un site déjà marqué par la présence des métaux que nous recherchons. Le peu que nous ajoutons lors des expériences se détecte difficilement. Ceci d'autant plus, et c'est le second écueil, que l'emplacement des points d'analyse n'était pas suffisamment visible d'un essai à l'autre. Le taux n'étant pas uniforme à l'échelle de l'analyse, ne pas reprendre au même endroit induit des variations qui sont autant dues à la localisation du dosage qu'à notre activité. Cette année, nous avons décidé d'instrumenter plus visiblement le foyer pour assurer une prise de mesure reproductible. Pour ce faire, nous avons inséré dans le sol de petits tubes aluminium définissant un cercle toujours visible de 2 cm de diamètre sur lequel nous venons poser notre appareil de mesure à l'issue de chaque expérience. 6 plots ont ainsi été disposés : en extérieur un pour chaque côté du foyer et un cinquième doublant la prise de mesure sur la face avant. Ce cinquième est disposé à une trentaine de centimètres en retrait du foyer alors que les 4 premiers sont à une dizaine de centimètres. Un sixième plot est inséré dans la couche de préparation du foyer avant d'être recouvert de cendre. Dans ce cas, ce plot n'a fait l'objet d'une mesure qu'au moment de la mise en place, puis au moment du démontage du foyer à l'issue de l'ensemble des coupellations. Ce dernier fournit une information sur l'accumulation des métaux à l'intérieur du foyer à l'image de ce que nous avons pu observer en fouille, les 5 autres doivent permettre de comprendre comment cette accumulation se met en place.

¹⁶⁴ F. Maqueda, *Affiner l'argent au Moyen Age, entre innovation et adaptation : études archéométrique et expérimentale du corpus lié à la coupellation à Castel-Minier entre 1300 et 1500*, Univ. de Strasbourg, faculté de physique et ingénierie, Juin 2022.



Figure 147, le foyer après mise en place des plots de contrôle extérieurs

Nous utilisons pour ces essais un moufle neuf (qui devra être changé pour cause de rupture au terme de l'essai 4). Il est équipé d'une sonde thermique pour nous guider lors de l'opération.

2 Préparation des matériaux et des objets

Le foyer et les moufles sont identiques à ceux utilisés en 2021, nous revoyons au rapport de cette année-là (rapport du PCR, 2021, p. 111-112).

L'alliage a été réalisé sur place à partir d'argent recyclé et de plomb de façon à obtenir un plomb argentifère contenant quelques pourcents d'argent (autour de 9%).

Cette expérimentation a nécessité la préparation de cendres afin de constituer la sole du foyer dont la partie autour du moufle est à renouveler à chaque expérimentation. Les cendres proviennent d'une cheminée domestique sans que nous puissions définir les essences utilisées. Elles sont préalablement tamisées afin d'évacuer les charbons, graviers et autres gros éléments (agrafes, clous).

Les cendres sont ensuite lavées une première fois. Une fois reposé, le pH de l'eau est mesuré, il s'affiche entre 13 et 14. La plus grande fraction de cette cendre est isolée pour servir de base à la sole. Une petite fraction est lavée de nouveau pour obtenir un matériau mieux préparé servant au surfacage de la sole. À l'issue de ces lavages, cette fraction a un pH de 12.



Figure 148, réalisation de la sole du foyer de coupellation

Le résultat du lavage est sans surprise. Nous avons déjà réalisé une approche similaire en 2014 et 2015¹⁶⁵. Cependant, une série analytique par pXRF a été faite pour disposer d'un dosage par rapport à ces cendres.

Reading No	SAMPLE	Pb	K	S	Cl
1869	Cendres non lavées	1457,59	69014,22	7185,16	516,74
1870	Cendres lavées 1 fois	838,78	31820,16	4747,14	298,15
1871	Cendres lavées 2 fois	88,48	20844,24	2289,29	188,16

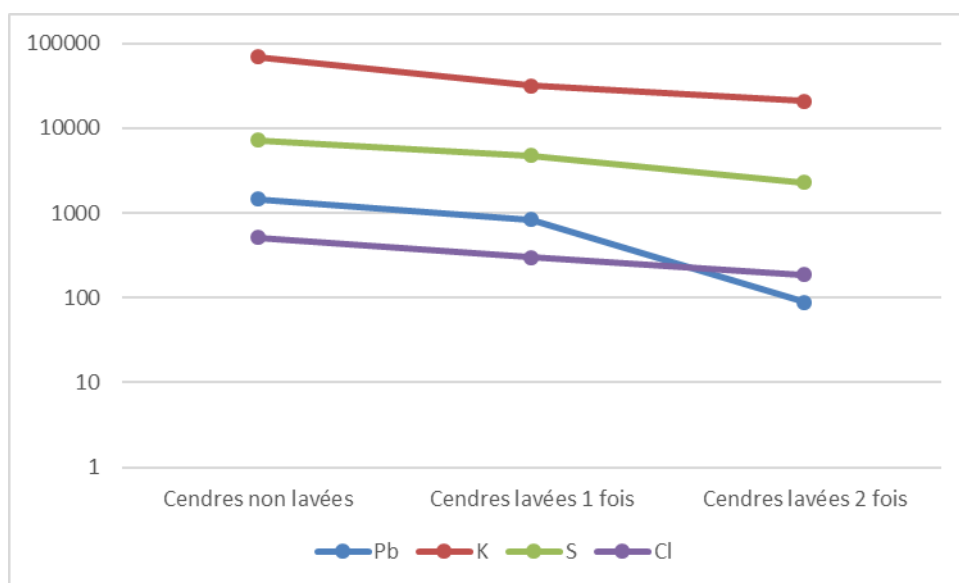


Figure 149, évolution de la composition des cendres suivant les lavages

Le potassium, soluble, voit son taux décroître de moitié au premier lavage puis d'un tiers au second. Le chlore présente également cette même évolution, mais la baisse est plus linéaire bien que le soufre soit insoluble dans l'eau, il est clair que son taux décroît. Il s'agit d'un artefact d'analyse en lien avec le

¹⁶⁵ GAUTHIER (J.), FLAMENT (J.), SILENZI (F.), TÉREYGEOL (F.), Broyer le minerai et affiner l'argent : deux exemples d'une approche intégrée de l'expérimentation, in Verly G., Rademakers F., Téreygeol F. (eds.), *Studies in experimental archaeometallurgy: methodological approaches from non-ferrous metallurgies*, Monographies Instrumentum, n°60, Editions Mergoïl, 2019, p. 43-56.

plomb (nous avons laissé cet exemple pour montrer la difficulté d'utilisation de la pXRF). Quant au plomb, il n'est soluble que dans des eaux acides. Nous travaillons dans une eau fortement basique. Sa mise en solution dans une eau alcaline n'intervient que si le plomb est sous une forme carbonatée, ce qui est visiblement le cas ici. Au regard des 4 éléments considérés, il est probable qu'un 3^e lavage aurait permis d'abaisser le taux de potassium.

3 Séquences de coupellation au sol sous moufle et synthèse des résultats

Le déroulement d'une coupellation a été standardisé. Après réalisation de la sole et de la dépression centrale devant devenir la coupelle, la masse d'alliage à affiner est déposée dans cette dépression. Le moufle vient la recouvrir. La sonde thermique est introduite par un des orifices latéraux du moufle de manière à ce que le point de mesure soit à proximité immédiate du bain sans entrer en contact avec le métal en fusion. Un lit de charbons incandescent est constitué autour du moufle. Il est recouvert par des charbons froids couvrant également la voûte du moufle. La prise du feu n'est pas activée et se fait lentement. Une fois le feu pris, la ventilation forcée débute, elle sera maintenue jusqu'au terme de l'opération.

Durant celle-ci, le travail du souffleur consiste :

- à maintenir en action son soufflet et à réguler sa puissance en fonction du besoin en air perceptible grâce à l'aspect du bain et à l'incandescence des charbons
- à repositionner sa tuyère afin de s'assurer que le jet d'air se dirige bien à l'endroit voulu.

Parallèlement, le travail de l'opérateur assistant le souffleur consiste :

- à ajouter régulièrement des charbons de manière à ce que jamais ne soit visible la surface externe du moufle
- à éviter que trop de charbons de bois ne soient projetés à l'intérieur du moufle et notamment sur le bain ; au besoin il intervient avec un ringard pour tirer les charbons hors du bain
- à surveiller l'aspect du bain pour guider le souffleur dans la puissance du geste à fournir
- à créer et maintenir devant l'entrée du moufle une sorte de corridor de charbons chauds pour permettre le réchauffement de l'air insufflé
- à poser régulièrement de gros charbons incandescents devant l'entrée du moufle pour éviter des baisses de température dues à une trop forte ventilation, tout en veillant à s'assurer que l'air arrive toujours dans le moufle

Nous détaillons ces quelques points pour bien mettre en avant le rôle primordial de ce travail autour du foyer qui ne peut être accompli efficacement par le souffleur. Dans cette approche, l'opération nécessite obligatoirement deux personnes.

Synthèse des essais

Au total, nous avons conduit 7 expériences dont nous livrons les résultats dans le tableau synthétique qui suit :

Essai n°	Nature de l'alliage			Nature du bouton				Reste métallique				N° Analyse	Remarques	
	Masse en g	qualité	Durée	Masse en g	Masse en g	Qualité en %			Masse en g	Qualité en %				
1	93	9%Ag	90 min	8,37	nd	95,7			0				994	Pas d'éclair
2	97	9%Ag	64 min	8,73	5,96	95	1,36	0,4	28,6	38	59	1,45	1859/1865	
3	100	9%Ag	44 min	9					47,1	14,8	81,7	0,41	1860	
4	100	9%Ag	59 min	9					52,9	28,17	70,1	1,07	1861	
5	104	9%Ag	65 min	9,36	1,89	96,4	0,8	0,3	5,99	23,62	73,9	1,2	1862/1866	Moufle neuf
6	103	9%Ag	102 min	9,27	7,56	72,6	21,7	0,25	37,46	19,11	76,4	1,2	1863/1867	Humidité 38%
7	104	9%Ag	101 min	9,36					74,994	45,53	52,6	1,1	1864	Pluie
Total	701				15,41					169,23				516 g de Pb oxydé

Figure 150, synthèse des essais de coupellation

Étonnamment, nous n'avons réussi à coupeller correctement que trois fois (essais 1, 2 et 5) et encore sans obtenir la totalité de l'argent disponible. Cependant n'étant pas sur une démarche réflexive sur le procédé lui-même, ce point n'impacte pas la suite de notre réflexion. Notons que la masse de plomb consommé à l'issue de ces essais se monte à un peu plus d'un demi-kilogramme (701 g dont il faut retrancher les 9% d'argent, ce qui donne 637 g)

La masse de cendres imbibée se monte à 1125 g. Il s'agit d'une donnée non certifiée, car, le retrait de la cendre imbibée se fait également avec des cendres vierges et du métal pris en surface de la coupelle. Pour notre démonstration, cette valeur est ramenée à 1000g. Par expérience¹⁶⁶, nous pouvons considérer que cette masse est constituée pour moitié d'oxyde de plomb soit 500 g de PbO et donc 450 g de plomb. Ainsi on peut estimer très grossièrement la quantité volatilisée de plomb à une soixantaine de grammes dont la détermination se fait ainsi : 701 g de matière initiaux – [15 g d'alliage argentifère, 169 g de restes métalliques et 450 g de plomb] = 67 g. La perte au feu en plomb s'établit donc à près de 7%. Cette donnée que nous n'avons pas encore cherché à obtenir devra être mieux définie, car elle est importante pour une meilleure compréhension des productions de métal gris tout au long de l'Histoire¹⁶⁷.

¹⁶⁶ TÉREYGEOL (F.), THOMAS (N.), La coupellation des alliages cuivre - argent : Approches expérimentales de l'essai d'argent par voie sèche, *revue Archéométrie*, n°27, 2003, p. 171-181.

¹⁶⁷ Ainsi dans le cas spécifique de Melle, nous n'avons encore jamais osé proposer d'évaluer la quantité de plomb produite (voir TÉREYGEOL (F.), La quantification de la production argentifère : Melle, un cas d'école ?, in Bompaire, M., Sarah G. (eds), *Mine, métal, monnaie, les voies de la quantification de l'histoire monétaire du haut Moyen Âge*, coll. Hautes études médiévales et modernes, n°111, Droz, Paris, 2017, p. 48)

4 La question de l'enrichissement des terres au cours de l'opération

Enrichissement des terres céramiques

Nous incluons ici un élément issu des travaux de laboratoire conduit en 2022 sur le matériel expérimental de 2021 : l'enrichissement en plomb de la pâte céramique du plomb. Nous avons déjà ouvert des pistes de recherche en ce sens en 2021 et la poursuite du travail sur cet objet nous permet aujourd'hui de conclure.

L'an passé, nous avons eu une approche comparative entre des tessons que nous supposons provenir d'un moufle et des tessons issus du moufle expérimental. Nous avons mis en évidence la similitude des profils de distribution du plomb dans la pâte en fonction de la distance à la face interne. Le signal du plomb était important en face interne, il décroissait rapidement pour suivre un niveau faible avant de remonter sur la partie extérieure. Ce dernier accroissement n'atteignait pas le niveau de plomb observé dans la partie interne. Ainsi nous avons pu renforcer notre interprétation des tessons percés comme étant des vestiges de moufle.

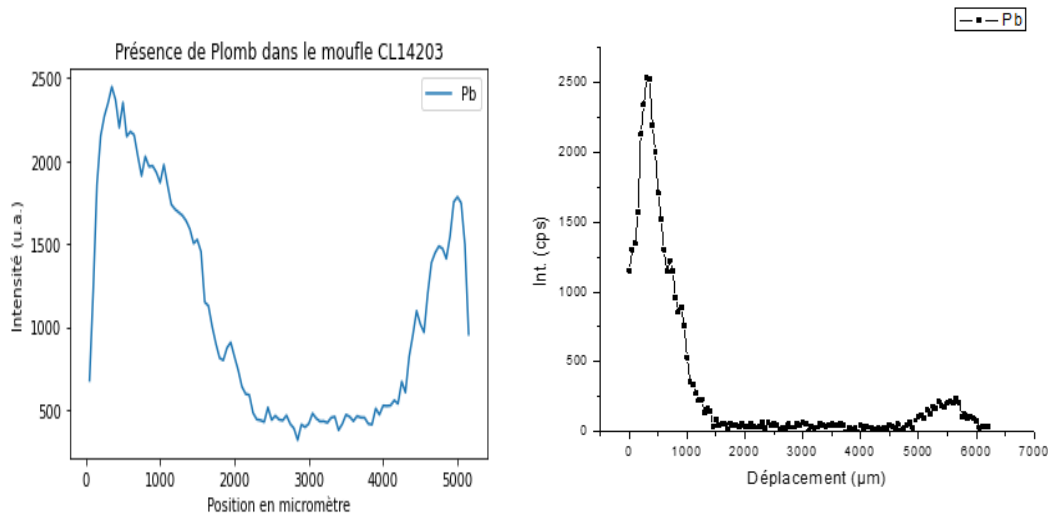


Figure 151, présence de plomb dans un moufle archéologique (à gauche) et dans le moufle expérimental

Une étude exploratoire a aussi été menée sur la répartition spatiale de la concentration en plomb sur le moufle expérimental. On remarque ainsi que la pollution au plomb est plus intense au niveau du centre du moufle et donc au niveau de notre bain métallique, mais aussi à l'arrière du moufle en haut. Cette hausse de la concentration en plomb permet d'émettre l'hypothèse que la pollution au plomb sera liée à la trajectoire des flux d'air chargés en plomb. Si cette hypothèse se trouve vérifiée à l'avenir, nous pourrions peut-être identifier la place des tessons archéologiques dans un moufle. Parallèlement une représentation spatiale de la distribution du plomb a été faite à la fois en intérieur de la pièce, au cœur de la pâte et en extérieur du moufle. Bien qu'il faudrait augmenter les points de contrôle (limités ici à 4), cette représentation permet de visualiser le mode de répartition du plomb.

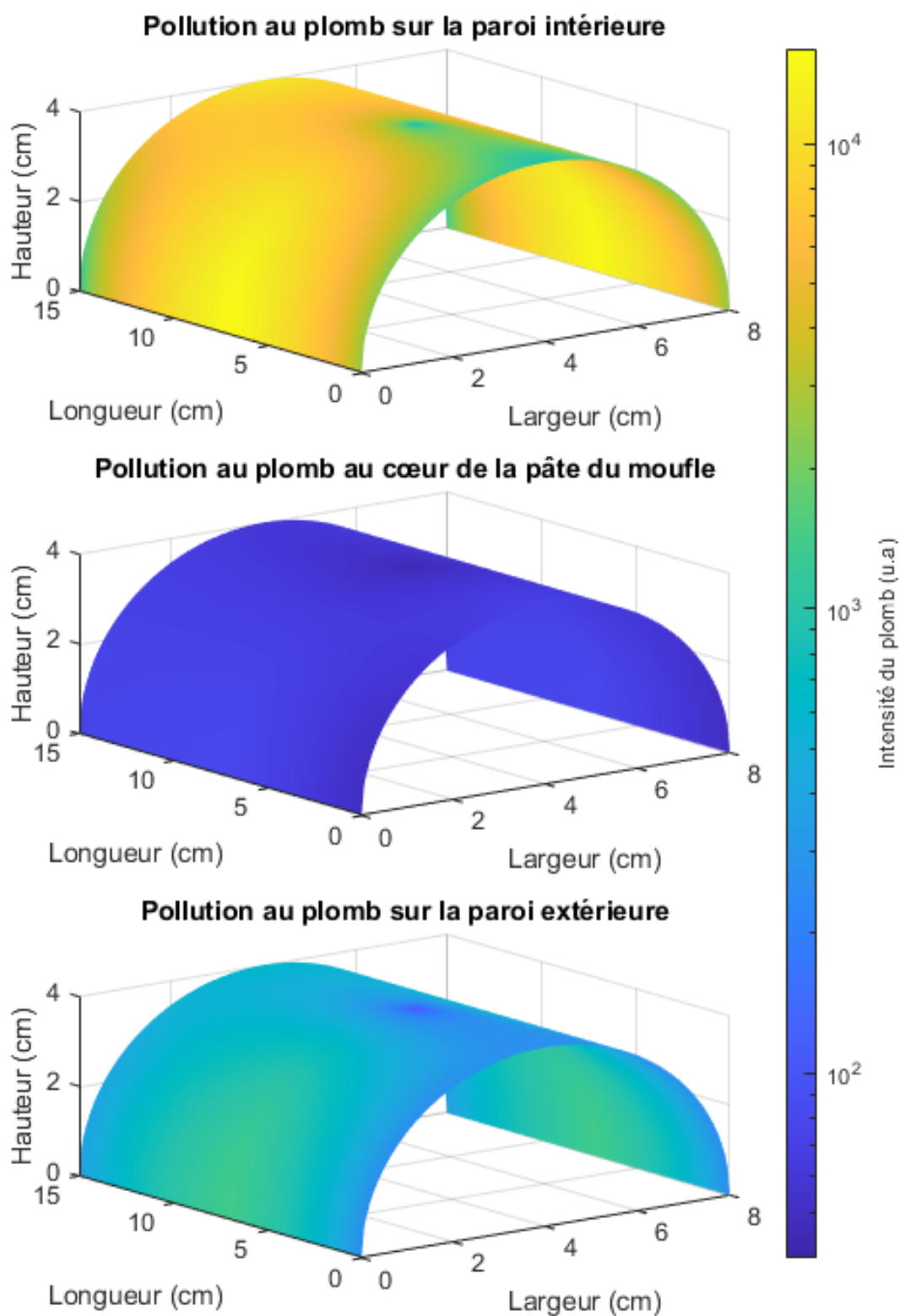


Figure 152, représentation spatiale de la pollution au plomb dans le moufle

Enrichissement des sols

Le sol correctement appareillé, nous avons pu mesurer nos apports en plomb, zinc et cuivre sur nos zones tests disposés autour et dans le foyer. Les résultats limités à ces trois métaux sont donnés ci-dessous sous forme d'un tableau puis de graphiques :

Plomb en ppm		en gras val sup à error x 10						
Sur plot	Dosages blar	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 4	Essai 5	Essai 6	Essai 7
1	31	126	113	145	131	118	465	499
2	53	196	465	283	372	516	428	550
3	94	277	246	767	323	479	558	1225
4	34	995	1534	1048	1215	885	2775	2923
5	42	2508	2489	1508	2273	2209	3054	2114
6	129							2945
A coté des plots Blanc								
1	2843							
2	2230							
3	2072							
4	4242							
5	5125							
Cuivre en ppm		en gras val sup à error x 10						
Sur plot	Dosages blar	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 4	Essai 5	Essai 6	Essai 7
1	45	81	81	74	50	58	95	100
2	72	87	83	79	86	83	67	66
3	96	118	110	88	84	111	115	122
4	76	128	199	108	109	91	122	3645
5	55	162	127	91	127	205	141	102
6	65							149
A coté des plots Blanc								
1	194							
2	138							
3	130							
4	269							
5	216							
Zinc en ppm		en gras val sup à error x 10						
Sur plot	Dosages blar	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 4	Essai 5	Essai 6	Essai 7
1	10	17	18	33	30	25	119	85
2	14	51	93	53	71	102	160	125
3	21	58	37	99	108	120	133	206
4	14	204	258	179	144	133	333	350
5	13	415	347	230	316	284	330	282
6	10							152
A coté des plots Blanc								
1	474							
2	360							
3	407							
4	622							
5	549							

Figure 153, dosages aux métaux des sols dans et autour du foyer

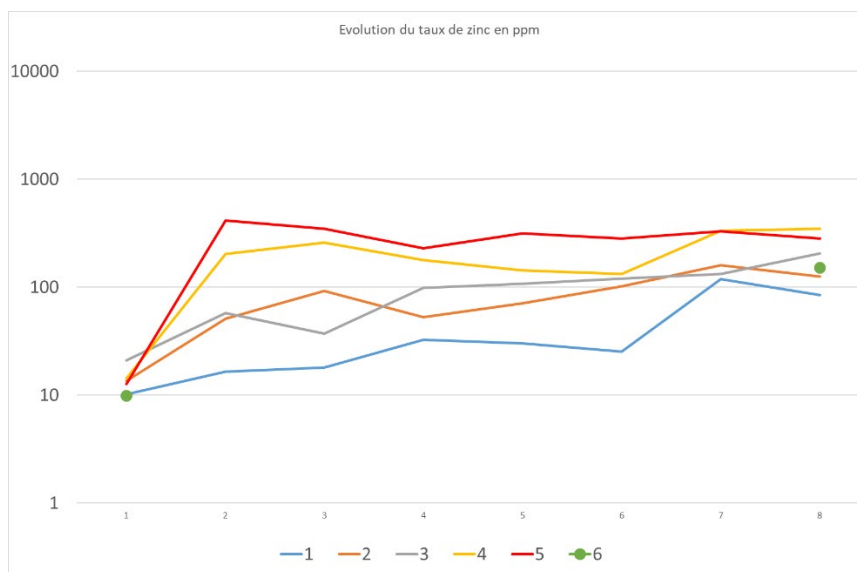
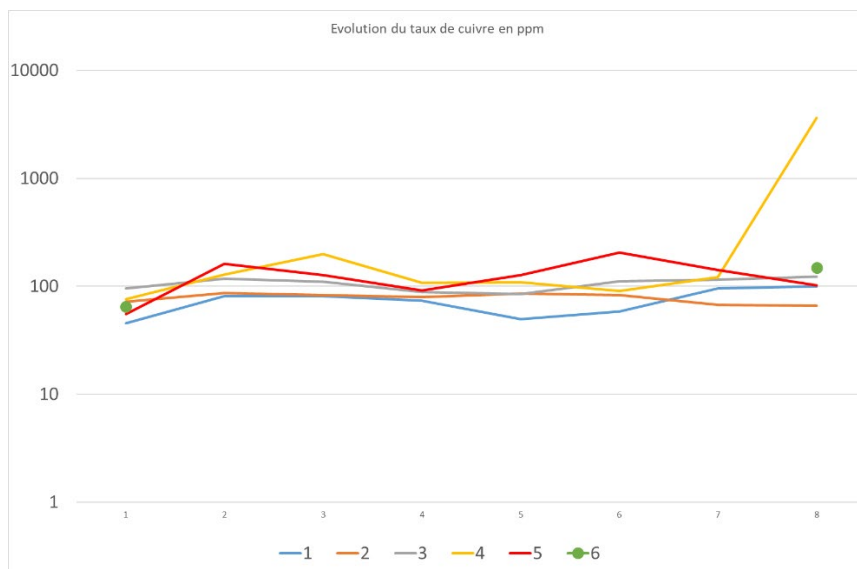
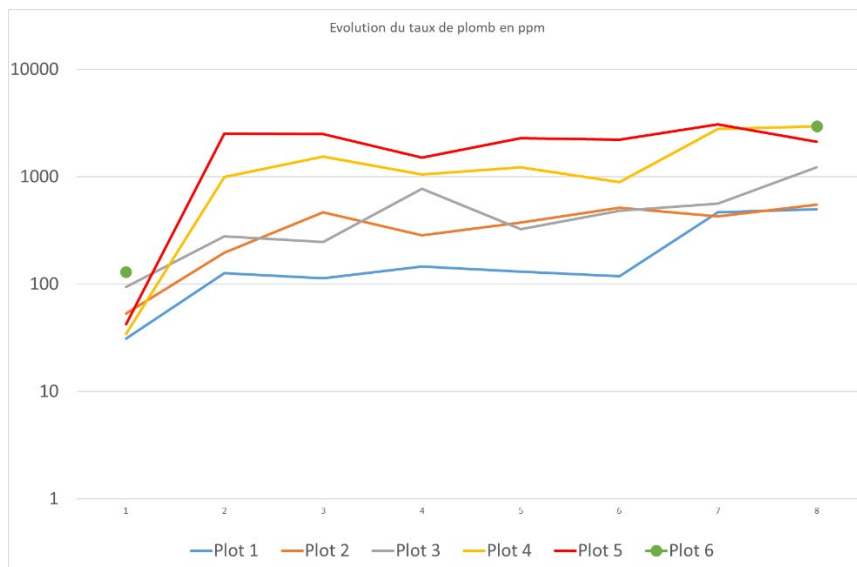


Figure 154, évolution du taux de Cu, Zn et Pb dans les sols lors des coupellations

Le graphique du zinc, métal que nous n'avons pas introduit dans nos expériences, illustre la contamination provenant du travail dans et autour de la zone de travail avec des apports non souhaités principalement dus à notre piétinement. Les taux restent faibles et inférieurs à ceux mesurés à proximité de nos plots au début de l'expérience.

Le cuivre, qui est présent en faible quantité dans l'alliage traité, a bien coloré les cendres imbibées, mais ne se détecte pas dans les sols. Quel que soit le plot considéré, la teneur évolue autour de 100 ppm. Le dernier dosage du plot 4 s'apparente à un effet « pépite » dû à une pollution mécanique de la zone d'analyse.

Le plomb appelle plus de commentaires. Indépendamment du plot, le taux de base est faible. À l'issue du premier essai, les taux évoluent fortement pour les plots 4 et 5 se trouvant au niveau de la place du soufflet et sur la face bâtie du foyer, alors que sur le pourtour du foyer, le taux de plomb évolue plus faiblement. Sur la face avant, il semble y avoir une contribution mécanique à l'apport en plomb (en lien avec le nettoyage et la remise en place d'une coupelle pour l'expérience suivante) qu'on ne retrouve ni à l'arrière ni latéralement. Au cours des essais suivants, le signal reste identique sur les plots 4 et 5 nous permettant de limiter l'importance de l'apport mécanique puisque non cumulatif. Les plots 2 et 3 semblent connaître une accumulation lente. À l'inverse la teneur en plomb du plot 1 n'évolue pas avant le 6^e essai où il rejoint la teneur observée sur le plot 2. Enfin le plot 6, enterré dans la sole et pour lequel nous n'avons que 2 mesures, s'apparente au comportement observé pour le plot 4.

Il semble possible de proposer 3 groupes :

- Un groupe à forte teneur (plots 4, 5 et 6), soit sous le moufle et la place de travail.
- Les deux plots 1 et 3 concernent les côtés de la structure, l'accumulation de plomb est réelle avec une croissance d'un facteur 5
- Le plot 3 (face arrière) montre une augmentation mesurée, mais régulière qui s'intercale entre les deux groupes précédents. Il témoigne principalement de l'apport éolien puisque dans l'axe direct de l'évacuation de l'air après son passage dans le moufle

En appliquant une simple approche comparative entre structure archéologique et structure expérimentale, nous observons un comportement similaire, évident plus intense dans le cas de la réponse sur structure archéologique du fait de la durée d'utilisation couplée à la stabilité des accumulations du plomb dans le sol. Nous pouvons même proposer que le métallurgiste était droitier, rejetant sur ce côté droit ses poussières comme dans notre cas.

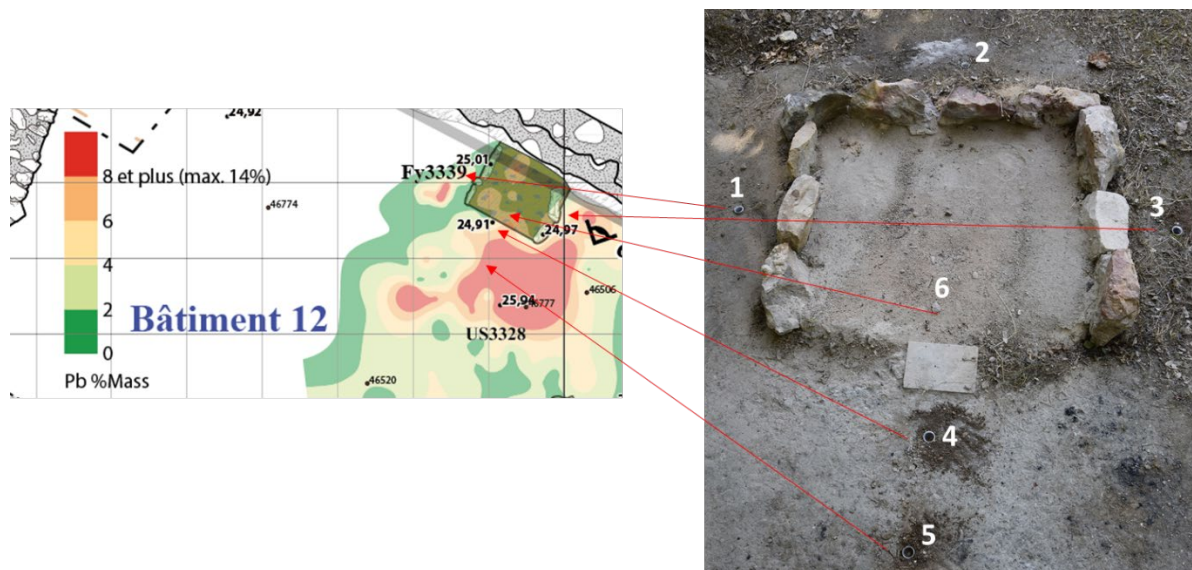


Figure 155, approche comparative du taux de plomb observé sur la structure archéologique

5 La coupellation sur sol naturel sans moufle

Ce travail prolonge les essais qui viennent d'être relatés. Nous avons également choisi de progresser dans la compréhension de cette étape de la production du métal blanc en simplifiant à l'extrême la structure autorisant la coupellation. Fort de notre expérience sur les fours à moufles et les fours à coupole sur la base des modèles de la Renaissance et de la période moderne, notre but avoué est d'arriver à l'accomplissement de la coupellation dans une structure métallurgique dépouillée en lien avec les données disponibles pour l'atelier de Sardes du VI^e s. av. n.e. (Ramage, A., Craddock, P. 2000. *King Croesus' Gold: Excavations at Sardis and the History of Gold Refining*. Archaeological Exploration of Sardis, 11, Cambridge: British Museum Press).

Choix du protocole

Contrairement aux pratiques expérimentales admises et que nous utilisons par ailleurs, nous avons décidé d'avoir une démarche évolutive rapide en limitant les essais dans chaque configuration préétablie. Cette approche qui peut apparaître risquée repose sur notre expérience du procédé de coupellation que nous pratiquons depuis plus de deux décennies dans différentes configurations. Elle atteste également que nous sommes bien dans une recherche du geste et de la posture pour apporter des éléments d'explication à des vestiges archéologiques parfois trop rapidement traités.

Six essais ont été conduits en faisant évoluer l'environnement de travail en foyer ouvert et le combustible.

L'alliage à affiner est produit à partir de différents morceaux d'argent issus de coupellations précédentes, auxquels nous ajoutons du plomb afin d'obtenir une masse titrant 10%Ag.

Coupellation sur foyer à sole préparée en utilisant du charbon.

L'emplacement du foyer de coupellation est identique à celui utilisé depuis 2021 : un quadrilatère de 1 m² dont 3 des côtés sont matérialisés par des pierres sur champ. Le quatrième, la face avant, reste ouvert en accord avec le modèle archéologique (voir rapport 2021, p.112). Nous avons retiré l'ensemble des couches de travail pour établir une nouvelle sole. Celle-ci est constituée d'une première accumulation épaisse de 4 à 5 cm de cendres de bois non lavés. Elles sont légèrement humidifiées pour pouvoir être mises en place. Au centre de la structure, une dépression est partiellement colmatée avec de la cendre d'os industrielle de façon à matérialiser l'emplacement de la coupelle.

Pour cet essai nous avons choisi de ne travailler qu'avec du charbon de bois. Un lopin de 101 g d'alliage est déposé dans la coupelle. Nous disposons de gros charbons de bois autour et au-dessus de celle-ci. Quelques minutes (9 minutes) après l'allumage et le début de la combustion, il y a un bain liquide. Une couche de litharge solide est présente à la surface. L'opération est conduite pendant une heure. Durant ce laps de temps, il s'avère que nous ne pouvons pas concilier montée en température du bain et ventilation efficace. Soit nous augmentons la température à la surface du bain en le couvrant de charbon, et dès lors nous ne sommes plus dans des conditions suffisamment oxydantes, soit nous découvrons le bain et la température chute d'autant plus qu'il est nécessaire de ventiler. Sous l'effet du souffle de la tuyère, il est impossible de maintenir des charbons chauds à proximité du bain.

À l'issue l'opération, la coupelle ne présente aucune trace d'imbibition par de l'oxyde de plomb. Même s'il s'agit d'une première tentative dans cette configuration, il apparaît inutile de poursuivre dans cette voie, à la fois pour les raisons pratiques évoquées ci-dessus et pour des raisons de logique dans le choix de ce type de combustible qui nécessite par ailleurs un lourd investissement en temps et en personne pour être obtenu. Nous avons cependant testé le bouton de retour présent dans la coupelle (analyse

n°2359). Il est pesé à 92 g, et indique donc une perte de matière de 10g. En pXRF, l'argent s'affiche à hauteur de 12%, tout comme le cuivre. Le plomb, associé à l'antimoine, est dosé à 76%. Il est clair qu'il y a bien eu un enrichissement léger en argent passant de 10 à 12%, mais surtout cet affinage a eu pour effet un départ du plomb provoquant mécaniquement un enrichissement en cuivre. Ce départ ne s'est pas fait sous forme d'oxyde liquide dans la coupelle favorisant la concentration du cuivre.



Figure 156, affinage au charbon seul, sur foyer ouvert

Coupeellation sur foyer à sole préparée en utilisant du charbon et du bois

Si le charbon seul ne semble pas pouvoir être utilisé efficacement dans la coupeellation en foyer simple (alors qu'il sert de combustible pour l'affinage sous moufle, en four comme en foyer), nous avons souhaité tester une dernière configuration avant d'évacuer cette hypothèse. Il s'agit de travailler avec une combinaison de bois et de charbon. La structure de travail ne varie par sinon que la coupelle est refaite à l'aide, ici encore, de cendre d'os industrielle. Nous utilisons un lopin de 108 g d'un alliage PbAg à 10%Ag. Des bois refendus sont disposés dans la longueur de part et d'autre de la coupelle refermant ainsi latéralement le foyer. Sur les faces avant et arrière, il y a uniquement du charbon. Sur le tas de charbon, des bois, nous créons ainsi une sorte de corridor pour canaliser le flux d'air et éviter l'expulsion des charbons sur les côtés.

Dix minutes après la mise à feu, un bain est formé. Puis 5 minutes plus tard, une mesure prise avec notre thermomètre infrarouge indique 850°C à la surface du liquide, soit proche de son point de fusion (888°C). La chauffe est poursuivie en ajoutant latéralement du bois et du charbon dans la zone de travail. Il reste toujours aussi difficile de contrôler le déroulement de l'opération, car, en se fractionnant sous l'effet conjugué de la chaleur et de sa combustion, le charbon couvre rapidement le bain. Après une heure de chauffe, l'opération est arrêtée. À cet instant, en découvrant le bain à l'aide d'un ringard, on distingue nettement la coupeellation en cours, mais loin d'être aboutie. Une fois refroidi, le lopin de métal est retiré. La coupelle est prélevée. Après découpe, elle ne montre aucune trace réelle d'imbibition.

La masse métallique récupérée pèse 98g (soit une perte de 10 g). Son dosage en pXRF fait apparaître un enrichissement en argent qui passe d'une dizaine de pourcent à 14%. Mais encore une fois, l'imbibition n'a pas eu lieu.

Cette combinaison de bois et de charbon pourrait permettre d'aboutir à une bonne coupellation. Pourtant, comme dans le premier cas, il semble déraisonnable d'envisager l'usage de charbon d'autant que sa consommation est relativement importante au regard du stade d'affinage auquel nous sommes parvenus.



Figure 157, essai de coupellation avec combustible mixte (bois-charbon de bois)

Coupellation sur foyer réduit limité par des briques en utilisant du bois (3 essais, notés 3 à 5)

La configuration suivante met toujours en jeu un foyer aménagé avec une préparation de la sole du foyer à l'aide d'une couche de cendre de bois, et une dépression tapissée de cendre d'os formant la coupelle. Il s'y ajoute trois briques mécaniques restreignant la zone foyère à un espace de 20 x 20 cm. La face avant reste ouverte afin de pouvoir diriger le flux d'air et sur le bain. Des bois sont posés sur les briques puis enflammés. Pendant le travail et selon le ressenti de l'opérateur, ils sont laissés à brûler, finissant par tomber sur la sole, ou ils sont retirés et remplacés par de nouveau de façon à ce que le bain ait toujours une couverture. On prend également soin de toujours lancer la combustion d'un bois en périphérie de la zone foyère pour limiter les baisses de température liées à l'ajout de matière froide. Durant l'opération, des bois sont disposés sur la face avant du foyer de façon à former une ouverture en trapèze se refermant vers la coupelle. S'enflammant, il devient possible grâce au souffle de la tuyère de diriger la flamme sur le pourtour du bain. Cette configuration permet d'avoir une vue sur le bain et avec l'expérience, il est possible de régler son débit d'air à l'aide de la couleur des charbons : au rouge sombre, la litharge se fige. Il suffit alors d'augmenter les pulsations du soufflet pour que la coupellation reprenne.

	Sole	Coupelle	Coupellation sur foyer ouvert				Alliage		Masse métallique affinée	
	dimensions	Diamètre	Nature de cendres	Combustible	Ventilation	Durée (min.)	Teneur en Ag	Masse (g)	Quantité (g)	Qualité (%)
1	20 x 20 cm	10 cm	cendres d'os	Bois	1 soufflet outre	85	16 %Ag	95	7,4	93,9 %Ag
2	20 x 20 cm	10 cm	Cendres d'os	Bois	1 soufflet outre	60	12 %Ag	86	8,2	74,9 %Ag
3	20 x 20 cm	10 cm	Cendres d'os	Bois	1 soufflet outre	30	9 %Ag	92,5	9,3	84 %Ag

Figure 158, synthèse des 3 coupellations avec bois et briques de parement

Les trois essais ont été conduits sans difficulté. Sur le premier (n°3) nous avons même pu observer un éclair d'argent signifiant habituellement la fin de l'opération. Le dosage ultérieur montre qu'il reste encore une quantité appréciable de plomb (2,66 %) ainsi que le cuivre (1%). Surtout la masse fait défaut. La teneur en argent de l'alliage de départ est de 16%. Dans le meilleur cas (récupération de 100% d'argent),

le bouton devrait peser 15,2 g (et plus s'il y reste du plomb et du cuivre). Ici le bouton ne fait que 7,4g. En fait, on observe sur le pourtour de la casse de nombreuses billes d'alliage plus ou moins affinées ainsi que des accumulations d'oxyde de cuivre dont nous savons par expérience qu'elles contiennent de l'argent et du plomb. La casse pèse avec les métaux qui s'y trouvent 106,38 g. À ce stade il n'est pas possible de savoir si le bilan matière s'équilibre à l'aide de ces masses prises sur la coupelle et de l'oxyde pris dans les pores de la cendre. Nous soupçonnons fortement et en premier lieu des pertes provenant du travail au ringard. Le problème est similaire pour le second essai (n°4). En revanche, sur le 3^e essai (n°5), il semble que les masses, sans fournir un bilan matière parfaitement équilibré, se conservent. Il est probable que face à ce nouveau mode de travail, nous nous sommes adaptés et avons moins perdu d'alliage lors du travail sur le bain. En effet les pourcentages de la perte d'argent évoluent passant de 54% (!) pour l'essai 1, 40,4% pour l'essai 2 et 6% pour l'essai 3.



Figure 159, coupellation avec bois et briques de parement

Essai « Sarde » sur sol naturel

Enfin le dernier essai de 2023 (n°6) repose sur un nouveau foyer, ou plus exactement sur l'absence de foyer. Pour tenter une telle approche, nous nous appuyons sur les vestiges d'après photographies et dessins de la fouille de l'atelier de Sardes en Turquie (Ramage, A., Craddock, P. 2000. *King Croesus' Gold: Excavations at Sardis and the History of Gold Refining*. Archaeological Exploration of Sardis, 11, Cambridge: British Museum Press). Les coupes faites sur ce site indiquent des niveaux de circulation dans lesquels se trouvent des coupelles usagées correctement positionnées. Un cliché d'un niveau de sol fait apparaître un certain nombre de ces coupelles sans qu'on observe de recouplement. Rien, sauf la coupelle, ne définit une activité métallurgique impliquant du feu. Parallèlement le mobilier produit fait apparaître des briques sur cuites et scoriacées ainsi que des blocs tuyères. Craddock et Ramage proposent également une mise en situation assez expressive. Enfin, dans l'atelier de Sardes, il a bien été trouvé un fourneau pour la cémentation de l'or, mais aucune structure de chauffe susceptible d'accueillir les coupelles. Nous avons donc choisi de tester une configuration dégradée de l'affinage : un simple trou dans le sol rempli de cendres et trois briques en terre crue pour délimiter l'espace de chauffe. Les briques utilisées ont séché provenant de la construction du four expérimentale de Kerma en 2019 (merci à Georges Verly de nous avoir donné ce mobilier).

Le mode de chauffe reprend à l'identique celui présenté précédemment des coupellations sur foyer réduit limité par des briques en utilisant du bois (essais n°3 à 5). Nous avons mis à la coupelle 78 g d'alliage titrant 10% d'argent. L'opération a duré 1h30. L'obtention des conditions de coupellation a été plus

délicate. En effet, bien que nous ayons travaillé durant une période sèche et sous un espace abrité, il existe une humidité résiduelle du sol. La montée en température a été laborieuse, car une bonne part de la chaleur est consommée pour l'évaporation de l'eau à la fois des briques et du sol. Il s'agit vraisemblablement du facteur limitant. Cependant nous avons obtenu un bouton de 50,36g (auquel s'ajoutent 2.9g isolés) titrant 16.8 %. La casse quant à elle s'affiche à 19,83 g (équivalent à 10g de plomb). Elle ne contient pas de parties métalliques. Il faut donc admettre une perte mécanique de 28 g. Étonnamment, en comparant la quantité estimée d'argent présent dans l'alliage de départ (7,8g pour 78 g à 10%Ag) et celle de la masse d'alliage au moment de l'arrêt (53.26 g d'alliage à 16,8%Ag, soit 8,9g), il s'avère qu'elles sont dans les mêmes gammes. Cette fois, il semble que nous n'ayons pas encore perdu d'argent mécaniquement au moment de stopper l'opération !

Si le procédé est à renouveler, nous disposons déjà d'une information intéressante à inscrire au registre de l'archéologie expérimentale prédictive : l'aspect du foyer après usage. À l'issue de l'opération, nous avons collecté la coupelle et rangé les briques. Après 3 jours, il ne subsiste de l'opération qu'une très discrète trace de rubéfaction discontinue que, sans savoir, nous aurions bien du mal à attribuer à une opération d'affinage.



Le foyer avant son usage (mire 10 cm)



Début de l'opération



Fin d'opération, après retrait du combustible



État du foyer 3 jours après

Figure 160, états successifs du foyer de coupellation disposé au sol

Essai « Sarde » sur sol préparé

Fort de ces différents essais, nous avons décidé de tester la dernière structure d'affinage que nous ne connaissons pas encore et qui se rattache, elle aussi, à la production des métaux précieux à Sardes. Ce choix réside dans la volonté de présenter une approche complète de la séquence de production de l'or et de l'argent à Sardes. La principale modification de la structure réside dans sa fondation. Sur certaines

zones, l'emplacement de l'espace n'est pas défini clairement dans la publication de Ramage et Craddock (op. cit.). Le texte ainsi que certaines coupes indiquent le retrait du sol qu'un apport de cailloutis aérés vient remplacer. Sur ce niveau artificiel, un lit de terre fait office de niveau de circulation et localement reçoit la sole de cendre. Nous avons donc ouvert une fosse carrée de 50 cm de côté et nous avons creusé sur une quarantaine de centimètres en profondeur. La moitié inférieure de la fosse a été remplie à l'aide de cailloutis issus de nos abattages au feu. La moitié supérieure est faite à l'aide d'un mélange de terre locale provenant de ce même creusement et de cendres de bois, le tout humide (par la force des choses). Inscrite dans ce niveau, nous avons inséré une couronne d'argile cuite pour faciliter la mise en œuvre de la sole et surtout pour disposer d'un espace relativement sec, condition sans laquelle aucun travail métallurgique n'est possible. La partie centrale circulaire a 6 cm de profondeur, les 4 à 5 premiers centimètres sont colmatés à l'aide de cendre de bois non lavée et disposée encore sèche. Les 2 centimètres supérieurs sont réalisés à l'aide d'une cendre de bois lavée disposée séchée puis légèrement humidifiée pour pouvoir la compacter et définir la dépression formant la coupelle dans la sole.



L'ensemble a été réalisé sous une structure couverte et sur un niveau légèrement surélevé par rapport au sol voisin. Ajoutons que l'ensemble du terrain était détrempe par d'abondantes pluies ce qui ajoute à la difficulté de l'opération d'affinage. Ainsi, après la mise en œuvre, nous avons réalisé plusieurs feux de bois pour tenter de diminuer l'humidité environnante. Avant les feux, la mesure hygrométrique prise à 5 cm de profondeur s'affiche à 52%rH. Après deux jours de séchage, elle affiche 32%rH ce qui semble acceptable (par comparaison, les données prises dans le four de cémentation – dons sous abris - montrent avant le lancement du four un taux d'humidité de 36%rH ; après usage il est ramené à 20%rH).

Sur cette sole, nous disposons 3 briques crues (20x20 x7cm) de façon à former une enceinte ouverte sur un côté. Les briques ne sont pas jointives. La charge métallique est déposée dans la dépression et un petit bûcher est construit directement dessus. Une fois enflammé, le feu est activé à l'aide d'un soufflet outre doté d'une tuyère. L'aire de chauffe est donc de 400 cm². Le foyer pris, des bûchettes refendues sont posées à plat sur les briques de façon à former une couverture. Autant que faire se peut, nous utilisons un minimum de bûchettes pour cette couverture. Elle est maintenue pendant toute la durée de l'opération en ajoutant des bois en limite qui, une fois enflammés, sont placés au-dessus de la coupelle. Trois tentatives de coupellation ont été conduites dans cette structure. Les données sont résumées dans le tableau ci-dessous.

	Essai 1	Essai 2	Essai 3
Masse à coupeller	100 g	34,20 g	
Nature de l'alliage	Plomb pur	Emplombage de cémentation "devil mud"	Emplombage Cément "or - Melle-2023"
Début de la coupellation	T+24 min	T+15 min	T+13 min
Fin de l'opération	T+55 min	T+48 min	Arrêt avant terme, trop humide
Production de litharge	Oui	oui	oui
Absorption	Oui	oui	oui
Processus complet	Non	Probable	Non
Qualité du bouton	Ind.	Ind.	Ind.

Bien que l'éclair d'argent n'a conclu aucun des 3 essais, cette série nous a permis d'améliorer notre gestion du feu et le maintien d'une température supérieure au point de fusion de l'alliage tout en maintenant une atmosphère oxydante. Cet environnement de travail, quoique rudimentaire, semble tout à fait opérationnel et s'accorde bien avec les témoignages archéologiques recueillies à Sardes. Il nous reste à améliorer nos gestes et notre gestion pour parvenir à un résultat satisfaisant dans un esprit de production de métal fin. La qualité de nos cendres de bois lavés répond bien aux attentes dans ce cadre d'affinage. Elles sont d'un accès aisé, la préparation reste simple et limitée et les stigmates de l'utilisation (aspect rongé de la cendre) sont en adéquation avec les vestiges archéologiques tels que nous pouvons les observer dans la publication de Sardes.

À ce stade, nous travaillons dans des coupelles d'une dizaine de centimètres de diamètre (soit +/- 80 cm²). Elles sont en accord avec certains des exemplaires mis au jour à Sardes. Toujours sur ce site, il existe également des coupelles beaucoup plus grandes (25 cm de diamètre). La surface de travail peut donc être bien plus importante (+/- 490 cm²). Cette surface près de 6 fois supérieure questionne directement la capacité de métallurgique à ventiler la coupelle. À l'aide de notre seul soufflet, il semble quasi impossible de ventiler une surface circulaire supérieure à 80 cm² (si les casses étaient oblongues, la surface pourrait être augmentée de par la direction du flux d'air). Ainsi pour assurer l'affinage sur une

surface nettement plus grande cela implique de disposer plusieurs soufflets et autant de personnes pour les activer. Il n'est inintéressant de réfléchir à la manière de travailler à deux sur la structure. Elle nécessitera une réelle coordination. Au-delà de 2 personnes, un autre problème peut s'anticiper. La personne qui gère la coupellation doit pouvoir accéder librement et rapidement sur chaque point du foyer. À mesure que le nombre de souffleurs augmente, cette capacité d'action se réduit...

6 Conclusions

Cette série expérimentale reposait sur des vestiges archéologiques que séparent à la fois le temps (usage de sources allant du VI^e s. av. JC au XV^e s. ap. JC.) et l'espace (de la France à la Turquie), et sur nos démarches liées à l'affinage de l'argent. Elle tendait vers une mise en situation la plus dépouillée possible. Nous avons abouti à un travail dépouillé avec une préparation relativement simple de l'air de travail qui réduit le problème de l'humidité. Parallèlement, les 3 briques qui délimitent l'espace de travail permettent de soutenir le bois formant un toit, mais n'apportent pas d'autre gain, notamment calorifique puisque rapidement du bois et du charbon s'accumulent contre leur face. Il s'agit bien d'un travail sur foyer ouvert.

Le modèle semble opérationnel. Il se heurte sur notre plateforme à un problème environnemental : l'humidité des sols. Nous en voulons pour preuve les succès observés sur les coupellations sur les foyers avec sole. Dans ce cas, la coupelle est inscrite dans un matériau sec et isolant (de la cendre de bois). Plus largement nous touchons ici une des limites du travail expérimental sur plateforme au sein de laquelle nous sommes tributaires des conditions environnementales comme nous l'avions déjà montré lors de l'usage du vent pour les wayrachinas andines.

Notons également que ce travail sur le sol ne peut être mené à bien sans le recours à une ventilation forcée. Un simple soufflet-outré suffit, mais cela reste incontournable.

La conduite de la coupellation dans ces conditions sommaires, implique beaucoup de travail sur le bain pour le découvrir lorsque du bois, des charbons et des cendres viennent y flotter. Il s'agit alors de repousser / tirer hors du bain ces éléments qui entravent la bonne marche de la coupellation. Ces actions mécaniques répétées conduisent d'une part à détériorer la coupelle, d'autre part à entraîner du métal liquide hors du bain, et donc des pertes d'argent qui peuvent être conséquentes. Ces gestes sont incontournables, mais à ce stade il est possible que nous disposions d'une marge de progression quant à la qualité de la tenue mécanique de notre coupelle.

Bibliographie

GAUTHIER (J.), FLAMENT (J.), SILENZI (F.), TÉREYGEOL (F.), Broyer le minerai et affiner l'argent : deux exemples d'une approche intégrée de l'expérimentation, in Verly G., Rademakers F., Téreygeol F. (eds.), *Studies in experimental archaeometallurgy: methodological approaches from non-ferrous metallurgies*, Monographies Instrumentum, n°60, Editions Mergoïl, 2019, p. 43-56

TÉREYGEOL (F.), La quantification de la production argentifère : Melle, un cas d'école ?, in Bompaire, M., Sarah G. (eds), *Mine, métal, monnaie, les voies de la quantification de l'histoire monétaire du haut Moyen Âge*, coll. Hautes études médiévales et modernes, n°111, Droz, Paris, 2017

TÉREYGEOL (F.), THOMAS (N.), La coupellation des alliages cuivre - argent : Approches expérimentales de l'essai d'argent par voie sèche, *revue Archéométrie*, n°27, 2003, p. 171-181.

XI L'affinage de l'argent au savon (recette du XVI^e siècle)

2022

Téreygeol F.*, Gratuze B.**

* LAPA-IRAMAT, NIMBE, CEA, CNRS, Université Paris-Saclay, CEA Saclay, 91191 Gif-sur-Yvette

** CEB-IRAMAT, CNRS, Université d'Orléans

Ce travail a débuté en 2019 avec nos collègues du Rijkmuseum qui travaillaient alors sur le raffinage des argents utilisés par l'orfèvre Adam van Vianen au XVII^e siècle (Van Bennekom et al., 2021). Ayant résolu les questions posées alors, elles n'ont pas souhaité poursuivre sur celle un peu atypique de l'usage du savon et du verre. En 2021, avec Bernard Gratuze, spécialiste des verres archéologiques, nous avons repris ce thème (Téreygeol, Gratuze, 2022). Notre interrogation portait sur la capacité à affiner l'argent selon la nature des verres employés.

Enfin, dans le cadre de ce PCR en 2022, nous avons multiplié les essais en fonction de chaque recette identifiée. Nous avons testé les recettes antérieures à 1550.

Nous nous sommes également interrogés sur la durée de l'opération. Jusqu'à présent, nous avons fixé une durée arbitraire. Cette fois, la durée a fait partie des variables.

1 Le corpus de recettes

Nous avons identifié 10 recettes s'échelonnant des X-XI^e siècles jusqu'au 12 juin 1942. Nous les reprenons dans le tableau synthétique ci-dessous. Nous n'avons pas trouvé trace de ce mode d'affinage avant le traité des Arts et Métiers récemment édité par R. Halleux. Il s'agit d'une compilation plus que d'un recueil de recettes qui renvoient à des savoir-faire venus d'Orient et ayant cours chez les artisans byzantins vers les X et XI^e siècles. Cette première recette permet le raffinage d'un argent de coupellation, et seul le verre est nécessaire au bon déroulement de l'opération. Le traité du moine Théophile (XII^e siècle) mentionne ce même procédé. Au verre, le moine orfèvre ajoute du plomb. Ajout surprenant, il se comprend pourtant comme un fondant pour le verre. L'anonyme de Zuretti au XIV^e s. s'avance vers une chimie mieux comprise. Le verre est remplacé par des sels et notamment le borax permettant la formation d'un verre à bas point de fusion. La 4^e occurrence du procédé est due à l'anonyme du probierbuchlien en 1524. C'est la seule recette qui introduit le savon à côté du verre inscrivant la recette dans une pratique artisanale ayant trouvé avec le savon un substitut aux sels alcalins. En effet, le savon contient les composés (potasse ou soude, selon son mode de fabrication) nécessaires pour abaisser le point de fusion du verre. En 1540, Biringuccio propose la 5^e recette que nous avons identifiée. Elle est comparable à celle de l'anonyme de Zuretti. Avec Ercker, sans surprise, la recette porte de nouveau clairement sur un argent de coupellation auquel il faut ajouter différents sels, trouvant ainsi encore son origine dans le texte de l'anonyme de Zuretti. Resté jusque-là dans le registre des orfèvres, des essayeurs et des alchimistes, ce procédé entre à la fin du XVII^e dans celui des monnayeurs. La différence reste sur la nature de l'argent mis au feu, mais également sur l'association des différents sels avec le plomb. En 1766, le dictionnaire de Macquer propose un affinage avec de nouveau du verre et des sels et des alcalins. Enfin, en 1941 et 1942, l'essayeur parisien propose deux recettes, l'une avec du verre, du sel Solvay et du salpêtre, l'autre sans verre, mais avec les mêmes sels et du borax¹⁶⁸. Nous avons ici la preuve que les deux filiations ont existé de façon concomitante et traduisent des questions liées à l'approvisionnement des officines.

¹⁶⁸ Cahier numéroté d'un atelier essayeur, Laboratoire Boudet et Laboratoire Dubois, essayeurs, fondée en 1869, 200 p. (dont 193 utilisées).

Au cours de l'évolution de cette recette, le choix du récipient varie entre un creuset et un têt (ou un vase) rempli de cendre. Il semble que le choix d'un têt associé à la cendre soit propre aux hommes de l'art du Nord (Théophile, l'anonyme du Probiebuchlein et Ercker), ceux du Sud s'accommodant d'un creuset.

