ETUDES PALEOMETALLURGIQUES DES POINTES DE FLECHES ET DE TRAIT DE CATAPULTE DU PUY D'ISSOLUD (LOT)

par Guillaume Renoux

ATER, Université de Toulouse – Le Mirail, UTAH UMR 5608

Le mobilier archéologique en fer retrouvé au Puy d'Issolud est de par son importance, unique. Nous avons été contraints de ce fait d'opérer, pour nos études métallographiques, une sélection représentative de l'ensemble des pointes de flèches et des fers de trait de catapulte.

Notre choix s'est établi en fonction de trois critères :

- la **typologie** des pointes de flèches : droites ou à barbelure.
- leur **position stratigraphique** lors des fouilles.
- leur état de **conservation.**

Nos études métallographiques portent sur des spécimens de plusieurs types, le tableau 1 ci-dessous récapitule les échantillons, mis à notre disposition par J.-P. Girault, qui ont fait déjà l'objet d'analyses. Ces examens ont été réalisés à l'Institut National Polytechnique de Toulouse, ENSIACET U.M.R. 5085 C.I.R.I.MAT / C.N.R.S.

Récapitulatif des pointes de flèches et fer de trait de catapulte ayant été utilisés pour l'étude paléométallurgique.

Description de l'objet	Numéro	Provenance
Pointes de flèches du Puy d'Issolud		
Pointe de flèche à une barbelure	BU10-438	Fouille 1999. Butte10, sol gaulois. Zone incendiée avec importantes traces de rubéfaction.
Pointe de flèche à une barbelure	BU10-484	Fouille 1999. Butte 10, sol gaulois.
Pointe de flèche droite	BU10-3220	Fouille 2002. Butte 10, sol gaulois.
Pointe de flèche droite	BU10-3618	Fouille 2002. Zone rubéfiée.
Pointe de flèche droite	BU10-3567	Fouille 2002. Zone rubéfiée.
Pointe de flèche droite	PM502	Fouille 1999. Zone sud.
Pointe de flèche à une barbelure	PM 594	Fouille 2000. Parcelle 172.
Pointe de flèche à une barbelure	PM 662	Fouille 2000. Parcelle 172.
Pointe de flèche droite	PM 991	Fouille 2000.
Pointe de flèche à une barbelure	BU1-n°20	Fouille 2000.Butte 1.
Pointe de flèche à une barbelure	BU1-PM886	Fouille 2000.Butte 1.
Pointe de flèche droite	BU1-PM 994	Fouille 2000.Butte1.
Pointe de flèche à une barbelure	PM1054	Fouille 2000.
Pointe de flèche droite	PM1343	Fouille 2000. Butte 8, coupe est.
Pointe de flèche droite	PM 945	Fouille 2000.Butte 10
Pointe à aile ronde	PM1280	Loulié. Travaux 2001. Déblais d' A Laurent-Bruzy
Pointe de flèche à une barbelure	PM1319	Fouille 2001. Autour de la source.
Pointe de flèche droite	PM1312	Fouille 2001. BU 5.
Pointe de flèche droite	PM 1670	Fouille 2001. ouest BU6 et BU7
Pointe de flèche à une barbelure	PM1772	Fouille 2003
Pointe de flèche droite	PM1770	Fouille 2003
Pointe de flèche droite	PM 1769	Fouille 2003
Pointe de flèche foliacée	PM1284	Fouille 2003
Pointe de flèche droite	E21-47	Fouille 2003
Pointe de flèche droite	E21/A2-748	Fouille 2003
Pointe de flèche droite	E21-101	Fouille 2003
Fer de trait de catapulte		
Fer de trait de catapulte	PM436	Fouille 1999. Zone sud.

Tout mobilier ferreux ancien pose plusieurs problèmes de caractérisation. Enfouis depuis des siècles dans le sol, les objets archéologiques en fer sont recouverts d'une couche d'oxydes complexe plus ou moins importante, masquant (voire détruisant) leur structure et leur type originels. La seule observation de la surface naturelle de l'objet exhumé présente, de ce fait, un intérêt limité vis-à-vis de la recherche de données à caractère technologique et scientifique sur les modes d'obtention ou de transformation thermomécanique (forgeage, par exemple) du matériau métallique qui constitue cet objet. Cela ne signifie évidemment pas que la nature de ces couches, leur importance et leur distribution, soient à ignorer ; leur connaissance est indispensable pour définir la surface originelle de l'objet ; par leur spécificité, elles peuvent,

en outre, permettre de révéler certains "accidents de parcours" liés à des conditions particulières d'environnement (surchauffes associées à des incendies, par exemple) ou à des hétérogénéités structurales (zones soudées, corroyage irrégulier), comme nous le constaterons par la suite.

- La ***radiographie X*** de ces objets doit précéder tout autre examen ou analyse scientifique. Cette première étape nous a apporté des informations précieuses sur la morphologie interne des produits étudiés. Si elle permet de déceler la présence de décors, de soudures…, elle sert surtout à mieux différencier les zones métalliques résiduelles des couches d'oxydes ou d'altérations diverses; de ce fait, elle permet de prélever avec beaucoup plus de sécurité et d'efficacité les échantillons à étudier. Mais dans le cas présent, la radiographie X n'a cependant pas été véritablement déterminante dans l'étude des pointes de flèches et traits de catapulte sélectionnés. En effet, grâce au nombre considérable de ces armes retrouvées au Puy d'Issolud, il nous était loisible d'examiner tout le volume des objets retenus sans avoir à nous limiter à des prélèvements très sélectifs et peu nombreux. Il était donc possible, en général, de passer rapidement à l'étude structurale.
- ***L'examen structural des échantillons a nécessité une préparation métallographique classique :***

Le ***découpage mécanique*** soigné à la scie diamantée a permis de sélectionner les zones privilégiées d'observation, à savoir la tête et la douille (chaque échantillon découpé offre une surface d'observation généralement comprise entre 0,1 et 1cm^2, qu'il s'agisse de coupes transversales ou longitudinales). Cette première étape en apparence triviale nécessite en fait beaucoup de soins. Certaines précautions doivent, en effet, être prises pour éviter toutes modifications intempestives de la structure interne du métal qui pourraient être provoquées, soit par un échauffement, soit par une déformation du métal

entraînant un écrouissage. L'échantillon est alors enrobé dans une résine polymérisable à froid puis poli mécaniquement : prépolissage aux papiers abrasifs (grades 80 à 4000) puis polissage de finition à la pâte diamantée (6µm sur drap dur et 1µm sur drap feutré). Au terme de ce travail, déterminant pour la suite, l'on obtient un "poli miroir", sur lequel il est déjà possible d'effectuer un examen préalable. Les fissures, cavités et inclusions sont clairement détectées. Cependant la microstructure ne sera accessible que par attaque chimique, à l'aide d'un réactif chimique spécifique. Nous avons retenu le nital 2% (2% d'acide nitrique dans l'alcool éthylique) qui est employé de façon classique pour révéler la microstructure des aciers au carbone ou faiblement alliés. Le protocole de préparation achevé, les examens métallographiques peuvent être effectués.

- Une ***première observation macroscopique*** à la loupe binoculaire révèle, à faible grossissement, le *fibrage* éventuel de l'échantillon et la *distribution des inclusions* (des particules de scories pour l'essentiel) dans la matrice métallique.
- L'étude en ***microscopie optique*** intervient à une échelle beaucoup plus fine (grossissement de 100 à 1200) et révèle la microstructure de l'objet : nature, morphologie et distribution des phases, tant au niveau de la matrice métallique qu'à ceux des scories et des couches de corrosion, préservées lors de la découpe.
- Pour atteindre enfin des grossissements beaucoup plus élevés, nous avons eu recours au ***microscope électronique à balayage*** (M.E.B.). L'intérêt de celui-ci réside dans son pouvoir très important de résolution et sa grande profondeur de champ ; des analyses ponctuelles sur des surfaces de l'ordre du μm^2 sont rendues possibles par l'analyse dispersive des rayons X en énergie (méthode EDXS). Les spectres de pics obtenus sont caractéristiques des éléments (de numéro atomique supérieur à 10) présents dans le matériau ; une estimation quantitative de leurs teneurs nécessiterait l'usage d'étalons.

- La ***microsonde ionique*** (spectroscopie d'émission d'ions secondaires), grâce à l'interaction d'ions (argon, césium) avec la surface de l'échantillon, donne naissance à des émissions secondaires : photons, électrons, atomes, ions…caractéristiques de tous les éléments présents en surface et de leur distribution (quel que soit leur numéro atomique), ces émissions confèrent à cette technique un grand intérêt analytique ; dans le cas des objets ferreux, elle est particulièrement adaptée à l'identification simultanée des métalloïdes (C, N, O, Cl, S) présents dans le métal ou dans les inclusions. Même en mode analyse de surface (ions primaires d'assez faible énergie), le "pelage" incessant de la surface-cible de l'échantillon conduit à considérer qu'il s'agit d'un test destructif.
- La ***diffraction de rayons X***, de son côté, s'est révélée très utile pour l'étude analytique des couches de corrosion, tandis que les ***mesures de microdureté*** (Vickers ou, éventuellement, Knoop sous une charge réduite de 50g) permettent de fixer le niveau relatif des propriétés mécaniques des diverses zones examinées de la pièce.

La radiographie

Précédant les examens métallographiques, les radiographies ont permis de révéler la bonne, voire la très bonne, conservation de ces armes, favorisée à l'évidence par des conditions propices d'enfouissement naturel dans des argiles et des marnes, à l'abri d'une humidité trop importante. Il convient cependant de nuancer cette constatation. En effet, certaines pointes de flèches ont, comme le révèle le contexte de leur découverte dans un environnement argileux rubéfié lié à un épisode d'incendie intense, été soumises à des températures élevées et à une forte oxydation ;elles ne conservent qu'un faible volume de métal à cœur. Les zones oxydées y sont plus développées et la pointe peut même être

totalement minéralisée. Les zones métalliques, en ce qui concerne les flèches, varient donc entre 0,1 cm et 0,5 cm d'épaisseur, 1,6 cm et 2,7 cm de longueur, 0,1 cm et 0,5 cm de large. Le trait de catapulte, quant à lui, renferme une plus grande masse de fer, longue de 2,6 cm, large de 1,1 cm et épaisse de 1 cm. Son état de conservation est excellent, avec un degré de corrosion très nettement inférieur à celui observé sur les pointes de flèches. Les conditions d'enfouissement et les techniques de forgeage peuvent très certainement expliquer cet état de conservation. Les zones les plus claires, observées sur ces images négatives au cœur des objets, correspondent au noyau métallique résiduel.

Etudes métallographiques.

Nous pouvons, en préambule, dégager quelques caractéristiques générales. La microstructure se révèle très hétérogène, non seulement d'une flèche à l'autre mais aussi au sein d'un même objet, plus particulièrement en ce qui concerne les teneurs locales présumées en carbone. Enfin de nombreuses inclusions, notamment de scories plus ou moins organisées, sont observées au cœur du métal.