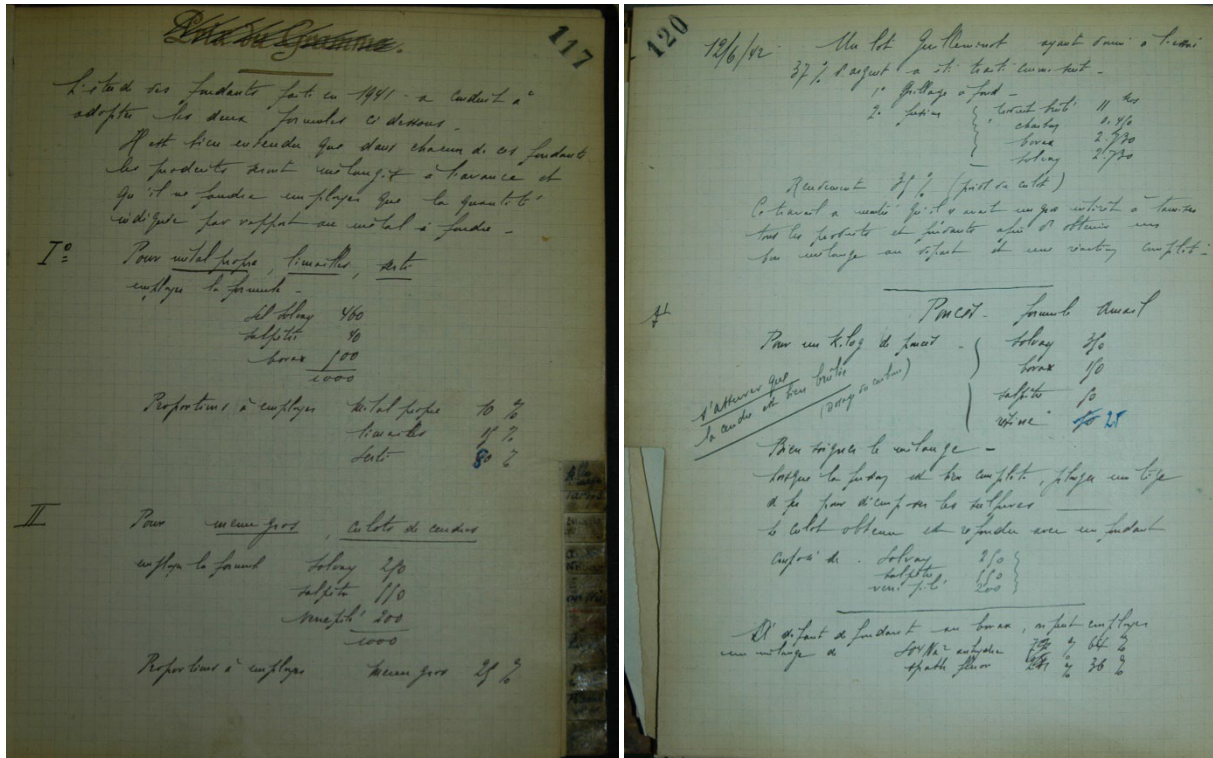


Figure 161, les 2 recettes les plus récentes de la filiation (1941 et 1942), p.117 et 120 du cahier Dubois - Boudet

Référence	Extrait de texte	Datation	Matériaux	Savon	Autres	Proportions	Ustensiles	Remarques
Halleux R., <i>Traité des arts et métiers</i> , coll. <i>Les Alchimistes grecs</i> , tome IX, 1 ^{re} partie, Paris, Les Belles-Lettres, 2021, p.114.	Quand il a expulsé l'argent si vous le voulez purifier jetez dans le creuset du verre de Cléopâtre et vous aurez de l'argent pur	X-XI	Argent de coupellation	Verre de Cléopâtre		NC	Creuset	
Hawthorne J. G., Smith C. S., Theophrastus, <i>On Divers Arts</i> , the foremost medieval treatise on painting, glassmaking and metalwork, Dover publication, 1979, p. 97. (livre III, chap. 24)	However, if you see the silver boiling and jumping out, know that tin or brass is mixed with it, and finely crush a small piece of lass and throw it on silver. Then add lead, put charcoal on, blow vigorously. / A discuter sur le contenant et l'enchaînement (difficile de faire la coupellation et d'ajouter le verre et du plomb	XII	Argent de coupellation	Verre	Plomb	NC	Vase rempli de cendre (testa ollae)	Bague de bois
Colinet A., L'anonyme de Zuretti ou l'art sacré et divin de la Chrysopée par un anonyme, coll. <i>Les Alchimistes grecs</i> , tome X, Paris, Les Belles-Lettres, 2002, p. 27, §11.2.	La poudre suivante réalisera cette transformation [obtention d'un métal pur], donnant malléabilité et douceur à l'or ainsi qu'à l'argent [...] prenez sel ammoniac, sel de nitre, borax en quantités égales; écrasez bien et mélangez. Mélangez dans un peu d'eau, mélangez dans un peu de vin et laissez sécher	XIV	Argent		Sel ammoniac, sel nitre Borax	Egal		
Sisco A. G., Smith C.S., Bergwerk und Proberbuchlein, The American Institute of Mining and Metallurgical Engineers, New York, 1949, p. 122	Take crushed Venetian Glass and Venetian soap, and when the brittle silver drives [on a test], add the crushed glass and the soap gradually. The sulfur will then fume away and [the silver] become malleable	1524	Argent	Verre de Venise	Savon de Venise	NC	têt rempli de cendres	
Smith C.S., Gnudi M.T., The protochina of Vannoccio Biringuccio, the classic sixteenth-century treatise on metals and metallurgy, Dover Publications, New York, 1990, p. 365	When silver is raw and harsh, it is softened by putting it in cupelling hearth, or by melting it with salpeter, tartar, crushed glass, or sal alkali, and many other things composed and discovered by the alchemists	1540	Argent	Verre	Salpêtre, tartre, sel alcalin, autres	NC	Creuset	Adjuvants donnés sans distinction
Sisco A. G., Smith C.S., (dir.), Lazarus Ercker's treatise on ores and assaying translated from the german edition of 1580 [1 ^{er} ed. 1574], The University of Chicago Press, Chicago, 1951, p. 20 et ss.	Préparation du têt. (p. 71). [reprise de l'anonyme de Zuretti et Biringuccio] dissolution dans eau chaude, filtration, laisser sécher (p. 80).	1574	Argent de coupellation		Sel alcalin, sel de salpêtre, Argol cru, salpêtre	Egal	têt rempli de cendres	Argent brillant, identique à l'Anonyme de Zuretti
Claïrand A., Kind J.-Y., (dir.), Le traité des monnaies de Jean Boizard d'après l'édition de 1692, Documents d'Histoire Monétaire, 1, C&K éd., Paris, 2000, p. 94	Il faut parler d'une autre manière d'affiner [...] affinage au salpêtre (1 ^{er} fonte) au charbon et borax	1692	Argent avant coupellation		Plomb, salpêtre puis borax/charbon	2 onces de salpêtre pour 40 marc d'argent, 1 once de borax.	Creuset	2 fontes successives
Macquer P.-J., Dictionnaire de chimie, tome 2, Paris, 1766, p. 330-332	pour 1 en masse d'argent, il préconise « % de nitre, 1/8 de potasse ou de quelques autres alkalis et un peu de verre ordinaire » (p. 330)	1766	Argent	Verre ordinaire	Nitre, potasse ou autres alkalis	% de nitre, 1/8 de potasse ou de quelques autres alkalis	Creuset	Identique à Boizard, p. 332 ; explique la limite de ce procédé
Cahier d'essayeur, laboratoire Boudet et Laboratoire Dubois, essayeurs, fondé en 1869, inédit.	L'étude des fondants faite en 1941 a conduit à adopter les 2 formules ci-dessous. Il est bien entendu que dans chacun de ces fondants les produits seront mélangés à l'avance et qu'il ne faudra employer que la quantité indiquée par rapport au métal à fondre. Pour métal propre sel solvay 460 ; salpêtre 40 ; borax 500	1941	Argent		Sel Solvay (Na), Salpêtre, Borax	sel solvay 460 ; salpêtre 40 ; borax 500	Creuset	
Cahier d'essayeur, laboratoire Boudet et Laboratoire Dubois, essayeurs, fondé en 1869, inédit.	Le culot obtenu est refondu avec un fondant composé de Solvay 250 ; Salpêtre 550 ; verre plié 200	12-juin-42	Argent	Verre	Sel Solvay (Na), Salpêtre	Solvay 250 ; Salpêtre 550 ; verre plié 200	Creuset	

Figure 162, liste des recettes pour l'affinage en lien avec le verre et le savon

2 Tests sur les recettes du Xe siècle au XVIe siècle

Au cours de cette session, et bien que nous ayons la totalité des matières¹⁶⁹, nous nous sommes limités aux recettes jusqu'à celle de Biringuccio. Tous les essais ont été réalisés dans notre four d'essai à moufle chauffé au charbon de bois.

Affinage au verre selon le traité des arts et métiers (X-XIe s.)

Pour cette recette, il est clair dans la rédaction de l'opération qu'il s'agit d'une prolongation de la coupellation. Nous avons donc travaillé dans ce sens, avec un creuset rempli de cendre. Nous avons mis à fondre 42,1g d'alliage Pb-Ag à 10%Ag. Une fois le four d'essai suffisamment chaud (800°C), la coupelle est introduite à vide. À 870°C, l'alliage est à son tour introduit pour être classiquement coupellé. Une fois la coupellation achevée, sans rien retirer du moufle, nous ajoutons le verre de Venise (4g). Bien que la température dépasse 1000°C, la fonte du verre n'est pas totale. Après 20 minutes, le creuset est retiré du four.

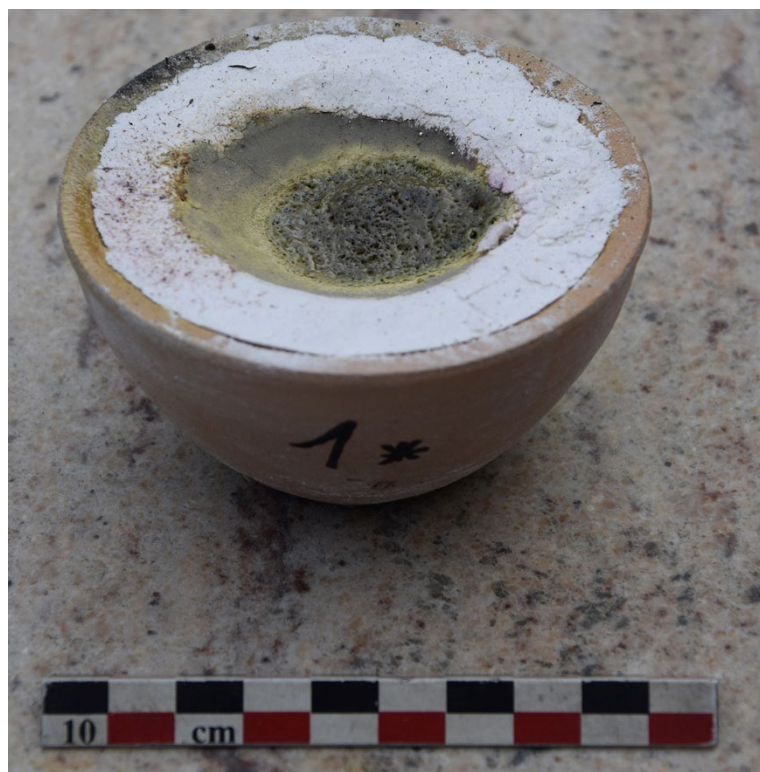


Figure 163, coupelle à l'issue de l'essai avec la recette des X-XIe s.

Affinage de l'argent selon la recette du moine Théophile (XIIe s.)

Avec Théophile, il s'agit de produire une fusion de la couverte de verre à l'aide de plomb métallique ajouté. Dans un têt rempli de cendre, nous disposons 14,2g d'argent (95%Ag). Une fois le mélange fondu, nous ajoutons 4,1g de verre, puis 3,2g de plomb. Remis au chaud, l'ensemble est porté à 1050°C

¹⁶⁹ Y compris le sel Solvay (carbonate de sodium) qui peut encore s'acquérir de nos jours, et qui est similaire au natron naturel si important pour la production verrière antique.

et défourné au bout de 20 minutes. On note sur une partie du bain que le refroidissement a provoqué des dégazages matérialisés par des effets en « chou-fleur ». Sur le reste du bain, le verre n'est que partiellement fondu.

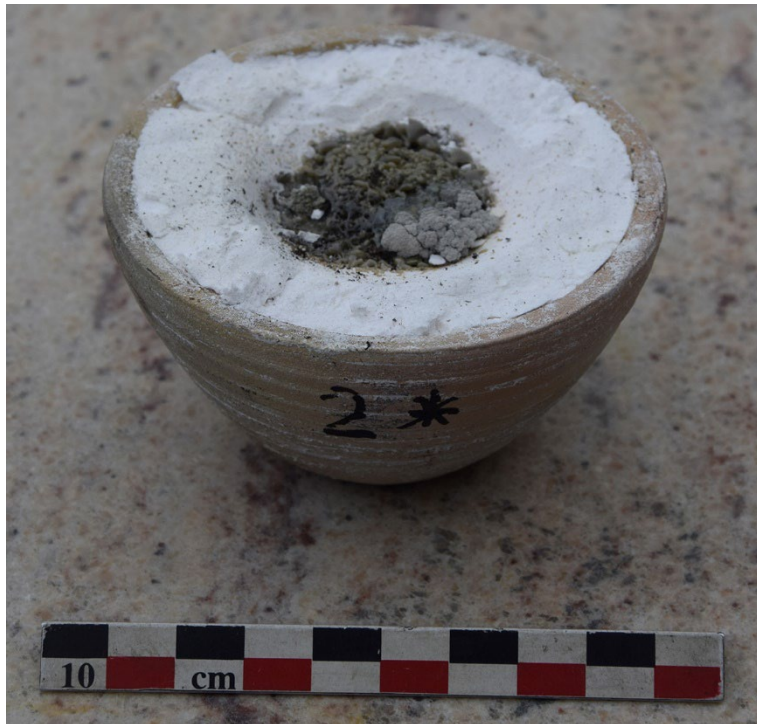


Figure 164, coupelle à l'issue de l'essai avec la recette du XIIe s.

Affinage de l'argent selon l'anonyme de Zuretti (XIVe s.)

Notre troisième tentative prend encore place dans un têt rempli de cendre, mais ne fait plus appel qu'à des sels. 16,4 g d'argent à 95%Ag sont fondus. Nous y ajoutons les 3 sels (1g de chaque). La chauffe est maintenue 20 minutes puis le têt est mis à refroidir. L'avantage de cette recette est bien évidemment de laisser l'argent découvert, facilement récupérable.



Figure 165, coupelle à l'issue de l'essai avec la recette du XIVe s.

Affinage de l'argent selon la recette du Proberbuchlein (1524)

Cette recette a déjà fait l'objet de notre attention en 2019 et 2021. Nous avons pu apprécier son efficacité, mais toujours avec un savon sodique. Cette fois nous la testons avec un savon potassique et un verre calco-potassique. Toujours dans un têt rempli de cendre, nous plaçons à fondre 18,7g d'argent à 95%. Une fois liquide nous ajoutons 16g de verre et 6,8g de savon. Malheureusement, un renversement partiel a lieu dans le moufle. Après 20 minutes de chauffe, l'opération est arrêtée. Cette fois encore, nous n'observons qu'un début de fonte.



Figure 166, coupelle à l'issue de l'essai avec la recette de 1524

Affinage au creuset selon Biringuccio (1540)

Pour ce dernier essai, nous introduisons une variation en travaillant au creuset. C'est-à-dire qu'il peut y avoir des interactions avec les parois et que nous ne pouvons voir ce qui se passe dans le creuset (sauf à le sortir et, donc, le refroidir). Enfournés alors que le four affiche 922°C, les 18,3g d'argent sont fondus en 20 minutes et alors que la température est montée à 995°C. Nous chargeons alors avec 2 g de salpêtre, autant de tartre et de sel alcalin. Comme dans les autres essais, le creuset est retiré au terme de 20 minutes. Cette fois un verre s'est formé, mais il ne recouvre pas uniformément le bain métallique.



Figure 167, creuset à l'issue de l'essai avec la recette de 1540

Résultats quantitatifs

Avant de discuter des résultats sur la base des qualités d'argent produits, il faut garder présent à l'esprit les difficultés à monter en température. Mis à part le travail au creuset (n°5), aucun des essais n'a permis d'aboutir à une fusion correcte du verre. Le problème n'a été identifié que tardivement : un barreau de la grille qui surmonte le cendrier et qui doit supporter les charbons s'est rompu. Il s'est produit un engorgement sous le moufle empêchant la bonne ventilation du fourneau et la mise en place de charbons incandescents sous la sole de travail. Cette condition dans laquelle se sont déroulées les expériences a singulièrement réduit la portée des résultats. D'autant que nous ne disposions pas de barreau de rechange et que même une fois retirée, la pièce cassée, l'accumulation trop rapide de charbons en partie basse a limité le tirage et les capacités de montée en température.

Notons également que pour l'essai 1, une erreur d'échantillonnage s'est produite. La prise d'essai supposé à 10%Ag mass ne contenait pas d'argent. Il est donc impossible de conclure et cette recette, la plus ancienne, devra être reprise. Pour les quatre autres, les résultats d'analyse sont donnés ci-dessous en tenant compte de 3 éléments (Ag, Pb et Cu) bruts puis normés à 100. Les analyses ont été faites par pXRF en mode « métaux précieux » sur le dos du bouton métallique après son nettoyage et une légère abrasion.

Reading No	Duration	Units	SAMPLE	BATCH	Ag	Ag Error	Pb	Pb Error	Cu	Cu Error	Total
1015	30 sec.	%	Lingot	Argent	94,237	0,227	1,658	0,033	1,393	0,04	97,288
1854	30	%	Rec XII	Essai 2	85,857	0,344	11,605	0,11	0,598	0,036	98,06
1855	30	%	Rec XIV	Essai 3	97,795	0,314	0,039	0,01	0,533	0,035	98,367
1856	30	%	Rec 1524	Essai 4	97,588	0,316	0,023	0,009	0,657	0,038	98,268
1857	30	%	Rec 1540	Essai 5	97,308	0,298	0,054	0,012	0,623	0,037	97,985

Résultats normés à 100											
Reading No	Duration	Units	SAMPLE	BATCH	Ag	Pb	Cu				
1015	30 sec.	%	Lingot	Argent	96,86	1,70	1,43				
1854	30	%	Rec XII	Essai 2	87,56	11,83	0,61				
1855	30	%	Rec XIV	Essai 3	99,42	0,04	0,54				
1856	30	%	Rec 1524	Essai 4	99,31	0,02	0,67				
1857	30	%	Rec 1540	Essai 5	99,31	0,06	0,64				

Figure 168, qualité obtenue des argents selon les recettes (résultats bruts et normés à 100)

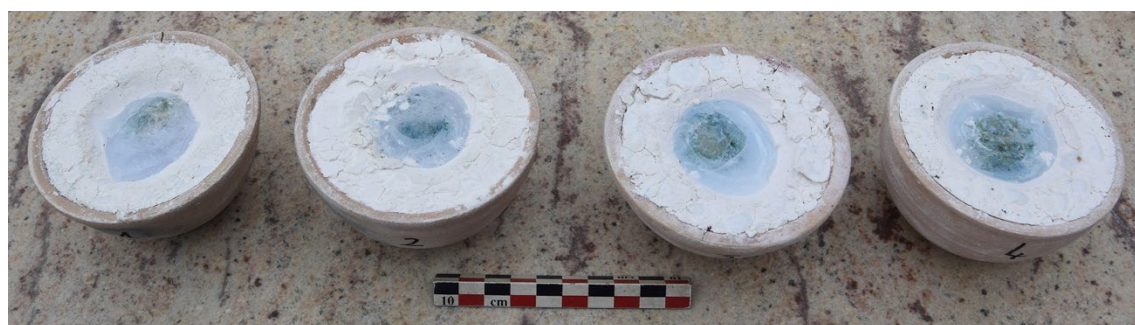
Dans le cas de la recette de Théophile qui impliquait un ajout de plomb, la chute du cuivre est équivalente à celle constatée pour les autres recettes, mais l'ajout massif de plomb dégrade la qualité de l'alliage de départ. En reprenant le texte, il est probable que nous avons mal interprété l'enchaînement des actions. L'ajout de plomb doit se comprendre comme le besoin de renouveler la coupellation. Évidemment, l'ajout de verre en même temps peut gêner le processus. Mais celui-ci a visiblement permis le départ du cuivre. Nous devons reprendre cette recette pour pouvoir conclure. Les trois autres essais, bien que largement différents par les matières comme par les outils donnent des résultats similaires permettant d'atteindre une pureté d'argent supérieure à 99%mass. Chacune des recettes offre des limites. Avec celle de l'anonyme de Zuretti, il faut être en mesure de se procurer les produits nécessaires. Celle du probierbuchlein livre un argent qu'il reste difficile à détacher du verre et celle de Biringuccio oblige à sacrifier un creuset pour récupérer correctement la masse d'argent.

3 Tests sur la durée de l'opération selon la recette de 1524

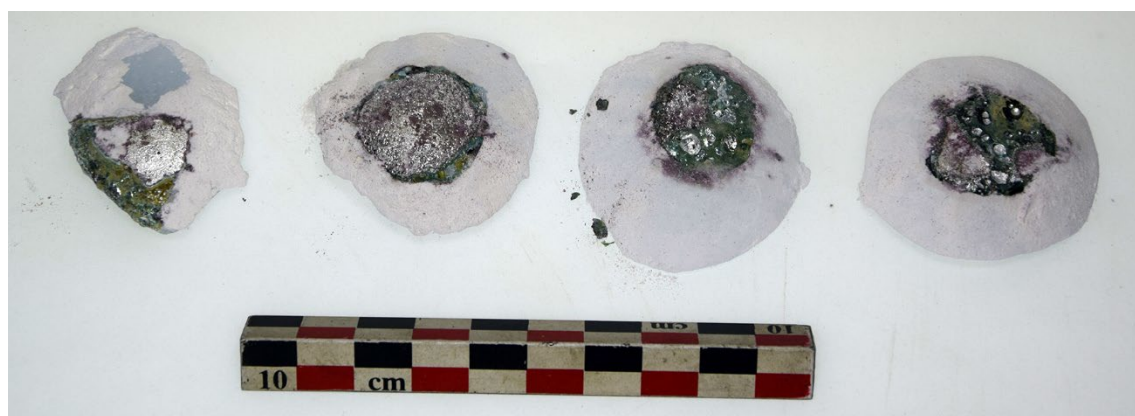
En 2021, nous avons achevé notre démarche sur la recette de 1524 en montrant son caractère opératoire. Une inconnue subsiste : le temps nécessaire pour obtenir un argent parfaitement affiné comme les essayeurs l'appellent de leurs vœux. Pour tenter d'approcher cette donnée, nous avons décidé cette année de faire varier le paramètre « temps » afin d'observer et prédire l'évolution de la qualité d'un argent subissant ce traitement selon des durées variables. La qualité d'argent utilisé est toujours la même : un argent à haut titre 95%Ag. Nous utilisons également le même verre de Venise (avec du bore) et le même savon (sodique). Ici encore, la montée en température a été laborieuse et limitée.

	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 4
Masse d'alliage en g	15,29	15,41	14,74	15,74
T° d'enfournement en °C	887	905	915	920
Durée de maintien au chaud	0h20	0h30	0h40	0h50
T° de retrait en °C	930	910	920	900

Figure 169, durées de l'opération en suivant la recette de 1524



Essais 1 à 4 (de gauche à droite)



Les mêmes après retrait, vue de dos

Figure 170, aspect des coupelles et des boutons selon la durée

Reading No	Duration	Units	SAMPLE	BATCH	Ag	Ag Error	Pb	Pb Error	Cu	Cu Error	Total
1015	30 sec.	%	Lingot	Argent	94,237	0,227	1,658	0,033	1,393	0,04	97,288
1850	30 sec.	%	essai 1	20 minutes	96,733	0,302	0,745	0,03	0,771	0,041	98,249
1851	30 sec.	%	essai 2	30 minutes	97,707	0,292	0,031	0,01	0,658	0,037	98,396
1852	30 sec.	%	essai 3	40 minutes	97,687	0,294	0,096	0,013	0,417	0,031	98,2
1853	30 sec.	%	essai 4	50 minutes	97,818	0,304	0,041	0,01	0,482	0,033	98,341

Résultats normés à 100											
Reading No	Duration	Units	SAMPLE	BATCH	Ag	Pb	Cu				
1015	30 sec.	%	Lingot	Argent	96,86	1,70	1,43				
1850	30 sec.	%	essai 1	20 minutes	98,46	0,76	0,78				
1851	30 sec.	%	essai 2	30 minutes	99,30	0,03	0,67				
1852	30 sec.	%	essai 3	40 minutes	99,48	0,10	0,42				
1853	30 sec.	%	essai 4	50 minutes	99,47	0,04	0,49				

Figure 171, qualité obtenue des argents selon la durée (résultats bruts et normés à 100)

À 40 et 50 min, on note un fort dégazage qui se distribue sur toute l'épaisseur du bouton d'argent rendant sa récupération délicate

Après 20 minutes, plus de la moitié du plomb a disparu et la moitié du cuivre. À partir de 30 minutes de chauffe, le plomb a disparu et le taux de cuivre s'abaisse plus faiblement. À 40 minutes, le taux de cuivre chute plus fortement. À 50 minutes, la baisse du cuivre est insensible. Ainsi selon la nature de l'alliage, la durée optimale de l'opération ira de 30 minutes pour le plomb à 40 minutes pour le cuivre. Au-delà, le procédé ne semble plus permettre un affinage réel et qui puisse être perçu par l'opérateur.

4 Conclusions

Il nous reste à tester quelques recettes plus modernes et à essayer de nouveau les recettes du X-XIe siècle et du XIIe siècle. C'est sûrement celle Théophile (XIIe siècle) qui nécessite le plus d'ajustement quant à la masse de plomb à ajouter dans le bain. D'une manière générale, l'affinage au verre apparaît redoutablement efficace pour produire un argent à haut titre. La mise en œuvre reste simple et les métallurgistes ont su rapidement identifier les matières nécessaires et s'adapter à la difficulté d'approvisionnement. Ce procédé qui semblait décalé dans le savoir-faire d'affinage se retrouve en fait jusqu'à aujourd'hui et a connu singulièrement une nette simplification puis que nous pouvons considérer que l'usage du borax pour achever une fonte de lingot s'inscrit parfaitement dans la continuité de l'usage du verre pour capter les impuretés en plomb et cuivre.



Figure 172, coulée en 2003 à l'atelier Boudet d'un lingot d'argent purifié au borax (verre de borax dans le creuset)

Bibliographie

TÉREYGEOL (F.), GRATUZE (B.), Affiner l'argent au verre et au savon : expérimentation d'une recette atypique du Probierebüchlein de 1524, *Meridies. Estudios de Historia y Patrimonio De La Edad Media*, XIII, 2022, 123-142. ISSN: 1137-6015. DOI: <https://doi.org/10.21071/meridies.vi13.14280>

Anonyme, Cahier numéroté d'un atelier essayeur, Laboratoire Boudet et Laboratoire Dubois, essayeurs, fondée en 1869, [1869-1950], 200 p.

VAN BENNEKOM (J.), VAN BORK (E.), TÉREYGEOL (F.), Explorative Studies in 16th Century Silver Refining Recipes, Special section on "Contributions of Experimental Archaeology to Excavation and Material Studies"; Guest Edited by Frederik W Rademakers, Georges Verly, Florian Téreygeol, Johannes Auenmüller, *Journal of Archaeological Science: Reports*, Vol. 36, 2021, <https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2020.102775>

XII Premiers essais de retraitement des casses (diachronique)

2023

Guillaume Sarah*, Florian Téreygeol**

* CEB-IRAMAT, CNRS, Université d'Orléans

** LAPA-IRAMAT, NIMBE, CEA, CNRS, Université Paris-Saclay, CEA Saclay, 91191 Gif-sur-Yvette

Le plomb est un métal archéologique discret au premier abord, en comparaison avec l'or, l'argent, le cuivre ou le fer. Il a néanmoins été produit dans de grandes quantités, soit dans les cadres de l'exploitation de minerais de plomb argentifère dont il était un sous-produit, soit pour lui-même. Son usage en grandes quantités est attesté dès l'Antiquité dans le bâti monumental pour le scellement d'agrafes en fer et pour la réalisation de couverture, ainsi que pour la mise en œuvre de systèmes d'adduction d'eau. Ses principaux atouts sont son bas point de fusion (327 °C), sa grande malléabilité et son faible coût. Cette dernière caractéristique, mise en relation avec sa densité et avec les frais qu'occasionne son transport, induit une forte tendance à recycler ce métal lorsque des tables de couverture sont déposées d'un bâtiment restauré ou détruit, ou quand des canalisations sont réparées ou supprimées, deux types d'aménagements qui nécessitent de grandes quantités de plomb.

Aux époques anciennes, la grande majorité des minerais employés pour la production de l'argent destiné à la fabrication monétaire sont à base de plomb, le plus emblématique d'entre eux étant la galène (sulfure de plomb de formule PbS). À l'issue de la première étape de métallurgie de la chaîne opératoire, le minerai de plomb argentifère est transformé lors de la réduction en plomb métallique contenant l'argent – le plomb d'œuvre, qui n'est qu'un produit intermédiaire. La seconde étape de métallurgie est celle de la coupellation, qui voit l'oxydation progressive du plomb placé dans une coupelle, ce qui permet de récupérer l'argent qui ne s'oxyde pas. Le plomb, principal constituant du minerai argentifère initial, se retrouve ainsi à l'état d'oxyde à la fin de la chaîne opératoire destinée à produire de l'argent. L'oxyde de plomb PbO qui en résulte peut prendre la forme de deux polymorphes : la litharge (α -PbO, de couleur rouge) – l'appellation conventionnelle de cet oxyde – et le massicot (β -PbO, de couleur jaune). Selon l'échelle et la manière dont est conduite l'opération de coupellation, cet oxyde peut se retrouver archéologiquement selon différentes morphologies : absorbé par la coupelle poreuse et constituée d'un matériau inerte vis-à-vis du plomb (ce qui donne archéologiquement des « casses de coupellation » ou « litharge cakes », comme dans Flament et al. 2017), écoulé par débordement ou récupéré en surface à l'aide d'un ringard que l'on fait tourner, ce dont il résulte l'obtention de « tubes » de litharge (par exemple Schenk et Meisser 2013). Ainsi, la litharge obtenue à l'issue du processus de production de l'argent peut être soit mêlée au matériau qui constitue la coupelle (de la cendre le plus souvent), soit pure.

Du point de vue des textes anciens traitant de métallurgie, aucune mention de la revivification en tant que telle ne peut être identifiée. Les indications les plus proches sont celles relatives à la litharge, à son obtention lors des procédés métallurgiques et à ses usages. Une première mention de la litharge est celle donnée par Pline dans son Histoire Naturelle rédigée au I^{er} siècle apr. J.-C. (livre XXXV, § 106 et ss). Il y rapporte la production de litharge par débordement ou par refroidissement, mais ne mentionne pas les casses de coupellation ou les soles de fours imprégnées. Cette lecture est cependant contestée par R. Halleux, qui propose d'interpréter le terme molybdène comme désignant les casses imbibées de litharge (Halleux 1981 contra Zehnacker 1983). Dans le papyrus de Leyde et de Stockholm, daté des III^e-IV^e s ; apr. J.-C., la litharge est mentionnée dans 8 recettes relatives à la fabrication de l'asem (Leid. 62), d'encres (Leid. 64) et de teintures (Holm. 121, 127, 136 et 142). Aucune mention de sa transformation en plomb n'y apparaît cependant.

Pour le début de la période médiévale, seule la *Mappae Clavicula* (IX^e-XII^e s.) mentionne l'usage de la litharge (MP 142 et 143), sans toutefois que sa transformation en plomb soit évoquée. Ni le *Traité des arts et métiers* (X^e-XIII^e s.), ni le *Schedula diversarium artium* (XII^e s.) ne contiennent quant à eux de mentions de la litharge.

C'est à la fin du Moyen Âge que l'on retrouve une mention de litharge dans une source textuelle : il s'agit du texte de l'anonyme de Zuretti, daté du XIV^e siècle, qui, sans évoquer la revivification, fait mention la production de la litharge (Chrysopée 35, 40), de sa transformation en céruse, un carbonate de plomb de couleur blanche utilisé comme pigment (Chrysopée 78-1, 78-2) et de recettes en faisant usage pour travailler l'or ou l'argent (Chrysopée 10, 100-3 et 100-37).

La période moderne n'est pas beaucoup plus prolifique : le texte anonyme dit *Proberbuchlein* (1520) n'en contient aucune mention ; le traité *De Re Metallica* de Georgius Agricola *De Re Metallica* (1556) ne l'évoque que de manière elliptique ; le *Traité des minerais et des essais* d'Ercker (p.78, 1574) ne la cite que pour indiquer l'usage des coupelles imprégnées d'oxydes comme fondants ; enfin, le texte *El Arte de los Metales* de Barba (1640) évoque la transformation de la litharge en plomb sans donner davantage de précisions (p. 175 et 177). Il associe la casse de coupellation à un produit qu'il nomme *molibena*.

La mention la plus intéressante pour cette période est celle que l'on trouve dans le traité *De la Pirotechnia* de Vannoccio Biringuccio daté de 1540 (Smith et Gnudi 1990). Dans son Livre II, Chap. 9 intitulé « À propos de la méthode de fonte de la litharge et de sa réduction en plomb pur », il donne les indications suivantes : « La litharge est prélevée et broyée. Les foyers de coupellation sont lavés en plus d'être moulus. Ensuite, ces poudres sont transformées en pâte en les mouillant avec de l'eau salée, et elles sont transformées en grosses boules comme des gâteaux. Elles sont mises à sécher et sont ensuite acheminées pour la fonte vers le haut fourneau comme s'il s'agissait d'un minerai ». C'est sur la base de cette « recette » faisant intervenir de l'eau salée et la confection de « boules » à partir de casses de coupellation broyées que nous avons entrepris les expérimentations de revivification de la litharge en plomb lors de la session de juin 2023.

1 Protocole

Les expérimentations de revivification de la litharge ont eu lieu sur la plateforme d'expérimentation de Melle entre le 23 et le 27 juin 2023. Il s'agissait d'une expérimentation d'ampleur modeste puisque 5 expériences seulement ont été réalisées dans le cadre de cette session. Il s'agissait là de la reprise d'une problématique initiée en 2008-2009 dans le cadre de l'étude du traitement des cuivres faiblement argentifères par le procédé de liquation et ressuage ou *saigerprozess* (L'Héritier, Téregeol, 2009, p. 128-129). Pour ces expérimentations, deux opérations différentes avaient été envisagées : d'une part, la revivification de la litharge « pure » obtenue lors de la première coupellation ; d'autre part, la revivification d'un mélange de cendre et de litharge obtenu lors de la seconde coupellation. Dans tous les cas, le produit initial était une poudre issue du broyage de coupelles de cendre imprégnées de litharge (oxyde de plomb). Les 3 expérimentations conduites selon le premier procédé avaient permis l'obtention de quantités significatives de plomb métallique (entre 13 % et 31 % de la masse initiale de litharge), avec de meilleurs résultats lorsque la poudre de litharge est mélangée à du poussier (poudre de charbon) pour rendre l'environnement de la réaction plus réducteur. Pour le second procédé, une seule expérience avait été réalisée, qui a conduit à l'obtention de petites billes de plomb au fond du creuset, dont la masse totale n'a pas pu être déterminée.

D'autres expérimentations avaient été menées entre 2010 et 2012 par G. Sarah, A. Arles et Fl. Téregeol en lien avec l'essai de minerai par voie sèche (Sarah *et al.* rapport PCR 2010-2012, p. 101-121, sur la revivification p. 109). Une coupelle d'essai imprégnée de litharge avait été broyée puis cette poudre mélangée à du poussier et placée dans un creuset en plombagine. Le foyer avait alors été chauffé au-

dessus de la température de fusion de la litharge (890 °C) pendant une durée qui n'est pas rapportée. L'expérience n'a pas permis de réaliser une coulée, mais l'obtention d'une série de billes de plomb métallique dont la masse totale n'est pas rapportée.

Les expérimentations réalisées en 2023 reposent sur le protocole décrit par Vannoccio Biringuccio présenté plus haut. Ainsi, des coupelles d'essai imprégnées de litharge ont été fragmentées. Les morceaux ont été triés afin d'éliminer ceux exempts de litharge et de ne conserver que ceux imprégnés à saturation (Figure 173). Ces fragments ont alors été broyés dans un mortier jusqu'à l'obtention d'une poudre fine, les morceaux millimétriques étant séparés de la poudre par tamisage. La poudre ainsi récupérée a alors été mélangée à de l'eau salée à saturation (358 g/L).



Figure 173, fragments de coupelles d'essais imprégnés de litharge utilisés comme matière première pour les expérimentations de revivification

Après avoir mélangé la poudre de litharge à l'eau salée, l'excédent d'eau est évacué et le produit solide étalé sur une tôle et mis à sécher au soleil. Quand le séchage est suffisant et que le produit forme une pâte qu'il est possible de mouler à la main, des boulettes sont confectionnées par pression dans la paume de la main (Figure 174). Ces boulettes sont ensuite mises à sécher au soleil (Figure 175).



Figure 174, confection des boulettes de litharge après mélange dans l'eau salée



Figure 175, boulettes de litharge tout juste confectionnées et mises à sécher

Une fois séchées, les boulettes sont cassées et broyées afin que le produit bénéficie d'une surface d'échange maximale avec le milieu de réaction. Pour les essais de revivification, une quantité d'environ 70 g de produit à base de litharge est mélangée à de la poudre de charbon. Le mélange est disposé dans un creuset que l'on dépose dans un foyer chaud alimenté au charbon et soumis à une faible ventilation. Un couvercle est déposé sur le creuset afin de maintenir une atmosphère réductrice dans le creuset. La température du foyer est maintenue au-dessus de 900 °C pendant environ 2h et le creuset est alors vidé pour apprécier le résultat de l'opération.

2 Résultats et perspectives

Une analyse par spectrométrie de fluorescence X portable sur le produit à base de litharge soumis à la réaction donne le résultat suivant (mode minéral, 60 s d'analyse) : Ca : 13,9 % ; K : 1,7 % ; Pb : 10,4 % (balance : 73,0 %).

Pour chaque opération, le creuset vidé n'a livré que des cendres résultant de la combustion du charbon, du produit à base de litharge non transformé et quelques rares billes millimétriques de plomb. Ce mélange a été lavé à l'eau pour éliminer les cendres et nettoyer les produits non organiques.

Pour la première expérience, seule une bille de plomb de 0,3 g a pu être récupérée, dans avec un agglomérat de produit à base de litharge non transformée.

Des résultats identiques ont été obtenus pour les 4 expériences suivantes pour lesquelles certains paramètres ont été modifiés (durée de l'opération plus longue, température maintenue au-dessus de 1000 °C).

Ces tentatives de revivification de la litharge en plomb métallique selon la « recette » de Vannoccio Biringuccio n'ont pas été un succès. Peu nombreuses et menées en parallèle d'autres expérimentations, ces opérations n'ont pas été menées dans les meilleures conditions. Il serait pertinent de mener dans un premier temps des expérimentations au laboratoire dans un four électrique pour mieux maîtriser la température et tester des quantités plus réduites de produits afin de mieux comprendre les conditions de sa transformation en plomb. Parallèlement, il serait également pertinent de repartir de coupelles plus massives produites soit à l'occasion d'affinages expérimentaux déjà conduits soit leur de recyclage de métaux, ou encore à partir de coupelles imbibées réalisées à cette seule fin. Il y a ainsi autour de ce recyclage un savoir-faire dont la maîtrise nous échappe encore.

3 Bibliographie

Sources imprimés

Anonyme, *Bergwerk und Probierbuchlein*, Magdebourg, 1524, trad. Sisco (A.G.) et Stanley (C.S.), New-York, 1949, 196 p.

A. Barba, *El arte de los metales*, Madrid, 1640, 192 p.

Anonyme, *Mappae Clavicula*. A little key to the world of medieval techniques trad. Smith (C. S.), Hawthorne (J. G.), dans *Transactions of the american philosophical society*, New series, Vol. 64, Part 4, Philadelphia, 1974, 128 p.

A. Colinet, *Les alchimistes grecs, L'anonyme de Zuretti ou l'art sacré et divin de la chrysopée* par un anonyme, ed. Les belles lettres, Paris, 2002, 438 p.

L. Ercker, *Beschreibung Allerfurnemisten Mineralischen Ertzt unnd Bergkwercks arten...*, Prague, 1574, rééd., trad. Sisco (A.G.) et Stanley (C.S.), Chicago, 1951, 360 p.

R. Halleux (éd.), *Les Alchimistes grecs. Tome I : Papyrus de Leyde - Papyrus de Stockholm – Recettes*, Paris, Les Belles Lettres, 1981.

H.C. Hoover et L.H. Hoover (éd.), *Georgius Agricola De re metallica / tr. from the 1st Latin ed. of 1556, with biographical introduction, annotations and appendices upon the development of mining methods, metallurgical processes, geology, mineralogy & mining law, from the earliest times to the 16th century*, Londres, The mining magazine, 1912.

C.C. Smith et M. Gnudi, *The Pirotechnia of Vannoccio Biringuccio*, New York, Dover Publications, 1990.

H. Zehnacker (éd.), *Pline l'Ancien. Histoire naturelle. Livre XXXIII*, Paris, Les Belles Lettres, 1983.

Articles

A. Arles, G. Sarah et Fl. Téreygeol, « Plomb d'oeuvre, plomb revivifié ? Question autour d'une fonderie carolingienne de Melle », dans M. Bompaire et G. Sarah (éd.), *Mine, métal, monnaie, Melle. Les voies de la quantification de l'histoire monétaire du haut Moyen Âge*, Genève, Droz, 2017, p. 69-85.

- J. Flament, G. Sarah et Florian Téreygeol, « Litharge cakes from Castel-Minier (Ariège, France): Understanding strategies of the cupellation in a multi metals workshop from the 14th century », dans I. Montero Ruiz et A. Perea (éd.), *Archaeometallurgy in Europe IV*, Madrid, Consejo Superior de Investigaciones Cientificas, 2017, p. 269-281.
- M. L'Héritier, « Le procédé par liquation et ressuage ou saigerprozess », dans Fl. Téreygeol, *PCR Paléométaballurgies et expérimentations. Recherches sur Les chaînes de production des métaux aux périodes anciennes. Rapport 2007-2009*, 2009, p. 115-137.
- G. Sarah, A. Arles et Fl. Téreygeol, « L'essai : une voie possible pour l'étude des chaînes de productions du plomb ? », dans Fl. Téreygeol (dir.), *PCR Paléométaballurgies et expérimentations 2010-2012*, 2012, p. 101-134.
- A. Schenk et N. Meisser, « Un tube de litharge dans le palais de Derrière la Tour, une découverte inédite à Avenches », *Bulletin de l'Association Pro Aventico*, 55, 2013, p. 209-220.

4^e PARTIE – Quantifier et produire

XIII Quantification de la dépense énergétique humaine dans le cycle de production des métaux : extraire, concasser le minerai et frapper la monnaie

2023-2024

Maqueda F.*

* LAPA-IRAMAT, NIMBE, CEA, CNRS, Université Paris-Saclay, CEA Saclay, 91191 Gif-sur-Yvette

Aux périodes anciennes, l'homme constitue une ressource énergétique centrale. Il n'existe de celle-ci que des vestiges indirects permettant de calculer l'énergie musculaire : déchets, objets et structures. Au mieux, dans de rares cas, savons-nous combien d'hommes ont été impliqués dans la réalisation d'une tâche, donnée par ailleurs souvent sujette à caution. Dans notre domaine, de la mine aux ateliers métallurgiques, cette force humaine intervient à plusieurs étapes de la chaîne opératoire. Pour la quantifier, le recours à l'expérimentation est indispensable et nécessite le croisement entre une démarche analogique classiquement utilisée en archéologie expérimentale et la mesure du mouvement pour apprécier l'énergie humaine dépensée pour la réalisation d'une tâche. Il s'agit donc d'approcher ici une réalité qui, bien que clairement perçue, nous échappe encore dans sa quantification.

Trois étapes nécessaires à l'obtention des métaux ont été étudiées dans cette séquence expérimentale. Elles prennent place tout au long de la production: l'extraction du minerai et la frappe monétaire en passant par la minéralurgie. Avant le début du XVII^e siècle et l'introduction des explosifs en Europe (Pierre, 1991), l'extraction des minerais se fait selon deux grandes techniques : par l'outil ou par le feu. À l'outil, c'est le couple marteau et pointerolle qui domine. Par le feu, l'usage du bois a été repéré depuis la protohistoire. La technique à l'outil n'utilise que de l'énergie humaine tandis que la technique par le feu nécessite une énergie thermique ainsi qu'une énergie humaine pour purger la paroi et finaliser l'extraction. Ainsi la question de la disponibilité du combustible rentre en ligne de compte dans le choix de la technique, à côté de la nature de la roche. Cette étude propose de comparer quantitativement les deux modes d'extraction. L'approche expérimentale par abattage au feu a été réalisée de longue date et un jeu de données se trouve déjà disponible, alors que notre réflexion sur l'abattage à l'outil (avec ou sans feu) nécessite un recours à de nouveaux essais. Les énergies mesurées seront donc celles développées par le bois et lors de la frappe de la pointerolle par le marteau, car ce geste est le plus énergivore. Nous ne tiendrons pas compte de l'énergie engagée par le mineur dans le cadre d'une simple purge, car l'expérience montre qu'elle est minime et intègre notre marge d'erreur.

Première étape de la minéralurgie, le concassage est indispensable dans le processus d'enrichissement du minerai. À travers le Moyen Âge et la Renaissance, différentes techniques ont été utilisées et sont développées. Les sources d'énergie ont alors changé avec les méthodes employées. Comprendre les dépenses énergétiques induites par ces différentes méthodes, c'est alors comprendre la raison de leur usage. Dans cette séquence expérimentale, seul le concassage au marteau sera étudié, que ce soit pour du minerai riche ou pauvre. L'énergie mesurée provient alors de l'homme. À l'instar de l'étude sur l'abattage seul, l'énergie nécessaire au déplacement du marteau lors d'une frappe sera mesurée, car il s'agit du poste de dépense le plus important.

La troisième technique étudiée est la frappe monétaire manuelle. L'énergie dépensée par un monnayeur est une donnée intéressante pour comprendre les logiques de production monétaire. Elle caractérise la fatigue du monnayeur. Ici aussi, l'énergie mesurée va être celle d'une frappe, c'est-à-dire l'énergie dépensée par l'expérimentateur pour frapper le coin mobile avec le marteau. En plus de la mesure de l'énergie, cette expérimentation permet de quantifier la force au moment de l'impact. La comparaison de la force et de l'énergie nécessaire pour réaliser le geste permet de mettre en lumière l'efficacité d'une frappe et donc la maîtrise du geste par l'expérimentateur. Cette expérimentation va avoir lieu sur des

deniers bractéates. Des monnaies fines ne nécessitant pas une grande dépense énergétique lors de la fabrication. Cette approche expérimentale, ici encore inédite, espère pouvoir apporter des éléments de réflexion à nos collègues numismates pour ce qui touche à la quantification de la production monétaire. Elle engage à nouveaux frais les travaux expérimentaux portés par Thomas Faucher (Faucher *et al.*, 2009) sur la production monétaire.

1 Matériel et méthode d'acquisition de la donnée

Plusieurs techniques existent pour mesurer l'énergie dépensée par un homme lors d'une activité physique. Elles sont pour la plupart coûteuses et demandent un appareillage lourd incompatible avec un travail en mine ou sur la plateforme d'archéologie expérimentale. La solution qui a été retenue pour cette séquence expérimentale est l'usage d'un accéléromètre triaxial fixé sur le poignet de l'expérimentateur. Cette méthode est peu coûteuse et simple à mettre en place. Cependant, elle ne permet de mesurer que l'énergie dépensée par le mouvement du bras, mais cela suffit pour obtenir une étude comparative des techniques observées. Par ailleurs, elle nécessite l'installation d'une caméra filmant l'expérimentateur de profil durant son action à une fréquence de 60 images par seconde.

Il s'agit de l'accéléromètre METAMOTIONRL développé par MBientlab. Il communique via Bluetooth avec l'application MetaBase. Pour chacune des expérimentations, les données de l'accéléromètre et du gyroscope ont été collectées par Bluetooth à une fréquence de 100 Hz. Le mouvement est aussi capturé par vidéo à l'aide d'une caméra filmant à 60 images par seconde.

Les données de l'accéléromètre ont été traitées par un programme python utilisant les bibliothèques classiques. Pour l'étude des vidéos, nous avons utilisé le logiciel Kinovéa.

2 Traitement des données

Initialisation et changement de référentiel

Les données brutes en sortie de l'accéléromètre ne sont malheureusement pas directement exploitables. L'accélération est exprimée dans le référentiel du capteur et tient aussi compte de l'accélération de pesanteur. Afin de corriger ces deux éléments, nous avons utilisé les données du gyroscope présent dans le capteur afin d'exprimer l'accélération dans un référentiel terrestre. Pour ce faire les angles d'Euler¹⁷⁰ sont convoqués afin de calculer les matrices de rotation à chaque instant (Figure 176)¹⁷¹.

Cependant ce repère est celui dans lequel a été initialisé le capteur. Les axes ne sont donc pas orientés dans le référentiel terrestre souhaité (l'axe z à la verticale). Pour modifier cela, il faut de nouveau réaliser un changement de repère avec comme angle d'Euler :

- $\alpha_t = \arcsin\left(\frac{a_x}{g}\right)$
- $\beta_t = \arccos\left(\frac{a_z}{\cos(\alpha_t g)}\right)$
- $\gamma_t = 0$

¹⁷⁰ Nous avons fait le choix d'utiliser les angles d'Euler plutôt que les quaternions pour des raisons de lisibilité. En outre nous ne tombons pas dans les cas de blocage des angles d'Euler.

¹⁷¹ Le traitement de donnée a été inspiré par : Janota A. *et al.*, Improving the Precision and Speed of Euler Angles Computation from Low-Cost Rotation Sensor Data, Sensor, 2015, Vol.15 (3), p 7016-7039

Ces angles nous permettent ainsi de calculer une matrice de rotation appliquée à toutes les mesures d'accélération.

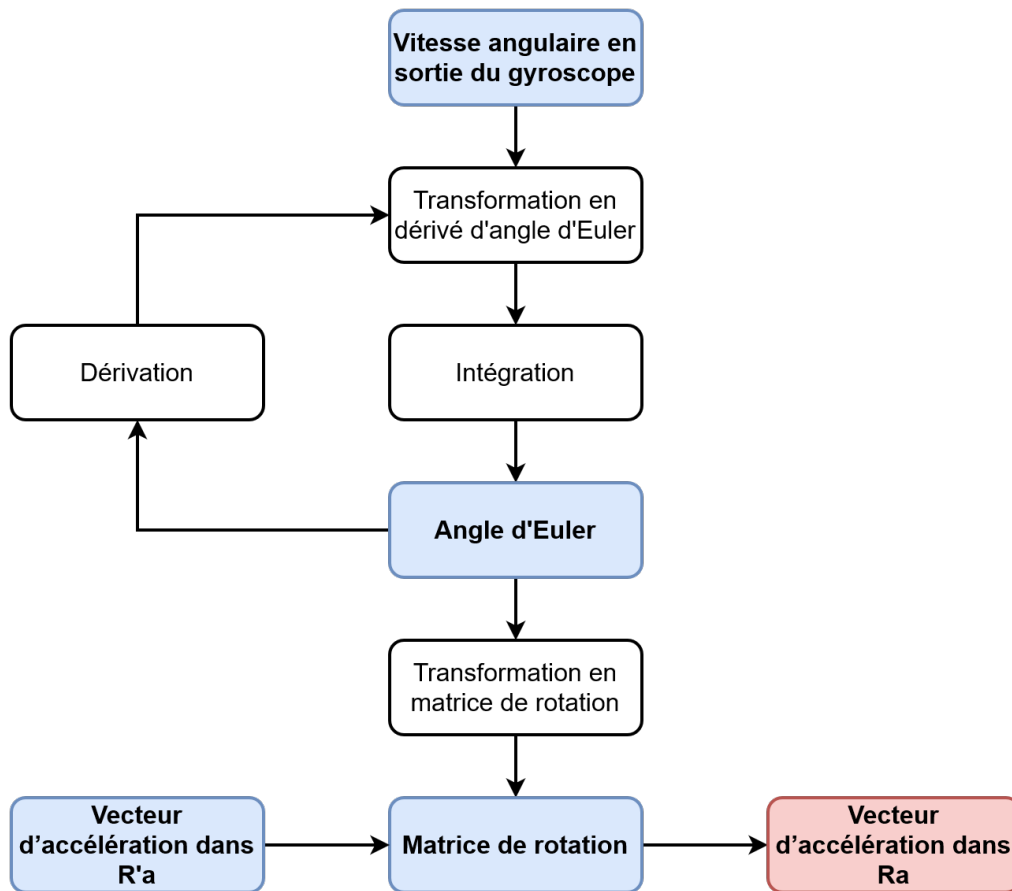


Figure 176, méthode de calcul pour le changement de repère de l'accélération du référentiel du capteur ($R'a$) au référentiel du capteur à $t=0$ (Ra)

3 L'abattage

Protocoles

Matériel

Les outils utilisés pour l'abattage ne sont pas exactement ceux utilisés par les mineurs au Moyen Âge. Pour le marteau, il est complexe de détecter sur les sites archéologiques les marteaux de mineurs. Seuls ceux retrouvés en mine peuvent être identifiés comme tels avec quelques certitudes. Ces objets en contexte sont rares. Trois marteaux ont été retrouvés en mine à Sainte-Marie-aux-Mines en Alsace (Schnitzler, 1990) et un en Lorraine dans la Mine de la fontaine des chouettes (Grandemange, 1991) leur masse est comprise entre 1,3kg et 2kg. Pour des raisons de disponibilité des outils, nous avons utilisé un marteau de 2kg pour cette expérimentation. Le second outil utilisé par les mineurs au Moyen Âge est la pointerolle. Ne possédant pas ce type d'outil, nous avons utilisé dans cette séquence expérimentale un burin à pointe diamant.

Abattage au marteau et à la pointerolle.

Les expérimentations d'abattage à l'outil se sont déroulées sur le site de Castel-Minier (Ariège), la roche étant trop dure sur la plateforme de Melle pour pratiquer ce type d'abattage. Sur ce site ariégeois, deux lieux ont été sélectionnés pour réaliser l'expérimentation : une paroi de quartzite en extérieur et un front de taille en schiste dans la mine Lauqueille. Dans le cas de la mine Lauqueille, le front de taille choisi a l'avantage d'être au contact direct d'une chatière permettant une prise de vue de profil de l'expérimentateur.

L'expérimentation nécessite l'installation d'une caméra filmant l'expérimentateur de profil durant toute la durée de l'expérimentation à une fréquence de 60 images par seconde. L'accéléromètre est placé au poignet de la main tenant le marteau à l'aide d'un bracelet. Il est connecté en Bluetooth avec l'application MetaBase où sont réglés les paramètres de fréquence et de type de mesures souhaitées. L'utilisation de l'accéléromètre nécessite une initialisation : l'expérimentateur maintient son poignet à l'horizontale pendant 10s après avoir lancé la mesure sur l'application. L'abattage peut alors commencer (**Erreur ! Source du renvoi introuvable.**). Afin d'éviter une accumulation d'erreur trop importante, les mesures à l'accéléromètre sont limitées à quelques minutes. Il est donc nécessaire de faire plusieurs mesures durant l'expérimentation. Après une dizaine de minutes d'abattage, l'expérience est arrêtée. La roche abattue est récoltée et pesée.



Figure 177, initialisation du capteur, extraction marteau-pointe-rolle

Dans ce protocole, un unique expérimentateur a réalisé l'abattage. Il a peu d'expérience avec le couple marteau - pointe-rolle et pratique du sport de haut niveau.

Abattage au feu.

Les expérimentations d'abattage au feu ont eu lieu sur la plateforme de Melle. La roche y est dure (calcaire silicifié) ce qui a historiquement impliqué le recours à l'extraction au feu. Le lieu choisi d'abattage est en extérieur dans un renfoncement de la paroi (*Figure 178*). Pour cette expérimentation, trois essais ont été réalisés.



Figure 178, lieu d'expérimentation pour l'abattage au feu

À chaque essai un bûcher de 60kg de bois est monté, accolé à la roche, puis allumé. Aucune action n'est menée jusqu'à ce que le feu s'éteigne faute de combustible. La roche qui s'est détachée de la paroi est alors récupérée et pesée. Un premier travail de purge au marteau de la paroi est réalisé. Cette énergie humaine n'a pas été mesurée, car négligeable devant les autres. Seuls des éléments déjà très fragilisés se détachent à ce stade. La roche est à nouveau collectée et pesée.

Après cette purge, la paroi est attaquée à l'outil pour abattre la roche fragilisée par le feu, mais tenant encore correctement à la paroi (étape indispensable ne serait-ce que pour revenir sur une roche saine qui subira à nouveau le feu). Dans le cadre de cet abattage, l'énergie humaine est mesurée. Le protocole de mesure est identique à celui pour l'abattage au marteau et à la pointerolle. La seule différence vient du temps d'expérimentation. Dans cette séquence expérimentale, l'abattage s'arrête lorsque la roche ne se détache plus de la paroi sous les coups de l'outil, et qu'elle sonne claire. La roche extraite est alors récoltée et pesée.

Dans ce protocole il y a eu deux mineurs-expérimentateurs. Deux hommes, faisant du sport et ayant une expérience relative de l'abattage sur le site de Melle.

Une fois les données obtenues, il faut les traiter. Tout d'abord avec les étapes décrites dans la partie précédente pour avoir des données d'accélération dans le référentiel terrestre, puis pour calculer l'énergie humaine dépensée lors d'un essai. Chaque frappe est identifiée afin d'en calculer l'énergie.

Nous utilisons pour cela l'accélération angulaire selon l'axe z. Le critère d'un début de frappe est une accélération angulaire passant d'une valeur négative à une valeur positive. L'usage de l'axe z se justifie, car le mouvement des frappes aussi bien sur une pointerolle que, dans le cas qui suivra, sur un coin monétaire est un mouvement qui est majoritairement dans le plan xy. Une fois l'instant du début de la frappe et de la fin de la frappe identifiée, les valeurs d'accélération sont extraits pour chacune des frappes. Afin d'éviter de détecter des mouvements qui ne sont pas liés au geste technique, ces instants sont supprimés par analyse vidéo.

L'accélération présente une dérive temporelle. Afin de contrer celle-ci, nous avons supprimé toute composante continue sur chacune des frappes. En effet, si l'on suppose le mouvement périodique alors la valeur moyenne de l'accélération lors d'une frappe est nulle. Nous obtenons ainsi les données d'accélération pour chacune des frappes (Figure 179).

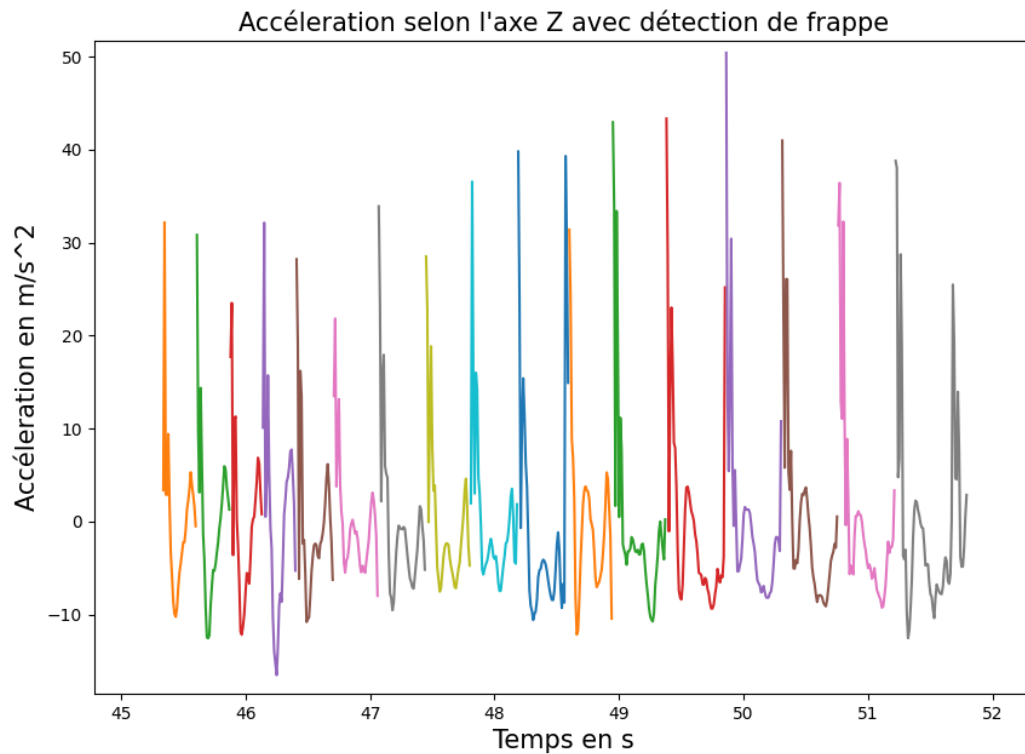


Figure 179, accélération pour chaque frappe sur une partie du signal

Pour ce dernier point, nous allons calculer le travail de la force développée par l'individu (W). Nous n'avons pas accès à cette donnée directement. Nous utiliserons donc le théorème de l'énergie cinétique :

$$\frac{dE_c}{dt} = \sum P$$

Avec E_c L'énergie cinétique et P les puissances intervenant dans le système.

Dans notre cas seule la puissance liée à la pesanteur (P_{E_p}) et la puissance due à la force humaine (P_W) interviennent. On a donc :

$$\frac{dE_c}{dt} = P_W + P_{E_p}$$

$$P_W = \frac{dE_c}{dt} - P_{E_p}$$

Or on sait que :

$$W = \int_A^B P_W dt$$

D'où :

$$W = \int_A^B \frac{dE_c}{dt} dt - \int_A^B P_{E_p} dt$$

Avec :

- $E_c = \frac{1}{2}mv^2$
- $P_{Ep} = mg \frac{dh}{dt}$

Avec v la vitesse, g la constante de pesanteur, m la masse de l'ensemble bras outil et h la hauteur.

Nous calculons alors le travail humain :

$$W = \int_A^B \frac{1}{2}m \frac{dv^2}{dt} dt - \int_A^B mg \frac{dh}{dt} dt$$

Nous obtenons alors le travail fourni par l'homme pour chaque frappe (*Figure 180*).

Comment calculer la masse en action réunissant le bras et le marteau ?