Au delà de la simple description externe de l'objet (typologie), les examens métallographiques conduisent à la définition de structures typiques, allant d'un fer très doux, à très faible teneur en carbone, à des aciers plus ou moins riches en carbone ; la composition eutectoïde (0,8% poids de carbone) constitue, pour l'ensemble des objets examinés, une limite supérieure. La diversité des conditions thermiques et chimiques (carburation volontaire, décarburation accidentelle, etc…) rencontrées durant la mise en forme et la vie de ces objets se caractérise par des structures variées et typiques : **ferritique**, **ferrito-perlitique**, **Widmanstätten**, **bainitique** et **martensitique**. Ainsi recueille-t-on des indices significatifs sur les techniques probablement mises en œuvre pour la fabrication de ces pointes de flèches et trait de catapulte.

La structure **ferritique,** correspondant à un fer presque pur (moins de 0,02% en poids de C), possède une grande plasticité mais une assez mauvaise résistance mécanique et par conséquent se déforme facilement. Cette structure se rencontre sur la plupart des pointes de flèches. Dans la grande majorité des cas, elle se situe au cœur de celles-ci. Mais pour la flèche BU10-484 elle constitue, au contraire, l'essentiel de sa microstructure. Il s'agit ici, selon nous, d'un phénomène de décarburation en milieu oxydant à une température très élevée pouvant être liée à un incendie, sur lequel nous devons nous attarder. Pour améliorer la résistance à la déformation, la dureté et, de ce fait, le pouvoir de pénétration de la pointe de flèche, il est certes possible de durcir le fer doux (très peu carburé) par un vigoureux forgeage à froid ; dans ce cas, on observe généralement des macles de déformation dans les cristaux de ferrite et des valeurs élevées de la dureté. Ce ne fut pas le cas pour cette pointe de flèche. Aucune macle ne fut observée et les valeurs de microdureté Vickers Hv, sous une charge de 50g, demeurent faibles et comprises entre 81 et 143. Nous considérons donc que cette pointe de flèche , probablement aciérée et performante quand elle fut utilisée, subit *ensuite*, durant l'incendie, une décarburation accidentelle totale générant une structure ferritique, équiaxe et recristallisée, de dureté médiocre. Des observations semblables ont été faites sur des épées celtiques.

De plus cette structure **ferritique** comporte des précipités intergranulaires fins et globulaires de cémentite, caractéristiques d'un maintien prolongé dans un domaine de températures compris entre 400° C et 600° C; localement des chapelets de particules sphéroïdales de cémentite ont coalescé sous forme de précipités plus gros et plus stables. Cette coalescence n'est rendue possible que si la pièce est exposée pendant une assez longue durée à une température élevée ; cela favorise les processus de diffusion atomique dans la matrice métallique, du carbone notamment. Ce faisceau de résultats est en accord avec les données des fouilles de 1999 à la Fontaine de Loulié (découverte de cette pointe de flèche

BU10-484 dans un sol rubéfié) et avec les textes, mentionnant l'existence d'un long et rude incendie durant le siège d'*Uxellodunum*. Les autres flèches découvertes sur cette zone ne comportent malheureusement plus de fer, ce qui interdit la comparaison.

L'analyse diffractométrique aux rayons X de prélèvements des zones oxydées de la flèche nous permet de renforcer cette hypothèse d'une décarburation accidentelle de cette arme. Parmi les phases décelées, figure la **Wüstite**. Cette dernière ne peut pas, thermodynamiquement, résulter de la seule exposition de cette flèche à l'environnement naturel ambiant (argile et marne) durant près de deux millénaires ; en revanche, une exposition prolongée à haute température (au-dessus de 570° C, au moins) peut justifier son existence. En milieu oxydant chaud, l'incidence d'une décarburation de l'alliage et d'une oxydation postérieure à chaud devient plausible.

Les pointes de flèches PM 502, PM 662, PM 594, PM1054 et le trait de catapulte sont pour l'essentiel de structure **ferrito-perlitique**, homogène dans les parties superficielles des flèches avec ou sans barbelures (ferrite primaire développée au niveau des ex-joints de l'austénite ; la structure lamellaire classique de la perlite, avec l'alternance de lamelles de ferrite et de cémentite, est aisément observable au cœur des grains). Le cœur des pièces est en revanche ferritique, conférant ainsi aux flèches une certaine malléabilité. Il faut noter que la transition entre ces deux domaines se fait toujours progressivement. Cela conduit à confirmer le fait que la cémentation était pratiquée au I^{er} siècle av. J.-C., afin d'améliorer la dureté superficielle des pointes de flèches et d'augmenter ainsi leur capacité de pénétration. Rappelons que le traitement de cémentation du fer par le carbone consiste à enrichir les zones superficielles de l'objet dans un environnement carburant. Il s'agit d'un traitement thermo-chimique de diffusion du carbone dans le réseau cristallin du fer à une température appropriée (souvent autour de 900° C) pendant des durées d'autant plus longues que la profondeur de

diffusion visée est élevée. Cela pouvait être réalisé, par exemple, par immersion de la pièce dans le charbon de bois en combustion libre dans un foyer de forge.

S'il est vrai que les conditions d'enfouissement ont favorisé la préservation de ces objets, il n'en demeure pas moins que le bon état de conservation du métal n'est sans doute pas sans rapport avec une bonne maîtrise de la cémentation par les forgerons de cette période. Dans certains cas, d'ailleurs, nous pouvons encore observer la trace des joints de grains de la microstructure du métal : il s'agit, en quelque sorte, d'une « structure métallique fantôme » ; cette continuité structurale entre le métal et l'oxyde est souvent considérée comme génératrice d'un effet protecteur de la gaine d'oxydes.

Le trait de catapulte est lui aussi fortement carburé. La **bainite** et la **martensite,** localisées sur les bords du carreau, témoignent d'un refroidissement rapide de la pièce après son forgeage ; la mise en œuvre délibérée d'une trempe à l'eau du trait n'est pas à exclure. Des traces de bainite ont pu être observées sur la pièce PM 502, mais nous pensons qu'elles résultent ici non d'un manque de maîtrise du forgeron, mais plutôt d'un incident lors de la fabrication, peut-être hâtive, de la pointe. Comme le suggèrent les écrits concernant la *Guerre d'Afrique*,[1] on peut penser que César ait pu ordonner la construction de forges, même rudimentaires, afin d'alimenter en armes le combat dont il voulait rapidement sortir victorieux. Cette thèse est accréditée par les textes antiques qui mentionnent que lors du siège d'*Uxellodunum,* l'armée romaine a pu construire une tour pour prendre d'assaut l'*oppidum*, ainsi que des mantelets et des fortifications tout autour de la place forte.

La technique délicate de la cémentation superficielle nécessite un savoir-faire adapté à l'obtention d'une bonne répartition du carbone dans des zones appropriées du métal. Elle est bien maîtrisée à l'époque romaine tout comme les opérations de refroidissement rapide (trempe) génératrices de phases durcissantes dans les aciers (martensite et bainite). En ce qui

[1] Ps- César, *Bellum Africum*, XXX, 3, Paris, Les Belles-Lettres, C.U.F., 1997, texte établi et traduit par A. Bouvet : « Il montait des forges, faisait fabriquer des flèches et des armes en grandes quantités, fondre des balles, préparer des piquets » (siège de Ruspina en 47 avant J.-C.).

concerne cette étude sur les armes du Puy d'Issolud, le nombre encore trop restreint d'objets étudiés nous interdit toute conclusion définitive pour l'instant.

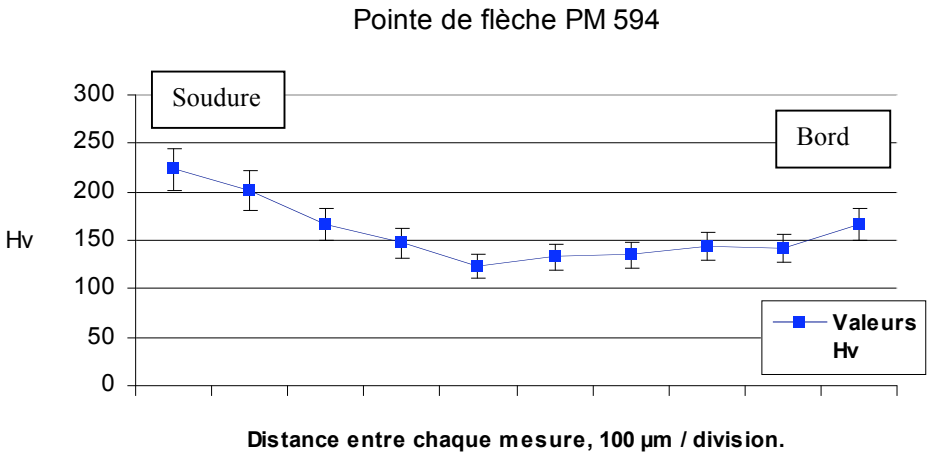
Sur quelques échantillons, nous avons rencontré des motifs en aiguilles de structure de **Widmanstätten**, fréquemment observées dans les fers anciens. Cette morphologie est le produit d'un refroidissement assez rapide à l'air libre après un maintien à très haute température (entre 1000° C et 1100° C). Les aiguilles de ferrite se développent selon des orientations bien définies, parallèlement à certains plans et directions cristallographiques des grains d'austénite (phase γ).

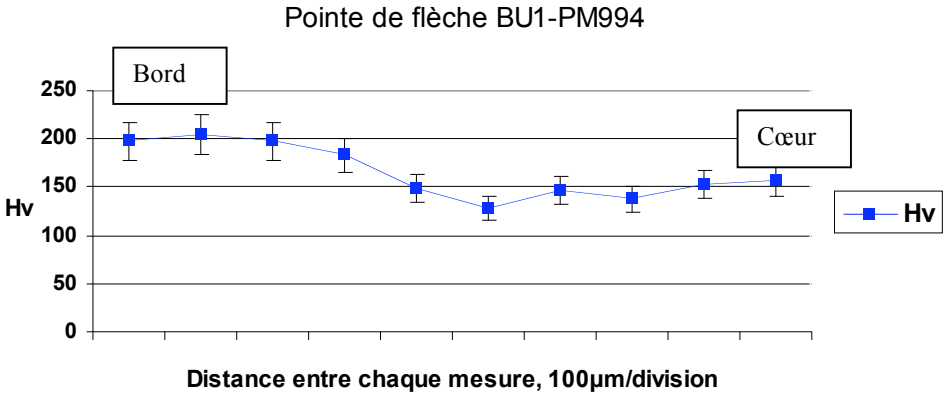
D'un point de vue exclusivement métallurgique, l'alternance de phases de chauffe et de déformation à chaud permet, par le jeu d'écrouissages et de recristallisations successifs, d'affiner la structure ferrito-perlitique, lui conservant ainsi un bon niveau de malléabilité. On peut imaginer que le traitement thermique ultime - celui conduisant à cette structure particulière dite de Widmanstätten- correspond pour un fer moyennement carburé (0,5 % C) à un bon compromis de dureté assez élevé (bon pouvoir de pénétration lors de l'impact), sans fragilisation excessive de l'objet (conservation d'une capacité de déformation plastique suffisante sans fissuration). Cette structure se rencontre dans les pointes de flèches PM 662 et sur le trait de catapulte mais très localement seulement.