Les mouvements étudiés ici se limitent à l'usage d'un bras. Le système que nous étudions se résume alors au bras et à l'outil. La masse m de cet ensemble peut s'écrire alors : $m = m_{\text{outil}} + m_{\text{bras}}$. La masse de l'outil est facile à obtenir. Ce n'est pas le cas d'un bras. Ne pouvant accéder directement à cette valeur sans réaliser d'action éthiquement discutable, nous devons utiliser des tables publiées dans la littérature. Nous utiliserons ici les tables proposées par Paolo De Leva (De Leva, 1996). Ces tables présentent le pourcentage massique de chaque segment du corps humain. Dans les cas des membres, le pourcentage compte pour les deux. Il est important de noter que ces tables peuvent être faussées pour les sportifs de haut niveau, les enfants, les personnes hors standard de poids... (Damavandi M. *et al.*, 2009). Le pourcentage massique d'un membre supérieur pour un homme est de 2.47% et pour une femme de 2.25%.

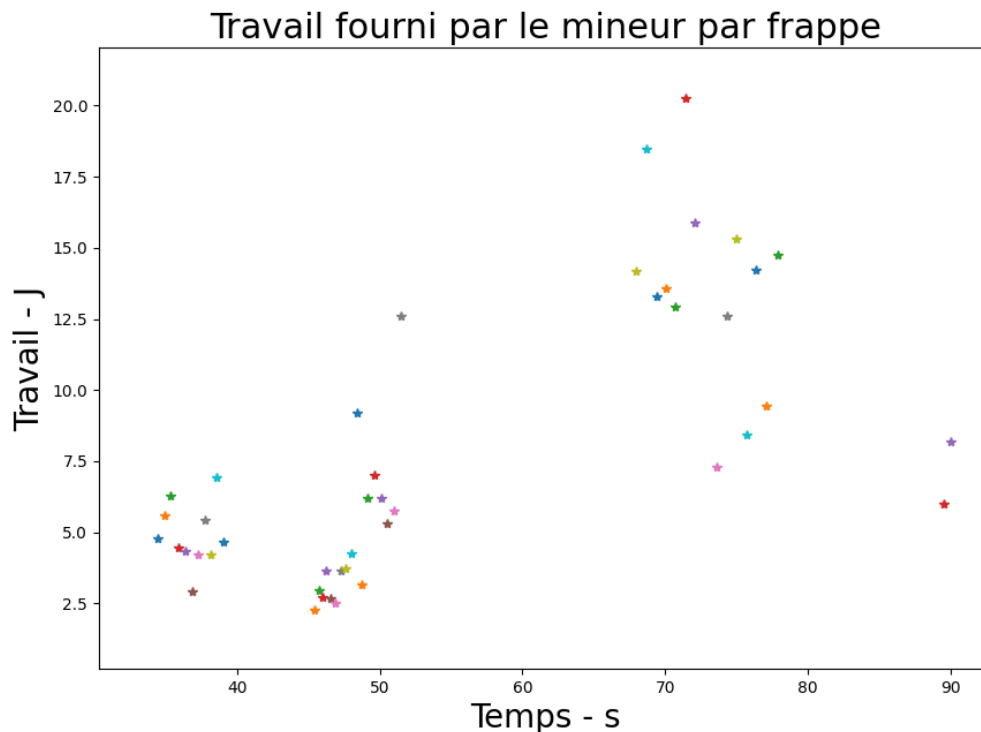


Figure 180, exemple de travail fourni par l'expérimentateur pour chaque frappe détectée

Essais et résultats

L'énergie humaine dépensée par kilogramme de roche abattue dépend de chaque essai réalisé (Figure 182). Elle varie entre 110 J et 500 J pour un kilogramme abattu.

Pour l'abattage à l'outil, deux essais expérimentaux se sont déroulés sur le site de Castel-Minier, sur deux roches différentes par un unique expérimentateur. Pour le quartzite, qui a une dureté de 7 sur l'échelle de Mohs, l'énergie dépensée pour obtenir un kilogramme de roche est de 280J.kg⁻¹. Pour le schiste, d'une dureté de 3.5-4, on obtient une valeur de 500J.kg⁻¹.

Trois essais d'abattage au feu ont été réalisés durant cette expérimentation. La masse abattue par essai est similaire, entre 62kg et 68kg.

	Essai 1	Essai 2	Essai 3
Masse de bois utilisée (kg)	46	60	60
Masse abattue au feu (kg)	40	40	43
Masse abattue à l'outil (kg)	22	29	25
Masse totale abattue (kg)	62	69	68
Expérimentateur	1	2	2
Énergie humaine par kg (J/kg)	255	110	164
Masse abattue au feu / Masse de bois	0.87	0.67	0.72

Figure 181, résultats des essais d'abattage au feu

On peut alors résumer l'ensemble de ces essais (Figure 182).

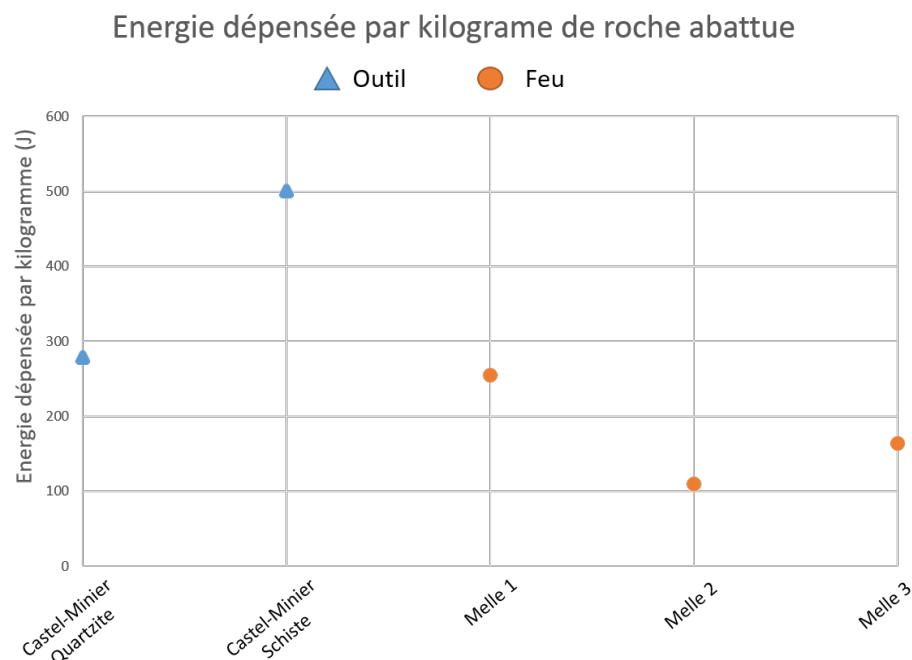


Figure 182, énergie dépensée par un mineur-expérimentateur lors d'un abattage à l'outil ou au feu

Discussion

Dans le cadre de l'abattage au marteau et à la pointerolle, la seule énergie dépensée dont nous tenons compte dans cette étude est celle dépensée par l'homme. Les deux essais menés ont donné une énergie dépensée par kilogramme est de 280J.kg^{-1} pour le quartzite et de 500J.kg^{-1} pour le schiste. Ce résultat est surprenant. En effet l'abattage à la pointerolle dans une roche dure telle que le quartzite devrait nécessiter une énergie plus importante que lorsque le mineur travaille sur une roche plus tendre comme le schiste. Ce résultat peut s'expliquer par les conditions expérimentales. L'essai sur le quartzite a eu lieu en extérieur, sur une surface soumise aux intempéries et donc déjà fragilisée. Tandis que l'essai sur le schiste a pris place en mine, à trente mètres sous terre sur un front de taille, la roche est alors préservée et la mesure plus juste. Ces expérimentations nous permettent donc d'avoir une borne basse de l'énergie dépensée par kilogramme dans le cas d'un abattage à la pointerolle.

Il est possible d'appliquer cette donnée sur la base de données issues des travaux sur la mine de Pampailly qui regroupent des données à fois archéologiques et archivistiques (Benoit, 1997). En considérant une avancée de 30 cm par jour dans une galerie de 0.5m par 2m, le volume de roche à abattre est de 0.3m^3 , soit pour une paroi en schiste 900kg. L'énergie dépensée sur la journée pour l'abattage est donc d'environ 360kJ.

Le cas de l'abattage au feu est plus complexe. Deux sources d'énergie interviennent dans ce type d'abattage : l'énergie thermique issue de la combustion du bois et l'énergie humaine. Les expérimentations antérieures à cette étude ont montré empiriquement que si un feu était efficace, le travail à l'outil par la suite le sera moins. Les données récoltées cette année sur les abattages au feu tendent à confirmer cette impression. L'énergie humaine dépensée est d'autant plus importante que le rendement massique "masse de roche abattue au feu sur masse de bois utilisé" est élevé (*Figure 181*).

Afin de pouvoir comparer les dépenses énergétiques des différentes techniques, nous avons défini une unité fonctionnelle, un kilogramme de galène. En utilisant les taux de minerai observés dans le gisement de Melle (TÉREYGEOL (F.), 2018), il en ressort que l'obtention de cette unité fonctionnelle nécessite l'abattage de 11.7 kg de roche. Nous pouvons donc calculer l'énergie nécessaire pour abattre une telle masse de roche (*Figure 183*).

Type d'abattage	Au feu	À l'outil
Énergie totale (kJ)	175500	4.7
Énergie humaine (kJ)	1.4	4.7
Masse de bois (kg)	11.7	0

Figure 183, énergie nécessaire pour obtenir un kilogramme de galène

4 Le concassage du minerai

Deux types de concassage au marteau sont étudiés ici. Chacun correspond à deux richesses de minerai différentes et aux vestiges retrouvés sur deux sites archéologiques. Pour les minerais riches, cette étude reposera sur la chaîne opératoire observée sur le site de Castel-Minier. L'emplacement d'un moulin, ainsi qu'un ensemble de meules indique la présence d'un moulin à minerai sur le site exploité au XVe siècle (Téreygeol, 2021). Dans ce cas-là le concassage est nécessaire pour obtenir une granulométrie adéquate pour insérer le minerai pauvre en galène dans le moulin. Connaissant les dimensions des meules ainsi que de l'anille, la granulométrie est estimée : environ deux centimètres de diamètre.

Dans le cas d'un minerai plus riche, le concassage participe directement à l'enrichissement du minerai comme en attestent les vestiges retrouvés sur le site de la mine carolingienne de Melle. Ici, une granulométrie précise n'est pas recherchée. Le but est de séparer le minerai du stérile. Cette méthode de

concassage demande moins d'énergie que de savoir-faire. De nombreuses enclumes ont été retrouvées en fouilles, permettant ainsi de comprendre le geste. Ainsi, de précédentes expérimentations menées sur la plateforme expérimentale de Melle ont permis de retrouver le geste à travers le concassage. Il est intéressant de noter que ces expérimentations ont laissé des traces similaires à celles retrouvées sur les vestiges. La roche stérile servant d'enclume présente une cavité ou plus liée au travail de concassage.

Matériel et méthode

Matériel

Ne connaissant pas les caractéristiques des marteaux utilisés par les anciens, le marteau utilisé pour le concassage dans cette séquence expérimentale est identique à celui utilisé dans le cadre de l'abattage. Sa masse, de deux kilogrammes, est telle que le travail est efficace sans être trop pénible. Dans le cas du concassage d'un minerai peut riche, un autre morceau de minerai est utilisé en temps qu'enclume. Pour le concassage de type mellois, une enclume de pierre retrouvée en contexte archéologique a été utilisée.

Le matériel lié à la mesure du mouvement est identique à celui présenté précédemment.

Expérimentateur

Un même expérimentateur a réalisé les deux essais de concassage présentés ici. Il a été choisi pour sa pratique du concassage. La séparation du minerai et du stérile nécessite un certain savoir-faire afin d'être efficace. Ainsi dans le cadre de cette expérimentation seule, une personne ayant déjà pratiqué le geste peut être pertinente.

Protocole

L'expérimentateur est équipé de l'accéléromètre porté sur un bracelet de montre. La capture de l'accéléromètre est réglée sur une fréquence de 100 Hz pour les mesures gyroscopique et d'accélération. Après la période d'initialisation requise, l'expérimentateur est libre de concasser le minerai comme il l'entend tout en respectant la granulométrie attendue pendant une durée de 10 min. L'ensemble de l'expérimentation est enregistré en vidéo haute fréquence (60Hz).

Après le temps écoulé, les minerais et le stérile sont triés et pesés.



Figure 184, concassage de roche pauvre en minerai



Figure 185, concassage de roche riche en minerai

Résultat et discussion

Les deux expérimentations se distinguent par la masse de roche traitée dans le temps imparti et l'énergie moyenne par frappe. Le concassage d'une roche riche en minerai demande un travail de précision. Les frappes nécessitent moins d'énergie : 2.2 J par frappe. La vitesse de travail est aussi plus faible : 1.2 kg en dix minutes. A contrario, le travail sur une roche pauvre en minerai permet des frappes plus fortes et donc requérant plus d'énergie : en moyenne 5.7 J par frappe, et un travail plus rapide. L'expérimentateur a concassé 5 kg en deux minutes. Pour faciliter la comparaison entre les méthodes, nous avons calculé l'énergie dépensée pour concasser 1kg de roche (*Figure 186*). Il est intéressant de noter que la fréquence de frappe, d'environ 1 Hz, est restée identique lors des deux expérimentations.

Richesse du minerai	Énergie par frappe (J)	Masse traitée en 10 min	Énergie (J) par kg	Puissance (W)
Riche	2,2	1,2	807	1,6
Pauvre	5,7	5	451	3,7

Figure 186, dépenses énergétiques et puissance mise en jeu dans le concassage

Au vu de cette différence, nous pouvons nous interroger si la nature du stérile influence l'énergie dépensée. Dans le cas du minerai Mellois le stérile est composé de dolomite silicifiée dont le Bond Work Index¹⁷² est de 12.4 kWh.t⁻¹. Pour cette roche riche en minerai, il faut aussi tenir compte que l'index de la galène qui est de 12.9 kWh.t⁻¹. (Bond, 1952) Tandis que la roche prélevée à Castel-Minier est constituée pour majorité de quartzites dont le Bond Work Index est de 10.6 kWh.t⁻¹. Les variations de la valeur de cet index entre les roches sont assez faibles pour qu'on ne puisse pas imputer à la nature de la roche la variation de dépense énergétique. Cette dernière est donc causée par la différence de technique¹⁷³.

5 La frappe de monnaie

La dernière étape de cette étude est la frappe monétaire. Elle ne s'inscrit pas dans un contexte historique ou archéologique, mais reste purement méthodologique. Il s'agit d'explorer un nouveau moyen de percevoir les efforts du monnayeur et l'impact du geste sur la qualité des inscriptions. Ce geste simple donc le succès est quantifiable à travers le produit fini, permet aussi d'ouvrir une réflexion sur l'expérience et l'efficacité des expérimentateurs.

Frappe de bractéates (protocole 1)

Les monnaies frappées sont des bractéates dont les flans ont été préparés dans le cadre de l'expérimentation de Petr Hruby (voir dans ce même rapport). Le coin dormant n'est pas gravé et recouvert d'un disque de cuir. Le coin mobile est lui gravé. L'ensemble est frappé avec une masse de deux kilogrammes.

Ce protocole se caractérise par la diversité des expérimentateurs (*Figure 187*). En tout cinq expérimentateurs ont frappé au moins une monnaie. Trois des expérimentateurs (n°1,2,3) ont de l'expérience¹⁷⁴ pour la frappe de monnaie tandis que les deux autres (n°4 et 5) n'avaient jamais réalisé

¹⁷² L'indice de Bond décrit l'énergie nécessaire à la comminution du minerai dans un cadre spécifique, généralement d'un broyeur à boulets et pour des granulométries spécifiques. Ici, l'idée n'est pas d'utiliser tel quelle ces valeurs, mais de comparer la broyabilité des matériaux afin d'interpréter aux mieux nos données expérimentales.

¹⁷³ Les incertitudes systématiques de mesures ont été limitées en gardant le même expérimentateur ainsi que le même matériel pour les deux expérimentations. Cependant d'autres incertitudes, notamment liée aux limites du capteur ou à la maîtrise du geste sont à garder en mémoire lors de la comparaison quantitative des techniques de concassage.

¹⁷⁴ L'expérience des expérimentateurs reste relative. S'ils ont déjà frappé des monnaies, cela reste un geste occasionnel.

cette tâche. Pour chaque expérimentateur, l'accéléromètre a été fixé sur le poigné tenant la masse. Une caméra filmant à 60 images par seconde est installée afin de capter l'ensemble du mouvement.

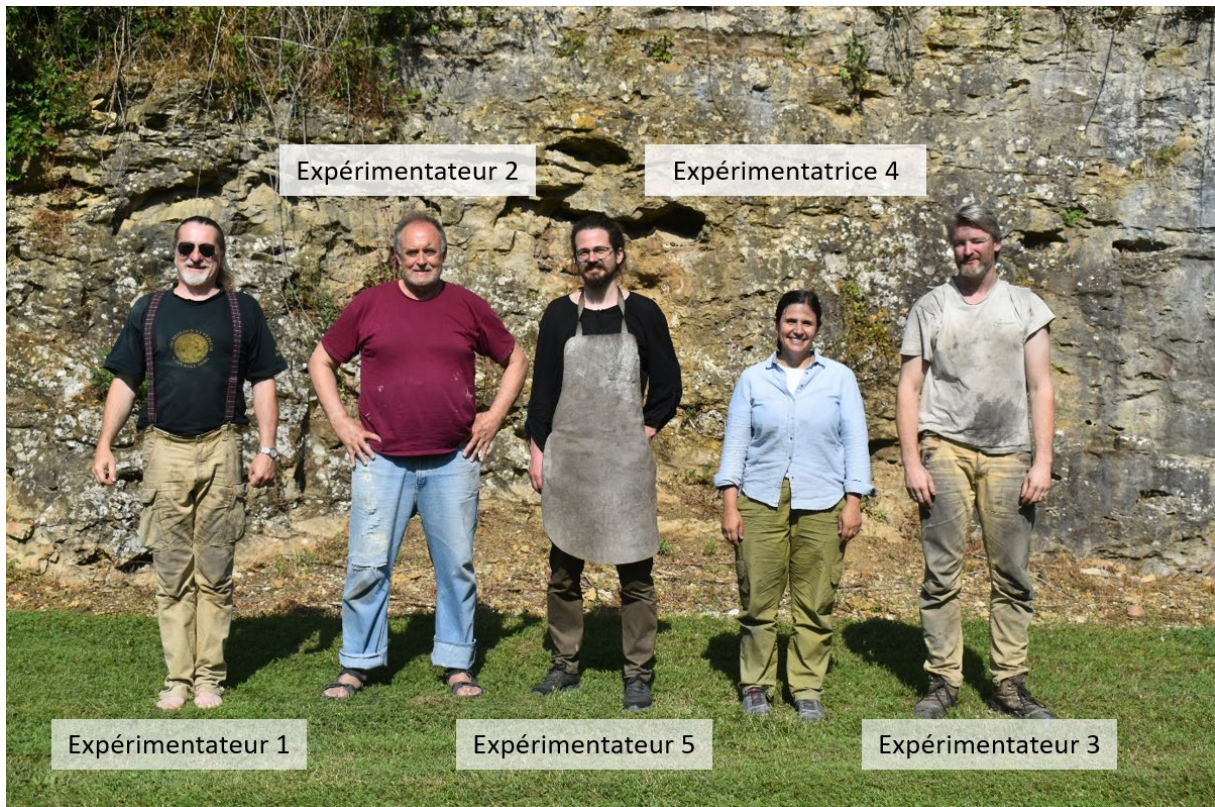


Figure 187, expérimentateurs pour la frappe de bractéates

L'expérimentation commence par une initialisation du capteur : la mesure est lancée depuis le téléphone et l'expérimentateur maintient son poigné à l'horizontale pendant 10s. Ensuite le flanc est placé sur le coin du dormant, posé sur une enclume en plomb, et recouvert du coin mobile. L'expérimentateur maintient les deux coins tandis qu'il frappe à l'aide du marteau (*Figure 188*). Il est libre de frapper comme il l'entend et le nombre de fois qu'il estime nécessaire. La monnaie est ensuite récupérée et observée pour savoir si elle a été correctement marquée. Lors de certaines frappes deux ou trois flans ont été placés dans entre les coins.



Figure 188, frappe de monnaie avec utilisation d'un accéléromètre pour estimer l'énergie dépensée

Une fois les données obtenues, il est nécessaire d'y appliquer le traitement décrit pour les autres étapes de la chaîne opératoire pour calculer l'accélération dans le référentiel terrestre. Les frappes se sont alors identifiées¹⁷⁵ et l'énergie peut être calculée comme cela a été décrit précédemment.

Le but de cette étude était aussi de calculer la force au moment de l'impact du marteau sur le coin¹⁷⁶. Cette donnée utilisée couramment est facile à appréhender. Cela permettrait de mieux appréhender la mise en forme de monnaie. Cependant son calcul à partir des données d'un accéléromètre est loin d'être aisé. Au moment où le marteau heurte le coin, le système étudié se complexifie. Un bilan d'énergie permet de comprendre cette difficulté :

$$\Delta E_c + \Delta E_p = E_d$$

Avec ΔE_c la variation d'énergie cinétique entre l'instant avant l'impact et celui après, ΔE_p la variation d'énergie potentielle entre ces deux instants qui est nulle dans ce cas-là et E_d l'énergie dissipée dans le choc.

L'énergie dissipée au moment du choc ne peut pas se résumer à l'énergie transmise (E_t) par le marteau au coin. Une partie de l'énergie se dissipe aussi dans le rebond du marteau (E_r) ainsi que dans le bras du monnayeur (E_b). Ainsi l'équation décrivant le bilan d'énergie s'écrit comme :

$$\Delta E_c = E_t + E_r + E_b$$

Cette équation possède alors trop d'inconnues pour être résolue. Nous ne pouvons donc pas calculer simplement l'énergie transmise au coin. Pour éviter cet écueil, nous pouvons décrire le système l'instant avant l'impact. La grandeur proposée n'est pas directement liée à la force au moment de l'impact, mais permet une comparaison quantitative entre les différents gestes. La grandeur choisie pour décrire le système est la quantité de mouvement (q) selon z dans le référentiel terrestre. Elle se définit comme le

¹⁷⁵ Les frappes ne sont pas détectées de façon automatique. Les gestes de préparations avant la frappe, propres à chaque expérimentateur, empêchent de décrire informatiquement le début et la fin du geste.

¹⁷⁶ Ce type de mesure ne peut se faire grâce à une presse hydraulique, cette dernière applique une force de façon quasi statique, tandis que la déformation est dynamique dans la chaîne opératoire de la fabrication d'une pièce. Il est alors nécessaire de faire une mesure de force dynamique.

produit de la vitesse et de la masse d'un objet. La masse de l'ensemble 'bras+marteau' est connue. La vitesse en z se calcule par intégration de l'accélération selon ce même axe.

Résultats

En tout, il y eut 8 essais de frappe de monnaie. Pour la majorité des essais, une seule monnaie à la fois a été frappée sauf pour les monnaies 2 et 3 de l'expérimentateur 1.

L'énergie nécessaire par monnaie lors d'une frappe dépend du nombre de monnaies frappées simultanément et du nombre de coups nécessaire pour que la monnaie soit marquée. Ici nous regardons ainsi l'énergie par pièce et non par coup de marteau. L'énergie fournie par le monnayeur-expérimentateur varie entre 21 J et 52 J (*Figure 189*).

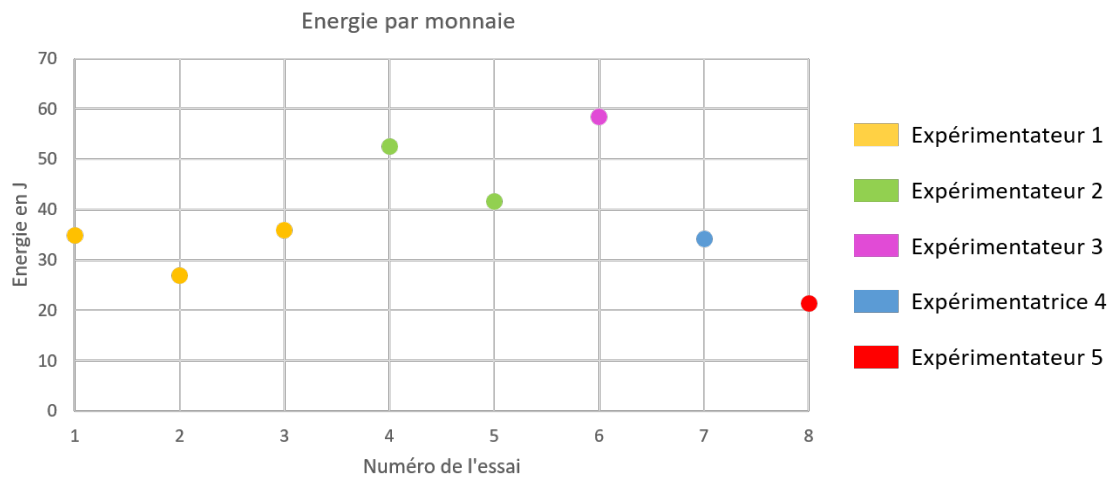


Figure 189, énergie dépensée par monnaie

La quantité de mouvement au moment de l'impact varie entre 3 kg.m.s^{-1} et 10 kg.m.s^{-1} pour une valeur moyenne de $XX \text{ kg.m.s}^{-1}$ (*Figure 190*). Les monnayeurs les plus expérimentés (Expérimentateur 1, 2 et 3) ont atteint les valeurs les plus importantes entre 4 kg.m.s^{-1} et 10 kg.m.s^{-1} . L'ensemble des monnaies ont été réussies ce qui semble montrer que les efforts déployés ont souvent été trop importants par rapport à la tâche demandée.

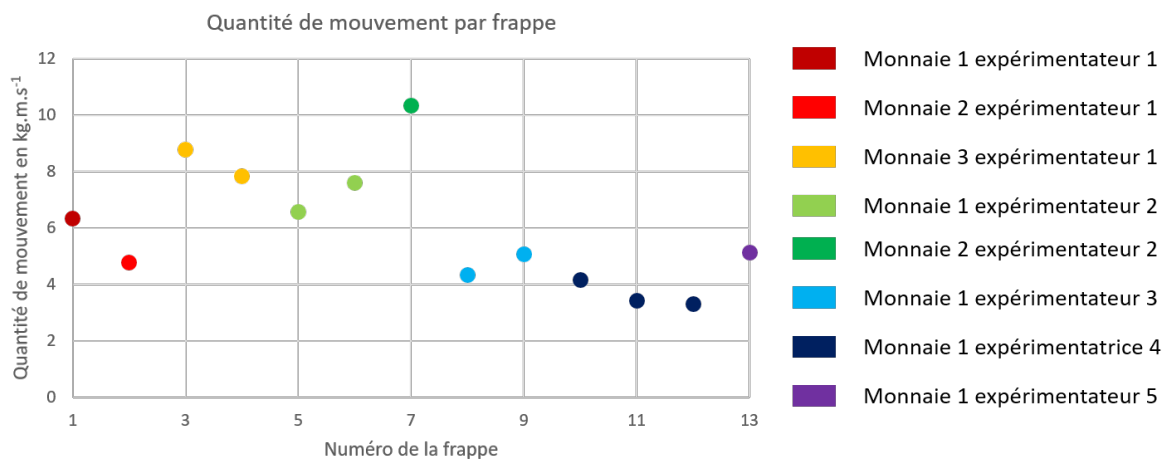


Figure 190, quantité de mouvement au moment de l'impact selon les frappes

Discussion

L'énergie dépensée pour de la frappe monétaire varie entre 21J et 52J par pièce avec une moyenne de 31J. Le facteur 2.5 entre les dépenses énergétiques s'explique majoritairement par le nombre de coups donnés sur un flan, variant entre un et trois, ainsi que le nombre de monnaies frappées simultanément (entre une et trois). L'optimum est alors de frapper une unique fois plusieurs flans. Cet optimum n'a pas été réalisé lors de l'expérimentation. Cependant le minimum d'énergie dépensée a été atteint lors de la fabrication de trois monnaies simultanément avec deux coups. L'empilage de flans n'est possible ici que grâce à la finesse du métal. Ce résultat ne peut donc pas être transposé sur d'autres pratiques.

Cette expérimentation souligne aussi l'importance de la maîtrise du geste sur la dépense énergétique. Les répétitions de frappes sont très énergivores. Elles sont dues à un mouvement mal exécuté, généralement un coup supposé trop faible par l'expérimentateur ou mal centré sur le coin mobile. Une meilleure maîtrise de la technique réduit donc l'énergie dépensée. Cette problématique est plus un problème expérimental. En effet les individus n'ont évidemment pas l'entraînement des monnayeurs aux périodes anciennes. On peut supposer que pour eux la technique était maîtrisée. Un entraînement de l'expérimentateur serait donc nécessaire, avec notamment la vérification de la mise en forme de la monnaie après une frappe afin de ne pas travailler en aveugle durant l'entraînement. Nous avons déjà vu l'importance de cet entraînement lors des travaux sur la frappe antique (Faucher et al., 2009).

L'énergie dépensée pour frapper une monnaie n'est pas directement liée à la quantité de mouvement à l'instant de l'impact. Il s'agit d'une question d'économie dans le geste et donc de sa maîtrise. Si l'on regarde le rapport entre l'énergie dépensée et la quantité de mouvement à l'instant de l'impact (Figure 191) on observe alors une indication de la maîtrise du geste, s'il l'on considère qu'un geste parfaitement exécuté tant vers une économie d'énergie. Les résultats sont étonnants, un même expérimentateur peut avoir des ratios très différents comme l'expérimentateur 1. Nous n'observons pas non plus de corrélation entre l'expérience des expérimentateurs et ce rapport. Il serait cependant imprudent de conclure définitivement sur un jeu de données aussi restreint. Le plein potentiel d'un expérimentateur ne peut s'exprimer que lorsqu'il est à l'aise avec le matériel et la position qui lui imposée, ce qui nécessite plus qu'une unique frappe de monnaie. Un protocole plus complet sur cet aspect a donc été mis en place l'année suivante.

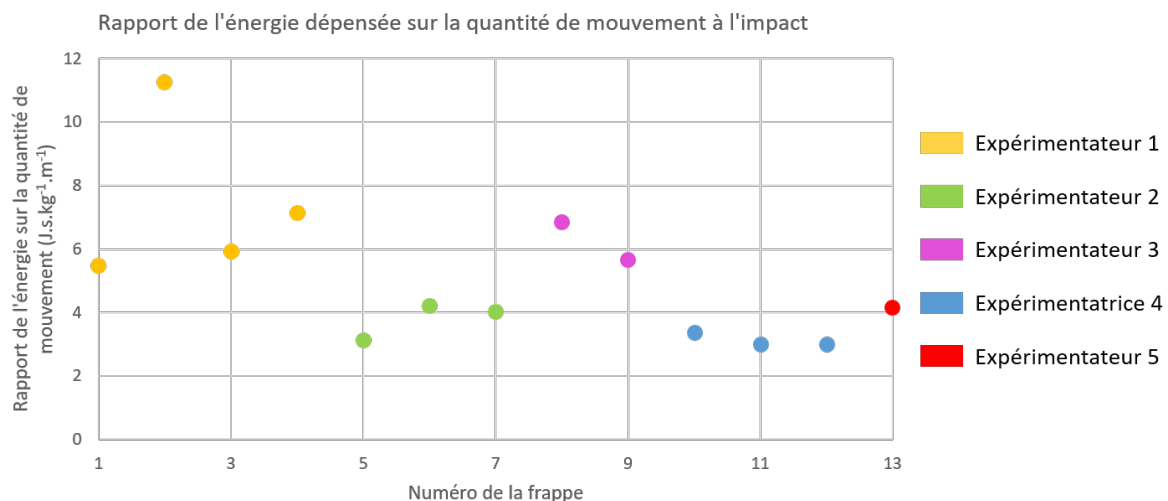


Figure 191, rapport entre la force au moment de l'impact du marteau et l'énergie dépensée pour la frappe

La quantité de mouvement nécessaire au marquage d'un flan reste difficile à évaluer avec ce protocole. Toutes les monnaies ont été réussies et certaines ont été frappées plusieurs fois. Nous ne pouvons pas alors avoir la limite de force entre une monnaie bien marquée et une qui ne l'est pas. À ce stade, nous

disposons au moins d'une première valeur basse. Un protocole spécifique à cette problématique est donc nécessaire.

Protocole 2

La deuxième année d'expérimentation sur la force et l'énergie du monnayeur nous a permis de mettre au point deux nouveaux protocoles. Ils répondent chacun à une problématique surgie lors de la précédente séquence expérimentale :

- Y a-t-il une corrélation entre efficacité et expérience ?
- Quelle est la force minimale pour frapper une monnaie ?

Le but de cette expérimentation n'est pas de répondre à une question précise sur une chaîne opératoire donnée, mais plutôt de proposer une nouvelle méthodologie qui pourra ensuite trouver sa place dans l'étude de la frappe monétaire à de nombreuses époques.

Pour les deux protocoles, trois expérimentateurs ayant divers degrés d'expérience ont participé (*Figure 192*). La première expérimentatrice n'a aucune expérience. Elle a été choisie pour son passé sportif lui permettant d'avoir la force nécessaire à l'exercice. Le deuxième expérimentateur n'a pas d'expérience dans la frappe de monnaie, mais ces connaissances en forges en font quelqu'un qui a l'habitude de manier le marteau sur de longues périodes. Le dernier expérimentateur est le plus habitué à cet exercice, il frappe environ mille monnaies par an. Dans l'objectif de préserver au maximum son efficacité, nous avons travaillé avec le matériel dont il a habituellement l'usage.

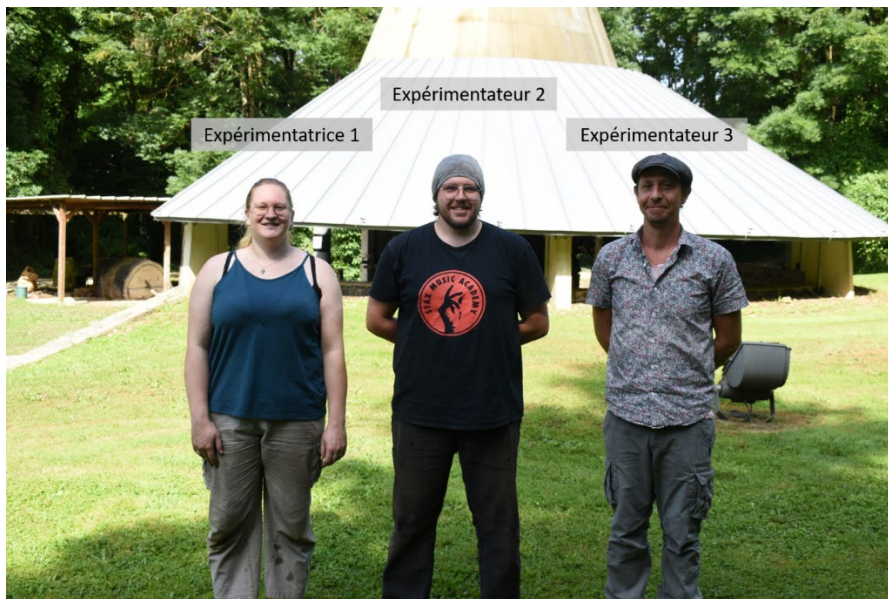


Figure 192, expérimentateurs impliqués dans la mesure de la frappe de monnaie (XP 2024)

Pour les deux protocoles, le matériel est resté identique. Un flan d'étain d'une épaisseur d'environ 0.8 mm, et d'un diamètre de 1.9 mm est frappé par une paire de coins gravés selon un dernier de Melle. La masse du marteau servant pour la frappe est de 1450g. Au matériel de monnayeur se rajoute le matériel nécessaire à la prise de mesure qui est identique à celui déjà présenté dans ce rapport (*Figure 193*).



Figure 193, installation pour la mesure de la force et de l'énergie lors de la frappe de monnaie (XP 2024)

On peut alors résumer les trois protocoles de frappes monétaires dans le tableau suivant :

Problématique	Approche exploratoire	Expérience et efficacité	Force minimale
Nombre d'expérimentateurs	5	3	3
Type de monnaie	Bractéate	Denier Mellois	Denier Mellois
Masse du marteau (kg)	2	1,45	1,45
Consigne sur les frappes	Aucune	Aucune	Variation de force
Nombre de monnaie par expérimentateur	Entre 1 et 6	5	6
Année de l'expérimentation	2023	2024	2024

Figure 194, résumé des protocoles de frappe de monnaie

6 Résultats et discussion

Les monnaies issues du protocole permettant de mesurer l'efficacité des expérimentateurs ont toutes été un succès. Elles sont bien frappées, et leurs inscriptions sont lisibles. L'ensemble des mesures ont donc pu être utilisées dans l'étude de l'efficacité. Nous avons quantifié l'efficacité comme le rapport de l'énergie dépensée dans le geste sur la quantité de mouvement au moment de l'impact. Ainsi, plus la valeur est faible, plus le geste a été efficace. Ce rapport varie entre $3.5 \text{ J.s.m}^{-1}.\text{kg}^{-1}$ et $10 \text{ J.s.m}^{-1}.\text{kg}^{-1}$. On note clairement sur le graphe (Figure 195) que les expérimentateurs ont une efficacité différente. L'expérimentateur 2 est le plus efficace avec un rapport variant entre $3.5 \text{ J.s.m}^{-1}.\text{kg}^{-1}$ et $4.5 \text{ J.s.m}^{-1}.\text{kg}^{-1}$. L'expérimentatrice 1 est la moins efficace avec des valeurs variant entre $5.25 \text{ J.s.m}^{-1}.\text{kg}^{-1}$ et $10 \text{ J.s.m}^{-1}.\text{kg}^{-1}$. Ce classement d'efficacité est à l'image de l'expérience des monnayeurs, non pas avec ce geste, mais avec le maniement du marteau. En effet, l'expérimentateur 3 est celui qui a le plus l'habitude du geste, mais il ne l'emploie pas sur de longues durées. Tandis que l'expérimentateur 2 de par ces travaux de forge a une plus grande expérience du maniement du marteau.

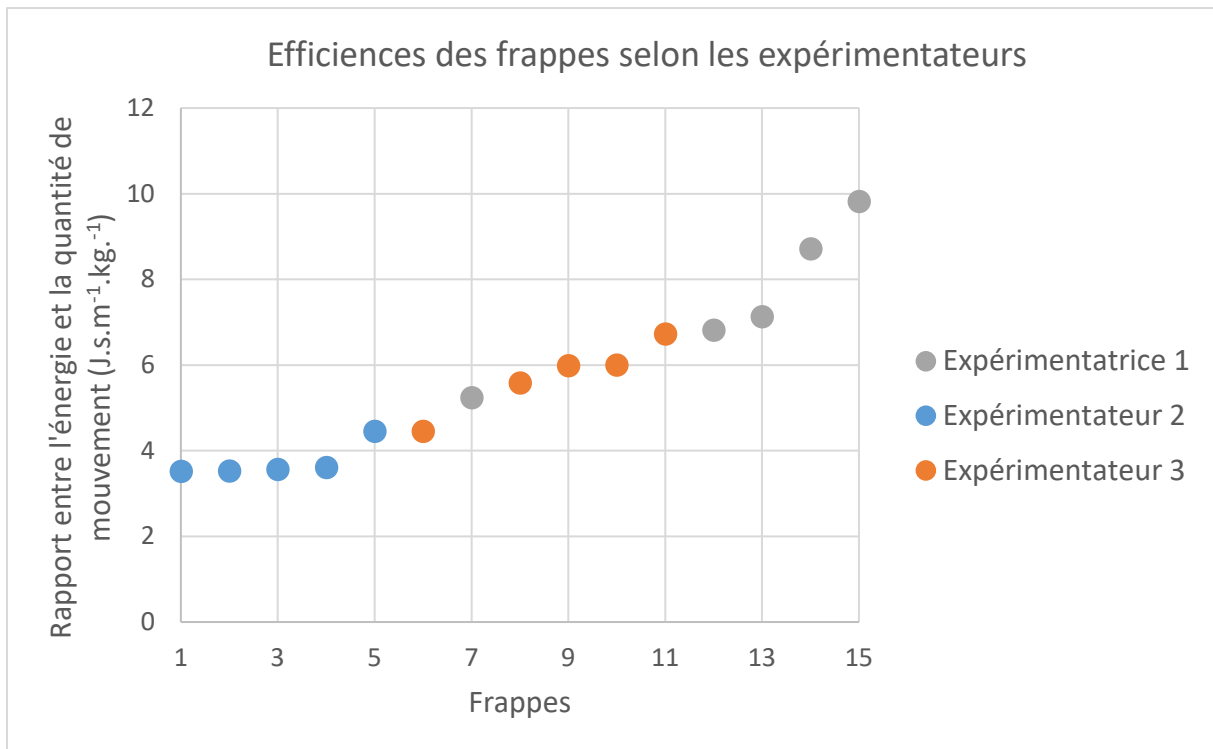


Figure 195, efficacité des frappes selon les expérimentateurs

Les monnaies obtenues à l'issue de la séquence expérimentale sont observées et notées en fonction de la qualité de leur marque (Figure 196). Une note de 1 correspond à une monnaie dont l'inscription est nette et particulièrement marquée. La note 2 est donnée aux monnaies dont l'inscription est lisible, mais moins marquée. Enfin, la note de 3 s'applique aux monnaies dont on peine à lire l'inscription.



Figure 196, notation des monnaies en fonction de la qualité de l'inscription

Tous les expérimentateurs n'ont pas réussi à fournir des pièces de chaque qualité. Une étude préliminaire des données issues des frappes de l'expérimentatrice 1 à montrer que le manque d'expérience était rédhibitoire pour ce type d'expérimentation. En effet, le geste déjà peut assurer c'est détérioré avec les demandes de variations de force. Les monnaies ne sont pas frappées sur l'ensemble de leur surface (Figure 197). Pour deux impacts de force identique, l'énergie permettant la déformation est plus importante sur une surface réduite. Les pièces sont donc nécessairement plus marquées que ce qu'elles auraient dû être si elles avaient été frappées sur l'ensemble de leur surface.



Figure 197, monnaie partiellement frappée

L'expérimentateur 2 a réussi à frapper des monnaies de qualité 2 et 3, tandis que l'expérimentateur 3 a fourni des monnaies de chaque qualité. Du fait des capacités de l'expérimentateur 3 à varier sa force tout en frappant correctement les monnaies, un nombre plus important de frappes lui a été demandé. On peut représenter la quantité de mouvement au moment de l'impact et la qualité de la monnaie sur un même graphe (Figure 198). Les monnaies de plus haute qualité correspondent à une plus grande quantité de mouvement (entre 4 kg.m.s⁻¹ et 6 kg.m.s⁻¹). Les monnaies de qualité moyenne sont comprises entre 3 kg.m.s⁻¹ et 2.2 kg.m.s⁻¹. Les monnaies avec une qualité basse correspondent à une quantité de mouvement moindre. Il semble donc qu'il est possible de lier quantité de mouvement et qualité d'une frappe.

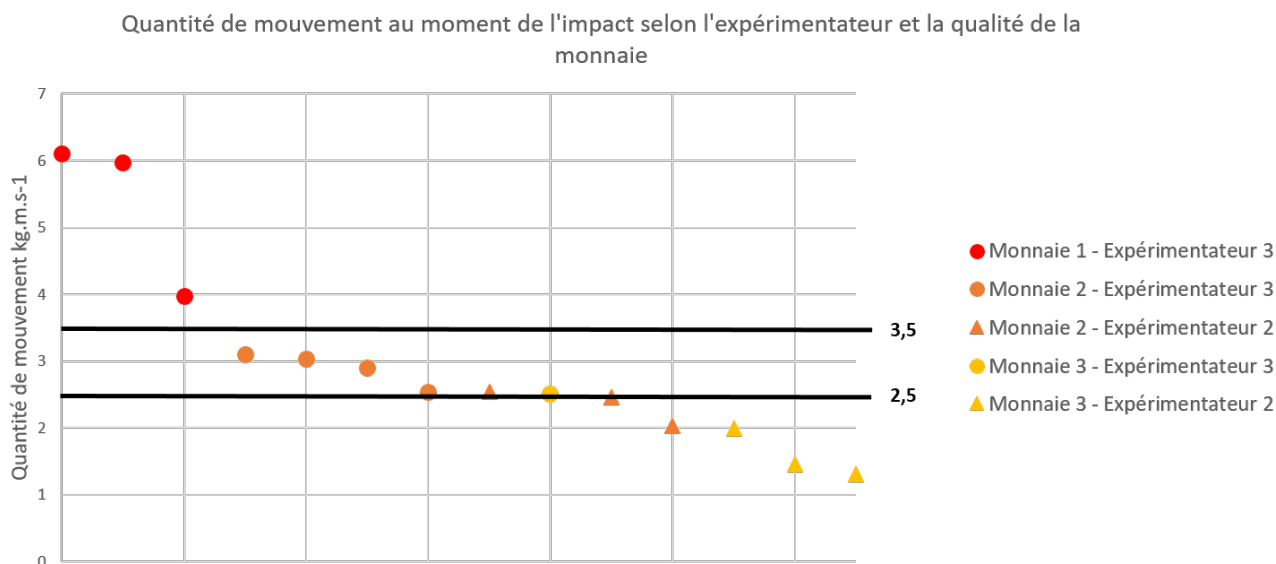


Figure 198, quantité de mouvement à l'instant de l'impact selon l'expérimentateur et la qualité de la monnaie

Conclusion

La méthode de mesure de l'énergie dépensée par un expérimentateur lors de la production de métaux s'est révélée fructueuse. Les résultats sur l'abattage sont concluants et confirment les résultats qualitatifs réalisés précédemment. Cette étude a permis de quantifier les dépenses énergétiques des deux méthodes d'extraction employées dans les mines anciennes. La technique n'utilisant que l'outil est demandeuse en énergie humaine. Elle nécessite environ 4 kJ pour extraire un kilogramme de minerai. Elle permet un avancement du front de taille compris entre 10 cm et 30 cm selon la dureté de la roche et la maîtrise technique des mineurs. L'usage du feu quant à lui est plus énergivore. L'abattage au feu nécessite

l'utilisation conjointe de deux énergies : environ 1.10^5 kJ d'énergie thermique provenant de la combustion du bois et 2 kJ d'énergie humaine pour obtenir un kilogramme de minerai. À cela s'ajoute l'énergie nécessaire au transport du bois en mine. L'avancement de l'abattage au feu est inférieur à 3 cm par jour.

Ainsi, d'un point de vue énergétique, l'extraction à l'outil est préférable sauf quand la roche ne le permet pas. Cependant l'étude des vestiges archéologiques indiquerait que l'usage du feu peut être préféré à l'outil dans un souci d'économie d'énergie humaine. En effet, sous certaines conditions d'accès au front de taille, l'abattage au feu consomme moins d'énergie humaine que l'usage du marteau et de la pointerolle pour une unité fonctionnelle. Un plus grand nombre d'études si des roches de différentes duretés pouvaient permettre de mieux appréhender cette condition. Même s'il ne faut pas omettre que cette limite si elle a affecté les décisions des anciens, elle n'était en aucune perçue de façon quantitative.

De même que pour l'abattage, l'expérimentation sur le concassage du minerai offre une perception nouvelle d'une étape de la chaîne opératoire dont il reste peu de vestiges. Elle montre l'influence du choix technique et du produit final sur la dépense énergétique. Ainsi l'expérimentateur dépense 450 J.kg⁻¹ pour la comminution du minerai pauvre contre 800 J.kg⁻¹ pour du minerai riche. Cependant le traitement du minerai pauvre ne s'arrête pas à cette étape, vient alors s'ajouter l'énergie hydraulique permettant de faire tourner le moulin à minerai.

Les expérimentations sur la frappe de monnaie ont prouvé le bon fonctionnement de la méthode, à la fois sur la dépense énergétique que sur la création d'un critère de maîtrise du geste. Dans ces expérimentations, l'énergie minimale dépensée pour produire une bractéate est de 21J et pour un denier 18J. L'étude expérimentale autour du denier a permis de poser une première réflexion sur la quantité de mouvement minimale nécessaire à la frappe de cette monnaie, soit 2.5 kg.m.s⁻¹. Elle a aussi permis de mieux comprendre et de pouvoir quantifier l'expérience d'un expérimentateur. Elle met ici en lumière l'influence de la maîtrise de l'outil devant l'habitude plus restreinte d'un geste précis ou d'un corps sportif.

Ainsi avec ces trois exemples pris tout au long de la chaîne de production de l'argent, on entrevoit la possibilité de quantifier pour la première fois la dépense énergétique à deux postes de travail. Les limites de ces approches sont connues : maîtrise du geste, nature des matériaux et des outils. Pour autant nous touchons là une dimension du travail qui jusqu'à présent nous échappait totalement.

Ce travail a donné lieu à deux communications dans des colloques : *Ça frappe pour moi* qui s'est déroulé à Melle, France en Juin 2024 et *Archaeologia historica* qui s'est déroulés à Brno, République Tchèque en septembre 2023. Il a aussi donné lieu à un article : Florence Maqueda, Nicolas Florsch, Florian Téreygeol. THE ECONOMICS OF MEDIEVAL MINING BY FIRESETTING OR WITH CHISEL: THE ISSUE OF ENERGY. *Archaeologia historica*, 2024, 1, pp.193-208.

Bibliographie

BENOIT P.,1997: La mine de Pampailly, XVe–XVIIIe siècles: Brussieu–Rhône, DARA., 1997

BOND F.C., The third theory of comminution, *Trans Am. Inst. Min. Eng.*, 193, 1952, 484-494

DAMAVANDI M., BARBIER F., LÉBOUCHER J., FARAHPOUR N., ALLARD P., Effect of the calculation methods on body moment of inertia estimations in individuals of different morphology, *Medical engineering & physics*, 2009, Vol.31 (7), p.880-886

DE LEVA P., Adjustments to Zatsiorsky-Seluyanov's segment inertia parameters, *Journal of biomechanics*, 1996, Vol.29 (9), p.1223-1230

FAUCHER T., TEREYGEOL F., BROUSSEAU L., ARLES A., A la recherche des ateliers monétaires grecs : l'apport de l'expérimentation, *Revue Numismatique*, 165, 2009, 43-80

GRANDEMANGE J., Les mines d'argent du duché de Lorraine au XVI^e siècle Histoire et archéologie du Val de Lièpvre (Haut-Rhin), 1991

PIERRE, F., Vallée de la Moselle (Vosges). Mines d'argent et de cuivre, *Archéologie médiévale* 21(1), 1991, 409

SCHNITZLER B., Vivre au Moyen-Âge : 30 ans d'archéologie médiévale en Alsace, Les musées de la ville de Strasbourg, 1990

TÉREYGEOL F., La place de l'expérimentation dans l'étude des procédés métallurgiques anciens, HDR, 2018, p 57-60

TÉREYGEOL (F.) (dir), *Le Castel-Minier (Aulus-les-Bains)*, Fouilles programmées, rapport intermédiaire, tapuscrit, SRA Occitanie, 2021.

XIV Production des laitons à l'aide de cuivre produit expérimentalement : quantifier et qualifier

2024

Chanal L.* , Téreygeol F.** , Becerra M. F.*** , Sarah G.*

*CEB-IRAMAT, CNRS, Université d'Orléans

** IRAMAT, NIMBE, CEA, CNRS, Université Paris-Saclay, CEA Saclay

*** CONICET, Universidad Nacional de La Plata, Museo de La Plata, Argentine

L'utilisation du four de cémentation durant la session expérimentale de 2024 a été l'occasion d'approfondir nos recherches sur les procédés de fabrication du cuivre et de ses alliages, en testant la cémentation de cuivres produits expérimentalement durant la session de 2023.

La cémentation du cuivre a déjà fait l'objet d'expérimentations antérieures (Doridot *et al.* 2006, expérimentations menées ces dernières années autour des vestiges du Clos-Paul à Charleville-Mézières...), mais toutes ont été réalisées à partir de cuivres industriels.

Le succès des réductions de minerais cuprifères réalisées ces dernières années (voir *supra*) nous offre un stock de cuivres expérimentaux non négligeable, qui a permis la réalisation de ces cémentations. Nous entrons ici dans une nouvelle dimension de nos réflexions sur la production des cuivres puisque la totalité des matériaux employés est maîtrisée : le minerai a été collecté par nos soins et les cuivres sont issus de procédés expérimentaux que nous avons conduits. Il s'agit d'une première dans le domaine des métallurgies secondaires sur le métal rouge.

Notre principale problématique lors de cette démarche inédite a été la suivante : est-il possible d'approcher les compositions des alliages cuivreux archéologiques ? Au-delà de la volonté de mieux appréhender leurs procédés de fabrication aux époques anciennes, l'objectif sous-jacent est de constituer un référentiel d'alliages cuivreux issus de minerais connus, afin d'établir des comparaisons de compositions avec du mobilier archéologique.

1 Le protocole

La préparation des cuivres

Les cuivres (essais 1, 2, 3 et 4) ont été coulés en lingots et martelés avant la cémentation, tandis que les bronzes (essai 5) ont été coulés en plaques et laminés avant d'être placés dans le creuset (Figure 199), à raison de 2 à 7 lingots par creuset, selon les quantités de métal disponibles. Les épaisseurs des lingots placés dans les creusets varient de 4,3 à 5,4 mm pour les cuivres, et de 1,8 à 2,6 mm pour les bronzes. Cette étape de préparation a été l'occasion d'observer le comportement du cuivre au cours de refontes, et donc d'entamer une réflexion sur l'affinage du cuivre.

À défaut d'avoir à disposition des creusets neufs, ces refontes ont été réalisées dans des creusets en plombagine ayant déjà servi pour des fontes de cuivre.



Figure 199, lingots placés verticalement dans le ciment, avant remplissage du creuset

La refonte des cuivres 1, 2, 3 et 4 afin d'en réaliser des lingots plus aisés à marteler ont permis d'entamer une réflexion sur le comportement des éléments lors de la refonte du cuivre.

Les refontes des cuivres 1, 2 et 3 ont entraîné une augmentation des teneurs en impuretés (Figure 200), très certainement lié au fait que le creuset utilisé avait déjà servi.

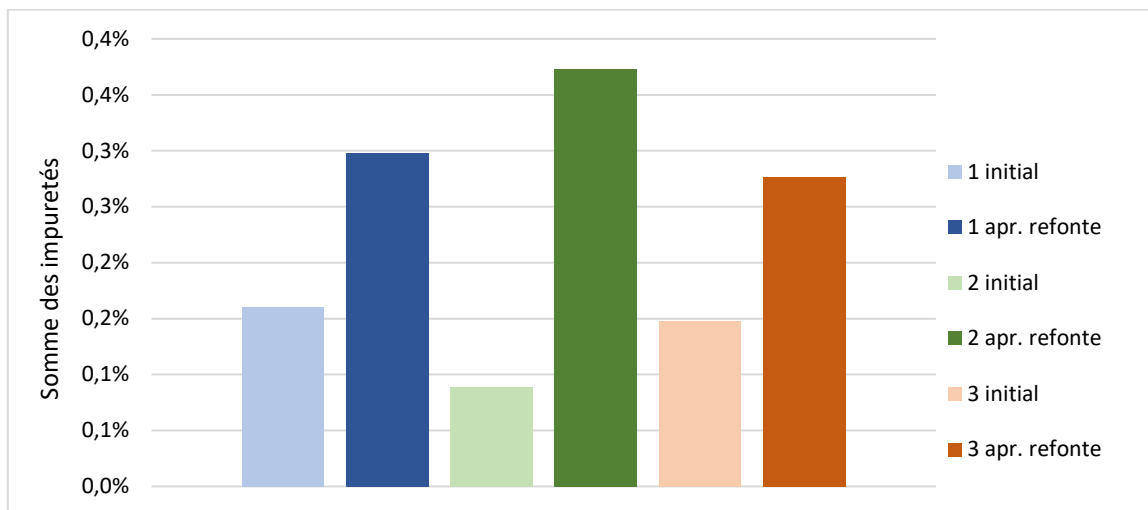


Figure 200, somme des impuretés pour les cuivres 1, 2 et 3, avant et après refontes.

La somme des impuretés prend en compte les éléments suivants : Sn, Zn, Pb, Fe, Co, Ni, As, Sb et Bi.

Le cuivre 4, issu d'une cofusion de malachite et de chalcopryrite, a fait l'objet de 4 refontes successives. En effet, le métal se cassait au martelage, certainement en raison de la forte présence de soufre dans l'échantillon. La teneur en impuretés augmente également après la première refonte, mais étonnamment, ne baisse pas significativement au cours des refontes successives (Figure 201). Plus spécifiquement, le soufre n'a pas été détecté lors de l'analyse du cuivre initial, baisse au cours des 3 premières refontes, mais sa proportion s'accroît au cours de la 4^e refonte (Figure 202).

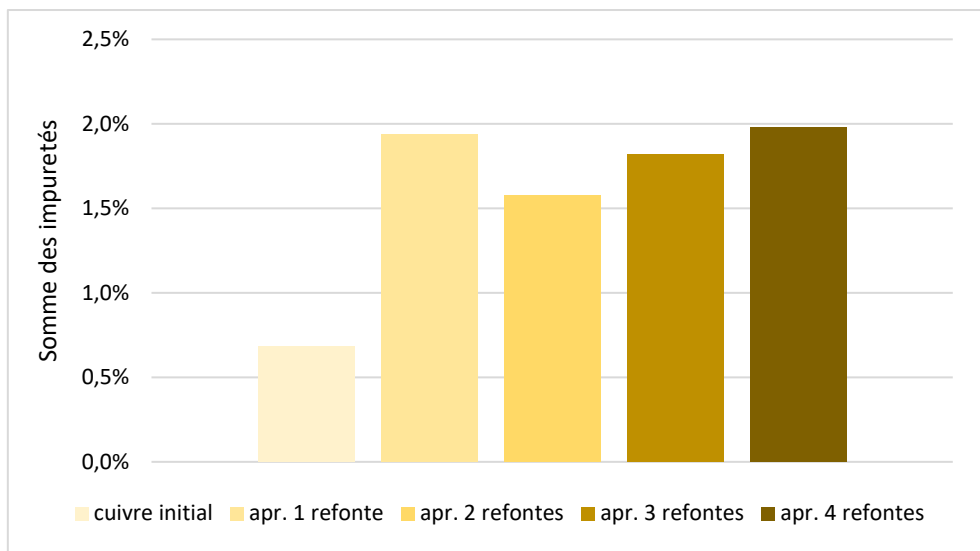


Figure 201, somme des impuretés pour le cuivre 4, avant et après les refontes successives.

(La somme des impuretés prend en compte les éléments suivants : Sn, Zn, Pb, Si, S, Fe, Co, Ni, As, Ag, Sb et Bi)

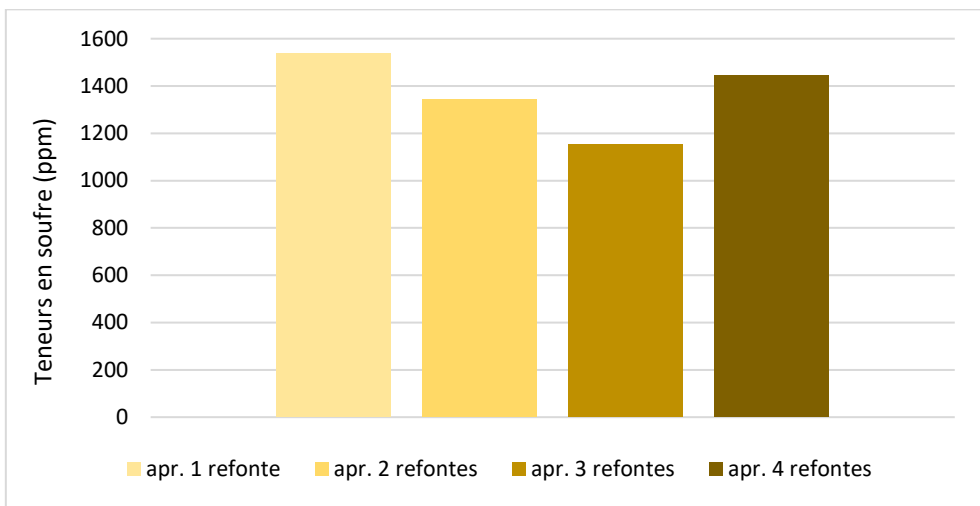


Figure 202, teneurs en soufre pour le cuivre 4 lors des refontes successives

Les creusets de cémentation

Notre protocole se fonde sur celui qui a été mis en place lors des expérimentations de cémentation en 2023 et 2024 (voir *supra*).

Les cémentations ont été réalisées dans des petits creusets (de 6 à 8 cm de hauteur, avec des ouvertures de 7 à 8 cm de diamètre) réalisés par François Peyrat (Figure 203), plus adaptés aux masses des métaux impliqués dans ces opérations.



Figure 203, creusets utilisés pour les cémentations

Après avoir installé les charges dans les creusets, ces derniers ont été scellés avec du lut, dont la composition comprend de la chamotte, de l'argile de Langeais, du crottin sec, du foin ainsi que de l'eau. Les creusets ont ensuite été placés au centre du four (Figure 204), sur des briques permettant de les surélever afin de les placer à la hauteur des bains liquides qui se forment généralement dans les plus gros creusets. Nos creusets ont été stabilisés par des fromages de lut.



Figure 204, vue de l'intérieur du four de cémentation avec les creusets mis en place pour la première chauffe

Les charges

Quatre creusets ont été placés dans le four durant la chauffe du 29 juin : trois contenant du cuivre issu de différentes réductions de malachite (essais 1, 2 et 3), et un contenant du cuivre issu d'une cofusion de malachite et de chalcopryrite (essai 4).

Au cours de la chauffe du four du 03 juillet, l'expérimentation a été réitérée avec un bronze à 89,6 % de cuivre et 9,8 % d'étain (essai 5).

Le minerai et le poussier utilisés pour la confection du ciment sont les mêmes que pour les cémentations menées dans les grands creusets. Hors du creuset, le ciment a été préparé comme suit (Figure 205).

Essais	Masse de métal dans le creuset (en g)	Masse de minerai dans le ciment (en g)	Teneur estimée du minerai	Masse supposée de zinc disponible (en g)	Pourcentage de masse du zinc par rapport à la masse de métal
1	20,5	16,4	40% Zn	6,6	32%
2	12,4	10	40% Zn	4	32%
3	15,3	12,2	40% Zn	4,9	32%
4	41,3	33	40% Zn	13,2	32%
5	180,3	164	40% Zn	65,6	36%

Figure 205, préparation du ciment

2 Les résultats obtenus

À la sortie des creusets

Pour les cinq essais réalisés, le scellement au lut a subsisté durant toute la chauffe, et peu de pertes de zinc ont été observées.

Les laitons récupérés ont partiellement changé de forme, mais ne se sont pas complètement liquéfiés, comme cela est le cas lors des cémentations réalisées dans les plus gros creusets. En termes d'apparence visuelle, les laitons 1, 2 et 3 sont ressortis avec une teinte rosée, tandis que le laiton 4 est beaucoup plus sombre.



Figure 206, laitons à droite avec cuivres issus d'une réduction de malachite, à gauche avec cuivres issus d'une cofusion de malachite et de chalcopryrite)

Les compositions obtenues

Laitons (essais 1 à 4)

Essais	Masse de métal av. cémentation (en g)	Masse de métal apr. cémentation (en g)	Zinc disponible (en g)	Estimation de la qualité du laiton obtenu en %mass de zinc
1	20,5	22,9	16,4	10,5%
2	12,4	13,4	10	7,5%
3	15,3	16,3	12,24	6,1%
4	41,3	46,7	33,04	11,6%

Figure 207, quantification de la production par la masse de métal récupérée après les cémentations

Des analyses compositionnelles par LA-ICP-MS ont été réalisées sur les produits issus des cinq cémentations. Les laitons obtenus possèdent des teneurs en zinc en moyenne de 2,4 %, 1,4 %, 1,6 % et 4,8 % (Figure 208). Ces faibles teneurs obtenues, en regard des 30 % de zinc fixés (voir *supra*) et des teneurs obtenues pour les cémentations réalisées dans les gros creusets peuvent être expliquées par le fait que les surfaces des lingots de cuivres n'ont pas été nettoyées de leurs oxydes avant la cémentation (Figure 209).

Essais	Cu	Zn	Sn	Pb	Al	Mn	Fe	Co	Ni	As	Ag	Sb	Bi
1	97%	2,4%	384	498	24	nd	277	2,9	5,6	13	70	64	0,6
1	97%	2,5%	273	218	nd	nd	182	3,3	6,0	8,4	82	50	0,5
1	97%	2,5%	173	214	2,3	19	237	3,0	5,6	10	39	24	0,2
2	98%	1,4%	179	537	9,4	21	437	4,3	6,3	10	57	12	0,3
2	99%	1,3%	192	336	6,6	24	367	4,3	6,8	10	57	18	0,3
2	98%	1,5%	291	348	8,5	28	358	4,2	6,5	11	40	29	0,3
3	98%	1,7%	201	147	6,2	16	220	2,6	5,7	4,5	73	11	0,3
3	98%	1,6%	286	174	5,9	41	209	2,5	5,8	9,3	73	31	0,1
3	98%	1,6%	86	188	13	10	493	2,6	5,9	5,3	31	8,7	0,1
4	95%	5,0%	82	711	nd	nd	861	3,3	9,4	21	17	17	1,0
4	96%	4,1%	211	448	nd	nd	798	3,1	9,0	22	37	20	0,5
4	95%	5,3%	176	617	1,1	19	803	3,0	8,9	24	32	9,1	0,4

Figure 208, résultats des analyses par LA-ICP-MS réalisées sur les produits des cémentations issus de la première chauffe

Le cuivre et le zinc sont en pour cent, les autres éléments en ppm.



Figure 209, exemple de lingots de cuivre avant cémentation. Il est possible de noter la présence d'une surface oxydée

On constate néanmoins des teneurs en zinc plus élevées pour les échantillons 4 (cuivre issu d'une cofusion de malachite et de chalcoppyrite) que pour les échantillons 1, 2 et 3 (cuivres issus de réductions de malachite). Les teneurs en soufre n'ont malheureusement pas été dosées lors des analyses réalisées

sur les cuivres avant cémentation, mais d'autres analyses réalisées sur les cuivres produits expérimentalement cette année montrent que les cuivres issus d'une cofusion de malachite et de chalcopryrite présentent des teneurs en soufre jusqu'à 10 fois plus élevées que ceux issus d'une réduction de malachite. Il est dès lors possible de s'interroger sur la corrélation entre la forte présence de soufre dans le cuivre initial et les teneurs en zinc obtenues à l'issue de la cémentation.

Des analyses compositionnelles par p-XRF ont également été réalisées sur la surface ainsi que sur une zone coupée permettant d'accéder au métal sain de chaque échantillon (Figure 210). Les résultats obtenus sur les coupes sont comparables aux résultats obtenus par le calcul réalisé avec les masses de métal récupérées après les expérimentations, tandis que les résultats obtenus sur les surfaces sont comparables aux résultats obtenus par LA-ICP-MS (Figure 211).

Essais	Localisation	Cu	Sn	Zn
1	Surface	98,3%	nd	1,5%
1	Coupe	86,3%	nd	13,2%
2	Surface	98,5%	0,0%	1,3%
2	Coupe	90,7%	nd	8,8%
3	Surface	98,3%	0,0%	1,5%
3	Coupe	88,3%	0,0%	11,4%
3	Coupe (centre)	88,2%	nd	11,5%
4	Surface	96,2%	nd	3,7%
4	Coupe	87,0%	nd	11,9%

Figure 210, résultats des analyses par p-XRF réalisées sur les surfaces et les zones de découpe des produits des cémentations issus de la première chauffe

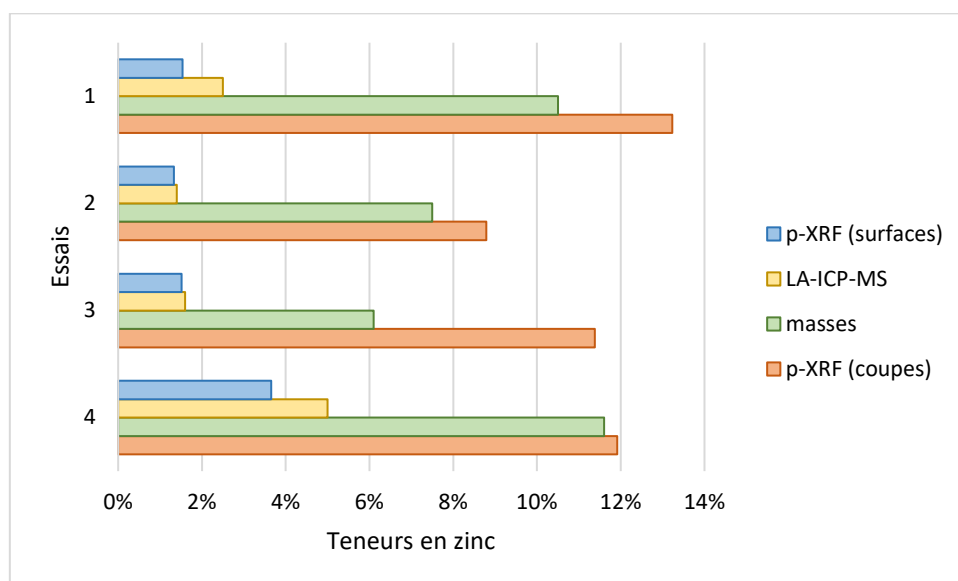


Figure 211, comparatif des teneurs en zinc obtenues par les analyses par LA-ICP-MS, p-XRF, et par les calculs réalisés avec les masses de métal récupérées après les expérimentations

Le calcul réalisé avec la masse du métal récupérée après la cémentation est le moyen le plus fiable pour connaître des teneurs en zinc réelles. Les analyses par p-XRF réalisées sur les coupes permettent également de s'approcher des teneurs en zinc, dans la mesure où le zinc a pénétré de manière homogène dans le lingot (Figure 212).



Figure 212, exemple d'un lingot de laiton après cémentation qui a été découpé. Il est possible de noter une surface dorée homogène au nouveau de la découpe

Apports d'impuretés

Pour l'ensemble des opérations, les teneurs en zinc des lingots placés dans un même creuset s'avèrent similaires, ce qui démontre une distribution homogène au sein de chaque creuset. Les opérations de cémentation sur les cuivres ont conduit dans l'ensemble à une augmentation des teneurs en étain, fer, argent et antimoine (Figure 213). Les cuivres 1, 2 et 3 présentent un enrichissement en étain, argent et antimoine, qui sont sans doute des apports du minerai utilisé. Mais cet enrichissement n'a pas lieu pour le cuivre 4 (issu de cofusion chalcopryrite-malachite) alors même que la charge en minerai de zinc est identique et le mode opératoire similaire. La nature du cuivre est donc en cause sans que nous puissions l'expliquer. Dans les 4 cas, nous observons une décroissance significative des taux de plomb et de bismuth sans que, là encore, nous puissions proposer d'explication.

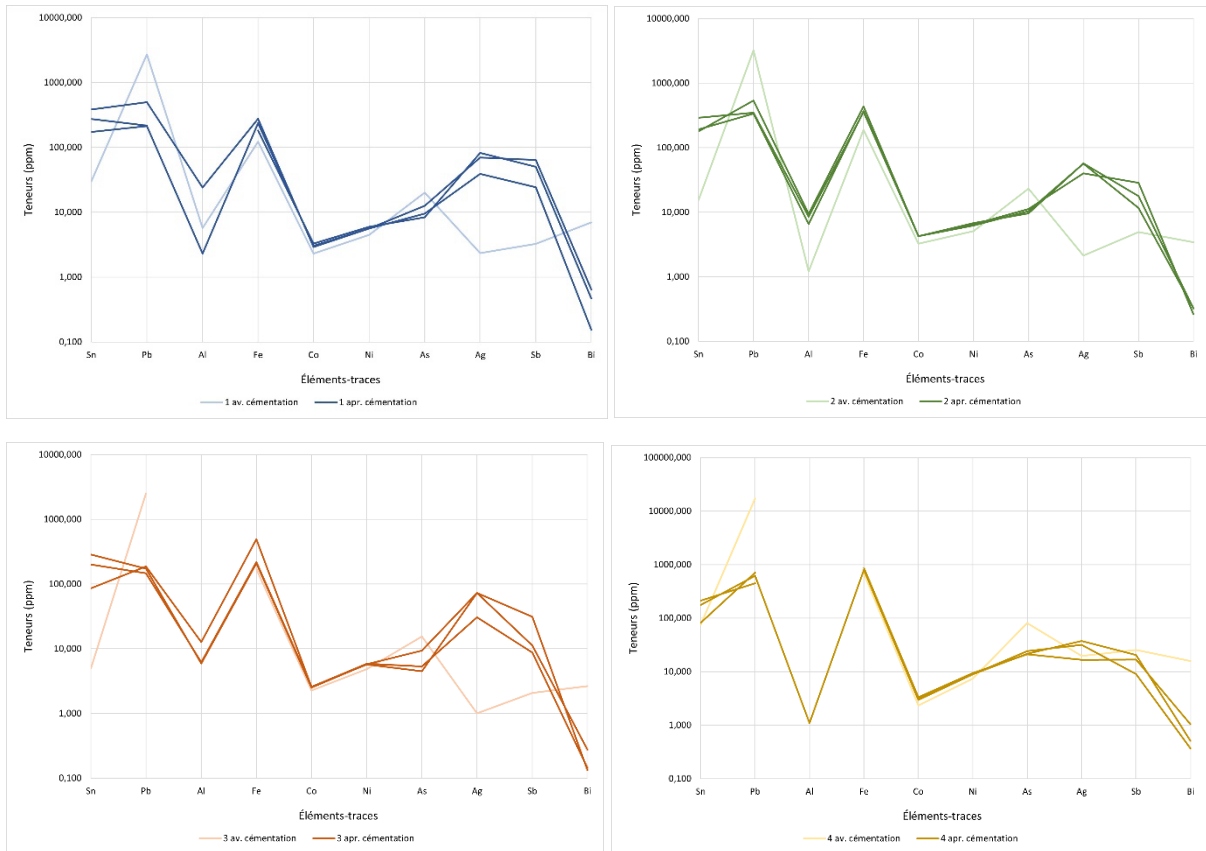


Figure 213, teneurs en éléments-traces des cuivres 1, 2, 3 et 4 avant et après cémentation (mais après les refontes)

Laitons rouges (essai 5)

Le dernier test est réalisé à l'aide d'un bronze, c'est une approche exploratoire que nous développerons dans le cadre d'une réflexion sur le recyclage des alliages de cuivre.

Essais	Masse de métal av. cémentation (en g)	Masse de métal apr. cémentation (en g)	Zinc disponible (en g)	Estimation de la qualité du laiton obtenu en %mass de zinc
5	180,3	206,7	144,2	12,8%

Figure 214, quantification de la production par la masse de métal récupérée après les cémentations

Avec 6 %, 24 % et 11 %, les teneurs en étain sont très variables d'une analyse à l'autre (Figure 215). Pour rappel, le bronze utilisé présentait 9,8 % d'étain d'après les analyses réalisées à la p-XRF. L'une des raisons de l'hétérogénéité de ces teneurs peut être la création de phases lors de la cémentation.

Essais	Cu	Zn	Sn	Pb	Al	Si	S	Mn	Fe	Co	Ni	As	Ag	Sb	Au	Bi
5	82%	10%	6%	0,4	279	290	5	177	5	26	252	103	1679	8	513	4
5	67%	9%	24%	8	151	111	1	268	2	9	32	2	1	1	2	1
5	78%	9%	11%	5	392	169	5	198	4	20	218	88	827	6	121	5

Figure 215, résultats des analyses par LA-ICP-MS réalisées sur les produits des cémentations issus de la deuxième chauffe

Le cuivre, le zinc et l'étain sont en pour cent, les autres éléments en ppm

Avec une moyenne de 9,2 %, les laitons rouges (essai 5) s'avèrent plus riches en zinc que les laitons (essais 1, 2, 3 et 4). Ce phénomène peut être expliqué aussi bien par la masse plus importante de zinc disponible pour cette expérimentation (Figure 205) que par la différence de traitement entre les cuivres qui ont été coulés en lingots et martelés avant la cémentation, tandis que les bronzes ont été coulés en plaques et laminés. Le laminage implique une plus faible épaisseur des produits placés dans les creusets.

Les analyses par p-XRF réalisées sur la surface et la zone de découpe d'un laiton rouge montrent que le lingot analysé présente des teneurs en zinc différentes en fonction de la distance par rapport au bord du lingot (Figure 216). Le centre est étonnamment plus riche en zinc que les bords. La découpe montre pourtant un aspect doré homogène (Figure 217).

Essais	Localisation	Cu	Sn	Zn
5	Surface	68,2%	10,9%	12,3%
5	Coupe (centre)	84,7%	9,2%	5,6%
5	Coupe	85,8%	10,4%	3,3%

Figure 216, résultats des analyses par p-XRF réalisées sur la surface et la zone de découpe d'un produit de cémentation issu de la deuxième chauffe



Figure 217, exemple d'un lingot de laiton rouge après cémentation

3 Conclusion et perspectives

Ces premières cémentations du laiton à partir de cuivres et bronzes expérimentaux ont donc permis d'obtenir des laitons. Sans pour autant s'approcher des teneurs élevées en zinc parfois observées pour les objets archéologiques (Bayley 2001, Pernot 1998), ils correspondent bien à des alliages rencontrés classiquement dans le monde médiéval (voir par exemple Téreygeol et al., 2019).

Les futures refontes de cuivres sont à réaliser dans des creusets neufs, afin de mieux appréhender le comportement des éléments durant ce procédé. Afin de comprendre la raison de faibles teneurs en zinc obtenues, il semble pertinent de réitérer ces expérimentations en désoxydant la surface des lingots de cuivre au préalable, afin de permettre plus facilement le passage du zinc dans le cuivre, mais aussi d'augmenter les masses de zinc disponibles dans le ciment. Il semblerait que les lingots placés dans les creusets doivent être coulés en plaques et laminés avant d'être placés dans le creuset.

Il conviendra également de réaliser plus de cémentations à partir de cuivres issus de cofusion de malachite et chalcopryrite, ainsi qu'à partir de cuivres issus de réductions de chalcopryrite pour identifier si la présence de fortes teneurs en soufre facilite l'enrichissement en zinc.

Ces conclusions nous entraînent vers une autre question, à laquelle nous tenterons de répondre au cours de prochaines expérimentations : est-il possible d'augmenter la teneur en zinc d'un laiton en mettant en œuvre la cémentation de plaques de cet alliage ?

Bibliographie

Bayley J., 2001, « Alloys nomenclature », *Dress accessories c.1150-c.1450. Medieval finds from excavations in London*, 3, p. 13-17.

Doridot A. et al., 2006, « Production expérimentale de laiton par cémentation en creuset ouvert, avec du minerai de zinc, selon les recettes médiévales et modernes », *ArcheoSciences. Revue d'archéométrie*, 30, p. 15-24.

Pernot M., 1998, « Archéométaballurgie de la transformation des alliages à base de cuivre », *L'innovation technique au Moyen Âge. Actes du VIe Congrès international d'Archéologie Médiévale (1-5 Octobre 1996, Dijon - Mont Beuvray - Chenôve - Le Creusot Montbard)*, Caen, Société d'Archéologie Médiévale, p. 123-133.

Téreygeol F. et al., 2019, Une dague à oreilles et son fourreau du XV^e siècle découverts à Castel-Minier (Pyrénées françaises), in *Gladius Estudios sobre armas antiguas, arte militar, y vida cultural en oriente y occidente*, XXXIX, pp. 109-126.

XV Les outils du monnayeur : matrices et enclume

2023

Kochan S.*, Hrubý P.*

* Masarykova univerzita. Filozofická fakulta, Brno, République de Tchéquie
(traduction de l'anglais : F. Téreygeol)

Ce rapport décrit l'expérience de coulée d'une ébauche en bronze d'un coin pour la frappe de deniers bractéates et la réalisation d'un tas de plomb pour fixer le coin. La première partie du rapport présente la découverte archéologique originale qui a servi de modèle à l'expérience. L'expérience elle-même est décrite dans la deuxième partie. Ce document ne comprend pas la description d'une expérience parallèle menée par les mêmes auteurs, à savoir la production d'imitations de pièces de monnaie médiévales de Bohême du XIIIe siècle (bractéates), qui fait l'objet d'un rapport séparé.

1 Découverte archéologique

En mars 2022, un ensemble d'équipements de frappe de la monnaie royale datant de la fin du XIII^e siècle a été découvert dans la ville de Jihlava, en République tchèque.

Le coin de bronze avec une pointe en fer en guise de fixation. Elle est clairement visible sur les images de tomographie à rayons X. Sur la surface du coin en bronze, les valeurs de composition élémentaire ont été mesurées : mis à part le cuivre, l'étain a été détecté (7 %) associé à moins de 2 % de plomb. Ces mesures doivent être considérées comme indicatives. Les valeurs ont été mesurées par pXRF sur une surface présentant une couche de corrosion. La tête du coin a été examinée en détail par tomographie à rayons X, qui a révélé l'image de deux lions casqués et de deux lettres. Il s'agit donc d'une marque d'atelier pour la frappe d'un monnayage du roi Otakar II datant des années 1370.



Figure 218, mobilier de monnayeur découvert à Jihlava

(CT scan : Michal Vopálenský).

L'assemblage contenait des fragments de cinq moules en terre pour la coulée des coins en bronze. Les moules étaient ainsi composés d'un cylindre en terre et d'une rondelle estampée venant fermer une des extrémités du cylindre. Ces deux parties s'emboîtaient l'une dans l'autre et étaient fixées l'une à l'autre par une fine couche d'argile (lut ? potée ?). Sur le fond des moules figure l'image d'un animal armé d'une épée. Il s'agit de la bractéate centrale du roi Venceslas II. Les parties latérales de ces moules correspondent à l'empreinte trouvée. Il est donc très probable qu'un ancien coin ait été utilisé comme positif pour créer des moules destinés à la fonte de nouveaux coins monétaire.



Figure 219, moule en deux parties pour la coulée d'un coin

(scan 3D : Vojtěch Nosek).

L'ensemble contenait également un tas de plomb avec un trou pour l'insertion du mandrin en fer du coin en bronze. Ce tas a été fabriqué à partir de 6,5 kg de plomb presque pur, en le coulant dans le fond d'un récipient en céramique tournée.

2 Expériences

Création d'un moule pour un coin

Une réplique d'un coin réalisée précédemment par Petr Hruby a été utilisée comme positif. La matière première utilisée était une masse de terre de Langeais. Elle a été étalée à l'aide d'un rouleau à pâte en une fine feuille dans laquelle ont été découpées les parties nécessaires aux pièces du moule. Pour que la pâte céramique ne colle pas, du talc a été utilisé. Deux pièces ont été fabriquées selon le modèle trouvé : une partie latérale tubulaire et une partie inférieure avec une image en relief. Ces deux parties ont été fixées l'une à l'autre par une fine couche d'argile. (Lors d'une expérience ultérieure de coulée de bronze dans le moule, nous avons pu constater qu'il était important de laisser un petit espace entre la partie inférieure et la partie latérale pour permettre aux gaz chauds de s'échapper. S'il n'y a pas d'espace, de minuscules bulles se forment sur la tête du coin créant des défauts et le rendant impropre à sa fonction. Cette opération a été suivie d'un processus de séchage progressif à feu doux au-dessus de la sole du four. Après un séchage suffisant, une cuisson de quatre heures à environ 900°C a été effectuée.



Figure 220, processus de fabrication du moule céramique pour le coin

(deux parties pour le moulage d'un poinçon. Fabrication d'un moule à partir d'une réplique de coin. Assemblage, séchage et cuisson du moule)

Coulée de l'ébauche d'emboutissage

Le moule cuit a été placé dans une assiette remplie de cendre pour assurer une meilleure stabilité, conserver la chaleur résiduelle du moule et faciliter la circulation des gaz lors de la coulée. Un mandrin en fer a été suspendu de façon à correspondre à sa position finale en accord avec l'image de tomographie à rayons X. Dans un creuset, l'alliage a été préparé. Il s'agit d'un bronze correspondant aux mesures de la composition élémentaire du poinçon (cuivre 91 %, étain 7 %, plomb 2 %). L'alliage a été fondu à une température d'environ 750°C, puis versé dans le moule préparé avec le mandrin. Après refroidissement, le moule de l'ébauche de coin a été cassé. Les pièces en saillie ont été retirées mécaniquement de l'ébauche. Cette opération a été réalisée à l'aide d'une meule et d'un polissage au sable de silice sur une pièce de cuir. Si la reproduction n'est pas parfaite et ne peut servir en l'état, elle offre au moins une ébauche déjà très avancée qu'un léger travail de gravure permettrait de rendre parfaitement opérationnelle.



Figure 221, coulée du coin dans le moule en céramique.



Figure 222, ébavurage et de finition de l'ébauche du poinçon

Réalisation du tas en plomb

La découverte archéologique d'un tas de plomb montre qu'il a été coulé dans le fond d'un récipient céramique formé sur un tour de potier. Par conséquent, une réplique d'un pot médiéval fabriqué sur un tour de potier a été choisie comme moule pour cette approche expérimentale. 7 kg de plomb ont été pesés et fondus dans deux creusets à une température d'environ 350 °C. Le plomb est versé dans le vase céramique. La basse température de ce métal n'a provoqué aucun endommagement au pot. Après refroidissement, le récipient en céramique a été brisé et le tas extrait (il aurait été possible de travailler uniquement avec un fond de pot). À l'aide d'un clou carré en fer martelé, un trou a été fait pour l'insertion du poinçon à mandrin en fer du coin. Le tas a été utilisé avec succès pour ancrer le poinçon lors d'une expérience de frappe de monnaie (cf infra).



Figure 223, coulée du tas de plomb et mise en place du trou de fixation

3 Conclusion

Sans expérience préalable mais avec un minimum de savoir-faire, nous avons réussi à produire un moule en terre bivalve pour couler un coin monétaire. Grâce à ce moule, l'expérience de coulée d'un poinçon en bronze avec un mandrin en fer a été réalisée avec succès. Le temps a manqué pour finaliser le coin en améliorant l'empreinte par gravure.

Le monnayage expérimental sur cette matrice ne faisait pas partie de cette expérience (cf. chapitre suivant). Le support en plomb du coin a été coulé expérimentalement dans le fond d'un récipient en céramique. Il a été utilisé avec succès pour ancrer le poinçon lors de l'expérience de frappe de monnaie.

XVI Production expérimentale de bractéates médiévales tchèques (XIIIe siècle)

2023

Hrubý P.*, Kochan S.*

* Masarykova univerzita. Filozofická fakulta, Brno, République de Tchéquie
(traduction de l'anglais : F. Téreygeol)

Le rapport comporte deux parties. La première est un résumé des connaissances à partir des corpus en Europe centrale sur la technique du monnayage médiéval. Le travail s'est concentré sur la technique de frappe des bractéates de Bohême au XIIIe siècle. Les expériences n'ont impliqué aucune procédure pyrométallurgique, tout a été réalisé à froid. La recherche s'est focalisée sur les découvertes de coins médiévaux pour bractéates, puis sur les tentatives pratiques de frappe monétaire avec des imitations de coins en bronze et en fer. Les pièces imitées étaient en étain et en aluminium (2011-2013 en république de Tchéquie). Ces expériences sont le point de départ de l'expérience réelle menée à la Plateforme expérimentale des mines d'argent de Melle en juin 2023. Celle-ci est décrite dans la deuxième partie du rapport et concerne la préparation métallurgique de l'argent, la mise en forme du flan et la frappe de la monnaie.

1 Le mobilier découvert et l'état de la question

Plusieurs découvertes de coins tchèques du XIIIe siècle ont été publiées :

Coin inférieur en bronze avec une pointe (à l'origine nécessairement en deux parties), image d'une pièce de monnaie tchèque moyenne à crochets Václav II type Cach 820 (déposée au NM de Prague, Cach 1950 ; 1974).

Coin inférieur avec un trou pour une pointe, en bronze, image d'une pièce du Brakteát de Moyenne Moravie, Venceslas II, déterminée par Šmerda. À mon avis, il s'agit d'un type Cach 997. Trouvé lors des fouilles archéologiques de Brno - Jakubská 4, en 1991.

Coin supérieur d'une seule pièce, en fer, image d'une pièce de monnaie ? Petite équerre morave de Premysl Otakar II (Cach 954), localisation et emplacement actuel inconnus, vendue aux enchères en 1998 à Londres.

Monnaie de Freiberg, Saxe, 5 coins coniques inférieurs avec une pointe en bas, dont 2 sont des types tchèques de Wenceslas II (Friebe 2007, 96, Abb. 5). À cela s'ajoutent 3 pièces supérieures, usées sur la surface de frappe.

Coin en fer, Moravie, Přemysl Otakar II. Il diffère des autres sur trois points :

- 1) Il est le seul à présenter la gravure de Premysl Otakar II, les autres n'étant que celles de Václav II.
- 2) Il est le seul à être d'une seule pièce et à pouvoir être surestampillé par le haut, les autres étant plus bas avec une pointe et donc principalement d'une seule pièce.
- 3) C'est le seul coin en fer, les autres coins sont en bronze.

Technique de frappe des bractéates du XIII^e siècle

En République tchèque, l'expérience la plus élaborée de frappe de bractées a été réalisée par J. Hána (2007, 66-67), tandis que pour les opérations préparatoires, par exemple la coulée des lingots (Hána 2007, 100-107), il s'est basé sur les principes de frappe codifiés dans l'IRM (*Ius Regale Montanorum*, publié par le roi Venceslas II, 1300). Or, ceux-ci ne datent que de la période Grosha. Pour la frappe de la monnaie, Hána a utilisé une imitation plus courte d'un coin en fer, la frappe s'effectuant par le haut sur différents types de flan (Hána 2007, 123-127). Il s'est ainsi inspiré de l'idée de Cach, vieille de plusieurs décennies, pour frapper des bractéates (Cach 1950).

L'étude la plus récente et probablement la plus précise de la technique de frappe des bractéates a été réalisée par H. Friebe à partir des monnaies de l'hôtel des monnaies médiéval de Freiberg (Friebe - Grau 2007). Il s'agit de cinq monnaies à pointe (dont deux de Bohême de l'époque de Venceslas II), dont les parties supérieures ont également été conservées (Friebe 2007, 96).

On peut en conclure que les bractées ont pu être frappées à l'aide d'un coin d'une seule pièce par le haut dans une base molle dès le règne de Přemysl Otakar II, comme l'indique la découverte d'un coin en fer. Les bractées les plus récentes ont probablement été frappées au moins sous Venceslas II à l'aide d'un coin inférieur et d'une pièce supérieure. De ce type de coin est né le coin à gros grain, dont la pièce supérieure était également pourvue d'une image de monnaie correspondant au revers du gros grain (Hána 2007, 67, Fig. 4.32).

Littérature et sources

Cach, F. 1950 : Brakteátové stamp of the National Museum and the development of minting techniques of the Brakteát period, *Numismatic Journal of Czechoslovakia* 19, 22.

Cach, F. 1974 : The Oldest Czech Coins III. Monnaies tchèques et moraves de la période Brakteate. Prague.

Friebe, H. 2007 : Zur Technologie der Münzherstellung. In : Friebe, H. - Grau, CH. (Hrsg), 2007 : Die Münzstätte Freiberg : Von den Anfängen bis zu ihrer Aufhebung 1556 durch Kurfürst August von Sachsen. Freiberg, 87-116. ISBN-10 : 3860123149, ISBN-13 : 978-3860123140

Friebe, H. - Grau, CH. (Hrsg), 2007 : Die Münzstätte Freiberg : Von den Anfängen bis zu ihrer Aufhebung 1556 durch Kurfürst August von Sachsen. Freiberg, ISBN-10 : 3860123149, ISBN-13 : 978-3860123140

Hána, J. 2007 : Technical aspects of the development of Central European coinage until the end of the 19th century. Klatovy. ISBN978-80-86104-15-7

Kuthan, J. 1993 : Přemysl Otakar II. Roi de fer et d'or, roi fondateur et patron. Prague.

NUMMORUM AUCTIONES 13:4. septembre 998 : Italo Vecchi, Ltd. Londres, plaque 80, n° 1758, page 65.

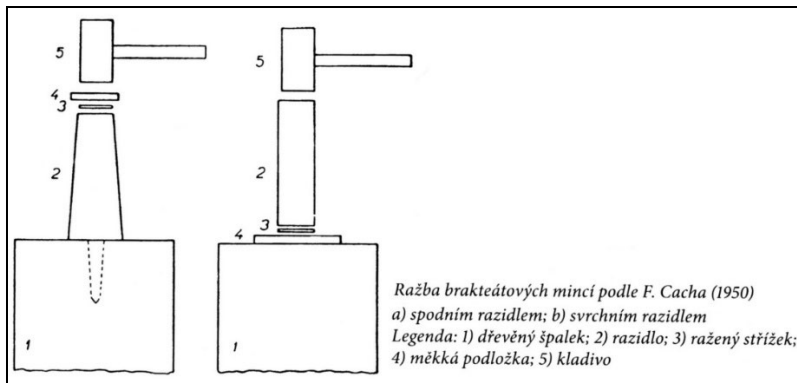


Figure 224, la proposition de Cacho pour frapper les matrices à crochets par le bas (à l'époque sans connaître l'existence des parties supérieures) et par le haut.



Figure 225, premiers essais de l'auteur

Pour frapper des imitations de bractées selon l'idée de Cach, avec un poinçon en fer d'une seule pièce par le haut (cf. le poinçon de Přemysl Otakar II ci-dessous), avec un tampon doux - une plaque de plomb - utilisé en dessous. Les fausses pièces étaient fabriquées en étain et en aluminium.



Figure 226, matrices d'estampage expérimentales

En fer d'une seule pièce pour l'estampage par le haut selon le concept de Cach.

Motifs gravés et poinçonnés par P. Hrubý. Les imitations de bractéates jointes sont en étain



Figure 227, monnaies entre crochets publiées de provenance Přemyslide

gauche : timbre en fer supérieur d'une seule pièce du petit brakteat morave de Přemysl Otakar II (Cach 954). Au milieu : Prague, NM (emplacement d'origine inconnu), l'image de la pièce est celle d'une pièce de Bohême moyenne à support Cach 820 ; à droite : Brno - Jakubská 4 (fouilles archéologiques de sauvetage, l'image de la pièce est celle de Cach 977 (probablement)).



Figure 228, deux coins avec hôtel des monnaies

(entre crochets inférieurs avec des types de pièces tchèques du règne de Venceslas II, inventaire de l'hôtel des monnaies médiéval de Freiberg. D'après Friebe 2007)

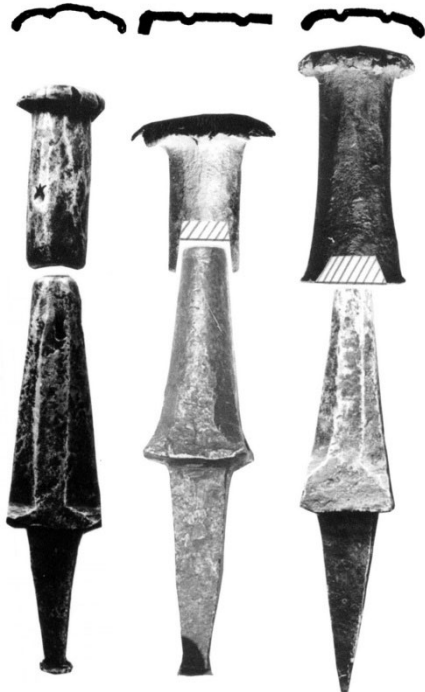


Figure 229, matrices de bractéate avec types de monnaies de Meissen

Inventaire de la Monnaie médiévale de Freiberg. D'après Friebe 2007

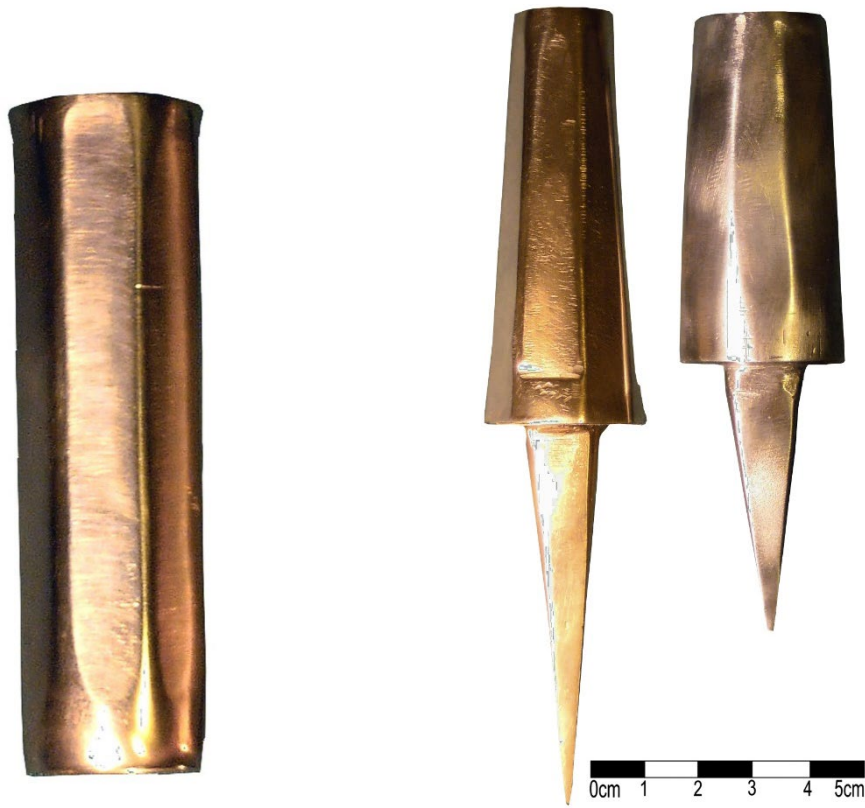


Figure 230, répliques de coin de bronze et de fer de taille moyenne et petite avec la partie supérieure
Le coin de droite est en fer, le reste est en bronze (production de P. Hrubý).

2 Essais expérimentaux à Melle

Pour cette série, il s'agissait de reprendre la séquence de production en incluant la fonte et l'affinage de l'argent, la coulée fonte de barres d'argent, la fabrication des flans puis la frappe des pièces de monnaie.

Production de tôle : test avec un argent non purifié

Nous avons utilisé comme matière de base un lingot d'argent non purifié (Ag 91,67 % en poids), poids 32,5 g (2 lots selon les normes de poids médiévaux)

Fusion de l'argent dans un creuset

La fusion a eu lieu dans une forge ouverte avec une soufflerie électrique. L'argent a été fondu dans un petit creuset moderne de fabrication industrielle. Pour autant que l'on puisse en juger, la masse de la paroi du creuset contenait du graphite.

Le creuset présentait (probablement) des conditions réductrices. On pense que cette fusion a permis l'élimination partielle des sulfures et des oxydes dans la masse d'argent. La température dans le foyer (et à la surface du creuset) fluctuait entre 1000 et max. 1040 degrés Celsius (par thermomètre laser manuel VOLT-CRAFT). Le temps de fusion (par exemple lorsque l'argent était liquide) était de plusieurs minutes (non mesuré exactement).



Figure 231, fonte de l'argent.

Photo Šimon Kochan

Le lingot a été fondu et coulé en barre.

Deux moules de coulée de matériaux différents ont été utilisés :

B. 1) moule de coulée en tuile chamottée, dont la forme concave a été gravée à l'aide d'un outil en fer. Les dimensions n'ont pas été déterminées avec précision.

B. 2) moule de coulée en argile séchée, dont les dimensions n'ont pas non plus été déterminées avec précision. La composition minérale ou élémentaire de la masse du moule est inconnue.



Figure 232, barres d'argent coulées dans des moules

Photo Šimon Kochan

Nous avons réussi à couler deux barres d'argent, mais leur malléabilité était très faible : elles étaient cassantes, se fissuraient et se brisaient. Les raisons en sont la trop forte présence de Fe, Zn et Pb, et probablement encore trop d'inclusions d'oxydes ou des sulfures dans les lingots

Il s'agissait de notre première expérience métallurgique, sans aucune expérience pratique préalable, et elle doit donc être considérée comme telle.

Read.	Sb	Sn	Cd	Pd	Ag	Bi	Pb	Au	Zn	Cu	Fe	Mn
2388	0.124	0.432	0.074	0.155	91.666	0.296	1.320	0.613	1.358	1.431	2.295	0.13

Figure 233, composition élémentaire de la première barre d'argent non malléable

(fondue dans le creuset, dosage en Wt%, par le spectromètre pXRF NITON XL 3t)



Figure 234, essai de martelage des premières barres d'argent et ruptures en cours de travail

Photo Šimon Kochan

Production de tôle : test avec un argent purifié

Le succès de cette deuxième expérience a été largement dû aux conseils de David Loepp, orfèvre et bijoutier professionnel, qui nous a dirigés et soutenus méthodiquement et correctement sur le plan technique, lorsqu'il était présent. La seule suggestion qu'il nous a faite et que nous avons refusée est l'utilisation du salpêtre - nitrate de potassium, parce que nous voulions être authentiques dans le procédé mis en œuvre.

Le travail a débuté par la refonte et la purification de l'argent à l'aide d'un bol peu profond en argile séchée, garni de cendres d'os, de charbon de bois et d'argile.

La fusion a eu lieu dans la même forge ouverte avec soufflerie électrique que précédemment. Mais en raison des contraintes métallurgiques, nous avons improvisé et modifié l'échappement de la soufflerie dans la forge de manière à ce que l'air circule du bas vers le haut, de sorte que le bol se réchauffe intensément à partir du bas. Nous avons utilisé 3 petits bols en argile fabriqués à la main. La composition minérale ou élémentaire de l'argile est inconnue.

On a procédé à 3 opérations de fonte/affinage à petite échelle. La quantité maximale d'argent fondu et affiné dans le bol était d'environ 8-10 g. La quantité d'argent traité n'a pas été déterminée intentionnellement par le poids.

Dans le bol, les conditions étaient principalement oxydantes. Cette fusion a permis l'élimination partielle des sulfures et des oxydes, ainsi que des éléments indésirables restants dans la masse d'argent (voir Tab. 2 et 3). La température dans le foyer (et dans le fond du bol) a fluctué entre 1000 et max. 1040 degrés Celsius (thermomètre laser manuel VOLT-CRAFT). Le temps de fusion (par exemple lorsque l'argent était liquide) était de plusieurs minutes (non mesuré exactement).

Nous avons réussi à couler des barres d'argent parfaitement malléables. Il n'y a probablement plus d'oxydes et de sulfures dans la masse, la surface des barres d'argent était complètement métallique et les éléments tels que Pb, Fe, Zn ont été éliminés.

Grâce aux opérations métallurgiques décrites ci-dessus, nous sommes parvenus à produire des barres d'argent malléable, dont la composition correspond à la catégorie technologique de l'argent purifié (*purum argentum*, *combustum argentum*, *examinatum argentum*). Il s'agit d'une méthode décrite par Theophylus Presbyter au XIIe siècle, la plus ancienne du Moyen Âge, et remarquée par Lazarus Ercker dans Das Kleine Proberbuch (1556).

Reading	Pd	Ag	Pb	Au	Zn	Cu	Fe
2390	0.185	97.343	0.321	0.636	0.119	0.851	0.436

Figure 235, composition élémentaire de la barre d'argent 1 après purification dans un bol en céramique avec revêtement (Wt.%), par pXRF NITON XL 3t

Reading	Pd	Ag	Pb	Au	Zn	Cu	Fe
2399	0.149	97.425	0.371	0.621	0.128	1,018	0,154

Figure 236, composition élémentaire de la barre d'argent 2 après purification dans un bol céramique avec revêtement (Wt.%), par le spectromètre pXRF NITON XL 3t

Reading	Mo	Zr	Pb	As	Au	Zn	Cu	Ni	Fe	Mn	Sr	Th
2401	13,88	65,64	3139,6	410,32	34,59	769,68	3508,95	101,84	25061,02	15228,08	1094,12	324,4

Figure 237, composition élémentaire du revêtement du bol après utilisation dans des opérations métallurgiques (ppm), par le spectromètre pXRF NITON XL 3t



Figure 238, Un têt couvert de cendre (mise en œuvre, usage et rupture)

Photo Šimon Kochan.



Figure 239, coulée

Photo Šimon Kochan.



Figure 240, martelage de la barre d'argent

Photo Šimon Kochan,

Production des flans et des monnaies

A) Martelage des tôles

La surface de frappe du marteau et la surface de l'enclume ont été nettoyées et polies avant le traitement des barres d'argent. L'argent a été tempéré par le martelage afin de minimiser sa fragilité et de maximiser sa plasticité.

B) Découpe du "Schrötling"

Le problème pratique était que la feuille d'argent était encore trop épaisse (environ 0,2 mm). Nous avons donc commencé par découper des feuilles rondes d'un poids final adapté aux bractéates de taille moyenne (0,7-0,8 g), puis nous les avons martelées pour obtenir un diamètre final adapté aux bractéates de taille moyenne (23-24 mm), pièce par pièce.



Figure 241, découpe du flan

Photo Šimon Kochan



Figure 242, flan final, bon pour la frappe

Photo Šimon Kochan.

Frappes des flans sur cuir

Il a été vérifié dans la pratique que cette technique de fabrication de bractéates de petite taille est simple et rapide. La feuille d'argent malléable et plastique ne nécessite pas un poinçon trop puissant.



Figure 243, frappe d'une bractéate de petite taille à l'aide d'une matrice en fer d'une seule pièce et d'un tampon en cuir.

Photo Šimon Kochan

Frappes de bractéates à l'aide des deux coins.

Il a été vérifié dans la pratique que cette technique de fabrication de bractéates de taille moyenne est également très simple et rapide. La feuille d'argent malléable et plastique ne nécessite pas un poinçon trop puissant.



Figure 244, installation de frappe

Photo Šimon Kochan



Figure 245, frappe monétaire (monnayer : Šimon Kochan)

Photo Petr Hrubý.



Figure 246, production des bractéates

Argent, bractéates de bohème de petite taille et de taille moyenne du 13e siècle. Feuille d'argent martelée sur laquelle est pratiquée une coupe ronde "Schrötling". Au-dessus, les chutes de coupe sont prêtes à être refondues. Photo Petr Hrubý.

3 Conclusions sur la session melloise

Des bractéates d'argent de petite et moyenne tailles ont été frappées avec succès à partir de feuilles d'argent d'une épaisseur d'environ 0,1 ou 0,15 mm, et les deux méthodes, à savoir l'emboutissage en une seule pièce et l'emboutissage en deux pièces, ont parfaitement fonctionné. La vérification expérimentale de plusieurs bractéates de taille moyenne en un seul coup : cela fonctionne, mais le maximum est de trois bractéates. Le troisième exemplaire le plus éloigné de la tête de la matrice est iconographiquement pauvre. Le bilan final de la quantité d'argent avant et après le processus est le suivant :

- argent non purifié (91,67 % Ag) : 32.50 g
- argent purifié (97,43 % Ag) : 24.30 g
- Les pertes sont de 8,20 g

(perdu dans le processus ou macroscopiquement comme les résidus sur les surfaces des poteries métallurgiques)



Figure 247, outillage et métal utilisés

Imitations d'instruments métallurgiques à partir de céramiques utilisées pour des expériences avec des résidus d'argent en surface des céramiques. Photo Petr Hrubý.

XVII Nouvelles expérimentations sur les deniers plaqués antiques : de l'historiographie à la pratique

2024

Blanchet G.*, Blet-Lemarquand M.***, Guihard p.-M.*
Parisot-Sillon Ch.***, Sarah G.**

* CRAHAM UMR 6273 CNRS-Université de Caen

** IRAMAT-CEB UMR 7065 CNRS-Université d'Orléans

Les deniers plaqués sont considérés comme de fausses monnaies¹⁷⁷ (ou monnaies irrégulières ; Figure 248). À la différence des deniers officiels, frappés à partir d'un argent non allié ou d'un alliage argent-cuivre dans lequel l'argent est majoritaire, les monnaies plaquées ont été mises en forme à partir de l'assemblage de deux métaux ou alliages : l'un en métal non précieux (cuivre, alliage cuivreux ou fer) formant l'âme, l'autre en argent ou en alliage argent-cuivre recouvrant cette dernière pour dissimuler ainsi la supercherie. Les deniers plaqués se distinguent donc des deniers coulés, produits à partir d'une autre méthode employée par les faussaires.

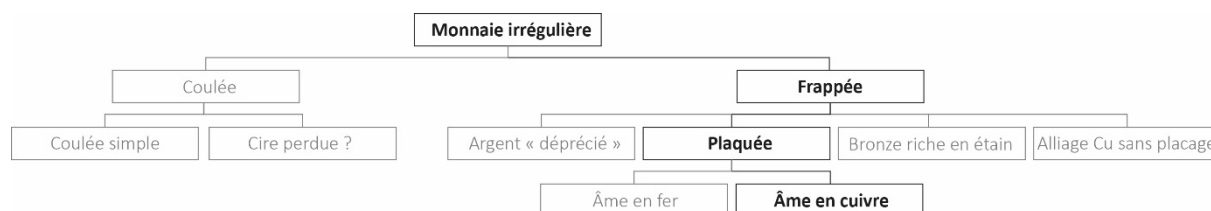


Figure 248, procédés de falsification des monnayages d'argent romains

(d'après Bossavit, Parisot-Sillon 2022).

Les essayeurs romains évaluaient l'authenticité de la monnaie à partir de trois critères : l'alliage, l'aspect et la masse (*metallum, figura et pondus* – Isidore, *Ét.* 16.18.12). Le droit romain envisage ainsi deux manières de contrefaire le numéraire officiel : la manipulation de l'alliage et le détournement ou la contrefaçon des types officiels (*forma publica*). Les monnaies plaquées et frappées reproduisent ainsi l'aspect et la masse (calibration des exemplaires) afin de tromper l'usager quant à leur valeur intrinsèque. Elles sont donc doublement qualifiables de faux monnayage : par leur composition et par le détournement des types officiels. Les monnaies plaquées dont il est question dans cette étude présentent une âme en cuivre.

La production de monnaies plaquées est un phénomène massif, attesté à Rome dès le III^e s. av. J.-C. (Figure 249, a) et jusqu'à la période impériale (Figure 249, b). En contexte d'agglomération, par exemple, leur proportion peut atteindre jusqu'à 50 % des effectifs mis au jour¹⁷⁸. Pourtant, ces monnaies ne sont que très peu attestées dans les dépôts monétaires.

¹⁷⁷ Signalons que ces expérimentations s'inscrivent également dans le cadre du projet Falsimonia « Falsifications monétaires et imitations anciennes » (coord. Charles Parisot-Sillon).

¹⁷⁸ Pour l'Italie à la période républicaine, voir BUTTREY 1980 ; BURNETT 1987, p. 99-100 ; en dernier lieu, PARISOT-SILLON 2016, I, p. 184-191 et BARBATO 2018, p. 99-101. Voir aussi le cas de la Gaule du Centre-Est à la même période (jusqu'à 70 % à Bâle-Münsterhügel) ou celui des îles Britanniques à la période impériale (environ 30 % en moyenne sur l'ensemble des trouvailles monétaires répertoriées) : respectivement, BOSSAVIT 2022 et WALTON 2012.



a : denier plaqué républicain, d'après *RRC 221/1*, *tpq* c. 144 av J.-C., Rome ;
20 mm, 3,77 g, 6 h. Paris, BnF, REP-5868.



b : denier plaque impérial, d'après *RIC P² Aug. 207A*, *tpq* 2 av J.-C.-4 ap. J.-C., Lyon ;
2,47 g, Leiza (Mayence) n° inv. O.27868.

Figure 249, exemple de denier plaqué républicain (a) et impérial (b)

Quels procédés de fabrication ont été mis en œuvre afin de produire ces monnaies plaquées ? Si la question de la frappe peut être réduite à deux possibilités (l'emploi de coins gravés *ad hoc* ou moulés à partir de monnaies officielles¹⁷⁹), les conditions de la mise en forme préalable du flan – tout comme la qualité finale de la monnaie – demeurent floues malgré de nombreuses propositions techniques. Ces dernières ont majoritairement été laissées à l'état de spéculations et les quelques résultats d'expérimentations archéologiques ne fournissent que des données lacunaires.

Dans ce rapport, nous proposons donc de présenter les résultats de nouvelles expérimentations menées sur la plateforme des arts du feu à Melle (dir. F. Téreygeol¹⁸⁰) en juin 2024. Lors de cette première campagne, notre travail a principalement consisté, après avoir synthétisé l'historiographie relative aux techniques de fabrication des deniers plaqués, à tester des hypothèses des premières hypothèses et la validité d'expérimentations plus anciennes.

En somme, l'intérêt d'une telle approche expérimentale est d'apporter des éléments de compréhension supplémentaires à la connaissance d'une technique de fabrication dont les produits (les monnaies plaquées) ont pénétré en grande quantité la circulation monétaire.

1 De l'historiographie...

Aperçu général des travaux antérieurs

L'intérêt¹⁸¹ des numismates pour les questions techniques relative à la fabrication des monnaies plaquées débute dans les années 1930 avec les travaux pionniers d'E. Darmstaedter, d'O. Dahl et de W. Campbell¹⁸². C'est à cette période que les coupes métallographiques de monnaies grecques et romaines furent documentées pour la première fois (Figure 250, a). Ces investigations techniques ne semblent avoir repris qu'à la fin des années 1960¹⁸³. Le matériel optique ayant évolué, la résolution des nouvelles micrographies permet alors de mieux distinguer l'interface entre la surface et l'âme des monnaies plaquées, dont la compréhension est d'un intérêt crucial pour restituer les techniques d'argenterie employées (Figure 250, b).

¹⁷⁹ Voir STANNARD 2023.

¹⁸⁰ Nous profitons de cette note pour remercier sincèrement Florian Téreygeol pour son accueil sur la plateforme de Melle ainsi que pour ses nombreux conseils qui ont permis de préparer ces expérimentations. Nous remercions aussi David Loepf pour ses conseils.

¹⁸¹ Précisons que seules les publications dont l'étude présente une coupe métallographique seront citées.

¹⁸² DARMSTAEDTER 1929 ; DAHL 1931 ; CAMPBELL 1933.

¹⁸³ KALSCH, ZWICKER 1968 ; COPE 1972 ; FRIED, HAMMER 1974 ; LEONI 1979 ; HAMMER 1984.

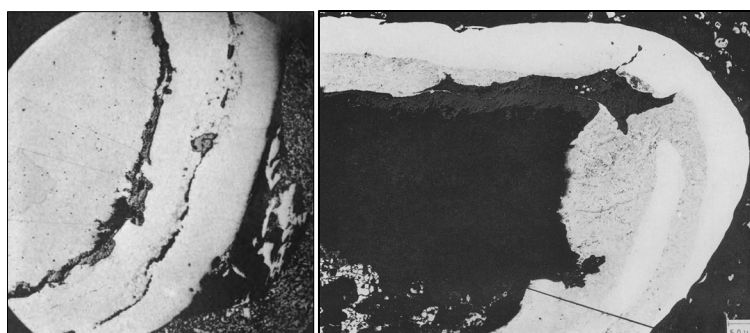


Figure 250, (a) micrographie d'après CAMPBELL 1933 (échelle non renseignée) ;
(b) micrographie d'après KALSCH, ZWICKER 1968 (échelle : 50 µm)

De nouvelles études furent ensuite publiées dans les années 1990¹⁸⁴. C'est au cours de cette période que les travaux concernant les aspects techniques des deniers plaqués ont réellement fait progresser les connaissances¹⁸⁵. Ces études font encore référence aujourd'hui. C'est également durant cette phase que les premières expérimentations sur la monnaie antique plaquée ont été publiées¹⁸⁶. Enfin, des années 2000 aux années 2010, d'autres études ont été publiées¹⁸⁷. L'apport de ces dernières n'est toutefois qu'insubstantiel, bien qu'elles aient participé à augmenter l'échantillon global de monnaies plaquées examinées par le biais de coupes métallographiques. De fait, depuis les années 1930, le nombre total de monnaies plaquées examinées s'élève à 141 exemplaires (26 ex. grecs, 6 ex. celtiques et 109 ex. romains¹⁸⁸ ;

Figure 251). Si les monnaies républicaines romaines sont celles qui ont été examinées en plus grand nombre (89 ex.), précisons que cette donnée doit être pondérée en raison de l'examen de 60 ex. issus du même dépôt monétaire¹⁸⁹.

Publication	Nb. de monnaies	Total/période
CAMPBELL 1933	23 ex. grecs	26 ex. grecs
KALSCH, ZWICKER 1968	1 alexandre	
INGO et al. 2006	2 ex. grecs	
ANHEUSER 1998	6 ex. celtiques	6 ex. celtiques
CAMPBELL 1933	11 ex. républicains	89 ex. républicains
CAILLAUD et al. 2003	60 ex. républicains	
BOZZINI et al. 2003	2 ex. républicains	
ANHEUSER 1998	3 ex. républicains	
INGO et al. 2006	2 ex. républicains	
INGO et al. 2017	4 ex. républicains	
ZWICKER et al. 1993	7 ex. républicains (fer)	
CAMPBELL 1933	3 ex. impériaux	20 ex. impériaux
ZWICKER et al. 1993	12 ex. impériaux	
BOZZINI et al. 2003	1 ex. impérial	
DERAISME 2006	2 ex. impériaux	
BLANCHET 2015	2 ex. impériaux	
		Total : 141

¹⁸⁴ LA NIECE 1990, 1993 ; ZWICKER *et al.* 1993 ; ANHEUSER, NO'THOVER 1994.

¹⁸⁵ Signalons que c'est également à cette période qu'a été publiée la première caractérisation de monnaies dont l'âme est en fer (ANHEUSER 1998).

¹⁸⁶ ZWICKER *et al.* 1993 ; ANHEUSER 1998.

¹⁸⁷ ANHEUSER, FRANCE 2002 ; CAILLAUD *et al.* 2003 ; DERAISME 2005 ; INGO *et al.* 2006 ; BLANCHET 2015 ; INGO *et al.* 2017.

¹⁸⁸ Dont 10 exemplaires à l'âme de fer (ANHEUSER 1998).

¹⁸⁹ Dépôt de S. Varano (Forli, Italie) ; voir CAILLAUD *et al.* 2003.

Figure 251, tableau récapitulatif des monnaies plaquées examinées lors de travaux antérieurs

Apports des travaux antérieurs

À partir de ce matériel, quels furent les apports principaux de ces nombreux travaux antérieurs ? Les avancées majeures de ces précédentes études concernent la composition d'une part, et les connaissances sur le(s) procédé(s) techniques d'autre part.

Caractérisation des deniers plaqués

Dès les années 1930, on constate déjà que, contrairement à un enrichissement volontaire en argent de la surface, ce sont bien deux matériaux qui sont assemblés pour concevoir un denier plaqué (flan cuivre et argent ; Figure 252). De ce fait, les deux parties de ces exemplaires ont été examinées séparément, bien que la partie cuivreuse n'ait toutefois retenu l'intérêt des chercheurs qu'à partir des années 1990.

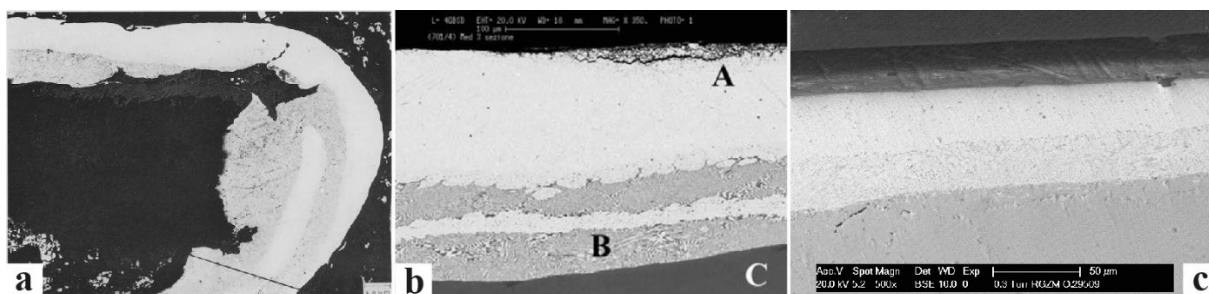


Figure 252, coupes métallographiques de deniers plaqués issues de travaux antérieurs

- (a) monnaie grecque d'après KALSCH, ZWICKER 1968 ;
- (b) denier républicain d'après INGO et al. 2006 ;
- (c) denier impérial d'après BLANCHET 2015.