Microdureté.

Pour apprécier le niveau de résistance mécanique de ces armes, nous avons pratiqué des essais de microdureté Vickers (Hv) sous une charge de 50g. Les valeurs obtenues intègrent les relations entre la teneur en carbone, les phases présentes (ferrite, perlite, etc…) et la taille moyenne des cristaux. En règle générale, les valeurs de microdureté sont d'autant plus élevées que la teneur en carbone est forte et que, pour une teneur donnée, le refroidissement après forgeage est brutal et la taille des cristaux faible. L'hétérogénéité intrinsèque des structures observées provoque une dispersion sensible des valeurs de microdureté, nécessitant

un nombre suffisant de mesures pour valider leur corrélation avec un état structural donné. Les résultats obtenus nous montrent que nous avons affaire à des aciers de bonne qualité, puisque les valeurs de Hv varient entre 118 et 255. Les zones ferritiques sont, évidemment, moins dures que les domaines perlitiques pour lesquels nous obtenons dans certaines flèches des résultats dépassant 300 Hv, voire 335 Hv pour la flèche PM 662. Les valeurs pour le trait de catapulte se situent entre 130 Hv et 340 Hv (valeurs pour des plages de martensite), confirmant ainsi le très haut niveau de résistance mécanique de cette pièce. Les valeurs obtenues pour la pointe de flècheBU10-484, retrouvée dans la zone incendiée, sont nettement plus faibles, puisqu'elles varient entre 81 Hv et 143 Hv.





La mise en forme des flèches.

Les examens métallographiques effectués permettent de proposer un mode de fabrication des pointes de flèches, notamment des flèches PM662 et PM594 à une barbelure. Il apparaît que l'extrémité de la pointe a été repliée et forgée à chaud pour faire partiellement corps avec l'axe principal de la flèche et créer ainsi la barbelure. Les flèches BU10-484, BU10-438, BU10-706 et PM886, trop corrodées à leur extrémité, n'ont pu faire l'objet d'une étude aussi fine. Toutefois, dans tous les cas, l'examen des coupes transversales a permis de montrer que la douille était mise en forme par pliage conique de la partie inférieure de la flèche. Une autre méthode de fabrication des flèches à une barbelure a pu être observée, notamment sur la flèche inventoriée PM1054. En effet, la soudure que l'on peut observer est quasi parfaite, seul un très fin liseré blanc en matérialise la localisation. La microstructure observée de part et d'autre de la soudure est inchangée. Il s'agit donc de deux plaques en fer, assez carburées, qui ont été soudées pour former la barbelure. Le liseré clair correspond probablement à une décarburation très superficielle de l'acier avec formation d'un liseré de fer pur au niveau de la surface de soudage.

Il est connu que le soudage de deux plaques de fer nécessite une grande habileté de la part du forgeron. Plusieurs facteurs entrent en jeu : la température de fusion, la teneur en carbone ainsi que l'oxydation à haute température. La liaison de soudage - très probablement réalisée ici par diffusion à l'état solide - entre deux surfaces très propres amenées au contact l'une de l'autre nécessite avec le fer pur, né d'une décarburation très superficielle, des températures très élevées (de l'ordre de 1400°C) que le forgeage permet sans doute d'abaisser autour de 1300° C ; cette dernière valeur assortie d'une ambiance décarburante est compatible avec l'aire de travail du forgeron. On notera que le palier de soudabilité (domaine de température permettant le soudage) dépend de la nature du métal à assembler. Ce palier est plus haut pour le fer pur que pour un acier. Il est donc plus difficile de réaliser une soudure

acier/fer que acier/acier, par exemple, car il faut que les deux métaux soient amenés en même temps à leur palier de soudabilité. Il semblerait que ce ne soit pas le cas ici.

Les microstructures rencontrées montrent, aussi bien pour les flèches ayant l'extrémité recourbée que pour celle dont la barbelure a été formée par soudage de deux morceaux en fer, que les pièces métalliques utilisées étaient carburées, subissant seulement une très faible décarburation au moment du soudage-forgeage. Le forgeron doit également s'attacher à éviter la formation d'oxydes entre les deux pièces qui s'opposerait à la liaison de ces dernières. Pour cela, il utilise des décapants (argile, sable, poudre de scories) qui forment un film de silicate à haute température protégeant ainsi la surface des deux pièces métalliques. Les analyses EDXS couplées aux images réalisées au MEB montrent très nettement que des oxydes résiduels, formant des alignements d'inclusions, se trouvent dans le plan de soudure. En général, le forgeron ne peut éviter totalement la formation de ces oxydes.

Les inclusions : les différents types de scories.

Les résultats des analyses des scories incluses dans le métal constituent de précieux indices pour tenter de retracer l'histoire du métal, tant au stade de son élaboration qu'à celui du forgeage. Deux catégories de scories ont été différenciées. Les unes présentent des morphologies internes dendritiques tandis que les secondes, apparemment monophasées, se révèlent vitreuses.

Les scories en dendrites, riches en fer, sont issues des opérations de réduction directe du minerai de fer en bas fourneau. La structure dendritique, associée aux cristaux de wüstite (FeO), résulte de la rétention dans la scorie liquide d'une partie du fer du minerai. Lors de la solidification de celle-ci, la croissance dendritique de la wüstite se produit naturellement au sein d'une phase silicatée (fayalite Fe_2SiO_4) encore liquide. Au moment du cinglage, des

résidus de charbon de bois et de scories peuvent subsister dans la loupe de métal. Nous les retrouvons donc sous forme d'inclusions dans la pièce forgée.

Les scories vitreuses, à teneur en fer beaucoup plus faible (teneur égale ou inférieure à 10%), renferment, comme les précédentes, divers éléments - aluminium (Al), silicium (Si), potassium (K), calcium (Ca), manganèse (Mn) - identifiés par analyses EDXS au MEB. L'origine de ces scories est majoritairement associée aux adjuvants (chaux, sable, argile) introduits lors du forgeage pour affiner la loupe, en éliminant, si possible, la totalité des scories résiduelles ; mais cela est rarement le cas et nous retrouvons donc dans le métal des inclusions silicatées, témoins de l'opération de mise en forme. La présence de ces éléments peut, en partie, résulter aussi de la réaction du revêtement réfractaire du bas fourneau avec le minerai.

Il est donc très utile d'examiner de façon approfondie ces deux types de scories qui peuvent, par la nature des impuretés et leurs teneurs, fournir de précieuses informations d'une part sur les types de minerais utilisés, leur origine (sites d'exploitation) et les caractéristiques de la méthode de production et d'autre part, sur les opérations de forgeage.

Dans cette démarche, l'étude des fers de traits de catapulte, arme spécifiquement romaine, constitue une référence particulièrement utile pour identifier l'origine des pointes de flèches ; l'analyse de leurs scories, inventoriant avec précision leurs éléments constitutifs, peut permettre d'intéressantes comparaisons avec les compositions de celles relatives aux pointes de flèches. La confrontation des résultats doit permettre de mieux expliciter les origines de ces armes et, pour le moins, d'affiner les connaissances techniques sur leur mise en forme. Il sera également souhaitable de procéder dans les mêmes conditions expérimentales à des études semblables sur des objets de même type provenant d'autres sites archéologiques de même époque.

Toutes ces études métallographiques ont été complétées par des analyses à la microsonde ionique sur des échantillons prélevés, notamment, sur la pointe de flèche BU10-484. Nous avons pu mettre en évidence notamment la répartition du carbone dans la matrice du fer composant cette flèche. Ce dernier, se situant aux joints de grains, matérialise ainsi les précipités de cémentite précédemment cités.

Spectroscopie d'émissions d'ions secondaires (S.I.M.S.)

Des analyses locales en **analyse ionique SIMS** ont été effectuées sur certaines de ces scories. Elles ont été réalisées sur l'équipement IMS4F/6F de l'INSA de Toulouse et sous les conditions suivantes : source d'ions primaires Cs^+ d'énergie 10 KeV, surface irradiée de 50 X 50 µm² ou 250 X 250 µm². Cette technique présente un intérêt analytique certain, car les émissions secondaires sont caractéristiques de la nature chimique des éléments qui composent l'échantillon étudié. Nous avons utilisé cette méthode pour obtenir des profils de répartition des éléments les plus fréquents contenus dans la matrice ainsi que dans les scories (Fe, C, O, Si, Al).

Il faut cependant tenir compte dans les résultats des effets de matrice sur le rendement ionique et les risques d'interférences entre ions dont la valeur du rapport Masse/Charge est identique, comme les systèmes C/FE et C/FeO (discrimination par l'imagerie de C et 2C) ainsi que pour Si, SiO_2 et Fe (discrimination entre Si et Fe). Par conséquent seule une échelle relatives de concentration est significative, en l'absence d'étalons appropriés.

Pour les scories : la confrontation des images obtenues permet de distinguer 4 sortes de couples différents d'éléments : Fe-O ; Si-O-Fe ; Si-O-Al et Si-O-Fe-Al. Au vu des autres analyses, microscopie optique, diffraction X, M.E.B. E.D.S. et M.S.E., nous pouvons attribuer ces 4 types de phases, respectivement à : la **wüstite** FeO avec faciès dendritique, à la **fayalite**

SiO_4Fe_2 (assez souvent associée à la wüstite), à un **silicate d'aluminium** et enfin à un **silicoaluminate de fer.**

Pour le carbone : L'analyse ionique détecte de façon privilégié le carbone en diffusant clairement sa localisation dans l'échantillon étudié.

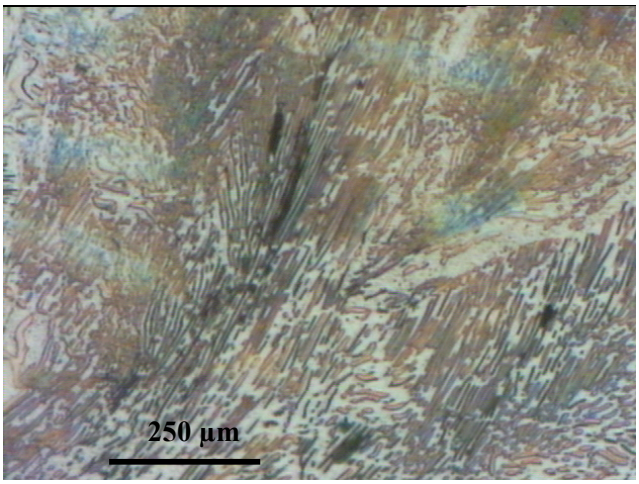
Il se retrouve de façon diffuse, d'une part pour les phases ferritiques peu chargées en carbone (solubilité solide de C dans Feα, à l équilibre, de l'ordre de quelques ppm) et, d'autre part, pour des structures de trempe, de type martensitique (entre 0,2% et 0,8 % poids), le carbone étant maintenu en solution solide sursaturée par refroidissement rapide (à l'eau par exemple) depuis le domaine de l'austénite.