Caractérisation la partie en argent

Les caractéristiques de l'argenteure des deniers plaqués examinés concernent l'épaisseur et la composition élémentaire. Les épaisseurs relevées par nos prédécesseurs sont comprises entre environ 30 et 500 μm (Figure 253). Pour une même monnaie, l'épaisseur de la couche d'argent peut varier jusqu'à près de 300 μm , qu'il s'agisse de deniers républicains¹⁹⁰ ou de deniers impériaux¹⁹¹ (Figure 254). Cette variabilité semble moins importante pour ce qui concerne les monnaies grecques et celtiques¹⁹².

¹⁹⁰ ANHEUSER, NORTHOVER 1994.

¹⁹¹ BLANCHET 2015.

¹⁹² Pour les monnaies grecques, voir CAMPBELL 1933 et KALSCH, ZWICKER 1968 ; pour les celtiques, voir ANHEUSER, NORTHOVER 1994.

Publication	Matériel	Épaisseur de la couche Ag
CAMPBELL 1933	29 grecques et républicaines	100-200 μm
KALSCH, ZWICKER 1968	1 alexandre	50-90 μm
INGO <i>et al.</i> 2006	2 grecques	150 μm
ANHEUSER, NORTHOVER 1994	6 celtiques	50 μm / 30 μm
LA NIECE 1990	1 « denier » (Rép. ? Imp. ?)	60 μm
ZWICKER <i>et al.</i> 1993	1 denier républicain	30-100 μm
ANHEUSER, NORTHOVER 1994	5 deniers républicains	100 μm / 100-200 μm / 200-300 μm / 200-500 μm / 1 ind.
ANHEUSER, NORTHOVER 1994	3 deniers républicains (sur fer)	100-200 μm / 500 μm / 100 μm
INGO <i>et al.</i> 2006	2 deniers républicains	250 μm et 150 μm
INGO <i>et al.</i> 2017	4 deniers républicains	200-250 μm / 200 μm / 30 μm / 160 μm
ANHEUSER, NORTHOVER 1994	1 denier impérial	200-400 μm
DERAISME 2005	2 deniers impériaux	100 μm / 50 μm
BLANCHET 2015	2 deniers impériaux	30-284 μm / 30-320 μm

Figure 253, tableau présentant les différentes épaisseurs relevées à partir des travaux antérieurs

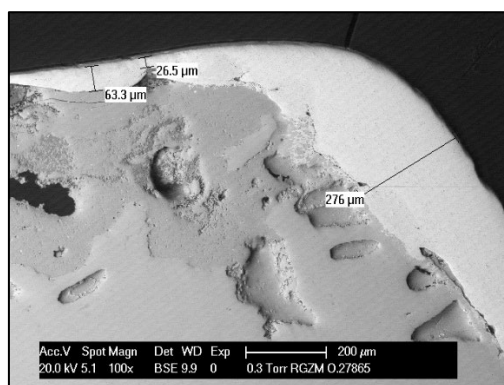


Figure 254, cliché (MEB) de la coupe d'un denier impérial plaqué dont la partie en argent présente une forte variabilité en épaisseur (63,3 μm ; 26,5 μm ; 276 μm)

Pour ce qui concerne la composition élémentaire de la couche d'argent, plusieurs analyses ont été publiées entre les années 1990 et 2010 (Figure 255), portant essentiellement sur des deniers plaqués des périodes républicaine et impériale. Bien que ces exemplaires aient été analysés au moyen de méthodes différentes et correspondent à des émissions variées, on constate que la teneur en argent de la surface des monnaies est comprise entre 98,6 % et 42,5 % pour les républicaines et entre 97,3 % et 40,8 % pour les impériales. À notre connaissance, aucune campagne d'analyse élémentaire de grande envergure – au

moyen d'une méthode d'analyse adaptée – n'a été menée sur les deniers plaqués¹⁹³. Pourtant, une telle entreprise serait nécessaire afin de développer des comparaisons et de mieux comprendre les pratiques des faux-monnayeurs pour ce qui concerne la fabrication de la couche superficielle des deniers plaqués.

Publication	Matériel	Méthode	Teneur en Ag (%)
ANHEUSER, NORTHOVER 1994	Monnaies celtiques	Electron Probe Microanalysis (EPMA)	« Couche trop fine »
ZWICKER <i>et al.</i> 1993	5 deniers républicains	Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray Analysis (SEM-EDX)	ca. 94,8 / 58 / 97,5 / 71,0 / 42,5
ANHEUSER, NORTHOVER 1994	5 deniers républicains	Cameca Semprobe for quantitative microanalysis	ca. 94,6 / 98,1 / 97,4 / 80,0 / 77,0
ANHEUSER 1998	3 deniers républicains (sur fer)	Dispersive electron prob microanalysis	ca. 77,0 / 84,0 / 78,0
CAILLAUD <i>et al.</i> 2003	1 denier républicain	SEM-EDX	ca. 60,0 – 85,0
ANHEUSER, NORTHOVER 1994	1 denier impérial	Cameca Semprobe for quantitative microanalysis	ca. 67,0
DERAISME 2005	2 deniers impériaux	MEB-EDX	64,8 / 40,8
BLANCHET 2015	2 deniers impériaux	LA-ICP-MS	97,3 / 94,9

Figure 255, tableau synthétique des teneurs en argent mesurées lors de travaux antérieurs

Caractérisation de l'alliage de cuivre

Les caractéristiques de la partie interne en cuivre ou alliages à base de cuivre des monnaies plaquées n'ont globalement que peu retenu l'intérêt des chercheurs. Pour ce qui concerne la composition, trois études ont néanmoins apporté quelques résultats (Figure 256).

Publication	Matériel	Méthode	Teneurs (%)				
ZWICKER <i>et al.</i> 1993	Flan rép. ou imp. ?	Ind.	« [...] it is copper, containing about 3 % tin. »				
DERAISME 2005	Denier imp.	MEB-EDX	Moy.	Cu 95,8	Ag 2,1	Sn 2,1	Pb 1,0
	Denier imp.	MEB-EDX	Moy.	97,0	nd	2,6	2,0
BLANCHET 2015	45 deniers imp.	XRF	Min.	86,0	nd	nd	nd
			Max.	99,7	7,4	4,6	2,6
			Moy.	97,7	ind.	ind.	ind.

Figure 256, tableau synthétique de la composition de l'âme en cuivre

Dans l'ensemble, les monnaies examinées livrent des teneurs en cuivre supérieures à 95 %. L'argent, l'étain et le plomb n'ont pas toujours été détectés, mais quand qu'ils l'ont été, leurs teneurs peuvent

¹⁹³ BLANCHET 2015 : 40 exemplaires analysés par LA-ICP-MS.

atteindre 7,4 % (Ag), 4,6 % (Sn) et 2,6 % (Pb). Là encore, une campagne d'analyse plus conséquente au moyen d'une méthode d'analyse adaptée serait souhaitable.

Pour ce qui concerne le ou les procédés de mise en forme des flans en cuivre ou en alliage cuivreux, les travaux antérieurs s'avèrent tout aussi avares en données. Tout d'abord, les flans de monnaies celtiques examinés par ANHEUSER, NORTHOVER 1994 sont décrits comme « bruts de fonderie ». Ensuite, ceux des exemplaires impériaux semblent pouvoir présenter les caractéristiques de flans qui ont été coulés puis martelés à froid avec ou sans recuit (BLANCHET 2015). Enfin, les flans républicains examinés par CAILLAUD *et al.* 2003 auraient été mis en forme « par martelage », sans plus de précisions.

Procédé(s) de fabrication des deniers plaqués

Propositions générales

Les propositions de procédé(s) de mise en forme des deniers plaqués peuvent être synthétisées en trois hypothèses :

- La soudure « forte » (*hard-soldering*), qui consiste en l'ajout d'un alliage Ag-Cu entre feuille et flan ;
- la soudure par diffusion (*diffusion bonding*), exploitant l'inter-diffusion de la feuille d'argent et du flan de cuivre¹⁹⁴ ;
- l'usage d'un amalgame argent-mercure.

Expérimentations antérieures

Nous avons connaissance de quatre expérimentations antérieures. Trois d'entre elles portent sur des flans en alliage à base de cuivre (ZWICKER *et al.* 1993 ; BOZZINI *et al.* 2003 et CAILLAUD *et al.* 2003), une autre sur des flans en fer (ANHEUSER 1998¹⁹⁵).

En 1993, ZWICKER *et al.* publiaient les résultats d'une expérimentation, qui est à notre connaissance la première qui concerne les deniers plaqués. Les auteurs proposaient de reproduire trois deniers plaqués en suivant le protocole suivant :

- du cuivre est coulé puis martelé pour obtenir des flans, qui sont ensuite recuits ;
- deux disques d'argent sont découpés à partir de feuilles ; leur diamètre est « un peu plus important » que celui des flans et d'une épaisseur de 100 µm ;
- un flan est placé sur un disque et l'ensemble est disposé sur un bloc de matériau mou (plomb) ;
- le flan est pressé de manière à ce que le disque se rabatte sur les bords du flan ; le même procédé est employé pour le second disque ;
- le flan enveloppé est ensuite placé dans un creuset rempli de charbon ;
- les trois flans sont séparément chauffés à 800°C ;
- Trois temps de chauffe sont expérimentés : 3, 5 et 10 minutes.

Selon les auteurs, le temps de chauffe adéquat est de 3 minutes puisqu'au-delà, ils constatent que la feuille d'argent est absorbée dans l'eutectique.

En 2003, deux expérimentations ont été publiées. La première (BOZZINI *et al.* 2003) présente la tentative de recréation de trois deniers plaqués dont les feuilles superficielles sont de trois compositions différentes (Ag80/Cu20 ; Ag78/Cu22 ; Ag60/Cu40) pour 250 µm d'épaisseur :

- des lingots ronds de cuivre sont préparés ;
- ces derniers sont enroulés dans les feuilles d'alliage Ag-Cu ;
- l'ensemble est placé dans un creuset rempli de charbons ;

¹⁹⁴ Plusieurs auteurs signalent qu'il est impossible de faire la différence entre les procédés de *hard-soldering* et de *self-soldering* lors d'observations métallographiques (voir par exemple ZWICKER *et al.* 1993).

¹⁹⁵ Cette expérimentation ne sera pas détaillée dans le présent rapport.

- le creuset est placé dans un four sous vide à 800°C pendant 3 minutes.

La seconde expérimentation (CAILLAUD *et al.* 2003) présente un procédé expérimental qui a pour but de reproduire un denier plaqué républicain :

- un flan de Cu travaillé à froid est préparé ;
- une feuille d'Ag est déformée en « U » ;
- le flan est placé dans la feuille d'Ag puis pressé avec les doigts « sans attention particulière » ;
- le flan pris dans la feuille d'argent est enrobé d'argile (temps de séchage : 24h) ;
- l'ensemble est mis à chauffer à 800 °C pendant une durée de 15 min ;
- l'argile est fracturée et le flan est frappé ;
- la monnaie est blanchie.

Nous avons synthétisé ces expérimentations antérieures sous la forme d'un tableau afin de mettre en regard les différentes étapes du procédé. Si les auteurs qui ont publié ces expérimentations ont tous conclu que l'opération avait été un succès, il faut souligner que les conditions ou les paramètres choisis pour plusieurs étapes ne sont pas détaillés.

En effet, les conditions de mise en forme de la feuille d'argent et du flan en cuivre ne sont pas décrites : les expérimentateurs ont-ils employé des métaux industriels ? Quelle est la composition de ces matériaux et quelle est leur métrologie exacte ? Comment ont-ils été mis en forme lors de l'expérimentation ? Quelles sont les conséquences de la variation de certains paramètres (composition et épaisseur de la feuille et du flan de cuivre) ?

De la même manière, l'aspect final de la monnaie à l'issue de la chauffe puis de la frappe n'est que rarement commenté ou illustré. Par ailleurs, les caractéristiques des coins employés pour ces expérimentations ne sont pas décrites (comme la profondeur de gravure par exemple). Comment la feuille d'argent réagit-elle à l'issue de la chauffe et lorsqu'elle subit l'impact de la frappe ?

À l'exception des travaux de CAILLAUD *et al.*, les études présentées ci-dessus n'abordent pas ou peu les aspects quantitatifs relatifs aux différentes étapes de la fabrication monétaire, à la productivité des ateliers ou aux bénéfices attendus. Quelle quantité d'argent était nécessaire pour produire un denier plaqué techniquement réussi ? Comment mesurer le gain (en masse d'argent) par rapport à un denier officiel ? Combien de temps est-il nécessaire pour concevoir un denier plaqué ?

Dans le but de développer les questionnements exposés ci-dessus, nous avons fait le choix de tenter de reproduire les expérimentations antérieures afin d'obtenir des données plus précises et mieux documentées.

	Mise en forme du flan	Caractéristiques du flan	Mise en forme de l'Ag	Caractéristiques de l'Ag	Épaisseur Ag	Association Cu et Ag	Méthode de placage	Utilisation de l'argile ?	Méthode cuisson	T° chauffé et durée	Blanchiment	Conditions frappe
Zwicker et al. 1993	Flans de cuivre coulés, martelés puis recuits	IND.	IND.	IND.	100 µm	Place le flan sur le disque, le tout sur un bloc de matériau mou	Diffusion	NON	Dans creuset rempli de charbons	3 ; 5 ; 10 min 800 °C	NON	IND.
Caillaud et al. 2003	Flans de cuivre coulés, martelés à froid sans recuit	3 mm épaisseur 99%	IND.	99 %	127 µm	Feuille d'Ag déformée en « U ». Le flan est placé dans feuille Ag et on presse avec les doigts	Diffusion	OUI	Four électrique	15 min 800 °C	OUI	IND.
Bozzini et al. 2003	IND.	IND.	IND.	Ag80/Cu20 ; Ag78/Cu22 ; Ag60/Cu40	250 µm	IND.	Diffusion	NON	Dans creuset rempli de charbons	3 min 800 °C	OUI	IND.
Anheuser 1998	IND.	IND.	IND.	IND.	IND.	Emploi de l'acide borique et du fluorure de sodium	Soudure forte	OUI	IND.	1000 °C	NON	IND.

Figure 257, tableau récapitulatif des expérimentations issues de travaux antérieurs

2 ...à la pratique : vers un nouveau protocole

Objectifs finaux des nouvelles expérimentations

La mise en place de nouvelles expérimentations a pour but final de parvenir à produire de manière reproductible des deniers plaqués dans les conditions « antiques » (martelage et travail en foyer). Au cours de ces expérimentations, un certain nombre de données doivent être récoltées afin de quantifier :

- le temps nécessaire à l'exécution des différentes phases du procédé (mise en forme des deux parties du flan et leur assemblage, le temps et les conditions de chauffe, la nécessité (ou non) d'un blanchiment, la frappe finale) ;
- les ressources nécessaires (combustible, matériaux) ;
- l'argent métal nécessaire (évaluer le gain lors de la fabrication d'un denier frauduleux).

Il s'agira également d'examiner finement l'aspect final des deniers plaqués afin de déterminer l'efficacité de la supercherie, mais aussi d'étudier la faisabilité (déterminer la facilité ou la difficulté) d'une production en série (accidents, ratés ?). Enfin, il pourrait s'avérer pertinent d'observer, sur un temps plus ou moins long, la dégradation des deniers plaqués expérimentaux (circulation et/ou enfouissement artificiels) afin d'estimer la durée avant que la supercherie ne soit visible.

Comment procéder pour examiner tous les aspects et subtilités du denier plaqué ? Nous avons fait le choix de diviser ce projet expérimental en deux campagnes : l'une en 2024, l'autre en 2025. La première, exploratoire, a pour but de reproduire les expérimentations antérieures et d'examiner les coupes de deniers plaqués qui auront été produits. La seconde aurait pour objectif de déterminer les conditions nécessaires pour réaliser une production de masse.

Campagne 2024

En premier lieu, il s'agit de reproduire les expérimentations de soudure par diffusion en faisant varier plusieurs paramètres : la composition et l'épaisseur des matériaux (argent et cuivre) et les conditions de chauffe. Ensuite, il est nécessaire de déterminer les effets de la frappe et d'observer l'aspect final des monnaies plaquées. Enfin, il est absolument nécessaire de documenter au mieux le procédé technique par une couverture photographique importante.

3 Développement du protocole

Mise en forme des flans de cuivre

La première étape de notre protocole expérimental a consisté à concevoir l'âme de cuivre des monnaies. Conformément à la métrologie des deniers officiels républicains ou impériaux, l'objectif initial était de mettre en forme des flans dont la masse est comprise entre 3,0 g et 4,5 g pour une épaisseur d'environ 2 mm.

Le procédé le plus commun pour mettre en forme des flans est la méthode de la coulée en chapelet. Il présente plusieurs avantages : d'une part, le moule peut être confectionné aisément et, d'autre part, il permet la fabrication de flans bruts de fonderie « prêts à l'emploi » et de géométrie fixe (diamètre et épaisseur). C'est donc cette méthode qui a été privilégiée en première intention.

Le moule a été élaboré avec du sable de fonderie dans lequel les alvéoles et les canaux de coulée ont été modelés en vue de concevoir trois chapelets de quatre flans (pour un total de 12 flans ; Figure 258, a). Le tout est maintenu entre deux plaques de pierre réfractaire. Une fois le moule assemblé disposé à la verticale, des cônes en sable de fonderie ont été modelés à l'entrée des trois canaux pour favoriser la coulée du métal (Figure 258, b).

Si la technique de la coulée en chapelet est la plus commune, il s'agit toutefois d'un procédé qui reste mal maîtrisé lorsqu'il est nécessaire de produire des flans d'une épaisseur peu importante (inférieure à environ 2,5 mm). De fait, après plusieurs tentatives de coulées, seuls deux flans présentaient une qualité satisfaisante (Figure 258, c ; n^{os} X1 et X2).

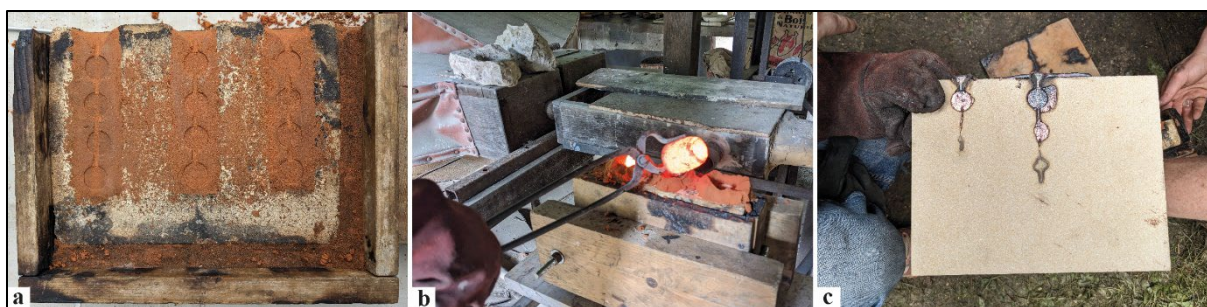


Figure 258, (a) moule en chapelet ; (b) coulée ; (c) résultat de la coulée

En raison de ce problème de faisabilité, lié à notre manque de maîtrise et de temps, nous avons fait le choix de nous orienter vers un autre procédé. Deux autres techniques pour produire des flans sont attestées pendant l'Antiquité : la coulée en « boudin¹⁹⁶ » et la coulée en sphères¹⁹⁷. Si ces deux méthodes impliquent un traitement mécanique succédant la coulée (le martelage), elles présentent – du moins dans notre cas – un gain de temps¹⁹⁸ et un taux de réussite plus élevé. Nous avons fait le choix de couler 11 sphères (Figure 259, a) dans un moule en maillechort (5 ex. de 12 mm de diamètre et 6 ex. de 10 mm de diamètre). Celles-ci ont ensuite été martelées (3 à 4 impacts ; Figure 259, b). Le procédé s'est avéré particulièrement efficace : les coulées se sont déroulées sans encombre, tout comme les déformations plastiques qui n'ont nécessité aucun recuit.



Figure 259, sphère coulée(a), puis martelée (b)

Les caractéristiques des flans obtenus à partir des sphères sont satisfaisantes (Figure 260). La forme des flans est proche de celle d'un cercle parfait (ratio diam. min/ diam. max = 92 %), les diamètres sont ajustés (coef. de variation = 5 %), les masses sont bien calibrées (coef. de variation = 5-7 %) et l'épaisseur plutôt constante (coef. de variation = 4 %).

Procédés techniques de fabrication	Réf	Masse	Diam. max	Diam. min	ép.	Diam. min/max	Masse (stat)			Diam. max (stat)			ép. (stat)			
							Moy.	Écart-type	Coef. var.	Moy.	Écart-type	Coef. var.	Moy.	Écart-type	Coef. var.	
Disques coulés en chapelet	X1	6,58	20,4	20,2	2,88	99%										
	X2	3,06	20,7	19,2	1,55	93%										
	Y1	7,51	23,0	22,6	2,17	98%	7,06	0,50	7%	22,2	1,21	5%	2,5	0,3	14%	
	Y2	7,34	23,8	22,0	2,28	92%										
	Y3	7,23	20,8	18,7	2,91	90%										
Sphères coulées et écrasées	Y4	7,00	21,6	20,0	2,29	93%										
	Y5	6,22	21,9	20,1	2,80	92%										
	Y6	4,57	20,7	19,5	2,00	94%	4,18	0,22	5%	19,7	0,99	5%	2,0	0,1	4%	
	Y7	4,29	21,2	18,4	1,86	87%										
	Y8	4,16	19,5	17,6	1,93	90%										
	Y9	4,08	19,0	18,5	1,92	97%										
	Y10	4,04	18,8	17,7	2,06	94%										
	Y11	3,96	19,0	16,0	2,01	84%										

Figure 260, métrologie des âmes en cuivre produites expérimentalement

¹⁹⁶ Voir BODET, PILON à paraître.

¹⁹⁷ Voir ARTRU, SARAH 2022 et ARTRU, SARAH 2024 dans ce rapport.

¹⁹⁸ Par exemple, aucun recuit ni ébarbage n'est nécessaire.

Mise en forme des feuilles d'argent

En nous référant aux épaisseurs mesurées lors de coupes métallographiques (voir *supra*, Figure 253), nous avons fait le choix de produire des feuilles d'environ 200 μm d'épaisseur. Pour leur mise en forme, nous avons choisi de produire trois lingots de 10 g et de 4 mm d'épaisseur (A, B, C ; Figure 261) d'alliages argent-cuivre de différente teneur en argent (95 %, 80 %, 60 %). Pour passer d'un lingot d'une épaisseur de 4 mm à une feuille de 200 μm , nous avons fait le choix d'employer la technique du laminage plutôt que celle du martelage. Bien que l'utilisation du laminoir ne soit pas attestée pendant l'Antiquité, cette méthode présente l'avantage d'être rapide, sans que son action sur la microstructure du lingot ne soit différente de celle du martelage¹⁹⁹. Les feuilles A et B ont nécessité sept passes de laminage et huit recuits pour atteindre une épaisseur d'environ 200 μm . L'épaisseur de l'alliage C, plus riche en cuivre, n'a pu être réduite qu'à 600 μm en raison de sa fragilité.

Réf.	Composition	Procédé	Masse (g)	Longueur (mm)	Largeur (mm)	ép. (mm)
Alliage A	Ag 95 %	Coulée + laminage	3,94	69,8	42,2	0,2
Alliage B	Ag 80 %	Coulée + laminage	7,31	66,6	51,5	0,18-0,16
Alliage C	Ag 60 %	Coulée + laminage	7,79	47,00	36,4	0,6
Métal D	Ag 100 %	Métal indust. recuit				0,05

Figure 261, caractéristiques des alliages A, B et C et du métal D pour les feuilles d'argentes

La mise en forme des feuilles d'argent s'est soldée par un échec. En raison de notre manque d'expérience, la perte de métal depuis la coulée fut trop importante. De charges de 10 g de métal, nous sommes arrivés à des tôles difficilement exploitables, de masses comprises entre 4 et 8 g pour des dimensions d'environ 5x5 cm (Figure 262).

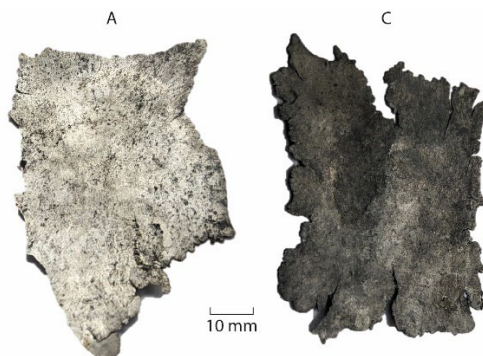


Figure 262, alliages A et C à l'issue du laminage

Nous avons donc fait le choix d'employer une quatrième feuille d'argent industrielle déjà laminée et recuite (D ; 95,9 % Ag). Les disques d'argent ont été mis en forme à l'aide d'emporte-pièces de 22 et 24 mm de diamètre (Figure 263).

¹⁹⁹ HADJADJ *et al.* 2012.



Figure 263, feuille d'argent circulaire découpée à l'emporte-pièce

Assemblage

Avant de procéder à l'assemblage de l'âme en cuivre et des disques en argent, ceux-ci ont nécessité une préparation afin d'anticiper des problèmes d'adhérence. Les âmes en cuivre ont été immergées dans une solution chauffée de gravelle et de gros sel (blanchiment²⁰⁰). Les disques ont quant à eux été légèrement poncés au papier de verre.

Dans les publications d'expérimentations plus anciennes, l'assemblage est une phase souvent qualifiée d'anodine qui n'est pas détaillée. Il s'avère que cette étape cruciale est loin d'être simple. Nous avons éprouvé deux méthodes :

- (1) En partant du principe (finalement erroné) que la superposition des deux feuilles d'argent devait avoir lieu sur la tranche des monnaies, nous avons commencé par essayer de recouvrir l'âme avec deux disques de mêmes dimensions (Figure 264, a). Le résultat ne fut pas concluant : il s'avère difficile de rabattre l'extrémité des disques l'une sur l'autre. Le fait que le diamètre des disques soit à peine plus important que celui du flan (2 mm) provoque des ondulations et crénelures (à la manière d'une capsule de bière ; Figure 265).

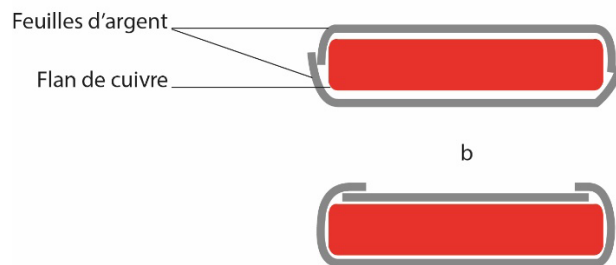
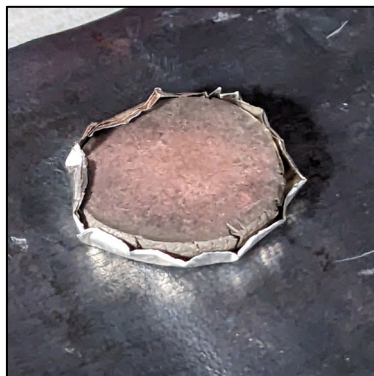


Figure 264, schémas illustratifs de deux méthodes d'assemblages de l'âme en cuivre et des feuilles d'argent



²⁰⁰ Il s'agit d'un procédé maîtrisé depuis l'Antiquité et bien attesté au Moyen Âge ; voir ARLES *et al.* 2011, p. 12-13.

Figure 265, utilisation d'une feuille d'argent d'un diamètre trop faible : formation de « crénelures »

- (2) Suite à cet échec, nous avons fait le choix de combiner deux disques de diamètres différents pour recouvrir le flan : l'un aux dimensions du flan (22 mm) et l'autre au diamètre légèrement plus important (24 mm). De cette manière, la seconde feuille vient recouvrir la plus petite en surface (Figure 264, b). Cette méthode est plus simple à mettre en œuvre. Toutefois, la superposition des deux feuilles est visible à la surface de la monnaie, nous y reviendrons.

Dans les deux cas présentés ci-dessus, nous avons utilisé nos pouces pour chasser l'air entre feuille et âme et procédé au brunissage des bords avec un petit outil en métal²⁰¹.

Chauffe

L'étape de chauffe est sans doute la phase du protocole qui nous a posé le plus de difficultés. Par commodité, un four électrique nous permettant de maîtriser la température de chauffe a été employé. Les conditions de chauffe sont décrites dans le tableau de la Figure 266.

En premier lieu, nous nous sommes appuyés sur les modalités de chauffe décrites dans le protocole des expérimentations plus anciennes, soit une température de 800°C pendant 3 minutes (échantillon Y5). Le résultat n'a pas été satisfaisant : à la sortie du four, l'aspect de la monnaie n'avait pas changé et aucune diffusion Ag-Cu ne semblait avoir eu lieu. De ce fait, le même échantillon fut à nouveau chauffé, mais cette fois pendant 5 minutes dans un scorificateur recouvert d'un charbon, afin de rendre l'atmosphère plus réductrice. Le résultat n'a pas été plus concluant.

Ensuite, nous avons fait varier les paramètres de température et de durée de chauffe (échantillons Y6 et Y9). À 825°C pendant 10 minutes et 850°C pendant 5 minutes, le résultat visuel est demeuré le même. Toutefois, lorsque la température a été portée à 850°C pendant 10 minutes (échantillon Y8), la monnaie est sortie du four rouge incandescente et recouverte d'une couche noire d'oxydation. Pour les échantillons suivants, la température a été maintenue à 850°C, mais le temps de chauffe abaissé à 7 minutes (X2) puis 8 minutes (Y7). Les deux monnaies sont ressorties du four sans que leur aspect ait changé. Par ailleurs, la feuille d'argent semblait ne pas avoir adhéré à l'âme en cuivre. L'échantillon Y10, chauffé à 825 degrés pendant 15 minutes, est ressorti du four rouge incandescent, à nouveau avec une couche noire d'oxydes. Les échantillons Y3 et Y11 (810°C, 5 min.) sont quant à eux sortis du four du même aspect qu'avant la chauffe. L'échantillon Y4 (830°C, 10 min.) est ressorti brûlé.

Enfin, l'échantillon Y3, chauffé 5 minutes à 825°C, légèrement martelé puis chauffé à nouveau a livré un résultat visuel plus acceptable : la monnaie est sortie rouge incandescent sans qu'une couche noire d'oxyde ne la recouvre.

Échantillon	T (°C)	Temps (min)	Placement	Résultat visuel
Y5	800	3	Sole	Identique
Y5	800	5	scorificateur + charbon	Identique
Y6	825	10	scorificateur + charbon	Identique
Y9	850	3	scorificateur + charbon	Identique
Y9	850	5	scorificateur + charbon	Identique
Y8	850	10	scorificateur + charbon	rouge incandescent, oxydation noire en surface
X2	850	7	scorificateur + charbon	Diffusion inégale
Y7	850	8	scorificateur + charbon	Identique
Y10	825	15	martelé avant chauffe scorificateur + charbon	rouge incandescent, oxydation noire en surface
Y11	810	5	scorificateur + charbon	Identique
Y3	810	5	scorificateur + charbon	Identique

²⁰¹ Un matériau très lisse peut également être employé, comme de l'agate par exemple.

Y4	830	10	scorificatoire + charbon	Brûlé
Y3	825	5+5	scorificatoire + charbon martelé entre deux chauffes	au rouge incandescent, pas d'oxydation noire

Figure 266, modalités de chauffe des flans plaqués expérimentaux

Force est de constater que les conditions de chauffe décrites lors d'expérimentations plus anciennes ne conviennent pas. Au toucher, la feuille d'argent ne semblait pas avoir adhéré au flan de cuivre dans la plupart des cas. Également, le repli de superposition des feuilles d'argent ne disparaît pas pendant cette étape.

La frappe

Pour frapper les flans plaqués, des coins fabriqués pour de précédentes expérimentations ont été employés par commodité. Leurs matrices s'inspirent de deux types de revers différents, frappés en Sicile au V^e siècle av. J.-C. Le premier représente un quadrigé au galop²⁰² et le second un crabe²⁰³.

À l'issue de la frappe (Figure 267), nous avons pu constater que les « crénelures » des deniers X1 et X2 étaient toujours visible. Sur la majorité des monnaies, on peut observer la formation d'un bourrelet important lié au diamètre plus réduit du coin au crabe. Enfin, si l'on omet notre manque d'expérience en matière de frappe, le résultat apparaît satisfaisant dans l'ensemble. Toutefois, sur la quasi-totalité des exemplaires, on sent toujours au toucher un espace entre l'âme et la feuille d'argent. Pour finir, un élément a attiré notre attention : la frappe n'a pas toujours effacé la trace de repli. Ce stigmat, que nous considérons comme important, est discuté plus bas.



Figure 267, deniers plaqués expérimentaux frappés

²⁰² https://greekcoinage.org/iris/id/syracuse.sng_ans_5.361-375.

²⁰³ https://greekcoinage.org/iris/id/agrigentum.sng_ans_3.986-988.

3 Premiers résultats et perspectives

Considérations générales

À l'issue de cette première campagne d'expérimentation, la pratique montre que la fiabilité des protocoles décrits dans la bibliographie doit être questionnée. En particulier, le couple température/durée optimale apparaît difficile à déterminer à ce stade des expérimentations. En effet, au-delà d'un certain seuil de température et de durée de chauffe, on peut observer la formation très rapide, en l'espace de quelques secondes, d'une couche noire d'oxyde de cuivre à la surface des monnaies chauffées, qui impose une étape supplémentaire de décapage chimique avant de procéder à la frappe. Ce phénomène pourrait s'expliquer par une diffusion excessive et non contrôlée du cuivre. Dans d'autres cas, à l'inverse, l'inter-diffusion entre l'argent et le cuivre, résultat attendu du processus de placage, est apparue partielle, y compris à l'issue de la frappe. Signalons toutefois que l'efficacité du procédé n'est ici évaluée qu'à partir du déroulement des expérimentations et de l'aspect final de la monnaie plaquée obtenue : il est nécessaire de compléter ces observations par des études de laboratoire (analyses chimiques de surface, études de coupes).

Dès lors, le résultat de ces expérimentations invite à reconsidérer sous un nouveau jour l'étude des procédés techniques en usage à la période antique et la caractérisation des spécimens qui nous sont parvenus. Peut-on vraiment affirmer que les artisans clandestins, aux niveaux d'expérience divers et soumis à des impératifs minimaux de productivité, étaient en mesure de réaliser systématiquement des opérations de placage efficaces, caractérisées par une inter-diffusion entre l'argent et le cuivre ? De fait, les monnaies plaquées qui nous parviennent et qui sont identifiées comme telles sont, pour l'essentiel, celles dont l'argenture a été préservée, de manière partielle ou complète. Mais qu'advenait-il des monnaies *mal plaquées* ? La supercherie n'était-elle pas alors repérée rapidement, parfois quelques jours seulement après leur mise en circulation, conduisant à leur élimination précoce ? Le cas échéant, il s'agirait tout à la fois d'une cause et d'une conséquence de l'envergure massive du phénomène des monnaies plaquées sur les marchés de la Méditerranée occidentale à la période romaine : celles-ci pourraient avoir été produites dans une grande mesure par un grand nombre de petits faussaires opportunistes, plus ou moins expérimentés et parfois inaptes à produire des objets aux propriétés physiques efficaces ; dans le même temps, la médiocrité technique des espèces plaquées en circulation pourrait engendrer le retrait prématuré de bon nombre d'entre elles, donc susciter en retour des activités de production accrues. Dans tous les cas, compte tenu du caractère massif du phénomène historique et du nombre d'opérations requises pour la mise en forme d'après l'expérimentation, on peut envisager la forte hétérogénéité de la qualité des fausses monnaies mises en circulation.

La question de la marque de repli

Dans ce rapport, nous avons abordé à plusieurs reprises la question du repli formé par l'une des feuilles d'argent sur la face opposée de la monnaie. Ce stigmatisme n'a pas disparu pendant les phases de chauffe et demeure visible à la surface de certains deniers à l'issue de la frappe (Figure 268 ; très visible sur Y5, moins sur Y3). Toutefois, une frappe correctement exécutée semble permettre d'atténuer fortement cette trace (Figure 268, Y10). Dans les cas les plus discrets, ce stigmatisme prend la forme d'un petit liseré visible à proximité du bord de la monnaie.



Figure 268, trace de repli

Si ce repli a été initialement considéré par les expérimentateurs comme un défaut de production, suggérant que d'autres procédés de mise en forme préalable des flans devraient être envisagés, il s'avère que de nombreux deniers plaqués antiques présentent le même stigmatisme, le plus souvent au revers, parfois au droit (Figure 269). Plus précisément, il semble que ce repli soit principalement observable sur des monnaies aux types de deniers tardo-républicains ou impériaux produites dans les provinces occidentales de l'Empire – Gaules, Germanies, Bretagne – au cours du I^{er} siècle ap. J.-C. Ce procédé de mise en forme, illustré précédemment (voir *supra*, Figure 264,b), pourrait donc être en réalité caractéristique d'une région et d'une période donnée. Le cas échéant, la mise en évidence de ce stigmatisme pourrait constituer un nouveau critère de détection des monnaies plaquées, particulièrement efficace lorsque celles-ci présentent une argenture intacte.



Figure 269, deniers plaqués antiques présentant le stigmatisme du repli

(a) Galba, Rome, RIC I 167, 2,59 g, Leiza (Mayence), n° inv. O.34358

(b) Galba, Rome, 68-69 ap. J.-C., RIC I 186, 2,91 g, Leiza (Mayence), n° inv. O.27870

(c) Auguste, Lyon, 11-9 av. J.-C., RIC I 178a, 2,98 g, Leiza (Mayence), n° inv. O.26055

Perspectives

Avant la deuxième campagne d'expérimentations (été 2025), les deniers expérimentaux de la campagne 2024 doivent être soumis à des analyses de composition et à des coupes métallographiques. Il s'agira notamment d'observer la diffusion entre le flan en cuivre et la feuille d'argent. La campagne 2025 sera dédiée, dans un premier temps, à la production de nouveaux deniers plaqués avec des feuilles d'argent composées de 95 % et 80% d'Ag (voir *supra*, alliages A et B). Afin d'économiser du temps, une partie des flans de cuivre sera mise en forme au préalable en laboratoire. Dans un second temps, il s'agira de poursuivre nos recherches des paramètres optimaux pour obtenir des soudures par diffusion de façon reproductible et atténuer le « repli » de la feuille d'argent. L'un de nos objectifs est d'augmenter notre maîtrise du procédé de mise en forme avant d'engager des tentatives dans des conditions « antiques » (martelages et chauffés en foyer).

Bibliographie

ANHEUSER 1998, « Silver-plated-on-Iron Roman coins », dans ODDY (dir.) *Metallurgy in Numismatics IV*, Royal Numismatic Society Special Publication, 30, p. 134-146.

ANHEUSER, FRANCE 2002, « Silver plating technology of the 3rd century Roman coinage », *Historical Metallurgy*, 36-1, p. 17-23.

ANHEUSER, NORTHOVER 1994, « Silver plating on roman and Celtic coins from Britain-a technical study », *The British Numismatic Journal*, 64, p. 22-32.

BARBATO 2018, Coin finds of the Republican period in Rome and in Central Italy: The coin sample from the 'sottosuolo urbano' of Rome kept in the Medagliere Capitolino. Circulation and use of Greek and Roman Republican coins, Thèse de doctorat, University of Warwick.

BLANCHET 2015, *Contrefaire la monnaie d'argent : analyses archéométriques appliquées à un lot de deniers plaqués des I^{er}-III^e siècles*, Mémoire de Master 2 Histoire de l'Art et Patrimoine, spécialité Matériaux du patrimoine culturel et archéométrie, Université Bordeaux Montaigne.

BODET, PILON à paraître, « From copper-based alloys to coins part II: comparison of archaeological samples issued from the "rod to coin process" with samples obtained from experimental archaeology », *Archaeometry*.

BOSSAVIT 2022, *Les monnayages d'argent gaulois du Centre-Est (IIe-Ier av. n. - è.)*. Regards croisés, Thèse de doctorat, Université d'Orléans.

BOZZINI, GIOVANELLI, NATALI, CALCAGNILE 2003, « A metallurgical characterization of some surface silvered roman *denarii* », *Proceedings of the International Conference on Archaeometallurgy in Europe, September 2003*, vol. 1, p. 361-368.

BURNETT 1987, *Coinage in the Roman World*, Londres, Seaby.

BUTTREY 1980, « Cosa. The Coins », *Memoirs of the American Academy in Rome*, 34, p. 11-153.

CAILLAUD, IENCO, PICCARDO, POGGI, POGGIO 2003, « Experimental essays and metallurgical investigation on Roman republican *denarii serrati* and *subaerati* (I century B.C.): the hoard from S. Varano (Forli, Italy) », *Proceedings of the International Conference on Archaeometallurgy in Europe, September 2003*, vol. 2, p. 577-590.

CAMPBELL 1933, *Greek and Roman Plated Coins*, The American Numismatic Society Numismatic Notes and Monographs, 57, New York.

COPE 1972, « Surface-silvered ancient coins », dans HALL, METCALF (dir.), *Methods of Chemical and Metallurgical investigation of Ancient Coinage*, Royal Numismatic Society Special Publication, 8, p. 261-278.

DAHL 1931, « Die Arbeitsmethoden der antiken Münztechnik, insbesondere der Falschmünzerei », *Metallwirtschaftl*, 10, p. 653-663.

DARMSTAEDTER 1929, « Subaerate Münzen und ihr Hestellung », *Mitteilungen der Bayerischen Numismatischen Gesellschaft*, 47, p. 27-38.

FRIED, HAMMER 1974, « Über einen plattierten römischen Denar, *Numismatische Beiträge* », 2, p. 44-48.

HADJADJ, GUILLOT, HELBERT, SOLAS, TEREYGEOL 2012, Fabrication des monnaies au XVI^e siècle : différenciation entre martelage et laminage, dans TEREYGEOL (dir.), *Comprendre les savoir-faire métallurgiques antiques et médiévaux*, Paris, p. 111-122.

HAMMER 1984, « Münzen aus plattierten metallen », *Numismatische Beiträge*, 31-1, p. 14-28.

KALSCH, ZWICKER 1968, *Untersuchungen über Platierungen antiker Münzen mit Hilfe der Mikrosonde*, *Microchimica Acta Suppl.* III, p. 210-220

INGO, BALBI, CARO, FRAGALÀ, RICCUCCI, BULTRINI 2006, « Microchemical investigation of Greek and Roman silver and gold plated coins : coating techniques and corrosion mechanisms », *Appl. Phys.*, A 83, p. 623-629.

INGO, RICCUCCI, FARALDI, PASCUCCI, MESSINA, FIERRO, DI CARLO 2017, « Roman sophisticated surface modification methods to manufacture silver counterfeited coins », *Applied Surface Science*, A 421, p. 109-119.

LA NIECE 1990, « Silver plating on copper, bronze and brass », *The Antiquaries Journal*, 70-1, p. 102-114.

LA NIECE 1993, « Technology of silver-plated coin forgeries », dans ARCHIBALD, COWELL (dir.) *Metallurgy in Numismatics III*, Royal Numismatic Society Special Publication, 23, p. 227-236.

LEONI 1978-1979, *Sulla tecnica di produzione delle monete suberate*, Collana di studi e documentazione, Centro Studi Preistorici ed Archeologici, Varese (Musei Civici di Villa Mirabello), vol 14, 267 p.

PARISOT-SILLON 2016, Neruus Belli. *Argent monnayé, guerre et intégration en Occident nord-méditerranéen (c. 200-c. 40 a.C.)*, Thèse de doctorat, Université d'Orléans.

STANNARD 2023, « Some observations on imitations in the Cichobórz Hoard », dans BARTECKI, HYRCHALA et MYZGIN (dir.) *The Cichobórz Hoard. A Study of the Deposit of Roman Denarii and Their Imitations*, Hrubieszów, Muzeum w Hrubieszowie, p. 90-105.

WALTON 2012, *Rethinking Roman Britain: Coinage and Archaeology*, Wetteren, Moneta.

ZWICKER, LA NIECE, ODDY 1993, « Roman techniques of manufacturing silver-plated coins », *Metal plating and patination: cultural, technical, and historical developments*, Butterworth-Heinemann, Oxford, p. 223-246.

XVIII La fabrication des flans monétaires en Sicile aux Ve-IIIe siècles av. J.-C. Nouvelles pistes de recherches sur les moules sphériques

2022 et 2024

Artru J.*, Sarah G.**, Téreygeol F.*

* École française de Rome

** IRAMAT-CEB UMR 7065 CNRS-Université d'Orléans

*** IRAMAT-LAPA UMR 7065 CNRS-Université Paris-Saclay

Ce projet d'expérimentations effectué sur la plateforme des arts du feu de Melle en juin 2022 (20/06 au 24/06) et juin 2024 (17/06 au 23/06), dans le cadre du PCR Paléométaballurgies et expérimentations²⁰⁴, s'inscrit dans la continuité des campagnes précédentes et vise à la fois à en approfondir les conclusions et à en élargir les problématiques. Les sessions d'expérimentations de juin 2020 et de juin 2021 avaient pour origine une série d'observations réalisées sur des monnaies puniques et grecques en argent fabriquées en Sicile entre le début du Ve et le début du IIIe siècle av. J.-C.²⁰⁵. Ces observations ont permis de mettre en évidence des traces variées et récurrentes, aussi bien sur les faces que sur les tranches des monnaies, ces dernières faisant rarement l'objet d'un examen approfondi en numismatique grecque. Ces traces sont pourtant d'un grand intérêt pour comprendre la ou les techniques de fabrication anciennes mises en œuvre pour les produire. L'enjeu est d'autant plus grand que les techniques de fabrication monétaire antiques, en particulier dans les mondes grec et punique, sont très mal documentées par l'archéologie et soulèvent toujours des interrogations et des débats. C'est particulièrement vrai de l'étape de production des flans, qui a aussi été assez largement délaissée par les précédentes recherches incluant des expérimentations archéométaballurgiques²⁰⁶.



Figure 270, protubérances diamétralement opposées sur deux tétradrachmes siciliens

²⁰⁴ Les expérimentations ont également bénéficié du soutien financier des projets MSH-Val de Loire « MAN » (Méthodes archéométriques et numismatique), porté par A. Suspène (IRAMAT) et « 'Ça frappe pour moi !' Expérimentations, modélisation et essais de laboratoire pour comprendre la fabrication monétaire antique », porté par G. Sarah, tous deux financés par la Maison des Sciences de l'Homme Val de Loire.

²⁰⁵ Sauf mention contraire, les dates sont désormais entendues avant J.-C.

²⁰⁶ Les expérimentations réalisées par D.G. Sellwood au début des années 1960 et plus récemment par Th. Faucher et son équipe étaient surtout consacrées aux questions relatives à la frappe monétaire et ont fait usage de flans coulés dans des moules à cupules plates. Ce procédé a l'avantage de permettre une production rapide des flans, mais présente plusieurs inconvénients (en particulier pour calibrer la masse) et ne laisse pas sur les monnaies les traces qui retiennent ici notre attention (SELLWOOD 1963, p. 223-224, FAUCHER et al. 2009, p. 53-56, FAUCHER et al. 2013, p. 79-80).

a : Catane, c. 450-400, BnF Luynes 893 ; b : Siculo-punique, c. 350-320, BnF Luynes 1435.

Les deux premières sessions d'expérimentation ont permis de confirmer l'hypothèse selon laquelle les protubérances diamétralement qui s'observent fréquemment sur les monnaies siciliennes en argent (Figure 270) sont des traces laissées par l'utilisation de moules sphériques bivalves pour la production des flans. Les exemplaires produits lors de ces précédentes sessions d'expérimentations présentaient en effet des faciès tout à fait comparables à ceux des monnaies antiques examinées, tant dans leur forme que dans leurs caractéristiques métrologiques (diamètre et épaisseur par rapport à la masse en particulier). Surtout, les flans sphériques expérimentaux portaient des traces tout à fait assimilables aux protubérances observées sur les monnaies. La bavure circulaire est nettement visible sur les sphères à la sortie du moule et se retrouve comme attendu sur la tranche une fois le flan aplati puis frappé (Figure 271). Cette trace est plus ou moins visible en fonction du moule utilisé et il semble clair que le principal facteur susceptible de faire varier sa taille et sa forme est la précision de la jonction entre les deux parties du moule. En fonction de la position de la sphère au moment du martelage, l'inclinaison des protubérances sur la tranche peut prendre des angles très variés, ce qui correspond également aux caractéristiques relevées sur les monnaies anciennes²⁰⁷.



Figure 271, suivi de la trace produite par la jonction imparfaite des deux parties hémisphériques du moule, de la sphère coulée à la monnaie frappée

Ces précédentes expérimentations ont toutefois essentiellement porté sur la reproduction expérimentale de didrachmes en argent (environ 8,60 g) dans le but d'observer le processus d'apparition des protubérances présentes sur la tranche. Le programme réalisé en 2022 et 2024 a eu pour objectif d'approfondir notre compréhension de la technique employée en fonction des métaux et des dénominations produites. Trois pistes ont ainsi été privilégiées. La première a porté sur la fabrication des tétradrachmes de poids attique. Il s'agit de monnaies deux fois plus lourdes que les didrachmes (environ 17,20 g), qui constituent l'essentiel du numéraire mis en circulation en Sicile pendant la période étudiée. L'élargissement du corpus expérimental des tétradrachmes a également permis de proposer une étude statistique du calibrage de la masse des exemplaires plus représentative et de nourrir les réflexions déjà entamées au sujet des raisons qui ont poussé les Anciens à employer cette technique de fabrication. La dernière piste d'approfondissement a visé à appliquer la technique du moule sphérique bivalve à la production de monnaies en alliages cuivreux. Ces derniers ont en effet, comme l'argent, été abondamment utilisés dans le cadre de la production monétaire en Sicile aux époques classique et hellénistique, mais

²⁰⁷ Ces éléments font l'objet de développements dans les rapports d'expérimentations précédent, et ont été publiés dans ARTRU, SARAH, 2022.

les techniques de fabrication et les traces associées ont jusqu'alors nettement moins attiré l'attention des chercheurs.

La campagne de 2022 a essentiellement porté sur l'approfondissement des résultats obtenus pour l'argent, principalement à travers l'emploi de nouveaux outils de production : coins monétaires adaptés à la frappe de tétradrachmes attiques, nouveaux matériaux et formes de moules. La campagne de 2024 visait quant à elle avant tout à étendre les observations et les expérimentations aux alliages cuivreux.

1 La fabrication des flans et la frappe des tétradrachmes en argent

La production des flans

Les modalités de production des tétradrachmes sont les mêmes que celles des didrachmes, mais les monnaies sont alors plus lourdes, plus épaisses et plus difficiles à frapper. Le protocole adopté les années passées a été reproduit dans le cadre des nouvelles expérimentations. Le métal choisi est un alliage constitué de 97% d'argent et de 3% de cuivre. Il est coulé dans un moule bivalve constitué de deux hémisphères (Figure 272 b) afin de produire des sphères auxquelles est attaché un tenon de coulée (Figure 272 c). Une fois celui-ci retiré, la sphère est martelée au moyen d'une masse jusqu'à obtention d'un flan circulaire d'une épaisseur comparable à celle des monnaies antiques (Figure 272 d).

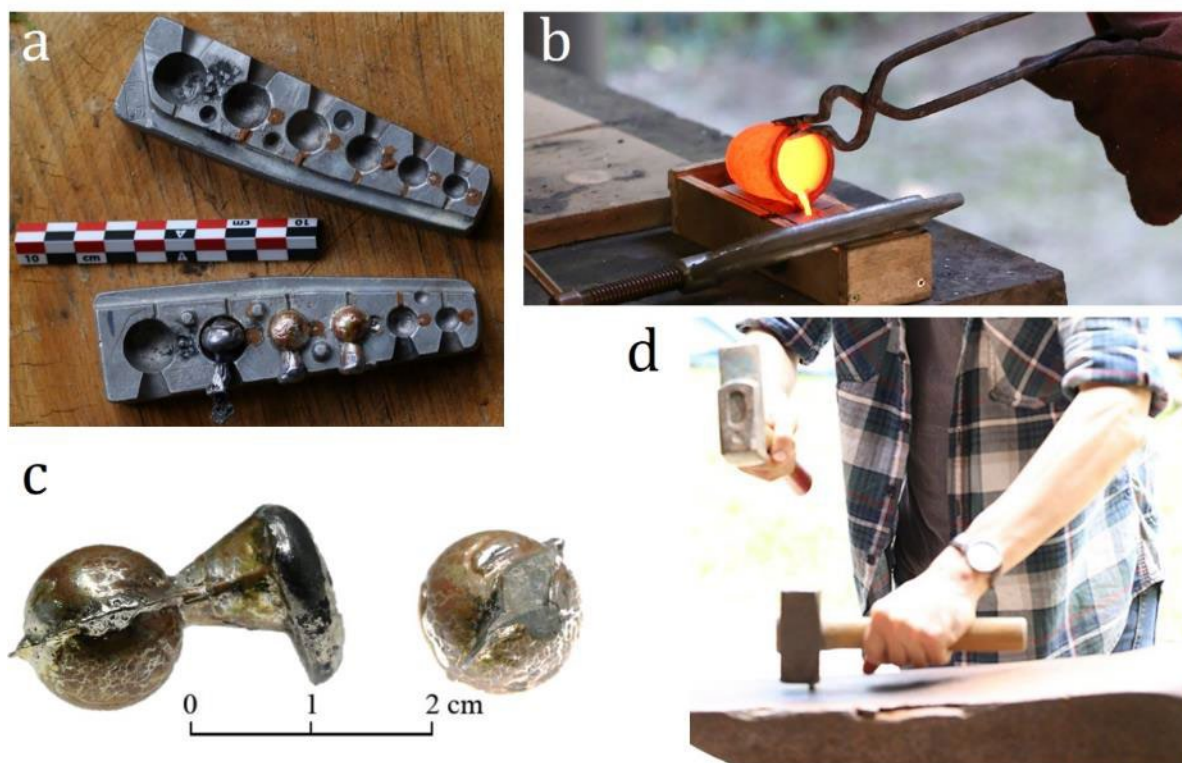


Figure 272, les différentes étapes de production d'un flan monétaire au moyen d'un moule sphérique

- a) Moule moderne en maillechort utilisé pour la production des sphères de 19 g ; b) coulée ; c) sphère coulée avant et après le retrait du tenon de coulée ; d) aplatissement de la sphère par martelage.

L'application systématique de la méthode à plusieurs dizaines de flans expérimentaux d'une masse s'approchant de celle des tétradrachmes de poids attique (en moyenne 19 g pour nos exemplaires, contre un peu plus de 17 g en théorie) avait donc pour objectif de vérifier pour cette gamme de masses la validité du protocole élaboré tout en produisant, le cas échéant, un échantillon statistique plus

représentatif dont il sera question plus loin. En l'absence d'un moule en calcaire du diamètre souhaité, c'est le moule moderne en maillechort qui a été utilisé (Figure 272a). La coulée des sphères n'a posé aucune difficulté particulière. Le martelage, décisif pour transformer la sphère en un flan monétaire plat et circulaire prêt à recevoir les types gravés sur les coins, n'a pas posé davantage de problème. Il a été effectué à froid et sans recuits de recristallisation intermédiaires, d'abord au moyen d'un marteau d'environ 300 g, puis d'une masse de 4 kg. Contrairement au cas des didrachmes, le recours à la masse la plus lourde et au travail conjoint de deux expérimentateurs se sont rapidement révélés nécessaires pour atteindre l'épaisseur souhaitée. Loin d'avoir rompu, le métal ne présente même qu'assez rarement des fissures. Les flans ainsi produits présentent déjà les principales caractéristiques de la production monétaire sicilienne : tranche épaisse et très bombée, protubérances diamétralement opposées et légères traces associées sur les faces, circularité imparfaite (Figure 273).



Figure 273, flan monétaire expérimental, masse : 19,07 g, diamètre max. : 23,7 mm, épaisseur : 5 mm

Comme les précédentes expérimentations l'avaient laissé penser, il est donc parfaitement possible de transformer par martelage, à froid et sans recuit intermédiaire, une sphère en argent de près de 20 g en un disque d'environ 5 mm d'épaisseur²⁰⁸.

L'emploi de nouveaux coins monétaires

Lors des précédentes campagnes d'expérimentations, l'étape de la frappe monétaire avait souffert de l'emploi de coins monétaires peu adaptés à la production de monnaies de grands modules telles que le tétradrachme de poids attique. Puisque l'accent a été mis sur la fabrication de cette dénomination cette année, de nouveaux coins monétaires plus adéquats ont été réalisés et mis à notre disposition par M. Michel Ducouret, graveur (Figure 274).

²⁰⁸ Un essai portant sur une sphère de 45 g d'argent a d'ailleurs donné les mêmes résultats.

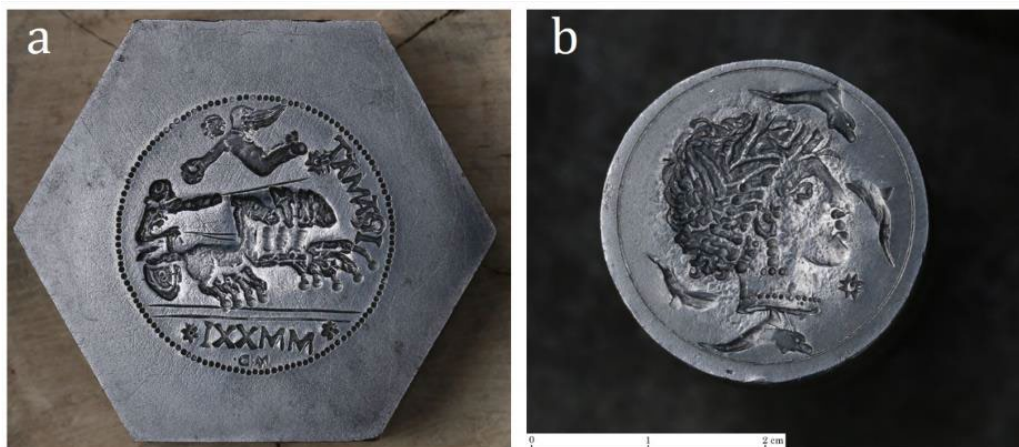


Figure 274, coins monétaires expérimentaux utilisés lors de la session d'expérimentation de 2022 afin de reproduire la frappe de tétradrachmes en argent

Ces deux coins sont en acier, comme les précédents, mais leurs caractéristiques se rapprochent sensiblement de celles des coins employés pour produire les monnaies étudiées (bien qu'aucun coin monétaire sicilien grec ou punique ne nous soit parvenu à ce jour) :

- La typologie est inspirée des types monétaires les plus répandus sur les tétradrachmes siciliens (un quadriga couronné par une Victoire au droit et une tête de nymphe de profil au revers, entourés respectivement d'un grènetis et d'un filet circulaire). La position des légendes est inspirée des types antiques, bien que le texte soit constitué d'éléments d'identification des monnaies expérimentales (IRAMAT – MMXXI). Les initiales de l'artisan à l'exergue ne manqueront pas de rappeler les coins signés par leurs graveurs dans la Sicile grecque de la fin du Ve siècle.
- La profondeur de la gravure est assez nettement marquée, comme c'est le cas sur beaucoup de coins de tétradrachmes de l'époque classique, et doit contraindre le métal à pénétrer plus loin à l'intérieur du coin pour que les types s'impriment convenablement.
- La gravure du coin de droit s'inscrit dans un espace large, loin des bords du coin (qui ne sont jamais visibles sur les droits des monnaies siciliennes, même décentrées). Le coin dispose d'un système permettant son enchâssement dans un billot en bois, de manière à en faire un véritable coin fixe.
- La gravure du coin de revers s'inscrit dans un espace plus limité, d'environ 28 cm de diamètre. Le coin lui-même est un cylindre d'une douzaine de centimètres de hauteur qui peut être manipulé au moyen de pinces ou fixé à un manche. Il s'agit là de reproduire le fonctionnement du coin mobile.

Les caractéristiques de la frappe monétaire : température du flan et force appliquée

L'étape de martelage induit un accroissement important de la dureté des flans. Les expérimentations passées ont confirmé que ce phénomène rend la frappe beaucoup plus difficile à effectuer que dans le cas où la pastille de métal est simplement brute de coulée. L'étape de recuit de recristallisation paraît donc s'imposer, à la fois pour garantir une frappe de qualité qui imprime convenablement les types monétaires et pour limiter les dégâts que causerait aux coins le déploiement d'une force trop importante. C'est particulièrement vrai pour les monnaies qui nous concernent ici, qui sont épaisses et dont les types sont souvent, comme nous l'avons vu, gravés profondément dans les coins.