Nous pouvons aussi retrouver le carbone de façon discrète, au niveau de la cémentite, présente soit sous forme de précipités intergranulaires (aux joints de grains), soit sous forme de lamelles dans les structures de types perlitique et ferrito-perlitique.

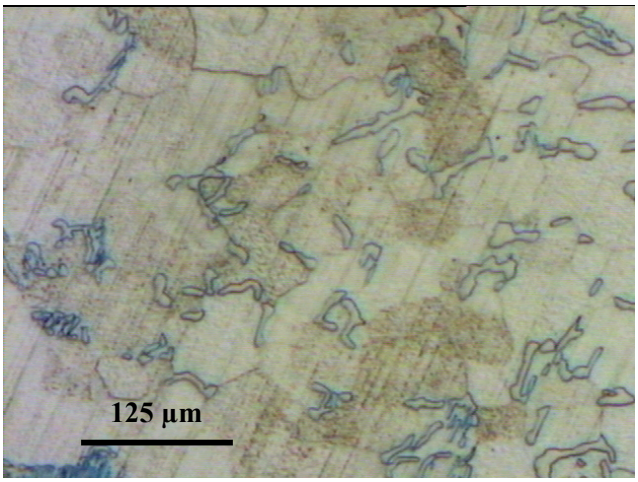
Les examens et les analyses classiques d'objets archéologiques métalliques, fondées essentiellement sur leurs caractères extérieurs (typologie), peuvent être considérablement enrichis par un examen de leur morphologie interne qui permet, en dépassant les simples fonctions d'utilisation, d'accéder aux techniques de forgeage et aux modes de fabrication de ces types d'objets dans l'Antiquité.

Ces examens métallographiques nous ont conduit à la définition de **structures de compositions d'aciers** allant d'un fer très doux (très faible teneur en carbone), à des aciers plus ou moins riches en carbone (la composition eutectoïde 0,8 % poids constituant, semble-t-il, une limite supérieure). La diversité des conditions thermiques et chimiques rencontrées durant la mise en forme et la vie de ces objets se traduit par des faciès variés : **ferritique**, **ferrito-perlitique**, **Widmanstätten**, **bainitique** et **martensitique**.

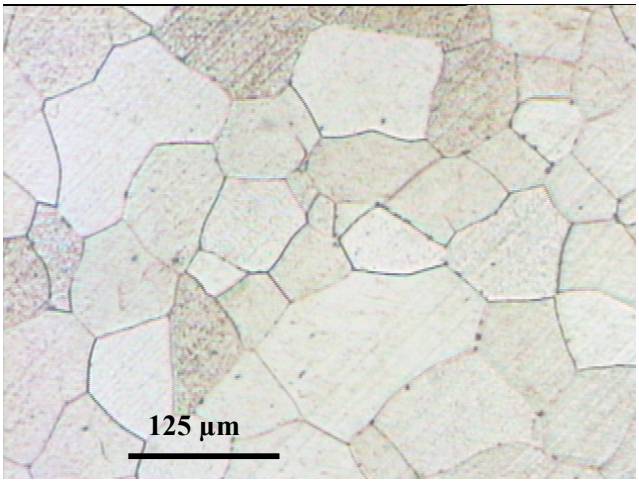
ETUDE METALLOGRAPHIQUE :
EXEMPLES DE MICROSTRUCUTRES RENCONTREES
SUR LES POINTES DE FLECHE DECOUVERTES AU PUY D'ISSOLUD.



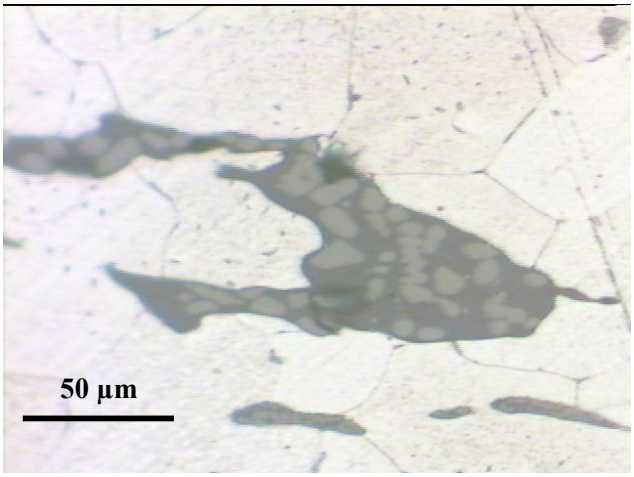
Micrographie optique. Type de structure ferrito-perlitique



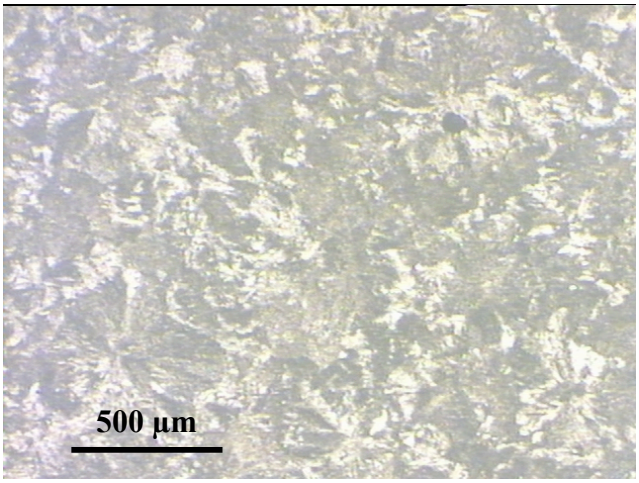
Micrographie optique.Type de structure ferritique avec précipités de cémentite aux joints de grains