Si l'ensemble des déformations subies par la sphère pour atteindre sa forme finale peuvent être effectuées à froid, la question de la température du flan monétaire au moment de sa frappe n'est pas encore tranchée. Dans le champ de la numismatique grecque, l'idée d'une frappe à chaud semble ne plus

être retenue par les spécialistes, qui s'appuient sur deux types d'arguments : elle serait d'une part difficile à mettre en œuvre dans le cadre d'une production à grande échelle, en plus d'être inutile pour imprimer convenablement les types monétaires²⁰⁹. Afin de tester ces hypothèses, nous avons tenté de frapper plusieurs flans à chaud en contrôlant leur température de surface juste avant qu'ils ne reçoivent l'empreinte des coins au moyen d'un thermomètre à infrarouge fixé à un trépied et pointé vers le coin enchâssé dans le billot (Figure 275).



Figure 275, dispositif de prise de température des flans avant la frappe

La frappe à chaud est intervenue sur des flans sortant du four dans lequel ils subissaient le recuit de recristallisation présenté plus haut. Un flan est sélectionné, sorti du four au moyen de pinces en acier et placé entre les deux coins monétaires en quelques secondes, avant qu'un coup puissant d'une masse de 4 kg soit porté sur le coin mobile pour imprimer les types. À leur sortie du four, les flans ont une température qui avoisine les 800°C, mais qui ne s'élève toutefois plus qu'à 150°C environ à leur surface dans les instants qui précèdent la frappe, environ 10 secondes plus tard. L'opération est relativement simple à effectuer, même s'il est difficile d'imaginer quelle forme pourrait prendre sa mise en œuvre dans le contexte d'une production antique. En l'absence de mesures précises de la force délivrée, on ne peut s'appuyer que sur des données empiriques pour évaluer l'intérêt de cette étape supplémentaire dans le processus de fabrication. Cette évaluation est rendue particulièrement délicate par la maîtrise sans doute insuffisante du geste et du dosage de la force requis pour la frappe de la part des expérimentateurs. Quoi qu'il en soit, il apparaît assez nettement à ce stade que, conformément aux attentes, la frappe s'effectue plus facilement sur des flans chauds qu'à froid. Dans de nombreux cas, le métal froid n'a qu'imparfaitement chassé jusqu'au fond de la gravure du coin, contrairement au métal chaud (Figure 276). Il y a toutefois des contre-exemples et, bien que cela fut plus difficile, il a aussi été possible de réaliser des frappes de bonne qualité sur des flans froids. Ce devait être *a fortiori* le cas pour des artisans plus compétents et habitués à la pratique de ces gestes.

²⁰⁹ Voir en particulier FAUCHER *et alii* 2009, p. 64-65, FAUCHER 2013, p. 264-265, qui s'opposent à l'idée que les flans aient été chauffés avant la frappe. D. G. Sellwood, entre autres, privilégiait quant à lui la frappe à chaud, tout en se montrant plus nuancé (SELLWOOD 1963, p.217-218, p. 228).

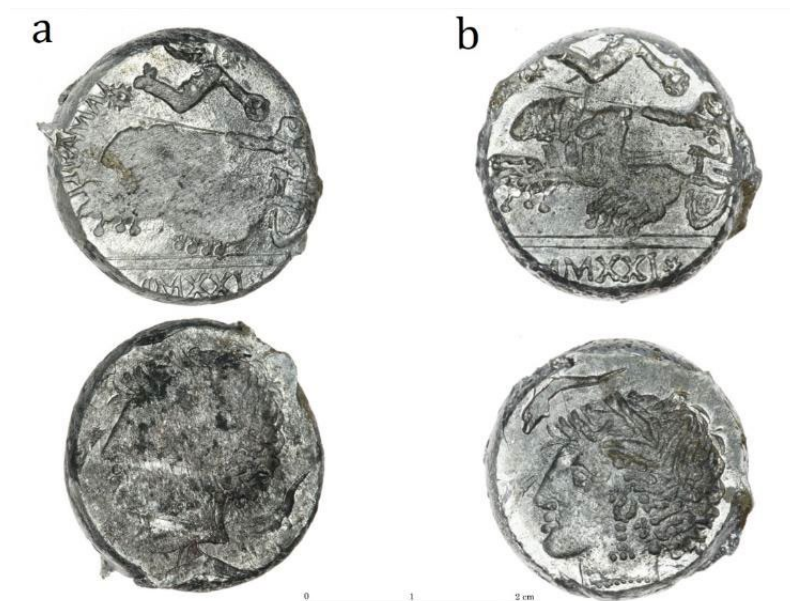


Figure 276, exemples de tétradrachmes expérimentaux frappés en un seul coup. a) frappe à froid ; b) frappe à chaud

Les essais réalisés dans le cadre de ces expérimentations semblent corroborer l'idée selon laquelle il n'était pas indispensable de frapper des flans chauffés pour imprimer convenablement les types monétaires. Le consensus actuel évoqué plus haut s'en trouve renforcé dans la mesure où l'opération de frappe est assez nettement simplifiée si les flans sont frappés froids. Selon les séries concernées, la présence fréquente d'un tréflage, qui indique que l'impression des types a nécessité plusieurs coups de masse, plaide aussi en faveur de la frappe à froid. Les expérimentations ont néanmoins mis en lumière le fait que la frappe à chaud n'était pas impossible à mettre en œuvre, y compris peut-être à l'échelle d'une production intensive. L'observation des monnaies siciliennes porteuses de protubérances, qui relèvent de contextes de production différents et présentent des traces diverses, tend en tout cas à envisager que les modalités pratiques de fabrication aient pu varier d'un atelier à l'autre et au cours du temps.

Des essais ultérieurs visant à modéliser l'effet de la température du métal sur sa capacité à se déformer, ainsi que sur la force nécessaire pour imprimer convenablement les types monétaires en fonction de la profondeur de la gravure, devront être menés pour approfondir cette question.

2 Le calibrage de la production de flans monétaires en argent : le cas des tétradrachmes de poids attique

Le calibrage de la masse, un motif d'adoption et de diffusion du moule sphérique ?

Plusieurs éléments peuvent être avancés pour expliquer l'adoption de cette méthode de production des flans. Le plus important est peut-être qu'elle permet un calibrage plus précis de la masse des monnaies. La maîtrise aussi fine que possible de la masse des exemplaires mis en circulation, en tout cas pour les métaux précieux, était en effet l'une des principales préoccupations du pouvoir émetteur²¹⁰. Le moule fermé est un bon moyen d'atteindre cet objectif : le volume prévu pour accueillir le métal est calibré préalablement et, une fois rempli, produit des objets dont la masse est reproductible. Les moules fermés

²¹⁰ En dernier lieu, pour le monde grec, voir CALLATAÏ 2019.

à cupules plates employés lors de précédentes expérimentations²¹¹, qui furent largement utilisés dans l'Antiquité pour la fabrication des monnaies de bronze²¹², devaient en théorie disposer des mêmes avantages. Néanmoins, leur organisation en chapelet, qui induit la découpe de deux tenons, ainsi que le moindre soin général apporté au calibrage des bronzes expliquent les grandes irrégularités de masses que l'on constate parfois au sein des séries produites de cette manière²¹³. Quoi qu'il en soit, ces moules fermés à cupules plates ne paraissent pas, sauf en de rares occasions, avoir été employés pour produire des flans en métaux précieux à la période qui nous concerne²¹⁴. Dans le cas des moules sphériques bivalves envisagés ici, l'absence de chapelet et le soin apporté à la confection des flans en argent devaient suffire à limiter sensiblement les écarts de masses entre les exemplaires. Cette possibilité de normaliser la métrologie de la production tout en limitant les retouches effectuées sur les flans²¹⁵ est donc peut-être l'une des raisons de l'emploi de cette technique.

S'il n'est pas le seul à permettre un tel calibrage, ce type de moule présente par ailleurs aussi des avantages du point de vue métallurgique. Par rapport à des formes plus allongées, la forme sphérique des alvéoles paraît en effet optimale pour faciliter le remplissage et favoriser l'évacuation des gaz (en évitant les angles et en limitant au maximum l'étalement de la surface remplie par le métal en fusion). La technique des flans sphériques présente donc des atouts importants de nature à compenser les contraintes imposées par sa mise en œuvre. Ce point ressort tout particulièrement si l'on change de perspective et que l'on considère qu'une autre méthode de calibrage de la masse des flans en or et en argent actuellement envisagée consisterait à peser avant la fonte des granules de métal puis de disposer dans de petites cupules la quantité de grenaille correspondant à la masse souhaitée pour chaque flan²¹⁶. Ce procédé différent, qui a pu être employé dans le cadre d'autres chaînes opératoires, présente lui aussi des contraintes, ce qui, assurément, renforce l'idée selon laquelle la fabrication monétaire antique était une activité qui requérait des opérations métallurgiques diverses et parfois complexes qui ne sauraient se limiter à la coulée et la frappe, ainsi que du temps et une main-d'œuvre importante.

Alors qu'un simple moule à alvéoles avait jusqu'à présent été utilisé dans le cadre des expérimentations, une réflexion plus approfondie a été menée cette année sur la nature et la forme des moules qui ont pu être employés pour produire des sphères de masses reproductibles. Le calcaire est apparu comme le matériau le plus intéressant de ce point de vue. Tout d'abord, il est parfaitement susceptible d'avoir été utilisé à des fins de production monétaire dans le monde grec, y compris en Méditerranée occidentale²¹⁷. Il est commun et peu onéreux, mais aussi facile à travailler et à remplacer²¹⁸. À condition d'être bien préparé avant son utilisation, le moule se dégrade peu et peut être utilisé plusieurs fois, ce qui présente un avantage évident. La dégradation progressive de la gravure sur le bord des hémisphères, et donc de

²¹¹ SELLWOOD 1963, p. 223-225, FAUCHER *et alii* 2009, p. 53-56.

²¹² Voir en particulier les moules de Paphos. Plus largement, FAUCHER 2013, p. 199-207, FAUCHER *et alii* 2013, p. 76-77.

²¹³ Les tenons, qui pourraient pourtant servir de variable d'ajustement de la masse, sont fréquemment coupés ou arrachés sans soin particulier sur les bronzes. Voir néanmoins dans FAUCHER 2013, p. 239-242 l'attention particulière qui pouvait être apportée à la confection des flans en bronze issus de moules en chapelets.

²¹⁴ FAUCHER *et alii* 2009, p. 53-55.

²¹⁵ Les monnaies qui nous concernent ici ne semblent pas présenter de traces de rognages visant à ajuster à la baisse la masse des exemplaires. On peut d'ailleurs envisager que, dans les cas où l'un d'eux s'avérait sensiblement trop lourd, car la bavure de métal s'était trop étendue, il devait être possible de couper la partie incriminée de la protubérance sans avoir à recycler l'ensemble de la sphère.

²¹⁶ Sur cette méthode, très plausible, mais qui demeure actuellement au stade d'hypothèse, voir en particulier TYLECOTE 1992, p. 59, FAUCHER *et alii* 2009, p. 60-61, FAUCHER *et alii* 2013, p. 98, CALLATAÏ 2019, p. 39.

²¹⁷ La diversité des utilisations du calcaire dans l'Antiquité est bien connue, et plusieurs attestations archéologiques concernent directement des contextes de fabrication monétaire (FAUCHER 2013, p. 199-207). C'est en particulier le cas des moules de Paphos. Voir aussi, dans un contexte plus proche de notre sujet, le fragment de moule monétaire en calcaire daté des dernières années du III^e siècle découvert sur le site de Bir Messaouda à Carthage en 2000 (FREY-KUPPER 2009).

²¹⁸ Lorsque les cupules sont trop abimées pour continuer à donner satisfaction, il est même possible dans un premier temps de réutiliser la pierre en la retournant et en y creusant de nouvelles alvéoles.

l'interstice qui se forme entre elles lorsque le moule est fermé, pourrait d'ailleurs, dans ce cas de figure, apporter un élément d'explication aux formes et aux tailles variées que peuvent revêtir les protubérances au sein d'une même série. Avec une pierre de plus grande taille, il est même possible d'envisager que cette technique ait pu être employée à une échelle de production importante, comme ce devait être le cas dans les principaux ateliers. En l'absence d'une documentation archéologique suffisante, il s'agit donc là de s'approcher des conditions de production des ateliers antiques afin de comprendre les modalités concrètes d'application de la technique et d'identifier les problèmes qui sont susceptibles de se poser en fonction de la configuration choisie.

Une première piste d'approfondissement en la matière a consisté à expérimenter la conception et l'utilisation d'un moule bivalve en calcaire permettant la production de sphères en chapelet (Figure 277). Ce type de moule semble permettre d'obtenir les mêmes résultats que le moule à alvéoles du point de vue technique, tout en laissant des traces légèrement différentes (présence de davantage de tenons de coulée, risques accrus de décalage entre les deux parties du moule). En raison de sa fragilité et des légers écarts de diamètres dans la conception des hémisphères, ce moule n'a en revanche pas permis d'apporter des éléments probants en matière de calibrage et de reproductibilité de la masse. Sur ce dernier point, l'emploi des moules en cuivre produits en 2024 dans le cadre du projet « 'Ça frappe pour moi !' Expérimentations, modélisation et essais de laboratoire pour comprendre la fabrication monétaire antique », qui n'ont pour l'heure été utilisés que pour les expérimentations relatives aux alliages cuivreux (voir ci-après), constituera une piste d'approfondissement importante.

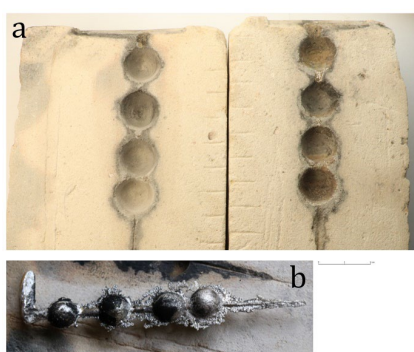


Figure 277, utilisation du moule en chapelet de sphères

a) Le moule ouvert ; b) un chapelet de sphères en argent issu d'une coulée.

Les données de l'échantillon statistique expérimental mises en perspective avec la production antique L'actualisation de l'échantillon statistique, en particulier par l'ajout d'environ 45 tétradrachmes expérimentaux, tend à confirmer qu'un bon degré de calibrage de la masse des flans peut être atteint au moyen de moules sphériques. De manière générale, on constate une bonne reproductibilité de la masse au sein des ensembles expérimentaux (Figure 278), avec un léger abaissement de l'écart-type des tétradrachmes expérimentaux par rapport aux anciennes données²¹⁹ (1,26 % contre 1,45 % lorsque l'échantillon n'était constitué que de 12 exemplaires, contre 56 à présent).

		Nombre de monnaies	Masse moyenne (g)	Masse min. (g)	Masse max. (g)	Écart-type (g)	Écart-type (% de la masse moyenne)
Monnaies XPs	Didrachmes (Moule calcaire)	22	8,54	8,14	9,12	0,31	3,78 %

²¹⁹ Telles que mentionnées dans le rapport du PCR précédent et publiées dans ARTRU, SARAH, 2022, p. 104.

	Didrachmes (Moule maillechort ø3)	23	8,36	7,98	8,88	0,24	2,98 %
	Tétradrachmes (Moule maillechort ø5)	56	19,00	18,33	19,40	0,24	1,26 %
Monnaies anciennes	Didrachmes d’Agrigente ²²⁰	234	8,73	8,16	9,01	0,11	1,31 %
	Tétradrachmes de Panormos ²²¹	101	17,04	15,41	18,04	0,43	2,53 %

Figure 278, tableau des principales données pondérales obtenues lors des expérimentations, confrontées à deux exemples anciens issus du monnayage sicilien

Il semble que ces chiffres puissent être comparés avec ceux de la production antique issue du même procédé de fabrication, malgré les difficultés méthodologiques que pose ce type de comparaison. C’est ce que laissent penser les deux exemples présentés dans le tableau, qui sont issus du monnayage sicilien et caractérisés par la présence des protubérances. Le premier, un ensemble très cohérent de didrachmes d’Agrigente frappés au début du Ve siècle, est manifestement très bien calibré. Le fait que ces monnaies proviennent d’un trésor sans doute constitué juste après leur émission ne garantit toutefois pas qu’elles soient parfaitement représentatives du monnayage à la sortie de l’atelier et qu’elles n’aient pas fait l’objet d’une sélection qui aurait conduit à réduire la variabilité des masses, en particulier pour les plus faibles²²². Il semble malgré tout que la production de cette série ait fait l’objet d’un contrôle assez fin au moment de sa production. Le second exemple est tiré du monnayage punique de la cité de Panormos, qui frappe entre *c.* 400 et *c.* 380 des tétradrachmes très inspirés des modèles syracusains. Contrairement au précédent, cet ensemble n’est pas issu d’un seul trésor, mais d’un corpus plus large, ce qui le rend plus hétérogène, mais conduit à intégrer des exemplaires dont la masse a pu diminuer légèrement du fait de l’usure induite par la circulation. On remarque cette fois que le calibrage, quoique convenable, n’est pas aussi bon que dans le cas d’Agrigente. Si cela peut s’expliquer en partie par l’usure variable entre les monnaies, il faut également relever un nombre important d’exemplaires dont la masse réelle excède sensiblement la valeur théorique. Aucun de ces deux exemples n’est donc pleinement satisfaisant, mais chacun contribue à donner un ordre de grandeur pour le calibrage de la masse des flans au moyen des moules sphériques. Les flans expérimentaux, malgré les défauts évoqués, s’en approchent très nettement, ce qui conforte l’idée que la masse des flans pouvait être reproduite assez précisément avec ce type de moule sphérique. Notons d’emblée qu’il ne s’agit pas là d’excellents calibrages, comme il s’en trouve de nombreux exemples dans le monnayage grec et qui devaient être obtenus par d’autres moyens²²³. Il semble toutefois possible, à condition de réaliser les moules avec soin et de retirer

²²⁰ Monnaies provenant du trésor de Gela 1956 (IGCH 2006). Seuls les didrachmes appartenant au groupe III de WESTERMARK 2018 (et dont la masse est connue), frappés peu avant la date d’enfouissement du trésor (*c.* 480), ont été pris en compte. La masse théorique de ces monnaies est de 8,70 g. L’étalon attique en usage dans certains ateliers siciliens au début du v^e siècle a en effet tendance à être légèrement plus lourd que celui d’Athènes, ce qui se vérifie bien pour le groupe III de WESTERMARK 2018 (voir en particulier p. 41).

²²¹ Ensemble des tétradrachmes frappés à Panormos *c.* 400-380 avec les coins de droit O1 à O8 (JENKINS 1971, p. 40-42, pl. 7-10, n^{os} 1-34). Cet échantillon correspond au début de l’émission de tétradrachmes de poids attique par la cité phénico-punique. Il présente le défaut d’amalgamer des monnaies dont les durées de circulation ainsi que l’usure durent être divers, ce qui amène certainement à surévaluer légèrement les faibles valeurs.

²²² Sur l’emploi des trésors de monnaies ayant peu circulé pour établir des données métrologiques, voir en particulier CALLATAÏ 2019.

²²³ CALLATAÏ 2019, p. 31-38, 41 a d’ailleurs bien montré que, dans le cas de l’argent au moins, il est possible d’identifier assez clairement plusieurs degrés de précision dans la pratique du calibrage en fonction des différents ateliers, avec une distinction qui semble se dégager « entre les « monnayages royaux », plus finement calibrés, et les autres » (p. 41). Les monnayages étudiés ici, qui rentrent dans la seconde catégorie, viendraient alors renforcer ce constat.

proprement le tenon de coulée, de produire avec ce type de moule des flans en argent suffisamment bien calibrés.

3 Les alliages cuivreux

La dernière piste d'approfondissement, initiée lors de la campagne de 202 et surtout poursuivie en 2024, a porté sur la production de monnaies en alliages cuivreux au moyen du même procédé de fabrication impliquant un moule sphérique bivalve. Comme dans le cas de l'argent, ce sont d'abord les observations effectuées sur les monnaies anciennes qui sont à l'origine du projet d'expérimentations. Néanmoins, contrairement aux monnaies d'argent, les bronzes n'ont qu'assez peu attiré l'attention des spécialistes du monnayage sicilien, et leurs techniques de fabrication ont été souvent négligées. On peut relever, dans quelques études consacrées aux monnayages puniques, des mentions relatives à des traces de fabrication différentes (épaisseur variable du flan, forme de la tranche)²²⁴, mais les techniques elles-mêmes ne sont pas discutées.

Observations, mesures et analyses des monnaies anciennes

Une étude des traces de fabrication laissées sur les monnaies de bronze siciliennes permet pourtant de mettre en évidence des éléments tout à fait comparables à ceux, mieux connus et relevés de longue date, observés pour les monnaies en argent. Il s'agit ici non seulement des protubérances diamétralement opposées, mais aussi plus largement de la forme très bombée de la tranche, qui est généralement épaisse. Ce phénomène concerne surtout Syracuse dans un premier temps, mais paraît toucher beaucoup plus largement les productions insulaires à partir du milieu du IV^e siècle (Figure 279). Il est notable également, et les monnaies illustrées ici en témoignent, que ces protubérances s'observent sur des monnaies de masses et de diamètres très variés. Enfin, comme cela avait été relevé pour l'argent, les traces ne se cantonnent pas strictement à la tranche, mais peuvent également, dans le prolongement des protubérances, toucher le bord des faces (Figure 279a). Les zones concernées sont celles qui ont peu ou pas été affectées par le martelage et la frappe.



Figure 279, monnaies siciliennes en alliages cuivreux produites aux IV^e-III^e siècles et présentant des protubérances diamétralement opposées sur la tranche

²²⁴ ALEXANDROPOULOS 2007, p. 51, FREY-KUPPER, BARRANDON 2003, p. 516-519.

a) Syracuse, c. 400-350, 28,91 g (BnF, Luynes 1255) ; b) Syracuse, c. 343-317, 17,01 g (BnF, Delepierre 3879) ; c) Centuripe, c. 339-330, 29,31 g (BnF, AA.GR.18156) ; d) Aitna, c. 339-317, 11,55 g (BnF, Luynes 842).

En complément de ces observations, des mesures ont également été effectuées afin d'affiner l'étude technique des exemplaires concernés²²⁵ (Figure 280). Il en ressort que les monnaies qui présentent des protubérances ont généralement un diamètre assez réduit au regard de leur masse et sont très épaisses, cette caractéristique pouvant d'ailleurs varier d'un point à l'autre. Ce sont là aussi des éléments qui rapprochent, d'un point de vue technique, ces exemplaires en alliages cuivreux de leurs homologues en argent.

De même que leurs aspects techniques, les caractéristiques du métal utilisé pour produire ces monnaies n'ont en effet pas fait l'objet d'une grande attention jusqu'à présent. Il n'a par ailleurs pour l'heure pas été possible de mettre en œuvre un programme d'analyses archéométriques dédié. Quelques exemples de compositions sont toutefois connus depuis une étude publiée en 2003 par S. Frey-Kupper et J.-N. Barrandon. Cette dernière porte sur des monnaies frappées sous autorité punique, syracusaine et romaine en Sicile entre la fin du IV^e et le I^{er} siècle av. n. è. analysées par activation neutronique²²⁶. Elle nous apprend surtout que la composition des alliages employés est fort variable, en particulier pendant la période qui nous intéresse ici. Beaucoup de monnaies, en particulier les puniques, semblent faites d'un alliage constitué de cuivre non-allié ou peu allié, dont la teneur s'élève parfois à plus de 99 %. Les teneurs en étain peuvent varier légèrement, mais elles dépassent rarement 5 %. Il est notable également que certains alliages présentent d'importantes quantités de plomb, dont les teneurs peuvent s'élever, pour certaines séries en particulier, à près de 25 %.

Identifiant BnF	Atelier	Datation	Mass e (g)	Diamètr e (mm)	Diamètre avec protubérances (mm)	Épaisseur champ (hors reliefs) (mm)	Épaisseur maximale (mm)
Valton 191	Syracuse	c. 400-350	34,25	28,5	31,0	6,5-7,2	7,5
Luynes 1255	Syracuse	c. 400-350	28,91	28,0	29,7	5,6-6,0	6,4-6,7
Valton 193	Syracuse	c. 400-350	21,97	26,5	26,4	4,2-5,0	6,3
Delepierre 3858	Syracuse	c. 400-350	31,80	29,4	30,3	6,3-6,6	7,2
Delepierre 3857	Syracuse	c. 400-350	32,73	29,0	29,4	5,7-6,4	7,3
Valton 188	Syracuse	c. 400-350	4,73	15,2	17,0	3,0-3,6	4,4
Delepierre 3879	Syracuse	c. 343-317	17,01	25,2	25,6	4,2-4,5	5,0
Delepierre 3948	Syracuse	c. 287-278	7,35	20,5	22,1	2,6-3,0	3,2

²²⁵ Les auteurs adressent leurs remerciements à Julien Olivier, responsable de la collection des monnaies grecques du Département des monnaies, médailles et antiques de la BnF, qui a bien voulu leur communiquer ces informations.

²²⁶ FREY-KUPPER, BARRANDON, 2003, p. 525-531. Les résultats ont été repris et augmentés dans FREY-KUPPER 2013, p. 665-667.

AA.GR.1815 6	Centuripe	c. 339-330	29,31	29,2	30,4	4,4-6,6	6,8
FG 19	Aitna	c. 350	6,7	18,3	19,3	3,0-3,8	4,3
Luynes 842	Aitna	c. 339-317	11,55	21,4	23,3	3,6	5,2

Figure 280, masse, diamètre et épaisseur de onze monnaies siciliennes en alliages cuivreux portant des traces de protubérances diamétralement opposées.

Le faible nombre de monnaies analysées ne permet pas, à l'heure actuelle, de mettre systématiquement en regard la composition des alliages et les traces de fabrication observées. Il est néanmoins intéressant de noter que, dans le cas d'une série de monnaies puniques au moins (*SNG Cop.* 94-97, frappée entre c. 350 et c. 320), des exemplaires de compositions variées peuvent présenter des protubérances sur la tranche. C'est le cas des deux monnaies illustrées ci-dessous (Figure 281), dont les compositions diffèrent sensiblement si l'on en croit les résultats publiés par S. Frey-Kupper²²⁷ :

- Fonds général 1569 : 95,50 % Cu, 4,05 % Sn, 0,05 % Pb ;
- R 3009 : 88,20 % Cu, 1,68 % Sn, 9,47 % Pb.



Figure 281, mise en évidence des protubérances diamétralement opposées sur deux monnaies puniques en alliages cuivreux

Elles appartiennent à la même série (*SNG Cop.* 94-97), mais dont les compositions diffèrent. a) BnF, Fonds général 1569, 7,40 g ; b) BnF, R 3009, 5,63 g.

Protocole expérimental

Le choix des alliages a constitué la première étape du protocole et est rendu délicat par les incertitudes qui, comme nous l'avons vu plus haut, pèsent encore sur la composition élémentaire des monnaies siciliennes en alliages cuivreux. Le métal utilisé dans le cadre des expérimentations se veut le reflet de la diversité mise en évidence par les premières publications sur le sujet. Plusieurs alliages, aux teneurs théoriques suivantes, ont ainsi été produits (Figure 282).

Alliage	Teneurs théoriques			Teneurs moyennes relevées par pXRF ²²⁸		
	Cu (%)	Sn (%)	Pb (%)	Cu (%)	Sn (%)	Pb (%)
1	100	0	0	> 99,8	0	0

²²⁷ FREY-KUPPER 2013, p. 665-666.

²²⁸ Analyses par pXRF réalisées sur des zones abrasées à l'École française de Rome avec la collaboration de Lorenzo Fornaciari. Appareil : Olympus Vanta ; méthode : AlloyPlus, faisceau unique sans éléments légers.

2	96	4	0	95,4	4,10	0,2
3	92	3	5	93,4	1,9	4,6
4	92	0	8	92	0,2	7,7
5	92	8	0	93,2	6,5	0

Figure 282, composition théorique des alliages cuivreux expérimentaux utilisés lors de la campagne de 2024

Lors des essais préliminaires réalisés pendant la campagne de 2022, deux autres alliages contenant moins de cuivre avaient également été produits et avaient donné de premiers résultats intéressants. Le premier était un bronze à forte teneur en étain (85 % Cu, 15 % Sn), dont l'emploi pour la fabrication monétaire n'est pour l'heure pas attesté dans le contexte qui nous occupe et qui servait surtout de base de comparaison expérimentale. Il s'est, conformément aux attentes, révélé impossible de déformer la sphère ainsi produite sans entraîner sa rupture quasi immédiate. Les compositions à forte teneur en étain ont ainsi été écartées à ce stade. Le second était un bronze au plomb fortement allié (72 % Cu, 3% Sn, 25 % Pb). L'alliage n'a, là encore, pas supporté la première étape de déformation. Bien que les hautes teneurs en plomb aient abaissé la dureté du métal et ainsi facilité sa déformation, elles en ont aussi accru sa viscoplasticité et l'ont ainsi rendu plus sensible à la vitesse de déformation. Les sphères constituées de cet alliage ont donc été faciles à couler en raison de la température de fusion plus basse et de la meilleure fluidité du métal en fusion, mais elles ont ensuite nettement moins bien résisté au martelage et se sont rompues. Il est ainsi très probable que les flans siciliens en alliages cuivreux dans lesquels la part de plomb est très importante, qui semblent quant à eux correspondre à une réalité historique, aient été produits au moyen d'une autre méthode de fabrication impliquant une moindre déformation de l'objet initialement coulé. Dans les deux cas, ces premiers essais ont permis d'illustrer empiriquement des résultats attendus du point de vue théorique et de recentrer la gamme de teneurs des alliages lors des expérimentations plus systématiques de la campagne de 2024.

Ces différents alliages ont été portés à leur température de fusion dans une forge équipée d'une soufflerie électrique avant d'être coulés dans des moules sphériques. Quelques essais ont dans un premier temps été réalisés au moyen des moules à balles en acier déjà utilisés en 2020-2021 au début des expérimentations sur l'argent (diamètres 17 mm et 20,5 mm). Afin de couvrir une large gamme de dénominations – pour mettre en évidence les éventuelles limites induites par la masse et le diamètre des sphères – tout en maintenant un rythme suffisamment élevé de production des sphères, trois moules ont par la suite été utilisés. Le premier est un moule en calcaire à cinq alvéoles issu des précédentes campagnes d'expérimentations, qui a permis de produire des sphères de c. 7 g (Figure 283a). Les deux autres sont des moules en cuivre réalisés dans le cadre du projet MSH « 'Ça frappe pour moi !' Expérimentations, modélisation et essais de laboratoire pour comprendre la fabrication monétaire antique » (Figure 283b- c). Pour les gammes d'alliages qui nous concernent ici, ces deux moules produisent des sphères de c. 20 g. Ils diffèrent par la manière dont les sphères ainsi coulées sont reliées les unes aux autres : le premier reproduit en effet le modèle en calcaire, sur lequel chaque alvéole est isolé des autres et desservi par un canal de coulée (Figure 283b), tandis que le second produit un chapelet de sphères connectées les unes aux autres (Figure 283c). Cette seconde forme de moule est plus économique que la première dans la mesure où elle permet de limiter les tenons de coulée, et donc les déchets qui doivent être refondus. Il s'agira, à terme, d'évaluer les conséquences de cette économie sur la reproductibilité de la masse des exemplaires produits et sur les traces spécifiques associés à la découpe des tenons et/ou à la séparation des sphères.



Figure 283, moules employés pour produire les sphères en alliages cuivreux lors de la campagne de 2024

a) Moule en calcaire (diamètre des cupules : 12 mm) ; b-c) Moules en cuivre (diamètre des cupules : 17 mm).

Soixante sphères ont ainsi été produites en 2024. Elles ont pour la plupart fait l'objet du même protocole que celui qui est développé ci-dessus à propos de l'argent : une étape de martelage permet d'abord de passer de la sphère au flan plat, puis un recuit de recristallisation est réalisé afin de rendre au métal une partie de sa ductilité. Ce recuit est pratiqué au moyen d'un four électrique afin de contrôler précisément la durée (c. 30-40 min) et la température (c. 700°C). Ce recuit a néanmoins entraîné une oxydation importante de la surface. Les flans ont donc également été trempés dans une solution de gravelle et de sel portée à ébullition afin d'éliminer le produit de cette oxydation. Afin de tenir compte de l'influence de ces opérations de transformation sur le produit fini, plusieurs exemplaires ne se sont toutefois pas appliqués qu'une partie de ce procédé. La frappe, enfin, a été pratiquée, selon les cas, par deux expérimentateurs au moyen d'une masse de 4,5 kg ou par un unique expérimentateur au moyen d'une massette de 1,5 kg (Figure 284a-b). Le dispositif de frappe conçu par Fl. Téreygeol pour la campagne de 2024 a permis de fixer commodément le coin de droit présenté plus haut (Figure 274a), qui a été employé ici indépendamment du diamètre du flan. Deux coins de revers ont été utilisés selon les cas (Figure 274b et Figure 284c).

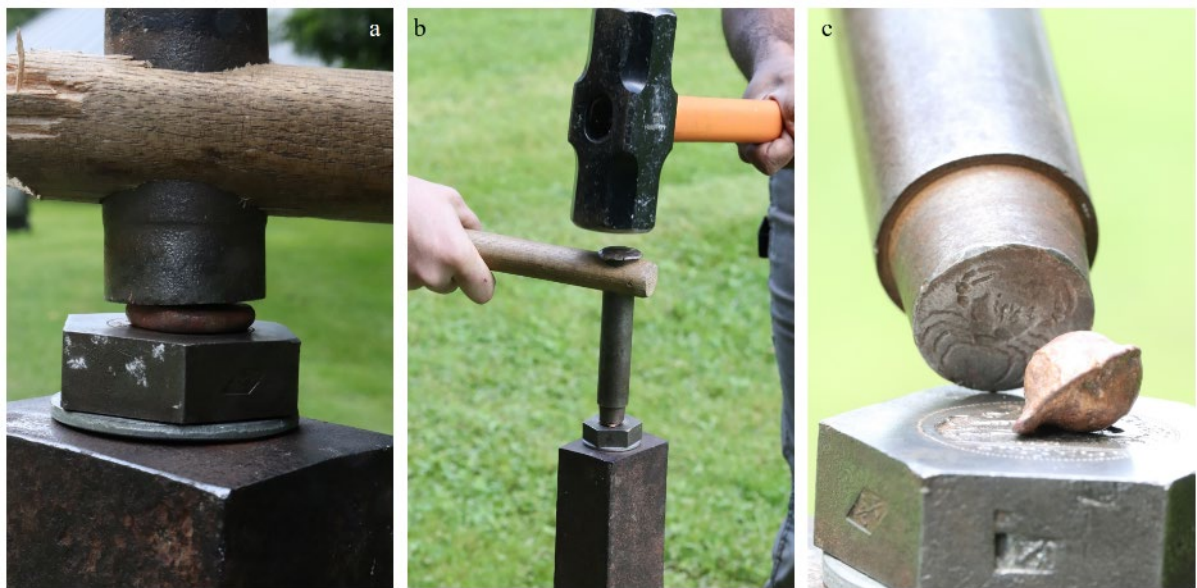


Figure 284, dispositif de frappe mis en place lors de la campagne de 2024

- a) Flan placé entre les deux coins ;b) Frappe à la masse de 4,5 kg ; c) Présentation de l'un des coins de revers utilisés.

Le tableau ci-après indique, pour chacun des exemplaires expérimentaux, les modalités de production retenues (Figure 285).

1.1.1	1	6,43	Non	Non	Non	Oui	Massette de 1,5 kg sur sphère
1.1.2	1	6,95	Non	Non	Non	Oui	Massette de 1,5 kg sur sphère
1.1.3	1	8,18	Non	Non	Non	Oui	Massette de 1,5 kg sur sphère
1.1.4	1	6,48	Non	Non	Non	Oui	Massette de 1,5 kg sur sphère
1.1.5	1	6,76	Non	Non	Non	Non	
1.1.6	1	6,28	Oui	Non	Non	Non	
1.1.7	1	8,17	Oui	Oui	Oui	Oui	Masse de 4,5 kg sur flan plat
1.1.8	1	6,94	Oui	Oui	Oui	Oui	Massette de 1,5 kg sur flan
1.1.9	1	7,32	Oui	Non	Non	Oui	Massette de 1,5 kg sur flan
1.1.10	1	7,11	Oui	Oui	Oui	Oui	Massette de 1,5 kg sur flan
1.1.11	1	7,55	Oui	Non	Non	Oui	Massette de 1,5 kg sur flan
1.1.12	1	6,81	Oui	Non	Non	Oui	Massette de 1,5 kg sur flan
1.1.13	1	7,10	Oui	Oui	Oui	Oui	Masse de 4,5 kg sur flan plat
1.1.14	1	6,99	Oui	Oui	Oui	Oui	Massette de 1,5 kg sur flan
1.1.15	1	7,37	Oui	Non	Non	Non	
1.1.16	1	7,39	Oui	Oui	Oui	Oui	Masse de 4,5 kg sur flan plat
1.1.17	1	7,56	Oui	Oui	Oui	Oui	Massette de 1,5 kg sur flan
1.1.18	1	5,46*	Oui	Non	Non	Oui	Massette de 1,5 kg sur flan
1.1.19	1	10,69	Non	Non	Non	Oui	Masse de 4,5 kg sur sphère
1.2.1	1	21,17	Non	Non	Non	Oui	Masse de 4,5 kg sur sphère
1.2.2	1	21,09	Oui	Oui	Oui	Oui	Massette de 1,5 kg sur flan
1.2.3	1	20,87	Oui	Oui	Oui	Oui	Masse de 4,5 kg sur flan plat
1.2.4	1	20,55	Oui	Oui	Oui	Oui	Masse de 4,5 kg sur flan plat
1.2.5	1	21,21	Oui	Non	Non	Non	
1.2.6	1	19,60	Oui	Oui	Oui	Oui	Masse de 4,5 kg sur flan plat
1.2.7	1	21,02	Oui	Non	Non	Non	
1.2.8	1	20,67	Oui	Non	Non	Non	
1.2.9	1	22,05	Oui	Non	Non	Non	
1.2.10	1	21,53	Oui	Non	Non	Non	
1.2.11	1	21,69	Oui	Oui	Oui	Oui	Masse de 4,5 kg sur flan plat
1.2.12	1	20,53	Oui	Non	Non	Oui	Massette de 1,5 kg sur flan
1.2.13	1	21,67	Oui	Oui	Oui	Oui	Masse de 4,5 kg sur flan plat
1.2.14	1	15,50*	Oui	Oui	Oui	Oui	Masse de 4,5 kg sur flan plat
1.2.15	1	19,18	Oui	Oui	Oui	Oui	Masse de 4,5 kg sur flan plat
1.2.16	1	19,87	Oui	Oui	Oui	Oui	Masse de 4,5 kg sur flan plat
1.2.17	1	20,76	Oui	Oui	Oui	Oui	Masse de 4,5 kg sur flan plat
2.1.1	2	21,19	Oui	Oui	Oui	Oui	Masse de 4,5 kg sur flan plat
2.1.2	2	39,68	Oui	Oui	Oui	Non	
2.1.8	2	8,99	Oui	Oui	Oui	Oui	Masse de 4,5 kg sur flan plat
2.2.3.	2	22,62	Oui	Oui	Oui	Oui	Masse de 4,5 kg sur flan plat
2.2.4	2	21,83	Oui	Oui	Oui	Oui	Massette de 1,5 kg sur flan
2.2.5	2	21,32	Oui	Oui	Non	Non	
2.2.6	2	21,24	Oui	Oui	Oui	Non	
2.2.7	2	21,39	Oui	Oui	Oui	Oui	Masse de 4,5 kg sur flan plat
3.1.1	3	22,29	Oui	Oui	Oui	Oui	Masse de 4,5 kg sur flan plat
3.1.2	3	40,91	Oui	Oui	Oui	Non	
3.1.5	3	5,10*	Oui	Oui	Oui	Non	
3.1.6	3	9,63	Oui	Oui	Oui	Oui	Massette de 1,5 kg sur flan
3.1.7	3	8,33	Non	Non	Non	Oui	Massette de 1,5 kg sur sphère
3.1.8	3	8,20	Non	Non	Non	Oui	Masse de 4,5 kg sur sphère
3.2.3.	3	21,80	Oui	Oui	Oui	Oui	Masse de 4,5 kg sur flan plat
3.2.4	3	20,10	Oui	Oui	Oui	Oui	Masse de 4,5 kg sur flan plat
4.1.1	4	25,17	Oui	Non	Non	Non	
4.1.2	4	46,93	Oui	Non	Non	Non	
5.1.1	5	7,11	Non	Non	Non	Non	
5.1.2	5	9,56	Oui	Oui	Oui	Oui	Masse de 4,5 kg sur flan plat
5.1.3	5	7,51	Oui	Oui	Oui	Oui	Massette de 1,5 kg sur flan
5.2.1	5	22,53	Non	Non	Non	Oui	Masse de 4,5 kg sur sphère
5.2.2	5	21,56	Oui	Oui	Oui	Oui	Masse de 4,5 kg sur flan plat
5.2.3	5	20,57	Oui	Oui	Oui	Oui	Masse de 4,5 kg sur flan plat

Figure 285, étapes du procédé de production expérimental appliquées aux différents exemplaires

Les exemplaires dont la masse est suivie d'un astérisque présentaient un défaut de coulée.

Résultats des expérimentations sur les alliages cuivreux

Alliages 1, 2, 3 et 5

La dureté plus élevée du bronze par rapport à l'argent pouvait faire craindre que ce procédé de fabrication des flans par martelage de sphères serait difficile à mettre en œuvre avec des alliages cuivreux. Pour tous les alliages considérés sauf un (alliages 1, 2, 3 et 5), il a en effet été possible de couler des sphères de diamètres et de masses variés puis de les marteler jusqu'à obtention de flans d'une épaisseur comparable à celle des monnaies siciliennes étudiées et de les frapper (Figure 286). L'opération s'est dans l'ensemble avérée non seulement possible, mais même relativement aisée. Il s'agit d'un résultat important, car, si l'on pouvait s'attendre à ce que le cuivre non allié supporte relativement aisément la déformation, il apparaît que l'ajout d'étain et/ou de plomb en quantités limitées n'altère pas cette faculté. Les exemplaires expérimentaux obtenus présentent des caractéristiques très proches de celles qui s'observent sur les monnaies siciliennes. On y retrouve une tranche épaisse et très bombée, qui témoigne de l'aplatissement de la forme initialement sphérique, ainsi que des protubérances. Ces dernières peuvent avoir des orientations variées qui dépendent de la position de la sphère au moment du martelage et se prolongent légèrement sur les faces de la monnaie.



Figure 286, monnaies en alliages cuivreux reproduites expérimentalement

a) Alliage 1, no 1.2.16 ; b) Alliage 2, no 2.2.7 ; c) Alliage 3, no 3.2.3 ; d) Alliage 5, no 5.1.3.

D'autres traces caractéristiques de la méthode de fabrication employée, qui peuvent aussi être observées sur un certain nombre de monnaies siciliennes, ont également été relevées. Tout d'abord, la tranche peut présenter des fissures plus ou moins profondes. Cela est dû à la violente déformation subie par l'alliage, surtout pendant le martelage, mais aussi lors de la frappe. Si les fissures peuvent apparaître lors du martelage et/ou de la frappe sur des exemplaires issus des divers alliages, celles-ci semblent plus fréquentes sur ceux produits à partir de l'alliage 5, qui présente la teneur en étain la plus élevée (c. 6-7 %) (Figure 287). La présence et la profondeur des fissures dépendent également de la force appliquée et de la température du flan au moment de la frappe. Dans le cas présent, les frappes ont été effectuées à froid. La force appliquée n'a en revanche pas pu être mesurée avec précision et la seule variable tangible est l'utilisation d'une masse plus ou moins lourde selon les cas. Quoi qu'il en soit, il est intéressant de

souligner que la présence de fissures tout à fait comparables, et parfois très nombreuses et profondes également, n'est pas rare sur certaines séries de bronzes siciliennes (Figure 288).

Il arrive également que l'état antérieur à la frappe, donc le flan, soit visible sur une monnaie lorsque la force appliquée au moment de la frappe est insuffisante ou que le flan est mal centré (Figure 287a). C'est là aussi une caractéristique qui se retrouve ponctuellement sur les monnaies anciennes (Figure 289). Nous avons pu montrer à partir des précédentes expérimentations réalisées sur les monnaies d'argent que cela constituait un indice important quant à l'état du flan lors de la frappe, et un argument majeur en faveur de l'existence fréquente de cette étape de martelage.



Figure 287, frappe imparfaite et fissures sur deux monnaies expérimentales produites à partir de l'alliage 5

a) no 5.2.3 ; b-c) no 5.1.2 avant et après la frappe.



Figure 288, fissures profondes sur la tranche et les faces de monnaies siciliennes

4a) Syracuse, c. 400-350, 9,47 g (Bertolami e-auction 25, lot 85) ; b) Atelier siculo-punique, c. 350-300, 5,29 g (Site archéologique de Dougga, Tunisie).



Figure 289, surface plane témoignant de l'étape de martelage antérieure à la frappe. Syracuse, c. 278-276, 8,11 g (Elsen 142, lot 67)

Alliage 4

Contrairement aux sphères produites avec les alliages mentionnés ci-dessus, celles qui sont issues de l'alliage 4, caractérisé par une teneur en plomb relativement élevée (c. 7-8 %), n'ont pas résisté à la première étape de déformation (Figure 290). Après quelques coups de masse, les deux exemplaires expérimentaux ont en effet commencé à se fissurer profondément puis à s'ouvrir. Il n'a pas été possible de les amener à moins de 10 mm et 12 mm d'épaisseur respectivement. Ce phénomène rappelle celui qui avait touché, lors de la campagne de 2022, la sphère à très forte teneur en plomb mentionnée plus haut. Il convient toutefois de préciser qu'il s'agit là de deux sphères de large volume (respectivement 25 g pour 17 mm de diamètre et 47 g pour 20,5 mm de diamètre).

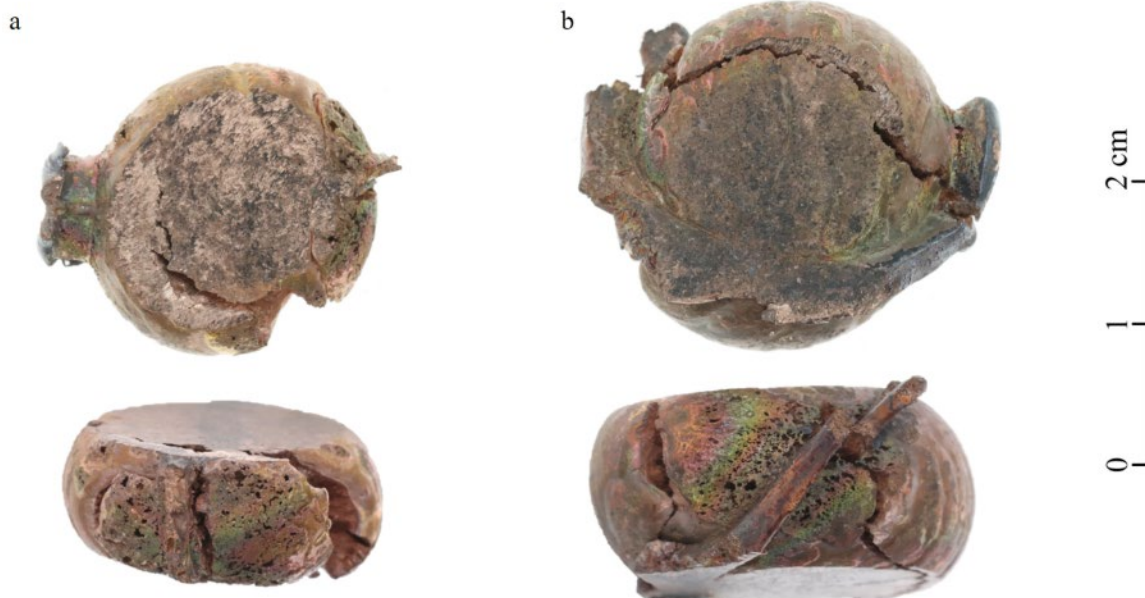


Figure 290, état des deux flans produits à partir de l'alliage 4 après le début du martelage

a) no 4.1.1 ; b) no 4.1.2.

À la suite de ces premiers essais, il a été décidé d'écarter temporairement cet alliage et de concentrer dans un premier temps les expérimentations sur ceux qui avaient fourni les résultats les plus encourageants. Il semble toutefois important de rappeler que l'une des monnaies puniques évoquée plus haut, analysée par activation et porteuse de protubérances paraît avoir une teneur en plomb supérieur à 9 %. Il s'agit d'un exemplaire dont la masse dépasse tout juste 5,50 g et qui, s'il n'a pas encore pu être examiné *in situ*, semble particulièrement épais, ce qui ne l'empêche pas de présenter une fissure profonde (Figure 281b). Toutes ces caractéristiques pourraient correspondre à la déformation parcimonieuse d'une petite sphère constituée d'un alliage relativement riche en plomb. Dans le cas présent, la taille importante des objets, qui implique une forte déformation, pourrait avoir contribué à leur éclatement. Il conviendra donc à l'avenir de revenir plus en détail sur le martelage et la frappe de ce type d'alliage en portant une plus grande attention à la masse et à l'épaisseur des sphères.

Les essais de frappe sur sphère

La campagne de 2024 et la production d'un nombre important de sphères en alliages cuivreux a également rendu possible l'expérimentation de frappes effectuées directement sur la sphère, sans que celle-ci ait été aplatie par martelage (Figure 291a). La tâche, qui paraissait d'emblée ardue, s'est révélée certes délicate, mais pas impossible. Pour l'heure, les résultats obtenus par ce biais sur les sphères les plus lourdes demeurent très insuffisants pour valider expérimentalement la pratique pour les monnaies de grand volume (Figure 291b). Toutefois, certaines sphères de c. 7 g, issues de plusieurs alliages, ont quant à elles pu être assez convenablement frappées directement entre les coins (Figure 291c-d). Il est notable que, dans ce cas de figure, ce soit la frappe effectuée à la massette de 1,5 kg par un seul expérimentateur qui semble être la plus efficace. Cela pourrait s'expliquer par la facilité avec laquelle la sphère se loge dans les reliefs profonds des coins dès le premier coup de marteau, ce qui pourrait permettre d'en donner plusieurs sans avoir à replacer la monnaie sur les coins entre chacun d'eux.



Figure 291, frappe directe d'une sphère (a) et exemples de monnaies expérimentales produites de cette manière. b) Alliage 1, no 1.2.1 ; c) Alliage 2, no 1.1.1 ; d) Alliage 3, no 3.1.7.

En somme, si l'on a vu plus haut que certains indices observés sur des monnaies antiques ne laissent aucun doute quant à la pratique d'un martelage préalable à la frappe, il faut toutefois envisager que, dans d'autres contextes et pour certaines dénominations, une frappe directe des sphères entre les coins ait été

pratiquée. Si tel fut bien le cas, cette pratique, qui permet de se dispenser du martelage et du recuit, a pu permettre de réaliser des économies substantielles par rapport à la chaîne opératoire présentée plus haut. La frappe directe de la sphère, qui requiert un geste technique et une force mieux maîtrisés que la frappe classique, devra en tout cas faire l'objet d'approfondissements.

4 Conclusions et pistes d'approfondissement

Les expérimentations menées à Melle ces deux années ont d'abord permis de prolonger la réflexion portant sur les modalités et les motifs d'utilisation des moules sphériques pour la fabrication de flans monétaires en argent. Ils apparaissent en particulier aussi efficaces pour la production de tétradrachmes de poids attique que dans les cas de monnaies plus légères (didrachmes) qui avaient surtout retenu notre attention jusque-là. Tant à l'étape du martelage que de la frappe, les questions de la force nécessaire à la déformation du métal et du nombre d'opérateurs mobilisés se posent toutefois avec plus d'acuité pour ces monnaies de masse, de volume et d'épaisseur plus importants. Les essais de frappes à chaud se sont avérés insuffisamment concluants, même s'ils laissent penser que le procédé pouvait dans certains cas avoir un intérêt et ne pas présenter de trop grandes difficultés de mise en œuvre.

L'accroissement de l'échantillon statistique des tétradrachmes expérimentaux a aussi permis de renforcer l'idée selon laquelle la fabrication de ces sphères pouvait, sans qu'un contrôle particulièrement rigoureux ne soit mis en place, être suffisamment calibrée et reproductible pour satisfaire les besoins de la production de flans monétaires en argent. La prise en compte des données issues de corpus de monnaies anciennes tend d'ailleurs à montrer, malgré les limites encore nombreuses, que les résultats obtenus lors des expérimentations en matière de reproductibilité de la masse sont tout à fait comparables à ceux de la production sicilienne étudiée. Les essais effectués avec le moule en chapelet n'ont pour le moment pas donné de résultats concluants. De futures recherches devront être menées sur ce point en renforçant la réflexion sur les moules eux-mêmes. L'intérêt portera à la fois sur les matériaux (bronze, pierre en particulier), sur l'agencement des hémisphères (alignés ou en chapelet) et sur le degré de précision dans la confection du moule.

L'application de cette technique aux alliages cuivreux s'est aussi avérée être une piste prometteuse. Bien que longtemps écarté de la réflexion sur l'emploi des moules sphériques, il semble bien que le monnayage de bronze sicilien y tienne en fait une place centrale. Lorsque l'alliage ne contient ni trop d'étain ni trop de plomb, il est apparu possible de déformer les sphères en alliages cuivreux de la même manière que celles en argent. Les traces observées sur les flans expérimentaux sont, à ce stade, tout à fait comparables à celles que portent de nombreuses monnaies en alliage cuivreux frappées en Sicile entre la fin du Ve et le IIIe siècle²²⁹. Les teneurs maximales en étain et en plomb que peuvent contenir les alliages pour supporter de telles déformations ne sont pas encore connues avec précision et devront faire l'objet d'approfondissements. Ils conduiront en particulier à mettre plus systématiquement en regard ces compositions avec les autres paramètres fondamentaux, en particulier l'épaisseur, le diamètre et, autant que possible, la force déployée au moment du martelage et/ou de la frappe. Des observations plus fines devraient par ailleurs permettre de faire ressortir sur certains monnayages des ensembles de traces de fabrication plus spécifiques qui pourraient traduire des adaptations ou des évolutions du procédé technique. Il s'agira là aussi d'approfondir la question en étudiant plus précisément la composition des alliages monétaires employés pour la production des monnaies siciliennes qui portent des traces de fabrication caractéristiques de l'utilisation de moules sphériques. Il faudra en outre s'intéresser à la calibration de la masse au sein des séries concernées, dans un contexte général de

²²⁹ Un objet conservé dans les collections du musée archéologique de Syracuse, encore inédit, pourrait d'ailleurs être un indice antique de l'emploi de la technique pour le bronze. Cet objet en alliage cuivreux imparfaitement sphérique pèse 7,60 g et porte une bavure sur la ligne de circonférence ainsi que deux traces de découpes de tenons de coulée.

moindre contrôle de la production des monnaies en alliages cuivreux par rapport aux métaux précieux dans le monde grec.



Figure 292, monnaie romaine frappée dans le sud de l'Italie, c. 275-270, 7,96 g (British Museum EH,p53.8.Rom)

Plus largement, ces nouvelles expérimentations invitent à poursuivre l'étude de l'histoire de cette technique de fabrication monétaire. Si la quête des origines de son utilisation ne s'est pas enrichie d'éléments nouveaux, la recherche de ses modalités de diffusion en Sicile et en dehors de l'île a bénéficié de l'élargissement de l'étude aux alliages cuivreux. L'apparition des protubérances diamétralement opposées sur les tranches des monnaies de bronze à la fin du Ve siècle puis leur présence quasi systématique sur les monnaies du tyran de Syracuse Denys l'Ancien sont des arguments qui plaident nettement en faveur du succès et de la diffusion des moules sphériques. La manière dont cette technique est adoptée par les ateliers siciliens au milieu du IV^e siècle, dans un contexte marqué par des troubles politiques et militaires sur le territoire de Syracuse et par une pratique très répandue des surfrappes, doit encore être précisée. La prise en compte plus systématique des monnaies en alliages cuivreux, qui continuèrent, contrairement à l'argent, à être produites par de nombreuses cités siciliennes après la mise en place des monopoles carthaginois, syracusain puis romain, devrait permettre d'aller plus loin encore dans cette direction. L'adoption de ce procédé de fabrication des flans hors de Sicile, y compris par les Romains dans la première moitié du III^e siècle au moins (Figure 292), laisse également entrevoir d'autres applications historiques plus larges de ces considérations techniques.

Bibliographie

- ALEXANDROPOULOS J., *Les monnaies de l'Afrique antique*, Toulouse, 2007 [1^{ère} éd. 2000], 500 p.
- ARTRU J., SARAH G., « De la sphère coulée à la monnaie frappée. L'utilisation de moules sphériques bivalves pour la production des flans monétaires en argent dans le monde grec (Ve-III^e siècles av. J.-C.) », *Revue Numismatique*, 2022, p. 83-114.
- CALLATAÏ F. DE, « Le très remarquable calibrage des flans monétaires d'or et d'argent en Grèce ancienne », *Revue Belge de Numismatique*, 2019, p. 19-44.
- FAUCHER Th., *Frappier monnaie*, Alexandrie, 2013, 371 p.
- FAUCHER Th., TEREYGEOL F., BROUSSEAU L., ARLES A., « À la recherche des ateliers monétaires grecs : l'apport de l'expérimentation », *Revue Numismatique*, 2009, p. 43-80.
- FAUCHER Th., BROUSSEAU L., OLIVIER J., « Expérimentations sur la technique de fabrication des monnaies grecques. Approches, réalisation, perspectives », dans *Comprendre les savoir-faire métallurgiques antiques et médiévaux*, TEREYGEOL Fl. (dir.), Paris, 2013, p. 71-99.
- FREY-KUPPER S., *Studia Ietina X, Die antiken Fundmünzen vom Monte Iato 1971-1990. Ein Beitrag zur Geldgeschichte Westsiziliens*, Lausanne, 2013, 816 p.

- FREY-KUPPER S., « A stone mould from Bir Messaouda (Carthage) for bronze coins of the Second Punic War. Preliminary notes », *Revue Suisse de Numismatique*, 2009, p. 185-191.
- FREY-KUPPER S., BARRANDON J.-N., « Analisi metallurgiche di monete antiche in bronzo circolanti nella Sicilia occidentale », dans *Quarte giornate internazionali di studi sull'area alima (Erice 1-4 Dicembre 2000)*. Atti, A. Corretti (éd.), Pise, 2003, p. 507-536.
- JENKINS G. K., « Coins of Punic Sicily, I », *Revue Suisse de Numismatique*, 1971, p. 25-78.
- SELLWOOD D. G., « Some experiments in Greek minting technique », *The Numismatic Chronicle*, 1963, p. 217-231.
- TYLECOTE R. F., *A History of Metallurgy*, Londres, 1992 (1^{ère} éd. 1976), 205 p.
- WESTERMARK U., *The coinage of Akragas*, Uppsala, 2018, 397 p.

XIX Frapper monnaie, expérimentations sur les méthodes de fabrication de la monnaie ancienne (5^e a.C. – 3^e p.C.)

Bodet A.*, Faucher T.**

*Archéosciences Bordeaux/Université Bordeaux Montaigne

*CNRS/Centre d'Etudes Alexandrines

Dans le cadre du projet "Frapper monnaie : métallurgie, production et quantification de la monnaie ancienne", financé par la région Nouvelle-Aquitaine, l'Université Bordeaux Montaigne et Archéosciences Bordeaux, il a été décidé de compléter les analyses effectuées sur un échantillon de monnaies anciennes par des créations expérimentales, dans le but de produire des éléments de comparaison utiles à l'identification des processus de fabrication des monnaies anciennes. Ces analyses se limitent aux alliages cuivreux (cuivre, bronze, bronze au plomb, laiton, cuivre-argent) représentés dans notre corpus de monnaies grecques et romaines, sans traiter la production des monnaies en argent et en or. Le large spectre de microstructures observé sur nos échantillons anciens amène à s'interroger sur les différentes étapes de leur fabrication, et notamment sur l'impact de possibles phases de recuits et de martelage sur la microstructure des pièces. Une première session d'expérimentation a été réalisée du 14 au 25 juin 2021. Cette session avait permis de réaliser différents alliages et de leur faire subir du martelage et des recuits pour activer la recristallisation et pouvoir les comparer aux échantillons archéologiques. Les résultats de cette session ont montré des recristallisations partielles au sein de nos échantillons. C'est pourquoi cette année certaines manipulations ont été reconduites et poursuivies à une température et à une durée plus élevées. D'autres types de traitements mécaniques et thermiques mis en œuvre ont pu intervenir au cours de la chaîne de la fabrication monétaire. Par exemple, la frappe à chaud est encore débattue aujourd'hui, nous nous sommes également intéressés à la trempe (refroidissement rapide dans l'eau) et à la surfrappe avec un martelage d'effacement préalable. L'obtention de flans à partir du procédé bâtonnet/boudins a également été expérimentée. Les différentes opérations ont été menées sur la plateforme des arts du feu à Melle (79) du 17 juin au 1^{er} juillet 2022. Elles ont été enrichies par l'aide constante du responsable de la plateforme, Florian Téreygeol, que nous remercions ici, et par les échanges menés avec les différents chercheurs présents sur la plateforme pendant les expérimentations. Nous tenons également à remercier Léa Chanal bénévole sur la plateforme qui a participé au bon déroulement de ces expérimentations par l'aide apportée tout au long de cette session. Comme dans tout processus de création expérimentale, il a été nécessaire de faire des choix méthodologiques et notamment recourir à des moyens modernes tant que ceux-ci n'influaient pas sur les données et sur les résultats des protocoles mis en œuvre.

1 Protocole expérimental et résultats

Les expérimentations menées en 2021 ont montré que les traitements mécaniques et thermiques ont conduit à des recristallisations partielles, mais très peu à des recristallisations complètes. De plus, en comparant les mesures de dureté sur les échantillons de Melle par rapport aux échantillons du corpus archéologique, nous remarquons que les duretés obtenues sur les recréations de 2021 sont, de façon générale, inférieures aux échantillons archéologiques, comme nous le montrent les graphiques ci-dessous (Figure 293).

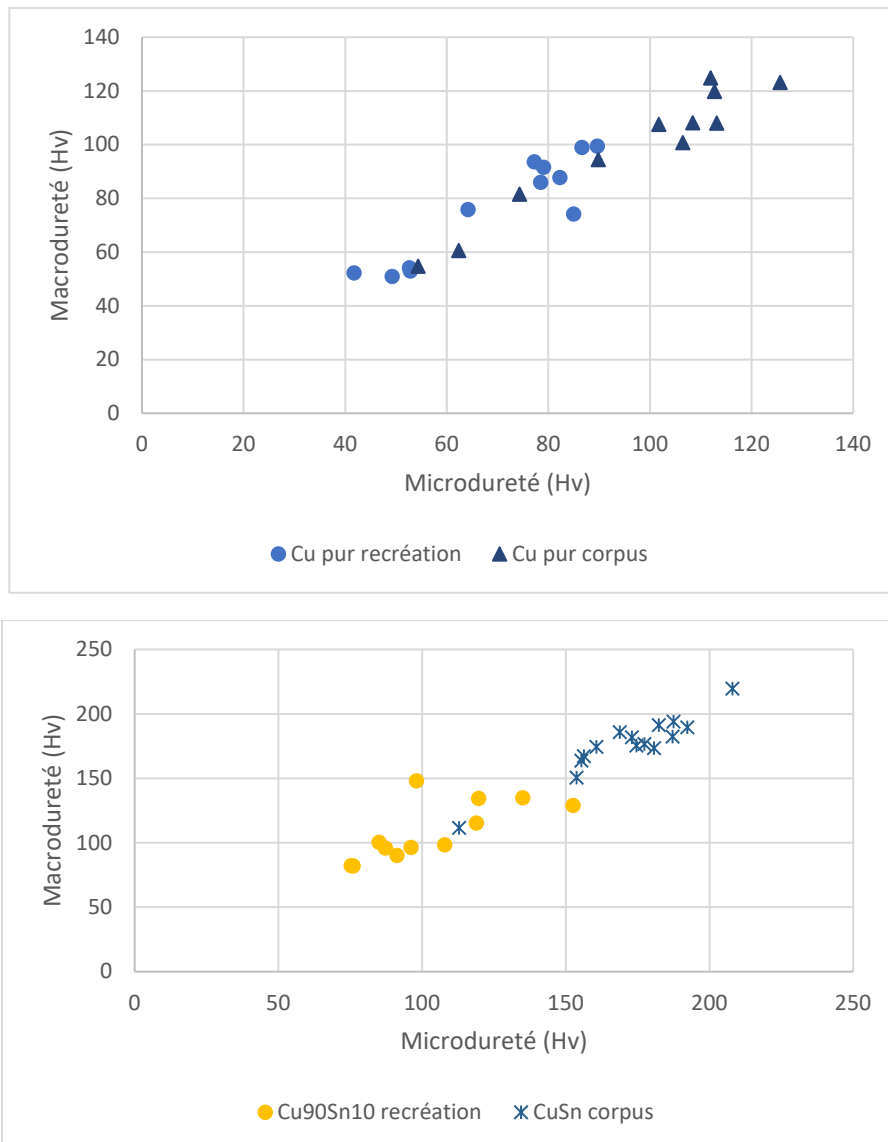


Figure 293, comparaison de la dureté des échantillons archéologiques et des échantillons recrées en 2021

Ces résultats prouvent que des déformations plus importantes ont dû être menées sur les échantillons archéologiques, soit un martelage et/ou des frappes monétaires plus « intenses ». Pour cette session, nous avons donc décidé de nous appuyer sur un protocole similaire à celui de 2021, mais en changeant le temps et la température des recuits. Cette session a également été l'opportunité de tester d'autres traitements telles que la surfrappe de monnaies, la trempe, la frappe à chaud et l'obtention de flans à partir de la découpe de bâtonnets en boudins suivie de leur martelage pour les transformer en flans. Nous reviendrons plus précisément par la suite sur la mise en œuvre de ces différents traitements et leurs intérêts dans la chaîne opératoire, mais également pour l'opérateur. Les alliages utilisés sont des alliages

de composition proche de nos échantillons archéologiques. En se basant sur les travaux suivants (Blet-Lemarquand, 2019 ; Davis & ASM International, 2001 ; Hauptmann, 2020 ; Pernot, 1998) les alliages cuivreux archéologiques peuvent être classés selon la *Figure 294*.

Désignation	Cu	Sn	Pb	Zn	Ag
Copper	≥95%				
Leaded copper			≥3%		
Bronze (Tin bronze)		[5-14%]			
Leaded Bronze			≥3-5%		
High leaded bronze			≥20%		
Brass				≥5%	
Mixed Bronze		≥3%	≥3%	≥3%	

Figure 294, tableau regroupant les différentes catégories de bronzes en fonction des teneurs (en pourcentage massique) des éléments d'alliages

Les alliages reproduits, dont les compositions sont données en *Figure 295*, ont également des compositions proches d'alliages industriels dont les propriétés physico-chimiques sont connues.

%massique	Cu	Sn	Pb	Ag
Alliage 0	100			
Alliage 1	80	10	10	
Alliage 2	75	5	20	
Alliage 3	70	5	25	
Alliage 4	90	10		
Alliage 6	75			25

Figure 295, teneur (en pourcentage massique) des éléments dans les différents alliages recréés

Recuits témoins

Lors de la session de 2021, nous avons opté pour des recuits à 600°C pendant 20 minutes en accord avec la bibliographie ²³⁰. Ces paramètres se sont révélés être suffisants pour activer la recristallisation après un écrouissage préalable (martelage). Au vu des résultats et le peu de recristallisation obtenus, nous avons décidé cette année d'augmenter le temps et la température de recuit à 650°C pendant 30 minutes. Ces paramètres sont également en accord avec d'autres propositions ²³¹. Nous avons ici fait varier deux paramètres à la fois, mais dans notre cas nous ne voulons pas déterminer un temps et une température précise de recuit puisque dans l'Antiquité les artisans n'avaient aucun moyen de contrôler

²³⁰ Jean Barbery, « Traitements thermiques du cuivre et de ses alliages », *Techniques de l'ingénieur*, 1991, p. 23 ; J. R. Davis (ed.), *ASM specialty handbook: Copper and copper alloys*, ASM International, 2001, 652 p ; David Dungworth, « An experimental study of early bronze smithing techniques. » dans *Accidental and Experimental Archaeometallurgy*, David Dungworth and Roger Doonan., 2013, p. 149-152.

²³¹ Michel Pernot, *Quatre mille ans d'histoire du cuivre : fragments d'une suite de rebonds*, Ausonius éditions-Presses Universitaires de Bordeaux., 2017 ; Michel Pernot, « 3. Études technologiques » dans *Le dépôt d'Évans (Jura) et les dépôts de vaisselles de bronze en France au Bronze final*, 2020, p. 65-93.

la température à part à travers la couleur du métal ²³². Les Anciens se plaçaient donc dans un intervalle de temps et de température. C'est pourquoi nous avons fait le choix de ces paramètres, de plus, nous voulons ici obtenir une recristallisation en lien avec les traitements mécaniques effectués au préalable pour obtenir des microstructures comparables à celles de nos échantillons archéologiques. Le choix de ces paramètres a également été motivé par la réalisation d'essais de recuits en laboratoire dans un four électrique avec une température fixée de 650°C et un temps de 30 minutes. Ces essais ont cette fois-ci bien activé la recristallisation complète.

Ainsi sur les mêmes alliages que l'année dernière et pour les mêmes traitements, nous pourrions comparer l'efficacité de la recristallisation pour un temps et une température plus élevés.

Après avoir réalisé des premiers recuits sur l'alliage 3 (Cu70Sn05Pb25), il a été décidé de l'écarter pour la suite des expérimentations. En effet, lors des recuits, d'épaisses couches d'oxyde se forment à la surface de ces échantillons (*Figure 296*). Cette oxydation amène les flans à se coller contre la surface du four ce qui complique la réalisation des expérimentations. La formation de ces oxydes informe sur la complexité de recuire ce type d'alliages. Malgré ces observations, une part non-négligeable de nos échantillons archéologiques à haute teneur en plomb présente des signes de recristallisation. Cette recristallisation peut être la conséquence d'une découpe à chaud, d'un ébavurage et/ou d'un traitement mécanique visant à éliminer les couches d'oxyde tel que du polissage.



Recuit à 800°C

Recuit à 650°C

Figure 296, recuit à 800°C à gauche et recuit à 650°C à droite pour les échantillons issus de l'alliage 3

Les micrographies suivantes (*Figure 297*) présentent pour l'alliage 0 (Cu) les couches d'oxyde situées en surface ; elles présentent une épaisseur relativement homogène sur la totalité de l'échantillon (épaisseur moyenne mesurée : ~46,8µm).



Figure 297, micrographies des couches d'oxydes en surface de l'échantillon issu de l'alliage 0, recuit à 800°C pendant 30 minutes

²³² Assumpció Toledo i Mur et al., « Un atelier monétaire gaulois près de Poitiers : les Rochereaux à Migné-Auxances (Vienne) », *Gallia*, 2008, vol. 65, n° 1, p. 231-272 ; M. Pernot, *Quatre mille ans d'histoire du cuivre*, *op. cit.*

Un échantillon témoin issu de l'alliage 2 écroui puis recuit à 650°C pendant 30 minutes présente une microstructure parfaitement recristallisée à cœur (*Figure 298*). Elle est similaire aux microstructures recristallisées issues d'échantillons archéologiques et nous confirme les paramètres utilisés.

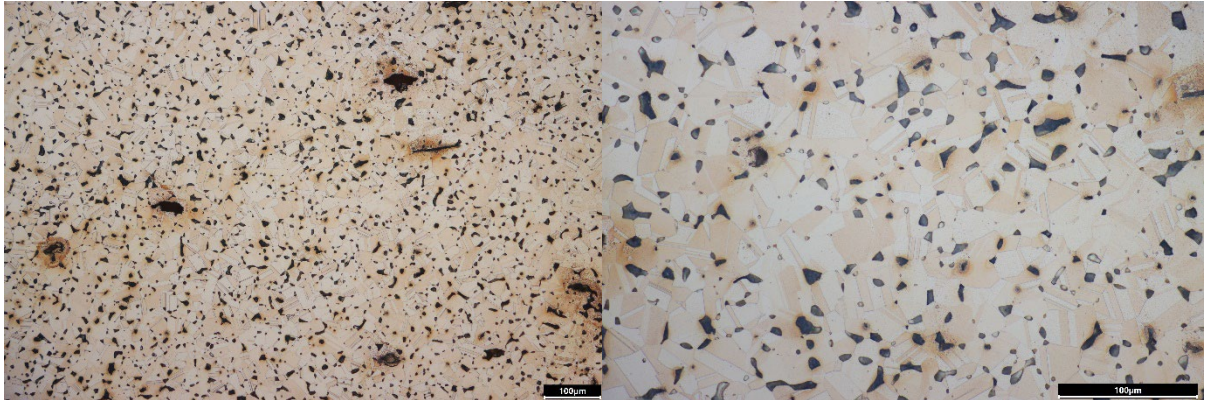


Figure 298, micrographies de l'échantillon témoin issu de l'alliage 1 (Cu80Sn10Pb10)

écroui puis recuit à 650°C pendant 30 minutes.

Surfrappe

Nous voulions étudier l'impact d'une surfrappe sur la microstructure et la dureté de la monnaie finale. Par surfrappe, on entend ici le martelage d'une pièce de monnaie pour effacer ses types et légendes. Une fois ce martelage effectué, le flan de nouveau vierge est alors recuit pour le rendre plus malléable et frappé de nouveau pour obtenir une nouvelle pièce de monnaie. À l'époque, ce procédé permettait la réutilisation des monnayages antérieurs sans faire varier leurs compositions élémentaires, mais en leur donnant une valeur faciale accrue.

Nous avons procédé de la façon suivante. Dans un premier temps, des flans de différents alliages ont été réalisés par la technique de coulée en chapelet ²³³. Une fois désolidarisés les uns des autres, ils furent frappés entre deux coins pour obtenir des pièces de monnaie. Les effigies de ces monnaies ont ensuite été effacées en les martelant entre deux massettes. Une fois ce martelage acceptable, les flans alors vierges, ont été recuits à 650°C pendant 30 minutes. Après refroidissement les flans ont ensuite été frappés pour obtenir une nouvelle pièce de monnaie.

On peut alors voir sur les photos ci-dessous le résultat de la monnaie avant (*Figure 299*) puis après martelage (*Figure 300*).

²³³ Thomas Faucher et al., « À la recherche des ateliers monétaires grecs : l'apport de l'expérimentation », *Revue Numismatique - 6e série*, 2009, vol. 165, p. 43-80.



Figure 299, monnaies obtenues après frappe monétaire pour les différents alliages étudiés

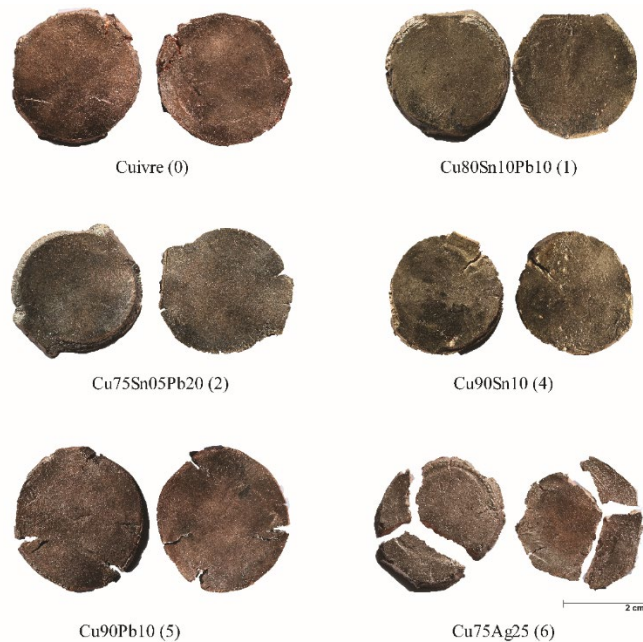


Figure 300, nouveaux flans obtenus après martelage et avant nouvelle frappe pour les différents alliages étudiés

Lors du martelage, les alliages ne réagissent pas de la même façon et les variables telles que le diamètre et l'épaisseur vont évoluer (Figure 301). Pour les alliages 0, 1, 2, 4, 5 et 6, on constate l'apparition de fissures caractéristiques à ce martelage qui peuvent se retrouver également sur certaines monnaies officielles. Les monnaies constituées de l'alliage Cu75Ag25 (alliage 6) ne résistent pas au martelage d'effacement et finissent par se briser. Il est donc peu probable que ce type de traitement ait été réalisé sur des monnaies constituées de cet alliage. Dans les autres alliages, de nombreuses fissures apparaissent, notamment dans les alliages à forte teneur en plomb. Concernant les bronzes Cu90Sn10 (alliage 4) et les bronzes au plomb Cu80Sn10Pb10 (alliage 1), ces deux alliages réagissent bien au martelage d'effacement, et même si des fissures sont présentes elles ne portent pas atteinte à l'intégrité de la monnaie. Pour le premier, le ressenti est que le martelage est vraiment « dur ».

Alliage	Etape	Masse (g)	Diamètre (mm)	Epaisseur (mm)
Cuivre pur (0)	Flan initial	15,6	25,00	4,22
	Après frappe	15,6	25,10	4,46
	Après martelage d'effacement	15,6	29,73	2,99
	Après nouvelle frappe	15,5	29,05	3,25
Cu80Sn10Pb10 (1)	Flan initial	19,4	25,72	4,79
	Après frappe	19,4	26,09	4,75
	Après martelage d'effacement	19,4	28,69	3,75
	Après nouvelle frappe	19,4	29,09	3,99
Cu75Sn05Pb20 (2)	Flan initial	16,7	26,01	4,40
	Après frappe	16,7	26,17	4,80
	Après martelage d'effacement	16,7	29,06	3,26
	Après nouvelle frappe	16,6	29,23	3,53
Cu90Sn10 (4)	Flan initial	13,7	24,66	3,84
	Après frappe	13,7	25,20	4,61
	Après martelage d'effacement	13,6	27,22	3,01
	Après nouvelle frappe	13,6	27,78	3,45
Cu90Pb10 (5)	Flan initial	15,4	25,55	3,99
	Après frappe	15,3	27,07	4,25
	Après martelage d'effacement	15,3	30,68	2,61
	Après nouvelle frappe	15,3	30,17	2,91
Cu75Ag25 (6)	Flan initial	17,3	25,06	4,48
	Après frappe	17,2	26,11	4,78
	Après martelage d'effacement	17,2	/	/
	Après nouvelle frappe	/	/	/

Figure 301, évolution du diamètre et de l'épaisseur en fonction des différentes étapes

Il n'a pas été possible de compléter le martelage d'effacement pour les monnaies d'alliage CuAg. En effet, les monnaies se sont brisées comme on peut l'observer sur les photos précédentes. Il sera intéressant d'étudier la microstructure de ces échantillons pour vérifier si la rupture de ces monnaies est due à des inclusions et/ou à des impuretés au sein de l'alliage.

Au regard des échantillons archéologiques composant le corpus d'étude et si l'on s'intéresse aux échantillons ayant un diamètre supérieur ou égal à 29 mm (donc susceptible d'avoir subi ce type de traitement au vu des valeurs obtenues ici après le martelage), très peu de monnaies sont recristallisées totalement ou présentent des signes de recristallisation. Ces monnaies ne présentent également pas de fissures caractéristiques.

Il serait intéressant de comparer ces différents échantillons avec un échantillon frappé (monnaie), recuit et surfrappé pour voir l'impact de cette surfrappe sur la microstructure et la dureté, mais aussi sur l'impression des types et légendes et voir si cela s'avère suffisant pour imprimer de nouveaux types et légendes sans avoir à passer par une étape de martelage.

Trempe

La trempe est un refroidissement rapide (ou à une vitesse donnée) dans l'eau, l'huile ou l'éthanol qui suit un traitement thermique. Elle a ainsi pour but de figer la microstructure obtenue à haute température. Pour les aciers, la trempe a pour rôle de figer la microstructure dans une forme qu'on appelle martensitique, une phase qui est alors beaucoup plus dure (mais plus fragile) et qui vient donc durcir l'acier. Cette transformation martensitique peut se réaliser aussi pour certains alliages cuivreux. Dans notre cas, la trempe ne vient pas les rendre plus durs, mais au contraire plus malléables. Pour un bronze à 90% de Cuivre et 10% de Sn, en effectuant un recuit à 650°C, on se situe dans la phase alpha du diagramme d'équilibre cuivre-étain qui est beaucoup plus malléable et donc déformable en comparaison à l'alliage binaire cuivre-étain ²³⁴. La dureté de la phase alpha est assimilable à la dureté du cuivre ~60HV alors qu'un bronze verra sa dureté de l'ordre 90-250HV. Donc, pour les monnayeurs, il est avantageux d'avoir une microstructure dans cet état, car le métal sera alors beaucoup plus simple à déformer. Ici, la trempe a été réalisée après un recuit (dans l'eau) pour certains échantillons et après démoulage des flans en chapelets pour d'autres échantillons.

Frappe à chaud

La frappe à chaud est encore débattue aujourd'hui ²³⁵. Elle nécessite de porter à une température donnée le flan pour pouvoir le frapper « à chaud », donc réaliser un recuit. Les expérimentations menées en 2021 ont montré que, comme cela avait été noté dans les thèses de Thomas Faucher et d'Adrien Arles²³⁶, lors d'un recuit, les alliages cuivreux vont s'oxyder et former une couche d'oxyde rouge/noir à la surface du flan (*Figure 302*). Or, frapper le flan dans cet état (contrairement à l'argent) ne rendra pas l'éclat originel du métal. Il est donc peu probable que, dans l'Antiquité, les flans alors oxydés soient frappés à chaud, car cela ne rend pas l'éclat comparable à de l'or. En effet, cet éclat doré est souhaité, notamment

²³⁴ Dominique Arnaud et al., « Propriétés du cuivre et de ses alliages », *Techniques de l'ingénieur*, 1985, p. 52 ; J. Barbery, « Traitements thermiques du cuivre et de ses alliages », art cit ; Michel Pernot, « Archéométaballurgie de la transformation des alliages à base de cuivre », *Actes des congrès de la Société d'Archéologie Médiévale*, 1998, vol. 6, n° 1, p. 123-133 ; M. Pernot, *Quatre mille ans d'histoire du cuivre*, op. cit. ; M. Pernot, « 3. Études technologiques », art cit ; Benjamin W. Roberts et Christopher P. Thornton (eds.), *Archaeometallurgy in Global Perspective*, Springer New York, 2014.

²³⁵ Jeanne Condamine, Julien Guey et Maurice Picon, « Techniques romaines [Exemplaires cisailés avant la frappe. Exemplaires frappés à froid.] », *Revue Numismatique*, 1965, vol. 7, n° 6, p. 123-133 ; Thomas Faucher, *Frapper monnaie : la fabrication des monnaies de bronze à Alexandrie sous les Ptolémées*, 2013, 371 p ; Christoph Hartmann, Franz Hammerl et Wolfram Volk, « Experimental analysis of Roman coin minting », *Journal of Archaeological Science: Reports*, 1 juin 2019, vol. 25, p. 498-506.

²³⁶ Adrien Arles, *Entre monnayage officiel et faux-monnayage : la fabrication de la monnaie au marteau en France (XIIIe - XVIIIe siècles) : approche physico-chimique, expérimentale et historique*, Université d'Orléans, 2009, p. 488.

pour les statues²³⁷. Un traitement préalable à la frappe tel qu'un bain de gravelle ou, comme le souligne Pline l'Ancien, un polissage au sable²³⁸ est nécessaire pour rendre l'éclat au métal. Un autre traitement évoqué par Pline l'Ancien²³⁹ écrit au Livre XXXIII a pu aussi être employé : « Une falsification a été mise au point. De fait, on tourmenta d'abord le cuivre en le portant à incandescence, puis on l'éteint avec du sel, du vinaigre et de l'alun, après quoi on le frotte au sable ; on reconnaît à son éclat s'il a été suffisamment recuit ; on l'expose à nouveau au souffle du feu afin que, une fois poli avec un mélange de pierre ponce et d'alun, il puisse recevoir des feuilles d'or, qu'on y applique à l'aide de vif-argent. L'alun possède aussi le même pouvoir de purification que celui dont nous avons parlé pour le plomb. (C'est-à-dire que l'alun purifie le cuivre comme le plomb purifie l'or) ».

De plus, les alliages cuivreux sont des alliages qui se déforment très mal à chaud, généralement « les artisans devaient savoir évaluer la perte de malléabilité pour éviter l'amorçage de fissures. Ils ne pouvaient pas utiliser la chauffe du métal nécessaire pour le travail à chaud, car contrairement au fer, le cuivre et ses alliages étaient martelés à froid pour éliminer les défauts et contraintes internes sources de fissures. »²⁴⁰. D'autant plus que les alliages cuivreux sont des alliages qui se déforment facilement et aisément à froid²⁴¹. Des discussions avec Thibault Spiteri, joaillier, nous confirment que la déformation à chaud des alliages cuivreux les rend fragiles et friables. Pour ce type de déformation, les impuretés sont un paramètre à prendre en compte. Par exemple, pour les laitons, « il faut aussi redouter comme impureté le plomb qui, pour les laitons monophasés (jusqu'à 36 % Zn) et les cupro-aluminiums, doit rester inférieur à 200 g/t pour supprimer toute fissuration au laminage à chaud et même rester inférieure à 100 g/t pour permettre la soudure sans criques des alliages CuAla. »²⁴².

Les auteurs²⁴³ ont réalisé des expérimentations en laboratoire sur la frappe monétaire, notamment à chaud, d'alliages Cu95-94Sn5-6. Ils mettent en avant l'apparition de couches d'oxyde de surface après des frappes à 800°C et 900°C. Ces couches d'oxydes vont alors venir modifier toute la surface de frappe. Ils expliquent également que « However, if grains of different sizes are present within the sample, a "hot" deformation above the recrystallization temperature can be clearly assumed ». Cependant, des déformations préalables au recuit et à des taux différents peuvent également donner naissance à des grains de différentes tailles. En effet, les zones n'auront pas été déformées de la même manière alors qu'un des facteurs les plus importants influençant la taille des grains est l'écrasement préalable du matériau.

Dans notre cas, la frappe « à chaud » a été mise en œuvre après un recuit à 650°C. Ici, le terme de frappe à « chaud » est discutable puisque lors d'expérimentations en laboratoire nous avons pu observer que la température de surface une fois le flan posé sur l'enclume passe de 650°C à une température comprise entre 150 250°C. Les monnaies obtenues sont présentées en Figure 10.

²³⁷ Maryse Blet-Lemarquand, « How the Greeks manipulated the composition of their bronze coins. Case studies », s.l., BAR publishing, 2019.

²³⁸ Pline H.N. XXXIII, XX ; Claude Rolley (ed.), *Techniques antiques du bronze: faire un vase, faire un casque, faire une fibule*, 1988, p. 86.

²³⁹ Pline H.N. XXXIII, XX

²⁴⁰ M. Pernot, *Quatre mille ans d'histoire du cuivre*, op. cit.

²⁴¹ D. Arnaud et al., « Propriétés du cuivre et de ses alliages », art cit.

²⁴² J. Barbery, « Traitements thermiques du cuivre et de ses alliages », art cit.

²⁴³ C. Hartmann, F. Hammerl et W. Volk, « Experimental analysis of Roman coin minting », art cit.

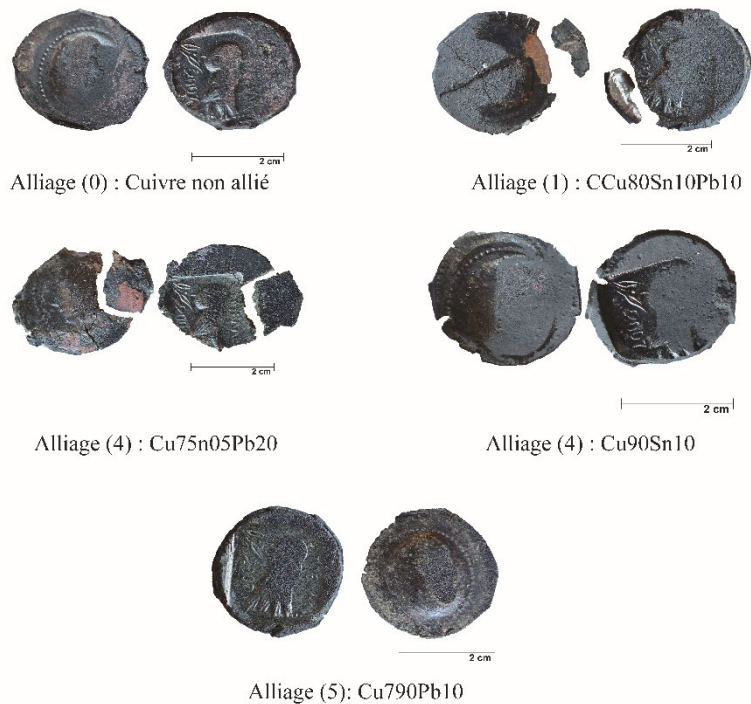


Figure 302 , monnaies obtenues après une frappe à chaud des flans

Les photos précédentes montrent que pour certains alliages la frappe à chaud est inenvisageable au vu de l'état de la monnaie obtenue.

La microstructure des échantillons en cuivre pur (alliage 0) (*Figure 303*) et en bronze au plomb (alliage 2, Cu80Sn10Pb10) (*Figure 304*) présente des signes de recristallisation dans les zones proches de la surface de frappe. Ces zones ont été les plus contraintes et donc les plus impactées par la frappe. Tous les échantillons présentent également des fissures internes (plus ou moins nombreuses et sévères selon le type d'alliage) ainsi que, pour certains, des couches d'oxyde très importantes (très flagrant pour l'échantillon issu de l'alliage 3) (*Figure 305*). Ce phénomène peut notamment s'expliquer par la faible déformabilité des bronzes à chaud et des alliages à haute teneur en plomb ²⁴⁴.

²⁴⁴ George E. Totten (ed.), *ASM handbook. 4E: Heat treating of nonferrous alloys / volume editor: George E. Totten (Portland State University)*, ASM International, 2016, 700 p.

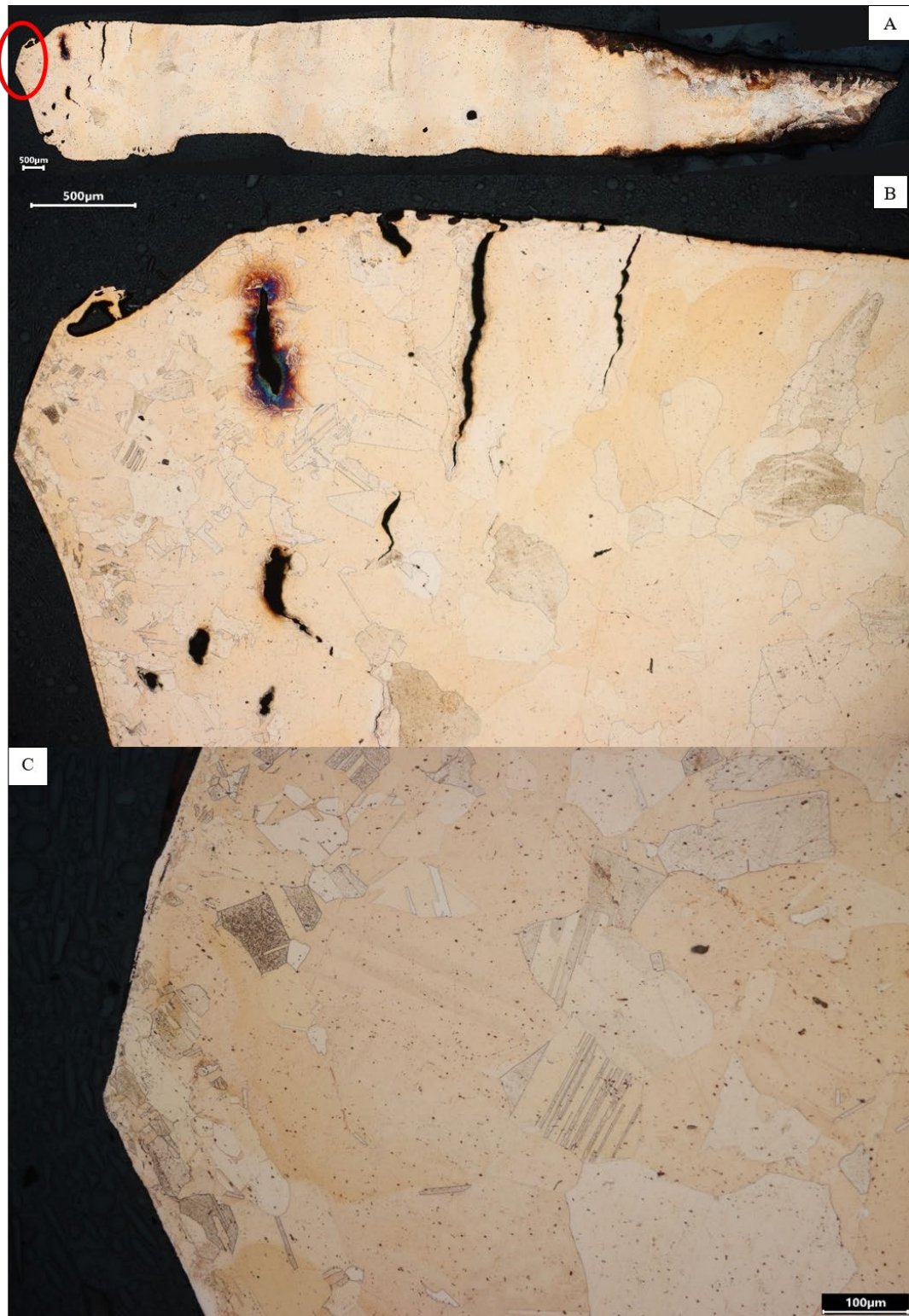


Figure 303, vue d'ensemble de la microstructure de l'échantillon issu de l'alliage 0 après frappe à chaud (A) et zoom (B et C) sur les zones recristallisées (cuivre pur).

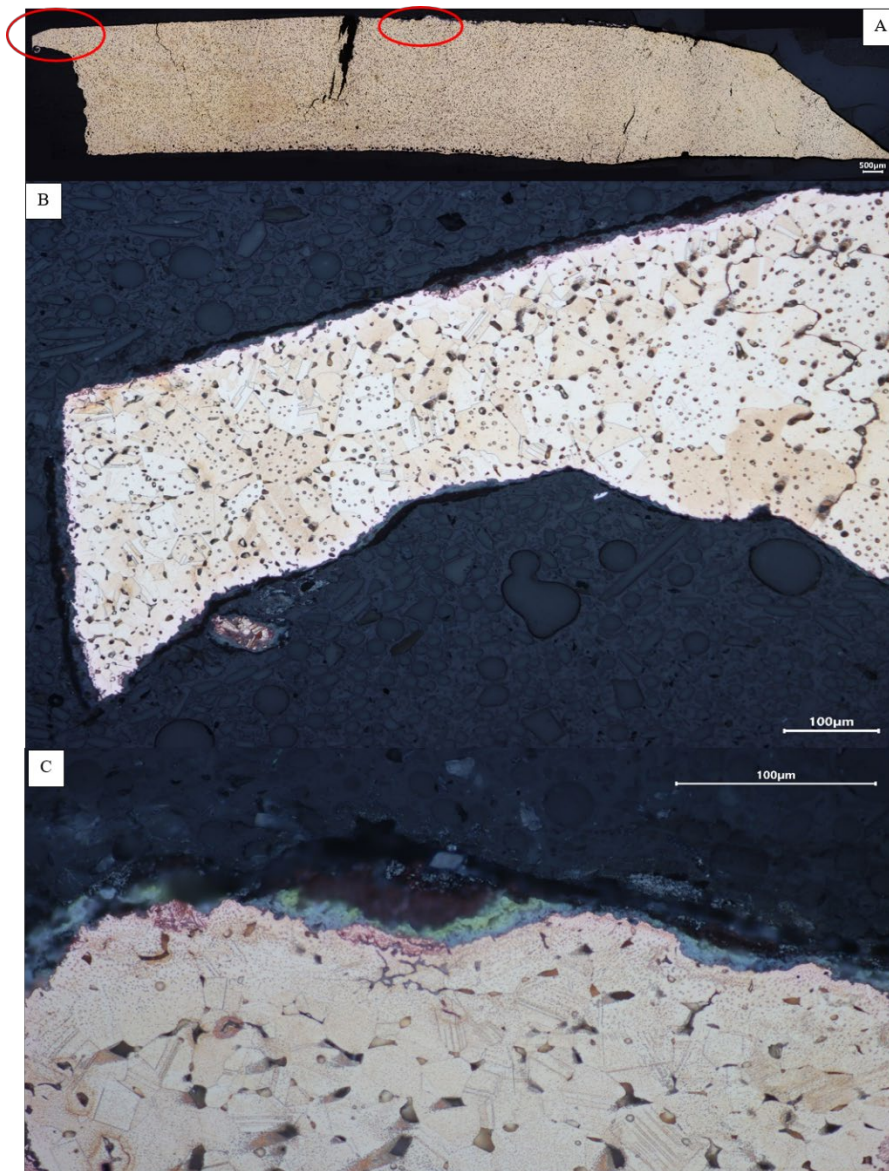


Figure 304, vue d'ensemble de la microstructure

(A) après frappe à chaud et zoom (B et C) sur les zones recristallisées de l'échantillon issu de l'alliage 2 (Cu80Sn10Pb10).



Figure 305, ue d'ensemble des microstructures après frappe à chaud des échantillons issus : (A) alliage 4 (Cu90Sn10) et (B) alliage 5 (Cu90Pb10)

Le tableau suivant regroupe les mesures élémentaires en fluorescence X des alliages réalisés (Figure 306) :

Alliage	ID	S	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	As	Ag	Sn	Sb	Au	Pb	Bi
0	0-7	n.d.	n.d.	n.d.	0,1	99,2	0,3	n.d.	n.d.	0,3	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
1	1-14	n.d.	n.d.	n.d.	0,1	89,7	0,2	n.d.	n.d.	9,9	n.d.	n.d.	0,1	n.d.
2	2-11	0,2	n.d.	n.d.	0,1	77,3	0,3	0,1	n.d.	10,5	n.d.	n.d.	11,5	n.d.
2	2-12	0,1	n.d.	n.d.	0,1	78,2	0,3	0,1	n.d.	9,9	n.d.	n.d.	11,2	n.d.
3	3-13	0,2	n.d.	n.d.	0,1	77,5	0,3	0,1	n.d.	5,1	n.d.	n.d.	16,7	n.d.
5	5-9	0,1	n.d.	n.d.	0,1	92,9	0,3	n.d.	n.d.	0,4	n.d.	n.d.	6,2	n.d.

Figure 306, tableau regroupant les mesures élémentaires (en pourcentage massiques) en fluorescence X des alliages réalisés

L'étude des photos macroscopiques des monnaies (Figure 302) après la frappe à chaud, des micrographies présentées ici (Figure 303, Figure 304, Figure 305) et les éléments précédents font qu'il paraît peu probable que la frappe à chaud ait été mise en œuvre dans l'Antiquité pour les alliages cuivreux.

Bâtonnets/Boudins/Flans

Le débitage de bâtonnets en boudins puis leur martelage pour les transformer en flans est une technique de fabrication monétaire que l'on retrouve notamment à Châteaubleau²⁴⁵ ou encore à Martinville²⁴⁶. Elle a été aussi décelée au Levant et en Grèce comme le montrent des flans monétaires caractéristiques à ce type de procédé retrouvés en fouilles archéologiques²⁴⁷. Ce type de procédé apparaît plutôt à partir du III^e siècle après J.-C.,²⁴⁸ mais des fouilles archéologiques mettent en avant la connaissance et l'utilisation de ce procédé à partir du III^e siècle av. J.-C.²⁴⁹

Des analyses préalables en laboratoire d'échantillons de différentes étapes de la chaîne opératoire provenant du site de Châteaubleau ont déjà pu confirmer ce procédé. Cette mise en œuvre par l'expérimentation a pour but de confirmer la faisabilité de cette technique, notamment pour vérifier si le débitage des boudins se faisait à froid ou à chaud.

Suite aux analyses préalables, il a été décidé de réaliser trois bâtonnets différents, aux caractéristiques suivantes (Figure 307) :

	Diamètre (mm)	Longueur (mm)

²⁴⁵ Fabien Pilon, *L'atelier monétaire de Châteaubleau : officines et monnayages d'imitation du III^e siècle dans le nord-est de l'Empire*, 2016.

²⁴⁶ Ludovic Trommenschlager et al., *Martinville, Vosges, Bas-des-Cuves. Atelier de faux monnayage magnétien. Rapport de fouille programmée - Volume 1 : Etudes.*, Martinville, Vosges, 2017.

²⁴⁷ T. Faucher, *Frappier monnaie, op. cit.*

²⁴⁸ George F. Hill, « Ancient methods of coining », *The Numismatic Chronicle and Journal of the Royal Numismatic Society*, 1922, vol. 2, p. 1-42.

²⁴⁹ John McK. Camp II et John H. Kroll, « The Agora Mint and Athenian Bronze Coinage », *Hesperia: The Journal of the American School of Classical Studies at Athens*, 2001, vol. 70, n° 2, p. 127-162.

Bâtonnet 1	6,52	~100
Bâtonnet 2	6,73	120
Bâtonnet 3	8,60	122

% massique	Cu	Sn	Pb
Bâtonnet 1	80	10	10
Bâtonnet 2	90	8	2
Bâtonnet 3	90	8	2

Figure 307, caractéristiques des bâtonnets recréés

Le tableau suivant regroupe la composition élémentaire analysée par spectrométrie de fluorescence X de 3 échantillons issus du bâtonnet 2 (Figure 308).

ID	S	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	As	Ag	Sn	Sb	Au	Pb	Bi
B2-11	0,1	n.d.	n.d.	0,1	89,2	0,2	n.d.	n.d.	8,1	n.d.	n.d.	2,4	n.d.
B2-4	n.d.	n.d.	n.d.	0,1	89,5	0,2	n.d.	n.d.	8,0	n.d.	n.d.	2,3	n.d.
B2-3	n.d.	n.d.	n.d.	0,1	89,5	0,2	n.d.	n.d.	8,0	n.d.	n.d.	2,2	n.d.

Figure 308, composition élémentaire mesurée par Fluorescence X de 3 échantillons issus du bâtonnet 2

Ces bâtonnets ont été coulés dans un moule en sable de fonderie, le même que celui utilisé lors de la session de 2021 (Figure 309). Pour obtenir la forme des cylindres et l’empreinte correspondante aux bâtonnets, une simple branche de noisetier du diamètre souhaité a été utilisée.



Figure 309, un bâtonnet

En sortie de moule (à gauche) et des boudions après débitage du bâtonnet (à droite).

Des trempes ont également été réalisées sur certains échantillons dans le but de vérifier si ce type de traitement a pu être mis en œuvre et si la déformation par martelage de l'échantillon se fait plus aisément. D'abord, comme le montrent la *Figure 310* et la *Figure 311*, il est possible d'obtenir des monnaies de diamètres et d'épaisseurs de même ordre de grandeur à partir de ce procédé.

	Monnaies obtenues	
	Epaisseur moyenne (mm)	Diamètre moyen (mm)
Bâtonnet 1	1,58	13,16
Bâtonnet 2	1,68	13,44
Bâtonnet 3	1,84	16,16

Figure 310, caractéristiques des monnaies obtenues

Ensuite, lors du martelage (pour transformer le boudin en flan), les boudins issus du bâtonnet 1 ont tendance à se briser plus rapidement et plus facilement que ceux issus des bâtonnets 2 et 3. La plus forte teneur en plomb et en étain dans le bâtonnet 1 explique cette première observation. Les échantillons archéologiques issus de ce procédé présentent des teneurs en plomb et en étain inférieur à 10% (la plus haute teneur en plomb mesurée est de 6%, pour l'étain, elle est de 7%). Les artisans devaient donc couler des bâtonnets à faible teneur en plomb et en étain (en-tout-cas n'atteignant pas 10%) pour pouvoir les déformer facilement sans les briser. Pour le bâtonnet 1, seize boudins ont été obtenus et huit se sont brisés au cours du premier martelage. Pour le bâtonnet 2, sur treize boudins obtenus, un seul s'est brisé et pour le bâtonnet 3 aucun boudin ne s'est brisé sur dix boudins obtenus. Il est donc nécessaire de ne pas dépasser un certain pourcentage de plomb pour pouvoir déformer les boudins. De même pour l'étain, car si l'alliage composant ces échantillons était du bronze, l'étain rendrait l'alliage plus fragile.



Figure 311, exemple d'une monnaie recrée et issue du bâtonnet 2 à partir du procédé bâtonnet/boudins/flans

2 Discussion et conclusions

Cette session d'expérimentations nous a permis de pouvoir tester différents traitements qui d'une part ont pu être mis en œuvre pendant l'Antiquité et d'autre part peuvent justifier la présence de microstructures recristallisées au sein de nos échantillons archéologiques.

Dans les recuits témoins, l'échantillon étudié ici (alliage 0) et recuit à 800°C pendant 30 minutes présente une recristallisation complète et homogène avec des grains relativement gros. Il nous reste à vérifier l'impact de ce type de recuit à cette température pour les autres types d'alliages. Mais d'ores et déjà, ce traitement thermique produit des couches d'oxyde relativement épaisses (~46,8 µm pour l'échantillon de cuivre pur (alliage 0)). Contrairement aux recuits effectués à 650°C pendant 30 minutes, un échantillon issu de l'alliage 2 présente une recristallisation complète et homogène cette fois-ci avec des couches d'oxyde beaucoup moins épaisses que sur les échantillons recuits à 800°C. Comme le souligne Jean DUBOS dans ²⁵⁰ « le recuit d'homogénéisation entre 700 et 750°C pendant 45 minutes n'a pas apporté d'améliorations notables. Par contre, le recuit de recristallisation, fait entre 550 et 600°C pendant 6 minutes avec un charbon de bois au rouge naissant et suivi d'une trempe à l'eau améliore considérablement la malléabilité du métal ». Cette réflexion laisserait alors la place à des oxydes d'épaisseur relativement faible au vu du temps et de la température de recuit, ce qui justifierait l'emploi de temps de recuits relativement courts, mais suffisants pour rendre le métal plus malléable dans l'Antiquité. De plus, l'échantillon témoin issu de l'alliage 2 (recuit à 650°C pendant 30 minutes) présente une microstructure parfaitement recristallisée à cœur et similaire aux microstructures recristallisées issues d'échantillons archéologiques. Au sein de nos échantillons archéologiques, 8% des échantillons recristallisés contiennent un taux de plomb compris entre 20-40%. À la lumière des épaisses couches d'oxyde qui se forment à la surface des échantillons issus de l'alliage 4 (Cu70Sn05Pb25), il paraît peu vraisemblable que cette recristallisation soit obtenue par des cycles de martelages/recuits des échantillons sans porter préjudice à leur intégrité. Une découpe à chaud, un ébavurage et/ou un traitement mécanique (polissage) visant à éliminer les couches d'oxyde peuvent conduire à de la recristallisation dans ces zones, alors, plus fortement écrouies. Pour ces alliages 4 et 5 cette forte teneur en plomb permet de découper très facilement les canaux de coulées à la main en sortie de moule, sans outils spécifiques.

En ce qui concerne la surfrappe, il est possible d'affirmer que ce type de traitement est relativement aisé si l'on met à part l'alliage à 25% d'argent et l'alliage contenant le plus de plomb. L'avantage de ce procédé est de pouvoir réutiliser des monnayages antérieurs sans avoir à refondre le flan. Les variables, telles que le diamètre et l'épaisseur de la monnaie, vont respectivement s'agrandir et s'amincir. A contrario, les échantillons à fort diamètre (\geq à 29mm) de notre corpus ne sont pas ou peu recristallisés, ce qui montre que pour ces échantillons ce type de traitement n'a pas été utilisé. Les traces de recristallisation alors présentes peuvent témoigner de la découpe (ébavurage) des flans en sortie de moule. Cette opération de surfrappe, si elle est opérée sans martelage préalable, s'identifie très bien, sur des monnaies surfrappées, par la superposition des différents types et légendes. Dans ce cas, l'impact sur la microstructure et la dureté des deux frappes monétaires devrait être significatif, en comparaison avec les surfrappes réalisées dans le cadre de ces expérimentations.

Les observations faites sur la trempe ne permettent pas, pour l'instant, de conclure si le procédé a été employé ou non dans l'Antiquité. Les seuls arguments reposant sur le fait que ce traitement améliorerait la malléabilité du matériau, qu'il est simple à mettre en œuvre et permet de manipuler des échantillons à mains nues rapidement après avoir été coulés et trempés. Les observations métallographiques et les mesures de dureté opérées dans le futur devraient apporter des éléments de réponses et ainsi permettre de comparer les microstructures avec celles des échantillons archéologiques.

²⁵⁰ M. Pernot, *Quatre mille ans d'histoire du cuivre*, op. cit.

La principale limite de la frappe à chaud est la formation d'une couche d'oxyde à la surface de la monnaie lors du recuit. Ces oxydes peuvent effectivement être retirés par différents procédés : mécanique (polissage) ou chimique (blanchiment, traitement au vinaigre). D'une part, le polissage interviendrait après la frappe, ce qui viendrait détériorer la gravure de la monnaie. Il n'y a donc, de notre point de vue, aucun intérêt à réaliser ce type de traitement après la frappe. Un traitement chimique sur la monnaie oxydée après la frappe pourrait se réaliser, mais ce type de traitement viendrait ternir la monnaie et elle perdrait de son éclat, ce qui entre en contradiction avec les écrits de Pline l'Ancien. La microstructure révèle que la frappe à chaud porte préjudice à l'intégrité de l'alliage (et donc de la monnaie) à travers l'apparition de fissures internes assez importantes et plus ou moins sévères selon le type d'alliage. Ces différentes observations nous permettent d'affirmer que, pour les alliages cuivreux, la frappe à chaud ne devait pas être employée.

Concernant l'obtention de flans à partir de bâtonnet, l'expérimentation mise en place ici permet de mettre en avant la réalisabilité de ce type de chaîne opératoire et le débitage à chaud (et non à froid) des bâtonnets. Il reste à confirmer les différents éléments observés en expérimentations par des observations métallographiques en laboratoire et des tests de dureté. La comparaison avec les échantillons archéologiques nous permettra alors de confirmer ou non la mise en œuvre de cette chaîne opératoire.

XX Les As de l'imitation : l'apport de l'étude métallurgique au classement du monnayage de Caligula

Larue m.*, Bodet A.**

*CEB-IRAMAT, CNRS, Université d'Orléans

**Archéosciences Bordeaux/Université Bordeaux Montaigne

Cette étude s'inscrit dans le cadre de la thèse intitulée « L'empereur en ses monnaies : histoire politique et monétaire du principat de Caligula » conduite par Manon Larue, dirigée par Arnaud Suspène et co-encadrée par Maryse Blet-Lemarquand (Université d'Orléans – IRAMAT). Un objectif de cette thèse est de réviser le classement des as de Caligula à travers trois approches. La première est une étude des coins afin d'identifier des groupes stylistiques, celle-ci a déjà permis de mettre en évidence l'implication de plusieurs ateliers dans le processus de frappe de ces monnaies. La seconde approche consiste en l'analyse élémentaire d'un échantillon d'as frappés sous le principat de Caligula. Deux groupes de composition élémentaire différente au sein de l'échantillon ont ainsi pu être identifiés et pourraient correspondre à deux sources d'approvisionnements sans pour autant correspondre à un changement de stock métallique au cours du principat. Enfin, la dernière approche consiste en la réalisation d'observations métallographiques des as préalablement étudiés combinée à une session d'archéologie expérimentale dont il est objet dans ce rapport.

L'étude métallurgique (composition élémentaire²⁵¹ et métallographie) réalisée en laboratoire a permis d'étudier sept *As* de Caligula. Elle a mis en évidence pour l'ensemble des monnaies analysées une microstructure recristallisée. Cela implique donc un procédé de fabrication monétaire indirect, c'est-à-dire la confection d'un intermédiaire qu'est le flan, qui a été produit par des cycles de traitements mécaniques et thermiques. Donc, soit à partir du procédé consistant à couler une barre métallique et à y découper des tronçons qui sont ensuite transformés en flans par martelages / recuits. Soit à partir de sphères métalliques²⁵², de découpe de plaques métalliques ou de refraappe.

À l'issue de cette première étude, deux types de microstructures semblent se distinguer. Le premier type regroupe quatre des monnaies analysées et correspond à une microstructure complètement recristallisée (*Figure 312*). La présence de grains élongés et de plans de glissements à proximité de la surface de frappe et dans les zones les plus déformées témoigne de la réalisation d'une frappe monétaire. Pour certaines, la présence de fissures et d'inclusions (oxydes de cuivre) élongées témoigne également de la réalisation successive de passes de martelages et recuits.

Le second groupe rassemble trois monnaies qui comme le premier présentent une microstructure complètement recristallisée. La différence pour celles-ci réside dans la présence de grains en surface, de plus petite taille que ceux au cœur de la monnaie (*Figure 313*). La formation de ces grains témoigne de la réalisation d'un recuit après une déformation réalisée sur la surface de frappe.

Pour les grains de plus petite taille, plusieurs hypothèses sont alors possibles. La première (la moins probable) peut être la réalisation d'une frappe à chaud. Mais plusieurs éléments vont à l'encontre de ce type de traitement (suggérés dans le rapport précédent).

Une autre hypothèse (la plus probable) peut être celle de la réutilisation d'anciens monnayages²⁵³. En effet, les déformations générées par la frappe monétaire précédente suivie des déformations générées par le limage ou le polissage, visant à effacer les types et légendes, vont se localiser dans cette surface de frappe et sur quelques microns d'épaisseur, un recuit final activera le mécanisme de recristallisation

²⁵¹ EDXRF et LA-ICP-MS

²⁵² Jeremy Artru et Guillaume Sarah, « De la sphère coulée à la monnaie frappée. L'utilisation de moules sphériques bivalves pour la production des flans monétaires en argent dans le monde grec (Ve-IIIe siècles av. J.-C.) (RN 179-2022) », *Revue Numismatique*, 1 janvier 2022, vol. 179.

²⁵³ G.F. Hill, « Ancient methods of coining », art cit.

et la germination-croissance de nouveaux grains dans ces zones fortement écrouies donnant alors naissance à ces grains plus petits. Ceux alors déjà présents au cœur de la monnaie continueraient leur croissance, expliquant ainsi leur taille importante. Un unique recuit avant une nouvelle frappe peut également être envisagé. De la même manière que précédemment il activerait uniquement la recristallisation en surface de frappe (si les conditions sont réunies) et des grains de plus petite taille se formeraient. Reste à savoir si ce traitement unique est suffisant pour imprimer de nouveaux types, cela pourrait cependant expliquer certaines mauvaises impressions (S.C légèrement effacé).

Quant aux grains les plus gros présents au cœur de la monnaie, ceux-ci nous indiquent qu'ils étaient déjà présents avant les traitements possibles susmentionnés. Et ainsi que le flan a donc bien été obtenu par un procédé de fabrication indirect mettant en œuvre des traitements mécaniques et thermiques.

Pour comprendre les savoir-faire et les gestes mis en œuvre par les artisans anciens et confronter les hypothèses émises sur la fabrication de ces monnaies, l'archéologie expérimentale est devenue un outil majeur. Le protocole mis en place repose sur la comparaison des différents échantillons reproduits lors de cette session d'archéologie expérimentale (du 17 juin au 23 juin 2024) aux données acquises sur les monnaies archéologiques, notamment dans le but de vérifier si les traitements testés ont effectivement été utilisés par les artisans de l'époque. Puisque les monnaies présentent toutes une microstructure recristallisée, il fut décidé de préparer des flans par la technique de « bâtonnet/boudins ». Technique attestée sur le site d'imitation de Châteaubleau²⁵⁴, mais également sur des sites plus officiels comme à Marseille²⁵⁵, Paphos²⁵⁶, au Levant et en Grèce²⁵⁷ ou encore sur l'atelier monétaire de l'Agora à Athènes²⁵⁸ et aussi à Pella²⁵⁹. Ce sera aussi l'occasion de vérifier la possibilité de fabriquer des flans d'un diamètre relativement important (~27,5 mm) à partir de cette technique de production. Une fois ces flans obtenus, ils sont frappés entre deux coins pour obtenir une monnaie. Ensuite, au regard des hypothèses émises plus haut, plusieurs traitements (limage, martelage et recuits) ont été mis en œuvre dans le but d'éliminer les types et les légendes pour obtenir un nouveau flan vierge qui pourra de nouveau être frappé. La frappe à chaud a également été réalisée.

²⁵⁴ F. Pilon, *L'atelier monétaire de Châteaubleau*, op. cit. ; A. Bodet, F. Pilon et C. Arvieu, « From copper-based alloys to coins part I: Metallurgical characterization from complex manufacturing processes of imitation coins dated to the 3rd c. AD », *Archaeometry* à paraître.

²⁵⁵ J.-N. Barrandon et O. Picard, « Monnaies de bronze de Marseille, analyse, classement, politique monétaire », *Cahiers Ernest-Babelon*, 2007, n° 10.

²⁵⁶ Frédérique Duyrat, « From Marseilles to Karnak: in search of the greek mints. » dans Euangelinē Marku, Selēnē Psōma et Olivier Picard (eds.), *Antidōron: la monnaie grecque entre guerre et commerce: mélanges de numismatique, d'épigraphie et d'histoire offerts à Olivier Picard. Greek coinage between war and trade: papers on numismatics, epigraphy and history*, Fondation Nationale de la Recherche Scientifique/ Institut de Recherches Historiques, 2023, p.

²⁵⁷ Thomas Faucher, *Frappier monnaie : la fabrication des monnaies de bronze à Alexandrie sous les Ptolémées*, 2013, p. 217.

²⁵⁸ J.McK. Camp II et J.H. Kroll, « The Agora Mint and Athenian Bronze Coinage », art cit.

²⁵⁹ Theodoros Kourempas, « Un atelier monétaire sur l'agora de Pella » dans *Πολώντας και αγοράζοντας, δομή και εξοπλισμός των αρχαίων αγορών, διεθνές συνέδριο στη Γαλλική Αρχαιολογική Σχολή Αθηνών 16-17 Ιουνίου 2009 (2012)*, 2013, p. 333-339.



Figure 312, microstructure recristallisée de la monnaie C1

Microstructure appartenant au premier type identifié. Déformation en surface de frappe et présence de plans de glissements caractéristiques de la réalisation d'une frappe monétaire.

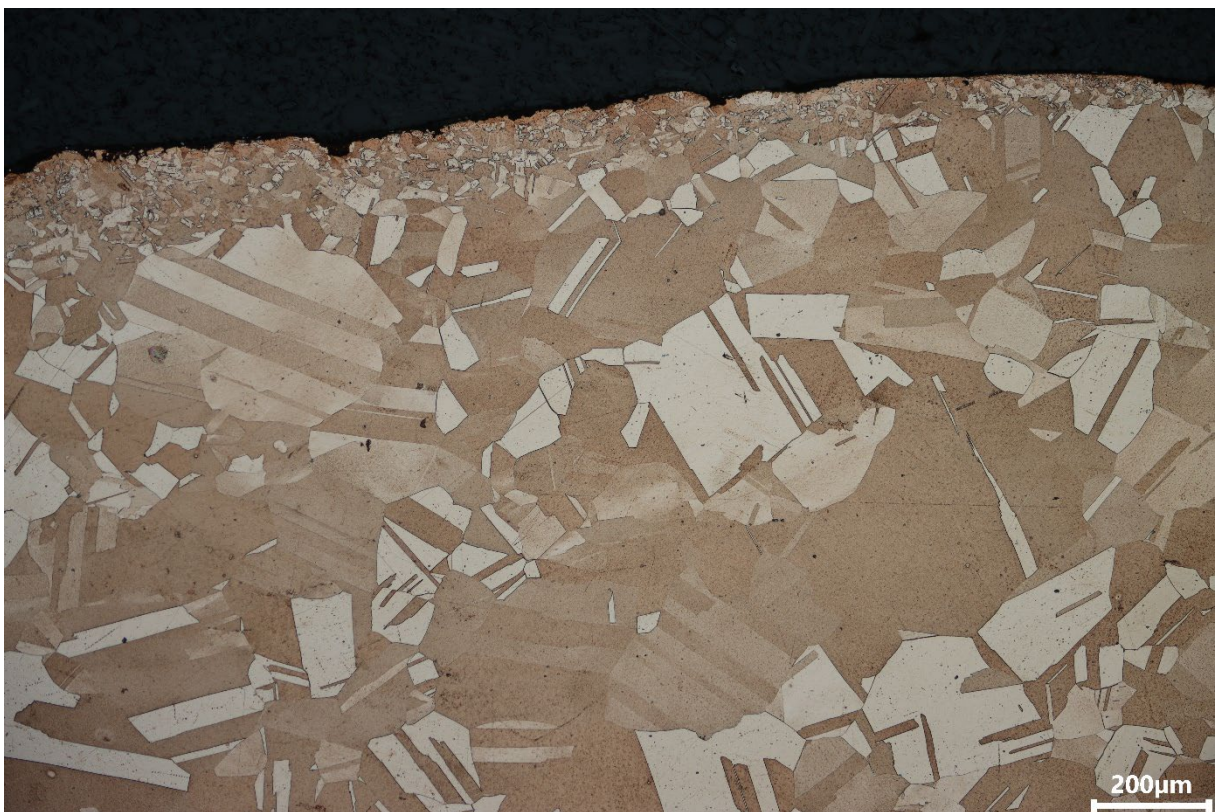


Figure 313, microstructure recristallisée de la monnaie C7

Microstructure appartenant au deuxième type identifié. Présence de grains de plus petites tailles en surface de frappe et présence de grains de plus grande taille au cœur de la monnaie.

1 Protocole mis en place

Alliage réalisé

Les analyses réalisées par EDXRF au laboratoire Archéosciences Bordeaux sur les sept monnaies à notre disposition nous permettent de dire qu'elles sont principalement composées de cuivre et sont donc considérées comme des monnaies en cuivre non allié. Préalablement à l'analyse élémentaire, les sept monnaies ont été tronçonnées, enrobées et polies (jusqu'à une finition dite miroir). Le protocole détaillé peut être retrouvé au sein de la thèse d'A. Bodet²⁶⁰. Ainsi, trois points de mesures ont été réalisés sur la section polie de la monnaie afin d'obtenir une valeur moyenne de composition représentative de l'alliage de la monnaie.

ID	S	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	As	Ag	Sn	Sb	Pb	Bi
C1	n.d.	n.d.	n.d.	0,1	99,4	n.d.	0,1	n.d.	0,3	n.d.	n.d.	n.d.
C2	n.d.	n.d.	n.d.	0,1	99,5	n.d.	n.d.	n.d.	0,3	n.d.	n.d.	n.d.
C3	n.d.	0,1	n.d.	0,1	99,4	n.d.	n.d.	n.d.	0,3	n.d.	n.d.	n.d.
C4	n.d.	n.d.	n.d.	0,1	99,4	n.d.	n.d.	0,1	0,3	n.d.	n.d.	n.d.
C6	n.d.	0,1	n.d.	0,1	99,5	n.d.	n.d.	n.d.	0,3	n.d.	n.d.	n.d.
C7	n.d.	0,1	n.d.	0,1	99,3	n.d.	n.d.	n.d.	0,3	0,1	n.d.	n.d.
C5	n.d.	n.d.	n.d.	0,1	99,4	n.d.	n.d.	0,1	0,3	n.d.	n.d.	n.d.
Moy.	n.d.	n.d.	n.d.	0,1	99,4	n.d.	0,01	0,03	0,3	0,02	n.d.	n.d.

Figure 314, composition élémentaire des 7 As analysés (EDXRF, %massique)

Ces analyses par EDXRF se voient également confirmées par celles réalisées par LA-ICP-MS à l'IRAMAT-CEB²⁶¹. Ainsi, il a donc été décidé dans un premier temps de réaliser des flans à partir de cuivre non allié.

Mode de production des flans

Comme expliqué en introduction, les flans ont été confectionnés à partir de tronçons découpés dans une barre métallique. Cette technique, qui a déjà été mise en œuvre par l'expérimentation, a montré ses preuves. Le choix de ce mode de production repose également sur sa simplicité et également sur son économie de métal²⁶². De plus, cela nous permet de connaître et de contrôler l'histoire métallurgique de chacun des échantillons produits à partir de la coulée de l'alliage jusqu'aux traitements réalisés. Et ainsi pouvoir comparer les échantillons aux monnaies archéologiques.

La première étape a donc été de couler une barre métallique. Pour cela, un moule avec du sable de fonderie a été réalisé (Figure 315). À l'aide d'un patron en bois talqué (Figure 316), la forme est

²⁶⁰ Alexandre Bodet, 2024, Les techniques de fabrication des monnaies grecques et romaines en alliages cuivreux (5^e siècle av. J.-C. – 4^e siècle ap. J.-C.) : de la microstructure à l'archéologie expérimentale. Soutenue publiquement le 07/03/2024. Université Bordeaux Montaigne.

²⁶¹ Nous adressons nos remerciements à Maryse Blet-Lemarquand pour la mise en œuvre et la réalisation de ces analyses.

²⁶² Ziad El Morr, *La métallurgie du Levant au Bronze Moyen à travers les armes*, Université Michel de Montaigne - Bordeaux III, 2011, p. 205.

imprimée dans le moule. Le diamètre souhaité après coulée est d'environ 12~14 mm. D'après de précédentes expérimentations, en partant d'une barre de 8 mm de diamètre pour un tronçon de 8,5 mm de diamètre, on a réussi à former une monnaie de diamètre 16,4 mm. Il est donc possible de doubler le diamètre initial. En partant ici d'une barre métallique de 12-14 mm de diamètre, on devrait réussir à atteindre un diamètre compris entre 24 et 28 mm. Ces diamètres sont proches de ceux mesurés sur les *As* : pour rappel le diamètre moyen mesuré est de 27,5 mm et l'épaisseur moyenne mesurée est de 2,5 mm. D'après le rapport précédent en partant de tronçons de 8,4 mm d'épaisseur, on a réussi à atteindre une épaisseur finale de 1,9 mm. Ici on souhaite atteindre une épaisseur de 2,5 mm ; il faut donc partir d'une épaisseur de tronçon de l'ordre de 10,9 mm (~ 10 mm).



Figure 315, moule utilisé et coulée



Figure 316, patron en bois utilisé pour imprimer la forme dans le moule

Une fois l'alliage porté en fusion, il est coulé dans le moule (Figure 315). Deux barres ont ainsi été coulées, elles sont identifiées Barre 1 (B1) et Barre 2 (B2). Il n'y a aucune différence entre le mode de production de ces deux barres, mais puisqu'elles résultent de deux coulées différentes, il a été décidé de leur affecter deux identifications distinctes. De la même manière pour les flans issus de ces barres, ils sont identifiés en faisant référence à la barre initiale. Ainsi un échantillon nommé 2024_B1_1 est le premier flan issu de la barre n°1 et celui nommé 2024_B2_1 est le premier flan issu de la barre n°2.

Ensuite des tronçons sont découpés à l'aide de ciseaux²⁶³ dans la barre métallique. Il a été observé que lorsque les outils sont bien aiguisés, la découpe à froid se fait facilement²⁶⁴.

Enfin, après obtention des tronçons, ils sont transformés en flans par martelages et recuits successifs pour atteindre une épaisseur de 2,5 mm et un diamètre de 27,5 mm. Les recuits sont réalisés à 650°C

²⁶³ *Ibid.*, p. 208 ; Frederik W. Rademakers et al., « Copper for the afterlife in Predynastic to Old Kingdom Egypt: Provenance characterization by chemical and lead isotope analysis (RMAH collection, Belgium) », *Journal of Archaeological Science*, 1 août 2018, vol. 96, p. 175-190.

²⁶⁴ Elle peut également se réaliser à chaud, mais au prix d'une complication du travail.

pendant 30 minutes²⁶⁵. Entre chaque martelage la masse, le diamètre et l'épaisseur des échantillons sont relevés en plus de photos.



Figure 317, découpe des tronçons dans la barre métallique à l'aide d'un ciseau

Traitements mis en œuvre

Pour aboutir à la formation des petits grains en surface, plusieurs traitements ont été mis en œuvre. Une fois les flans obtenus, ils sont frappés entre deux coins pour obtenir des monnaies. Ce sont sur celles-ci que seront effectués les traitements suivants (Figure 318) :

Type de traitement	N°échantillon
Témoin (après frappe)	2024_B1_1
Limage	2024_B1_2
Limage + recuit	2024_B1_3
Limage + recuit + frappe	2024_B1_4
Poinçonnage	2024_B2_1
Poinçonnage + recuit	2024_B2_2
Poinçonnage + recuit + frappe	2024_B2_3
Frappe + recuit	2024_B2_4
Frappe + recuit + refrappe	2024_B2_5
Frappe à 800°C	2024_B2_6
Frappe à 900°C	2024_B2_7

Figure 318, tableau récapitulant les traitements opérés sur les monnaies expérimentales

²⁶⁵ D. Arnaud et al., « Propriétés du cuivre et de ses alliages », art cit ; J.R. Davis (ed.), *ASM specialty handbook: Copper and copper alloys*, op. cit. ; D. Dungworth, « An experimental study of early bronze smithing techniques. », art cit ; M. Pernot, *Quatre mille ans d'histoire du cuivre*, op. cit.

Des échantillonnages sont effectués tout au long de la chaîne opératoire pour pouvoir suivre l'évolution de la microstructure et l'impact des différents traitements sur cette dernière. Le limage est effectué sur les monnaies frappées pour éliminer les types et légendes. Ensuite, le « poinçonnage » a le même objectif, mais ici le but est d'oblitérer les types et légendes avec un poinçon. Enfin, un recuit est réalisé après une frappe monétaire dans le but d'étudier si après refrappe ce type de traitement est capable d'effacer complètement les types et légendes. L'ensemble de ces traitements devraient permettre d'obtenir des petits grains en surface de frappe. Avant chaque frappe monétaire finale, les flans sont immergés dans une solution de gravelle pour éliminer les oxydes de cuivre à leur surface et obtenir une monnaie éclatante.

Enfin, en accord avec *C. Hartmann et al.*²⁶⁶, une frappe à chaud a été réalisée (à 800°C et 900°C) pour se placer dans le même cadre que cette étude. La zone de frappe (*Figure 319*) a été placée au plus près de four pour limiter la diminution de la température. Ce traitement nécessite plusieurs opérateurs : deux personnes pour la frappe (une qui maintient le coin de revers, une autre qui frappe), et une personne qui sort le flan du four pour le poser entre les deux coins. Des mesures de température du flan à la sortie du four et une fois posé entre les deux coins ont également été réalisées à l'aide d'un pistolet à température²⁶⁷.



Figure 319, frappe à chaud

De gauche à droite : prise de la température, frappe monétaire, sortie du flan du four puis pose du flan sur le coin, pose et maintien du coin de revers sur le flan.

Le modèle de Trèves

Le site de Châteaubleau atteste également de barre métallique préentaillée²⁶⁸. Ces objets sont aussi appelés réglette. F. Pilon recense un chapelet assimilable à ce procédé²⁶⁹. Une réglette est également visible au musée de Trèves. L'avantage de l'utilisation de ces réglettes est de faciliter la découpe à froid qui ne se réalise alors plus qu'en un seul ou deux coups. Un autre élément intéressant à soulever est probablement une calibration plus aisée des tronçons découpés et donc une meilleure reproductibilité en termes de masse.

Il a donc été décidé dans un premier temps de prospecter la réalisation d'une réglette en cuivre non allié. Pour cela nous avons utilisé un moule de fonderie moderne en deux parties (*Figure 320*). De la même manière que précédemment deux modèles en bois ont été réalisés pour pouvoir les imprimer dans le

²⁶⁶ C. Hartmann, F. Hammerl et W. Volk, « Experimental analysis of Roman coin minting », art cit.

²⁶⁷ Thermomètre de contact et à infrarouge Fluke 568.

²⁶⁸ F. Pilon, *L'atelier monétaire de Châteaubleau*, op. cit., p. 86.

²⁶⁹ *Ibid.*, p. 105.

moule (*Figure 321*). Il est nécessaire de réaliser des entailles en V pour faciliter le décollage du modèle sans abimer l’empreinte laissée dans le moule.

Une fois le moule terminé, il est poteyé à l’aide de talc.

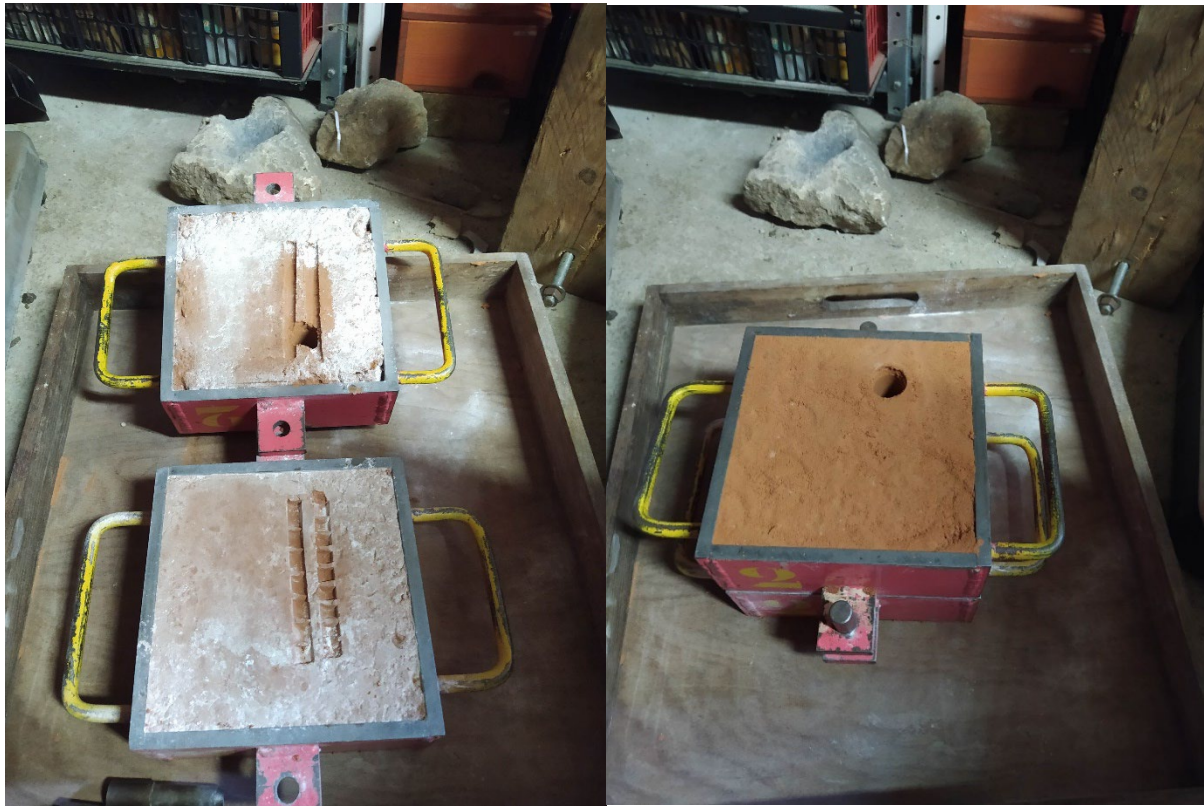


Figure 320, moule de fonderie utilisé pour réaliser une règlette



Figure 321, patrons utilisés pour le modèle de Trèves

2 Premiers résultats et discussion

Production des flans

Tout d’abord, un premier élément observé est la facilité d’obtention des flans. En effet, une fois la barre coulée, si les outils sont suffisamment aiguisés, il est aisé de découper les tronçons dans la barre métallique. L’ajout d’une feuille de plomb entre l’objet à découper et l’enclume permet de le stabiliser et de faciliter la découpe (*Figure 322*). L’avantage de cette feuille est également d’éviter d’abimer l’outil aiguisé. Ensuite, la transformation des cylindres obtenus en flans se fait également sans rencontrer de problèmes particuliers. Si des fissures apparaissent, elles ne conduisent pas à la rupture du matériau. De plus, sur l’ensemble des cylindres obtenus, tous ont pu être transformés en flans. On a donc ici une

technique avec un rendement de 100%. Celle-ci ne nécessite pas non plus de compétences particulières dans la confection d'un moule (en comparaison avec la technique de coulée en chapelet par exemple), ici le modèle en bois a simplement été inséré dans du sable de fonderie. Pour l'antiquité, il aurait pu simplement être inséré dans de l'argile ou à même la terre.



Figure 322, découpe des tronçons dans la barre métallique positionnée sur une feuille de plomb

Le profil de fracture obtenu suite à la découpe des tronçons de boudins est très similaire à ce qui peut être observé sur les échantillons archéologiques²⁷⁰. L'évolution de la transformation du tronçon en flan puis en monnaies peut être visualisée en Figure 324.



Figure 323, profil de découpe d'un tronçon avec la présence d'une zone d'arrachement et d'une zone ductile

²⁷⁰ J.-N. Barrandon et O. Picard, « Monnaies de bronze de Marseille, analyse, classement, politique monétaire », art cit. ; A. Bodet, F. Pilon et C. Arvieu, « From copper-based alloys to coins part I: Metallurgical characterization from complex manufacturing processes of imitation coins dated to the 3rd c. AD », *Archaeometry* à paraître.



Figure 324, étapes présentant les échantillons obtenus depuis la découpe d'un tronçon jusqu'à la frappe monétaire

Il a été décidé de projeter les caractéristiques métrologiques des échantillons (masse, diamètre et épaisseur) sous forme de boxplot²⁷¹ en fonction des étapes de fabrication (Etat initial (EI), Martelage 1 à 4, Frappe monétaire). Cela permet de visualiser l'évolution de ces différentes caractéristiques facilement. Ainsi dans les figures suivantes les échantillons expérimentaux issus de la barre 1 (en rouge) et de la barre 2 (en vert) sont comparés aux données acquises sur les sept *As* de Caligula (monnaies archéologiques, en bleues). Après le martelage 4, les échantillons expérimentaux sont considérés comme des flans (juste avant la frappe monétaire).

Concernant l'évolution de la masse au fur et à mesure des traitements on remarque que celle-ci n'évolue pas de manière significative, elle est à peu près constante (Figure 325). On observe cependant une dispersion entre les masses de chacun des cylindres produits. Cette dispersion est sans aucun doute expliquée par notre inexpérience, de futures recherches doivent explorer cette question sur le contrôle de manière plus précise des masses (les réglottes en sont peut-être une solution). En comparant ces données issues de l'expérimentation avec les monnaies étudiées, on remarque que la dispersion observée sur les échantillons issus de la barre 1 s'approche de celle des monnaies archéologiques²⁷² même si un écart est tout de même présent. Ce qui montre également que moins de soin était apporté sur la calibration de ces monnaies en cuivre non allié.

²⁷¹ Le boxplot est un type de graphique permettant de comparer la distribution de plusieurs groupes. Il affiche les 3 quartiles, la médiane et les valeurs min et max.

²⁷² L'écart-type de la masse pour les échantillons issus de la barre 1, de la barre 2 et les monnaies archéologiques sont respectivement de 1,6 g ; 1,7 g et 1,2 g.

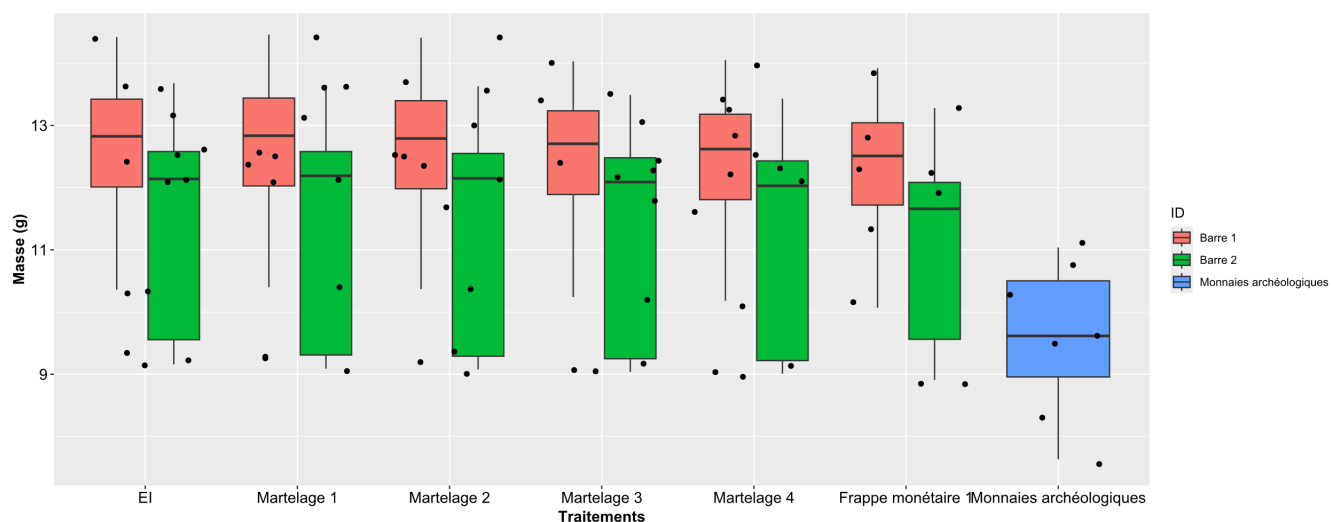


Figure 325, évolution de la masse selon les différents traitements opérés sur les échantillons

Concernant le diamètre on remarque que la dispersion est moins importante. Il est en effet fixé par le diamètre initial du modèle en bois. Le diamètre final obtenu des flans ou des monnaies est dans le même ordre de grandeur que le diamètre mesuré sur les monnaies archéologiques (Figure 326).

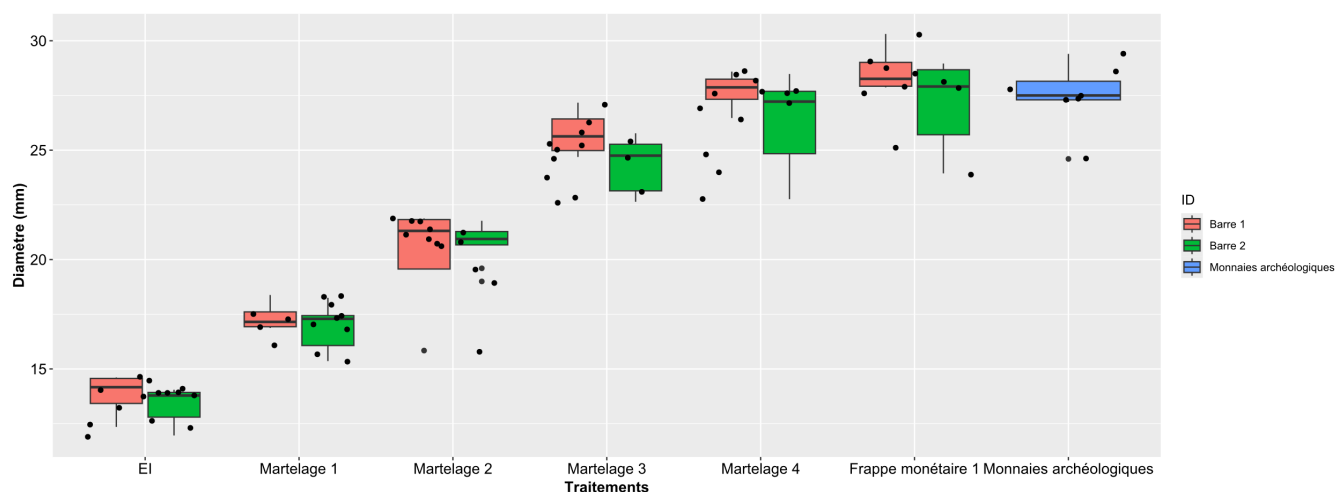


Figure 326, évolution du diamètre des échantillons en fonctions des traitements opérés

De la même manière que le diamètre, ici l'épaisseur finale s'inscrit dans l'ordre de grandeur des épaisseurs mesurées sur les monnaies archéologiques (Figure 327). On remarque cependant que l'épaisseur des monnaies reproduites (après Frappe monétaire 1) est plus faible que sur les monnaies archéologiques. En effet, l'impact de la frappe monétaire n'a pas été anticipé. Il aurait fallu s'arrêter au martelage 3 pour obtenir des monnaies strictement identiques à celles de Caligula après frappe monétaire. Mais les résultats sont ici très satisfaisants.

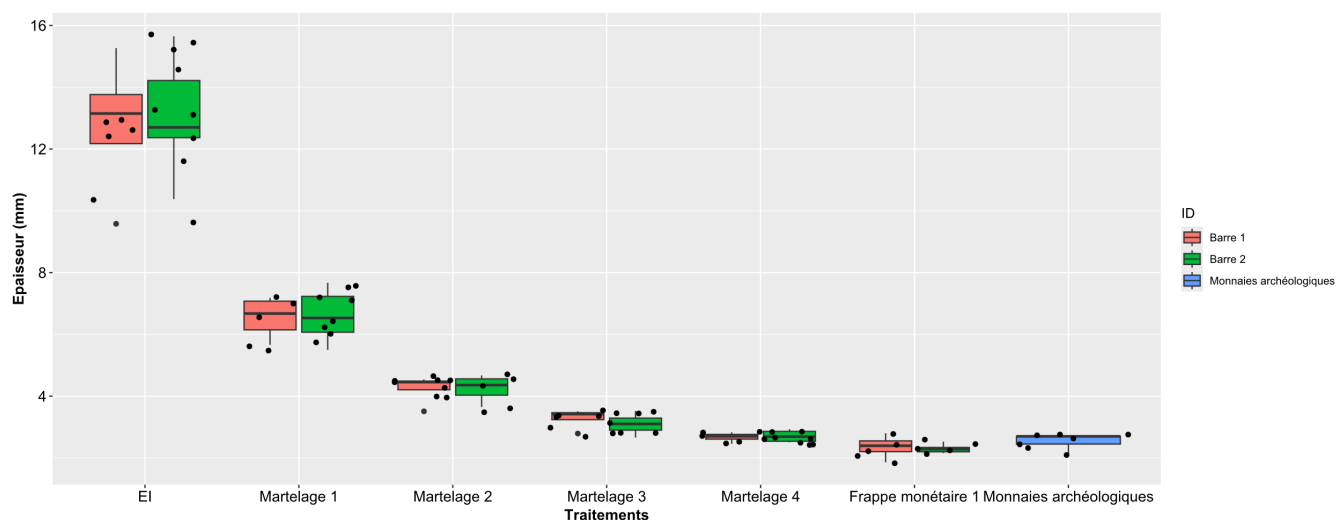


Figure 327, évolution de l'épaisseur des échantillons selon les traitements opérés

Concernant le diamètre il a ainsi été possible de l'augmenter d'un facteur 2 entre l'état initial (tronçon brut de découpe) et l'état de flan (après martelage 4). Pour l'épaisseur elle a été réduite d'un facteur 5. Ces éléments sont également en accord avec les résultats obtenus lors des précédentes expérimentations ;

Traitements réalisés

Un premier traitement réalisé après l'obtention des monnaies est le limage. Celui-ci a été effectué à l'aide d'une lime. Comme le présentent les photos suivantes (Figure 328 et Figure 329), ce traitement permet d'éliminer les types et légendes et d'obtenir un nouveau flan vierge, il y laisse également des traces caractéristiques à sa surface. Une première limite à ce traitement est la difficulté de l'opération. En effet, ce traitement est très long et difficile alors qu'il est ici mis en place uniquement sur du cuivre non allié, on imagine alors la difficulté que cela peut représenter sur des monnaies en bronze. Une solution pour faciliter cette étape serait de réaliser le polissage des monnaies dans des tonneaux avec du sable. L'utilisation d'un coin avec des gravures profondes complique la tâche, avec des gravures moins profondes le limage pourrait être plus « simple », mais cela reste à vérifier.

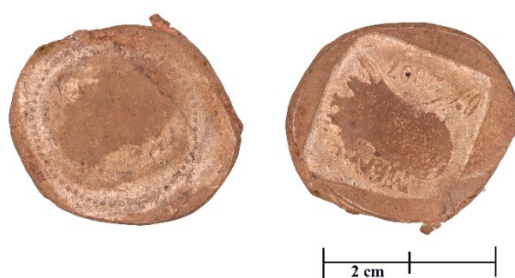


Figure 328, monnaie avant limage



Figure 329, monnaie après traitement de limage, traces caractéristiques visibles macroscopiquement

Ensuite, le second traitement mis en place est la réalisation d'une frappe à chaud. Lors de ce traitement, il a été mesuré que la surface du flan passe de 800°C à 250°C et de 900°C à 300°C. Il est donc difficile dans ces conditions de considérer la réalisation d'une déformation à chaud puisqu'on ne se situe plus dans le domaine correspondant²⁷³. De plus la couche d'oxyde créée après la frappe (*Figure 330*) nécessite ensuite une étape supplémentaire de traitement chimique. On retrouve alors la couleur éclatante du cuivre après un bain de gravelle (*Figure 331*), on remarque également une altération des types et légendes (moins distinctes après le bain de gravelle). Les différentes limites de ce traitement étant exposées dans le rapport précédent, nous ne reviendrons pas en détail sur celles-ci.

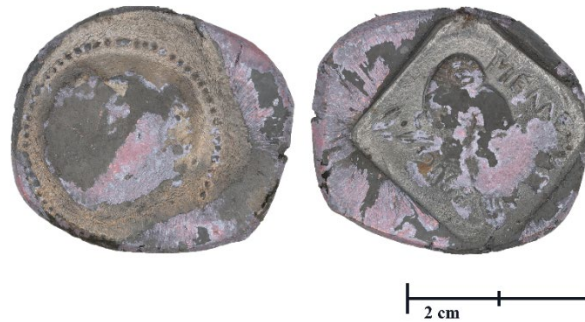


Figure 330, monnaie B2_7 après frappe à chaud à 900°C



Figure 331, monnaie B2_7 après frappe à chaud à 900°C et bain de gravelle

Le troisième traitement mis en place est le poinçonnage. Celui-ci consiste à éliminer les types et légendes de manière précise par rapport à un martelage qui augmente plus fortement le diamètre du nouveau flan. Cette opération se réalise ici plutôt bien (*Figure 332* et *Figure 333*).



Figure 332, monnaie avant poinçonnage

²⁷³ D. Arnaud et al., « Propriétés du cuivre et de ses alliages », art cit.



Figure 333, monnaie après poinçonnage

Enfin, le dernier traitement mis en œuvre au cours de ces expérimentations est la réalisation d'un recuit directement sur une monnaie pour ensuite la refrapper. Comme on peut l'observer sur les photos suivantes (*Figure 334* et *Figure 335*), ce traitement se réalise facilement. Il serait nécessaire de continuer les recherches dans ce sens en frappant plusieurs monnaies selon ce protocole et en y réalisant une étude iconographique permettant de suivre l'évolution des types et légendes selon ce traitement.



Figure 334, monnaie avant recuit et refrappe



Figure 335, monnaie obtenue après la réalisation d'un recuit et d'une refrappe

Modèle de Trèves

Enfin, l'expérimentation menée au sujet du modèle de Trèves s'est elle aussi révélée concluante. En effet, il a été possible de couler deux réglettes (*Figure 336*). Même si la conception du moule a été laborieuse, ces premiers résultats sont satisfaisants. Il reste maintenant à dérouler tout le procédé de fabrication de la découpe à la frappe monétaire. Il sera également intéressant de poursuivre la réflexion sur la conception de moule de manière plus simple et rapide.



Figure 336, réglettes en cuivre non allié obtenues après la coulée

3 Conclusion et perspectives

Tout d'abord, d'après ces résultats préliminaires, la session a été concluante. En effet, il a été possible de produire des flans de diamètre proche de 27,5 mm pour une épaisseur proche de 2,5 mm à partir de la découpe de tronçons dans une barre métallique. Les flans et monnaies alors obtenues s'inscrivent dans le même ordre de grandeur que les caractéristiques métrologiques relevées sur les *As* de Caligula préalablement étudiés en laboratoire. Le rendement de fabrication est de 100% puisque sur l'ensemble des tronçons découpés puis transformés en flans et frappés aucun ne s'est brisé. Contrairement à ce qui a pu être mis en avant précédemment, la découpe à froid de la barre métallique se réalise très facilement à l'aide d'un ciseau bien aiguisé (pour le cuivre non allié).

Concernant les différents traitements réalisés pour oblitérer les types et légendes, les premières impressions observées sont les suivantes : pour la frappe à chaud, la diminution rapide de la température du flan et la complication de la frappe (organisation de l'atelier, nombre d'opérateurs nécessaire) montrent qu'il est peu probable qu'elle ait été mise en œuvre.

Ensuite, le limage des types et légendes à l'aide d'une lime est très long et laborieux. Il est plus probable que si un traitement de ce type a été réalisé à l'antiquité, les artisans aient plutôt employé des tonneaux avec du sable pour polir les monnaies. Le poinçonnage, quant à lui, a plutôt été fructueux puisqu'il est relativement simple d'éliminer les types et légendes sans grandes difficultés. Mais des traces caractéristiques subsistent sur la monnaie.

Enfin, la frappe monétaire après un unique recuit se réalise également très bien.

La fabrication de réglettes est encourageante même s'il est nécessaire de pousser les recherches sur ce sujet.

En ce qui concerne les perspectives, il sera intéressant d'étudier la transformation des tronçons en flans à l'aide d'une masse à deux mains. Cela permettrait ainsi d'optimiser le temps de production et de diminuer les cycles de martelages et de recuits. Même si des intermédiaires de fabrication ont été retrouvés sur différents sites archéologiques (témoignant donc de ces cycles de martelages et recuits) il est probable que la masse à deux mains ait pu être utilisée.

Ensuite, il serait intéressant de mettre en œuvre une certaine production en série pour étudier la variation des masses et des diamètres sur plusieurs monnaies et comparer cette variation aux données archéologiques et textuelles pour vérifier si elle est en accord avec ces différentes données. Enfin, le limage des monnaies pourra être mis en œuvre dans des tonneaux avec du sable et l'ensemble de cette chaîne opératoire devra être étudiée sur d'autres alliages cuivreux et également étudier l'impact de l'augmentation de la teneur en plomb sur l'évolution de cette technique.

Enfin, l'étude métallographique des différents échantillons produits au cours de cette session d'archéologie expérimentale reste à réaliser pour confirmer ces différentes hypothèses.

Contributeurs et remerciements

Plusieurs personnes ont contribué à la réalisation de ce rapport :

Florian Téreygeol (UMR 7065 IRAMAT) pour son accueil sur la plateforme d'archéologie expérimentale des Arts du Feu de Melle et ses conseils.

Yannick Lefrais (Archéosciences Bordeaux, UMR 6034) pour son aide et ses conseils pour les mesures EDXRF et la maintenance du matériel.

Corinne Arvieu (Université Bordeaux, I2M, UMR 5295, CNRS) pour le prêt du moule de fonderie et ses conseils.

Les résultats présentés s'inscrivent dans le cadre d'une recherche doctorale conduite par Manon Larue à l'IRAMAT-CEB / Université d'Orléans. Ce projet a également reçu le soutien financier de la MSH Val de Loire dans le cadre de l'appel à projets doctorants et jeunes docteurs.

Ces expérimentations ont été réalisées avec le support du projet "Frapper Monnaie", dirigé par le Dr. Thomas Faucher et financé par l'Université Bordeaux Montaigne et la Région Nouvelle-Aquitaine. Projet région hébergé au sein d'Archéosciences Bordeaux.

Bibliographie

Arles Adrien, *Entre monnayage officiel et faux-monnayage : la fabrication de la monnaie au marteau en France (XIIIe - XVIIe siècles) : approche physico-chimique, expérimentale et historique*, Université d'Orléans, 2009.

Arnaud Dominique, Barbery Jean, Biais Roger, Fargette Bernard et Naudot Pierre, « Propriétés du cuivre et de ses alliages », *Techniques de l'ingénieur*, 1985, p. 52.

Artru Jeremy et Sarah Guillaume, « De la sphère coulée à la monnaie frappée. L'utilisation de moules sphériques bivalves pour la production des flans monétaires en argent dans le monde grec (Ve-IIIe siècles av. J.-C.) (RN 179-2022) », *Revue Numismatique*, 1 janvier 2022, vol. 179.

Barbery Jean, « Traitements thermiques du cuivre et de ses alliages », *Techniques de l'ingénieur*, 1991, p. 23.

Barrandon J.-N. et Picard O., « Monnaies de bronze de Marseille, analyse, classement, politique monétaire », *Cahiers Ernest-Babelon*, 2007, n° 10.

Blet-Lemarquand M., « How the Greeks manipulated the composition of their bronze coins. Case studies », *Proceedings of the XXth International Congress on Ancient Bronzes, Resource, reconstruction, representation, role*, BAR international series 2958, BAR publishing, pp.145-153, 2019.

Camp Il John McK. et Kroll John H., « The Agora Mint and Athenian Bronze Coinage », *Hesperia: The Journal of the American School of Classical Studies at Athens*, 2001, vol. 70, n° 2, p. 127-162.

Condamin Jeanne, Guey Julien et Picon Maurice, « Techniques romaines [Exemplaires cisailés avant la frappe. Exemplaires frappés à froid.] », *Revue Numismatique*, 1965, vol. 7, n° 6, p. 123-133.

Davis J. R. (ed.), *ASM specialty handbook: Copper and copper alloys*, ASM International (coll. « ASM specialty handbook »), 2001, 652 p.

Dungworth David, « An experimental study of early bronze smithing techniques. » dans *Accidental and Experimental Archaeometallurgy*, David Dungworth and Roger Doonan., London, (coll. « HMS Occasional Publication »), 2013, p. 149-152.

Duyrat Frédérique, « From Marseilles to Karnak: in search of the greek mints. » dans Euangelinē Marku, Selēnē Psōma et Olivier Picard (eds.), *Antidōron: la monnaie grecque entre guerre et commerce: mélanges de numismatique, d'épigraphie et d'histoire offerts à Olivier Picard. Greek coinage between war and trade: papers on numismatics, epigraphy and history*, Athènes, Fondation Nationale de la Recherche Scientifique/ Institut de Recherches Historiques (coll. « Meletēmata »), 2023.

Faucher Thomas, *Frapper monnaie : la fabrication des monnaies de bronze à Alexandrie sous les Ptolémées*, Alexandrie, Centre d'études alexandrines, 2013, 371 p.

Faucher Thomas, Téreygeol Florian, Brousseau Louis et Arles Adrien, « À la recherche des ateliers monétaires grecs : l'apport de l'expérimentation », *Revue Numismatique - 6e série*, 2009, vol. 165, p. 43-80.

Hartmann Christoph, Hammerl Franz et Volk Wolfram, « Experimental analysis of Roman coin minting », *Journal of Archaeological Science: Reports*, 1 juin 2019, vol. 25, p. 498-506.

Hill George F., « Ancient methods of coining », *The Numismatic Chronicle and Journal of the Royal Numismatic Society*, 1922, vol. 2, p. 1-42.

Kourempanas Theodoros, « Un atelier monétaire sur l'agora de Pella » dans *Πωλώντας και αγοράζοντας, δομή και εξοπλισμός των αρχαίων αγορών, διεθνές συνέδριο στη Γαλλική Αρχαιολογική Σχολή Αθηνών 16-17 Ιουνίου 2009 (2012)*, Athènes, 2013, p. 333-339.

Morr Ziad El, *La métallurgie du Levant au Bronze Moyen à travers les armes*, Université Michel de Montaigne - Bordeaux III, 2011.

Pernot Michel, « 3. Études technologiques » dans *Le dépôt d'Évans (Jura) et les dépôts de vaisselles de bronze en France au Bronze final*, ARTEHIS Éditions (coll. « Suppléments à la Revue archéologique de l'Est »), 2020, p. 65-93.

Pernot Michel, *Quatre mille ans d'histoire du cuivre : fragments d'une suite de rebonds*, Ausonius éditions-Presses Universitaires de Bordeaux., 2017.

Pernot Michel, « Archéoméallurgie de la transformation des alliages à base de cuivre », *Actes des congrès de la Société d'Archéologie Médiévale*, 1998, vol. 6, n° 1, p. 123-133.

Pilon Fabien, *L'atelier monétaire de Châteaubleau : officines et monnayages d'imitation du IIIe siècle dans le nord-est de l'Empire*, (coll. « Supplément à "Gallia" »), 2016.

Rademakers Frederik W., Verly Georges, Delvaux Luc et Degryse Patrick, « Copper for the afterlife in Predynastic to Old Kingdom Egypt: Provenance characterization by chemical and lead isotope analysis (RMAH collection, Belgium) », *Journal of Archaeological Science*, 1 août 2018, vol. 96, p. 175-190.

Roberts Benjamin W. et Thornton Christopher P. (eds.), *Archaeometallurgy in Global Perspective*, Springer New York, 2014.

Rolley Claude (ed.), *Techniques antiques du bronze : faire un vase, faire un casque, faire une fibule*, Dijon, Université de Bourgogne, Centre de recherches sur les techniques gréco-romaines (coll. « Centre de recherches sur les techniques gréco-romaines »), 1988, 91 p.

Toledo i Mur Assumpció, Pernot Michel, Adamski Frédéric, Benquet Laurence, Fluzin Philippe, Hiernard Jean, Orengo Lionel, Poirier Philippe, O'Farrell Magen et Odenhardt-Donvez Isa, « Un atelier

monétaire gaulois près de Poitiers : les Rochereaux à Migné-Auxances (Vienne) », Gallia, 2008, vol. 65, n° 1, p. 231-272.

Totten George E. (ed.), ASM handbook. 4E: Heat treating of nonferrous alloys, ASM International, 2016, 700 p.

Trommschlager Ludovic, Aubry-Voisin Martine, Barat Sophie, Béguinot Serge, Delangle Cyrille, Fetet Pierre, Leclerc Anthony, Legret Elodie, Pieters Maxence, Reiff Antony, Resch Aline, Samain Charlotte et Tilmant Hélène, Martinville, Vosges, Bas-des-Cuves. Atelier de faux monnayage magnétien. Rapport de fouille programmée - Volume 1 : Etudes., Martinville, Vosges, 2017.

5^e PARTIE – Valorisation

La valorisation de la recherche a toujours été, et demeure, au cœur de nos travaux. Elle prend 4 formes principales :

- Des manifestations scientifiques que nous organisons et accueillons dans le cadre du PCR au sein de la plateforme de Melle qui a l'avantage de disposer d'une salle de réunion dotée d'un vidéo projecteur. Cette salle utilisée dans le cadre des visites touristiques est mise à disposition sur notre simple demande.
- Des formations pour et par la recherche qui touchent des étudiants de master et surtout des doctorants qui intègrent la démarche expérimentale dans leurs travaux de doctorat.
- Des publications régulières à la fois scientifiques et grand public qui permettent de faire connaître à la fois la démarche expérimentale, la plateforme et la structure nous hébergeant. Ces publications sont complétées par des actions de communications écrites et audiovisuelles.
- Enfin, systématiquement, une explication des travaux en cours lors de leur visite est fournie aux touristes accueillis au sein de Mines d'argent. Sur la durée de notre activité de terrain, cela représente 4 à 5000 personnes par an.

Réunions scientifiques

Workshop international à Melle 2023

Archéologie expérimentale des matériaux associés aux productions métalliques : (Re)mettre la science en culture,

En 2023, nous avons organisé une rencontre réunissant les acteurs du PCR et des chercheurs hors de ce périmètre, soit une trentaine de personnes. Ce « workshop » international s'est tenu au sein de la plateforme les 21 et 22 juin avec un format doublement hybride : les matinées ont été dédiées aux communications en présentiel et en visioconférence, les après-midi ont été consacrées aux expérimentations en lien avec la réunion. Pour cette manifestation, nous avons bénéficié du soutien logistique du site des Mines d'Argent qui a mis à notre disposition une salle de conférence et le matériel de projection. Cette manifestation a été également organisée sous l'égide de l'IRAMAT UMR 7065 et de son axe de recherche « techniques et savoir », et avec le soutien du programme régional « frapper monnaie » conduit par Thomas Faucher, directeur du Centre d'Études Alexandrines implanté en Égypte (UAR 3134).

Intitulée *Archéologie expérimentale des matériaux associés aux productions métalliques : (Re)mettre la science en culture*, ce workshop a permis la présentation de 15 communications et de 4 posters. Nous en livrons ci-dessous les titres et résumés. Une publication des actes est en cours.

Workshop conclusif du PCR à Melle 2024

Workshop de restitution du PCR Archéologie expérimentale des matériaux associés aux productions métalliques : (Re)mettre la science en culture,

Le modèle associant présentations *ex cathedra* et expérimentations ayant donné satisfaction en 2023, nous l'avons reconduit en 2024. Volontairement limité à une matinée, le workshop a donc été consacré à des présentations sur les travaux conduits à Melle. Il a réuni une vingtaine de personnes au travers de 7 communications. Comme à l'accoutumée, nous avons bénéficié du soutien logistique et technique des Mines d'argent. Cette manifestation a été également organisée sous l'égide de l'IRAMAT UMR 7065 et de son axe de recherche « techniques et savoir ».

Journée d'étude « ça frapper pour moi » 2024

Journée d'étude *Ça frappe pour moi ! recherches récentes sur la fabrication monétaire aux époques anciennes*, coorganisateurs Guillaume Sarah, Florian Téreygeol.

Le programme « Ça frappe pour moi ! Expérimentations, modélisations et essais de laboratoire pour comprendre la fabrication monétaire antique » (2023-2024) vise à mieux comprendre les techniques antiques de fabrication monétaire par une approche interdisciplinaire faisant intervenir numismatique, archéologie expérimentale, sciences du numérique et sciences des matériaux. Il affiche deux volets : une recherche sur la technique particulière de la fabrication de flans monétaires sphériques, et une réflexion autour des forces nécessaires à la déformation de ce type de flan. Le projet « Ça frappe pour moi ! » est porté par l'IRAMAT UMR 7065 d'Orléans avec pour partenaire le Centre d'Expertise et de Transfert Universitaire ILIAD3 (Innovation Logicielle en Images et Acquisition de Données 3D). Porté par G. Sarah, il s'est conclu par une journée d'étude à Melle, alternant elle aussi présentations *ex cathedra* et expérimentations.

Mémoires universitaires en lien avec le PCR

Master

Florence Maqueda (2022), *Affiner l'argent au Moyen Âge, entre innovation et adaptation : études archéométrique et expérimentale du corpus lié à la coupellation à Castel-Minier entre 1300 et 1500*, Univ. de Strasbourg, faculté de physique et ingénierie.

Doctorats

Soutenus

Jérémy Artru, « Carthage : monnaie et histoire, de la prise de Sélinonte à la révolte libyenne (409-237 av. J.-C.) », dir. Arnaud Suspène, co-dir. Frédérique Duyrat, co-encadrement de Guillaume Sarah. Soutenue en 2024.

Alexandre Bodet, « Les techniques de fabrication des monnaies grecques et romaines en alliages cuivreux (Ve s. av.-IIIe s. ap.) : de la microstructure à l'archéologie expérimentale », dir. Thomas Faucher, Univ. Bordeaux-Montaigne. Soutenue en 2024

Georges Verly, « Le processus de production des cuivres et des alliages cuivreux en Égypte pharaonique », dir. Pierre Tallet, Univ. Paris 1 Panthéon-Sorbonne. Soutenue en 2024.

Clément Vuillard, « Les vitriols au Moyen Âge : entre physico-chimie des procédés et archéologie expérimentale », en codirection avec Véronique Rouchon et Celine Remazeilles MnHn, Université La Rochelle, co-encadrement de Florian Téreygeol. Soutenue en 2024.

En cours

Ana Irizar, « La verrerie islamique en Méditerranée occidentale: échanges technologiques et culturels entre le Maghreb et Al-Andalus », en codir. avec N. Schibille et M. Vilariges, Universidade NOVA de Lisboa (Portugal)

Florence Maqueda, « Transformations, quantification et flux d'énergie dans les systèmes de productions métallurgiques médiévaux et de la Renaissance », en codirection avec Nicolas Florsch, Paris Sorbonne Université et Florian Téreygeol, IRAMAT UMR 7065

Léa Chanal, « Production et circulation du cuivre dans les Pyrénées françaises centrales et occidentales (XIIIe-XVe siècles) », en codirection avec Bernard Gratuze et Guillaume Sarah, Université d'Orléans et Florian Téreygeol, IRAMAT UMR 7065

Publications et interventions 2022-2024

Parallèlement, les travaux conduits dans le cadre du PCR ont fait l'objet de plusieurs actions de valorisation tant pour la communauté de spécialistes qu'à destination du grand public, et toujours avec pour cadre la présentation au fil de l'eau de nos travaux sur la plateforme lors des visites touristiques.

Articles

Téreygeol F., Gratuze B., Affiner l'argent au verre et au savon : expérimentation d'une recette atypique du Probierebüchlein de 1524, *Meridies. Estudios de Historia y Patrimonio De La Edad Media*, XIII, 2023, 123-142. ISSN: 1137-6015.

Somaglino C., Daily life in an egyptian red sea harbor, Ayn Soukhna during the old and Middle kingdoms, in *Dayli life in ancient Egyptian settlements*, SDAIK, 47, 2022, p.27-40

Téreygeol F., Mercier F., Foy E., Ferrari E., L'emploi de l'alun dans les recettes métallurgiques à la lumière de l'expérimentation, l'exemple de la falsification de l'argent, *Artefact*, n°16, 2022, p. 221-242. <https://doi.org/10.4000/artefact.12290>

Maqueda F., Téreygeol F., Foy E., Géraud M., Muffle: an Innovation around silver refining at Castel-Minier, 14th c., International Conference Ancient Mining and Metallurgy from Prehistory into the Modern Age Strážná Jihlava, Tchéquie, 2022, in *Acta rerum naturalium*, 28, 2023, 89-96.

Vuillard Cl., Radepont M., Téreygeol F., Remazeilles C., Rouchon V., From experimental archaeology to laboratory: quantifying metals in vitriols for a better insight of medieval manufacturing techniques, *JAS-Report*, Vol. 55, 2024 <https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2024.104460>

Téreygeol F., Maqueda F., Gauthier J., De Sardes à Castel-Minier : expériences autour de 2000 ans d'affinage de l'argent, International Congress of Experimental Archaeology, Pézenas, (soumis).

Communications

2024 - Téreygeol F., Experiment for archaeology : improving our understanding of ancient metallurgy, conférence invité, Université de Santiago du Chili, Chili.

2024 - Chanal L., Sarah G., Becerra F., Téreygeol F., *Experimental extractive metallurgy of copper ores: new perspectives*, Colloque Archaeometallurgy in Europe, Falun, Suède.

2024 - Becerra F., Chanal L., Sarah G., Téreygeol F., *Metalurgia extractiva experimental de minerales de cobre*, Workshop internacional multidisciplinario sobre el cobre en los andes del sur prehispánicos. La Plata, Argentine

2023 - Téreygeol F., L'expérimentation dans le cadre des réflexions sur la chaîne de production du plomb pour les mondes anciens, *Journée d'études Université Paris-Nanterre L'archéométrie au service des connaissances sur le plomb dans l'Europe ancienne*.

2023 - Téreygeol F., La production du laiton antique, expérimentations, analyses et savoir-faire, Journée thématique *la métallurgie ancienne du point de vue des archéosciences*, fédération pour l'enseignement et la recherche en métallurgie en Île-de-France (FERMI).

2023 - Verly G., Rademakers Fr. W., Téreygeol F., Maqueda F., Somaglino C., Tallet P., Innovative technology at Ayn Soukhna during early Middle Kingdom: first evidences of arsenic alloying for casting metal in the light of archaeology, archaeometry and experiment, "*From the mine to the object. Archaeometallurgical dialogues between East and West (3rd - 1st millennium BC)*", St-Germain-en-Laye.

2023 - Verly G., Rademakers Fr. W., Téreygeol F., Maqueda F., Somaglino C., Tallet P., The discovery of new melting furnace types at Ayn Soukhna (early Middle Kingdom) and intentional

arsenic alloying for metal casting: an interdisciplinary approach, *"XIIIth International Congress of Egyptologists*, Leiden.

2022 - Vuillard C., Remazeilles C., Téreygeol F., Rouchon V., La fabrication des vitriols au Moyen Âge : entre laboratoire et archéologie expérimentale, *Colloque GMPCA*, Nice.

Presses et films

Au cours de ces 3 années, nous avons été sollicités à plusieurs reprises pour intervenir dans le cadre de documentaires. Trois de ces sollicitations se sont concrétisées en 2023 et 2024.

Les travaux conduits dans le cadre du PCR ont fait l'objet des prises de vue pour un documentaire à destination d'un film sur la production d'or à partir des travaux menés en Autriche par de Brigitte Cech sur des chantiers-peignes et des exploitations alluvionnaires d'époque romaine (IIe s. AD). Le documentaire en anglais retraçant le chemin de l'or depuis son extraction jusqu'à l'obtention de la monnaie, réalisé par Rick Spurway est en cours de montage. Il est à destination de Channel4.

Nous avons été contactés par Frédéric Wilner (Iliade productions) qui réalise une série documentaire pour ARTE (3 épisodes de 52 mn) portant sur l'histoire de l'argent. Il fait appel à nous pour évoquer à la fois la place de l'argent et de Melle dans le monde carolingien, et d'une façon plus large les modes d'élaboration du métal blanc depuis la mine jusqu'à la monnaie. Une réunion préparatoire s'est déroulée en juin 2023 et s'est concrétisée en juin 2024 par 3 jours de tournage.

Toujours sur la thématique de la production monétaire, une séquence liée au monnayage ptolémaïque a porté par la société Pernel Media qui réalise une série de deux films *les Pharaons en Guerre* (plus particulièrement sur les Lagides : Ptolémée IV et Cléopâtre). Alexandre Bodet s'est chargé de la fonte et la frappe dans ce cadre.

Parallèlement des contacts avaient été pris et des dates fixées avec une équipe intéressée pour produire un documentaire sur le four de fonte de Kerma (Soudan) sous la direction de G. Verly. Malheureusement, la guerre civile qui s'est déclenchée en avril dernier a mis un coup d'arrêt à ce projet. Il pourrait être réactivé en fonction de l'évolution de la situation politique dans ce pays.

Presses

- « Une mine d'enseignements grâce aux Mines d'argent » et « La métallurgie de toutes les époques », La Nouvelle République, 5 juillet 2024
- « Un musée minier ancré dans le présent, à Melle, dans les mines d'argent des rois francs », Mines & Carrières, n°309, janvier 2023, p. 38-40.
- « Mines d'argent de Melle : un concentré de sciences », La Nouvelle République, 25 juillet 2023
- « Les mines d'argent de Melle au haut Moyen Âge », *Le festin, découvertes & patrimoines en Nouvelle-Aquitaine*, 21, 2022, p. 116-119.

Conclusions

Au cours de cette programmation triennale, les expérimentations ont réuni une quarantaine de personnes tant françaises qu'étrangères. Nous avons été à même de conduire 20 séries expérimentales. Elles ont permis d'explorer des pistes de recherche autour des matériaux associés à la métallurgie qui demeurent le parent pauvre des interrogations en paléométallurgie tant sur le terrain que sur le plan expérimental. Cette approche questionne « l'invisibilité » de certaines matières, soit qu'elles soient très discrètes comme les résidus liés à la cémentation, soit qu'elles n'entrent pas encore réellement dans le champ des éléments recherchés sur le terrain (minerais, casses de coupellation, etc.). Il s'agit d'une gamme de matériaux et objets qui ne se limite pas à la métallurgie (voir, par exemple, la recherche de coquilles d'œuf). C'est un changement de paradigme que nous avons assumé en convoquant les matières minérales, animales et végétales. Le premier terme est évidemment le plus attendu dans notre sphère puisqu'il touche aux minerais sans lesquels il n'y a pas de métaux. Mais l'approche a été complétée avec des sources minérales moins évidentes comme le talc, les terres et les aluns. Le second terme implique l'os et certaines graisses. Le troisième terme touche au bois notamment à l'issue de sa combustion. La cendre, de bois comme d'os, joue un rôle crucial dans les affinages des métaux précieux²⁷⁴. Au fil de ces travaux, nous avons également cherché à montrer que si l'apport des sciences dures est réel, il faut également tempérer certains résultats. Le développement des méthodes portables, comme le pXRF que nous utilisons abondamment, ne doit pas se faire sans en identifier les limites. Si la facilité d'accès à ce type de machines est maintenant une réalité, elle s'accompagne d'une dérive « analytique » dommageable dans le domaine des archéosciences, nous en avons montré des exemples potentiels lors du dosage de nos minerais, de nos échantillons de cuivre et des sols d'atelier.

En tirant parti de la réflexion sur la matière au travers de l'approche expérimentale, les travaux ont été diachroniques. D'une part des collègues œuvrant sur différentes périodes se sont retrouvés sur la plateforme le temps d'une session expérimentale, autorisant des échanges qu'il est parfois difficile d'avoir ailleurs. Ici ils sont naturels puisque les questions portent d'abord sur les matières et les matériaux. D'autre part, nous avons choisi lorsque cela a été possible de mutualiser nos efforts. Les travaux touchant aux minerais de cuivre, aux terres (aluns, brique, etc.) et aux cendres participent à la compréhension de différentes chaînes opératoires que séparent aussi bien le temps que l'espace. Cette approche transpériode entraîne une économie de moyens bienvenue. Cette démarche a satisfait l'ensemble des acteurs.

Sur le plan de la valorisation, au-delà des publications scientifiques au fil de l'eau, les 3 rencontres organisées sur la plateforme durant les sessions attestent ici encore la mutualisation des efforts et d'une optimisation des crédits qui nous sont alloués. Surtout, le modèle associant recherche et tourisme continue d'être opérationnel. Plus de 12000 personnes ont pu être au contact de chercheurs en action. Les productions audiovisuelles auxquelles les travaux sont associés sont un vecteur de communication puissant, mais il ne nous est pas possible de le quantifier sauf à dire que la fréquentation du site des mines ne faiblit pas. C'est un enjeu majeur pour le territoire autant que pour nous et la structure elle-même. Le point pourrait sembler hors propos dans le cadre de la recherche scientifique. Pourtant le modèle associant la valorisation du patrimoine minier à la recherche en paléométallurgie n'est également viable que si la plateforme mise à disposition par les Mines d'argent existe ! Cette plateforme a fait durant cet exercice l'objet de 2 DLA (Dispositif Local d'Accompagnement) en 2022 et 2024 (cf l'introduction de ce rapport). Ils sont supervisés par le chargé de mission départemental de *France Active*, structure mise en place par l'Etat (DRETS), la Caisse des Dépôts et Consignation, le Fonds Social Européen et la Région Nouvelle-Aquitaine. Ce dispositif vise à redynamiser le site des mines et

²⁷⁴ Très récemment, nous avons ouvert un nouveau questionnaire portant sur la valeur énergétique des charbons de bois qui, grâce à une approche expérimentale en collaboration avec Emmanuelle Delqué-Količ du LMC14, montre des variations selon l'essence et le mode de carbonisation.

la plateforme dans sa dimension liée à la valorisation du patrimoine. Nous y avons été associés étroitement. Le projet est en cours de maturation et il ambitionne en premier lieu une amélioration des conditions de recherche notamment sur la protection des structures expérimentales que nous élaborons. Il a également pour objectif d'améliorer l'accueil des chercheurs notamment en ce qui concerne les espaces communs de travail et de restauration. Parallèlement, le projet amènera à des modifications structurelles au sein du site des Mines d'Argent qui dépassent le périmètre de ce rapport.

A l'heure de conclure, il faut ajouter que ces démarches qui nous ont amenés à nous interroger sur les matières autres que métalliques trouvent un écho dans le monde de la conservation et des musées. En 2023 la *société française d'archéologie classique* a publié une journée d'étude portant sur la relation entre les différents artisanats et mettant en avant les matières discrètes qui entourent le travail des artisans grecques et égyptiens dans l'Antiquité (voir notamment l'article de Sophie Descamps-Lequime : *De l'argile au bronze : au commencement était le plastès* in *Pratiques d'ateliers dans la Grèce et l'Égypte anciennes, du corplathe au bronzier*, coll. *Archaïologia*, co-édité par PUS et Louvres édition, 2023). Il est ainsi particulièrement heureux de voir dans les différents domaines touchant au patrimoine, la prise de conscience des relations étroites que peuvent entretenir les matériaux pour aboutir aux productions métalliques. Cette prise en compte à laquelle nous participons au travers de l'expérimentation doit pouvoir se transposer à présent sur les différents sites archéologiques au moment de leur fouille.