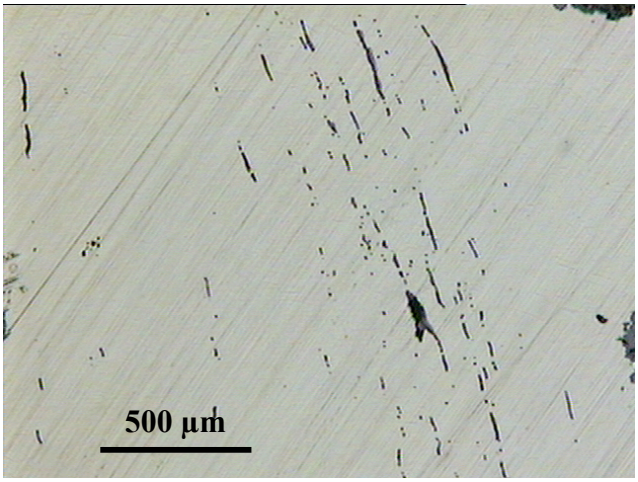
Micrographie optique. Type de structure ferritique equiaxe



Micrographie optique. Scorie à structure dendritique de wüstite FeO



Micrographie optique. Type de structure martensitique sur le fer de trait de catapulte. Structure de trempe



Micrographie optique. Alignements de micros inclusions indiquant le sens du forgeage.

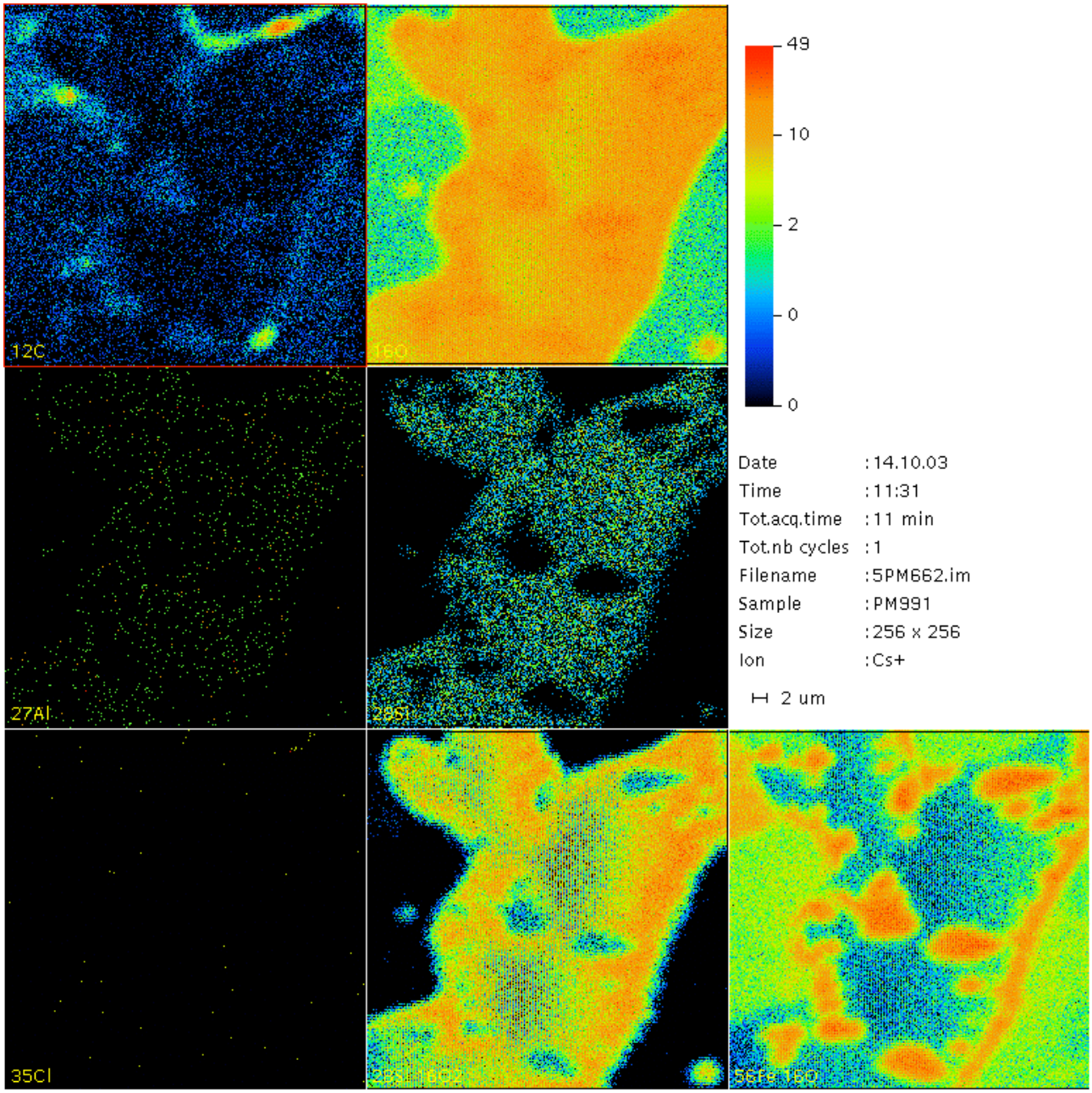


Image de spectrométrie d'analyse Iionique SIMS. Sur une scorie à dendrite de FeO wüstite. (images de C^-, O^-, Al^-, Si^-, Cl^-, SiO_2^-, FeO^-). Avec ions positif primaires Cs^+.

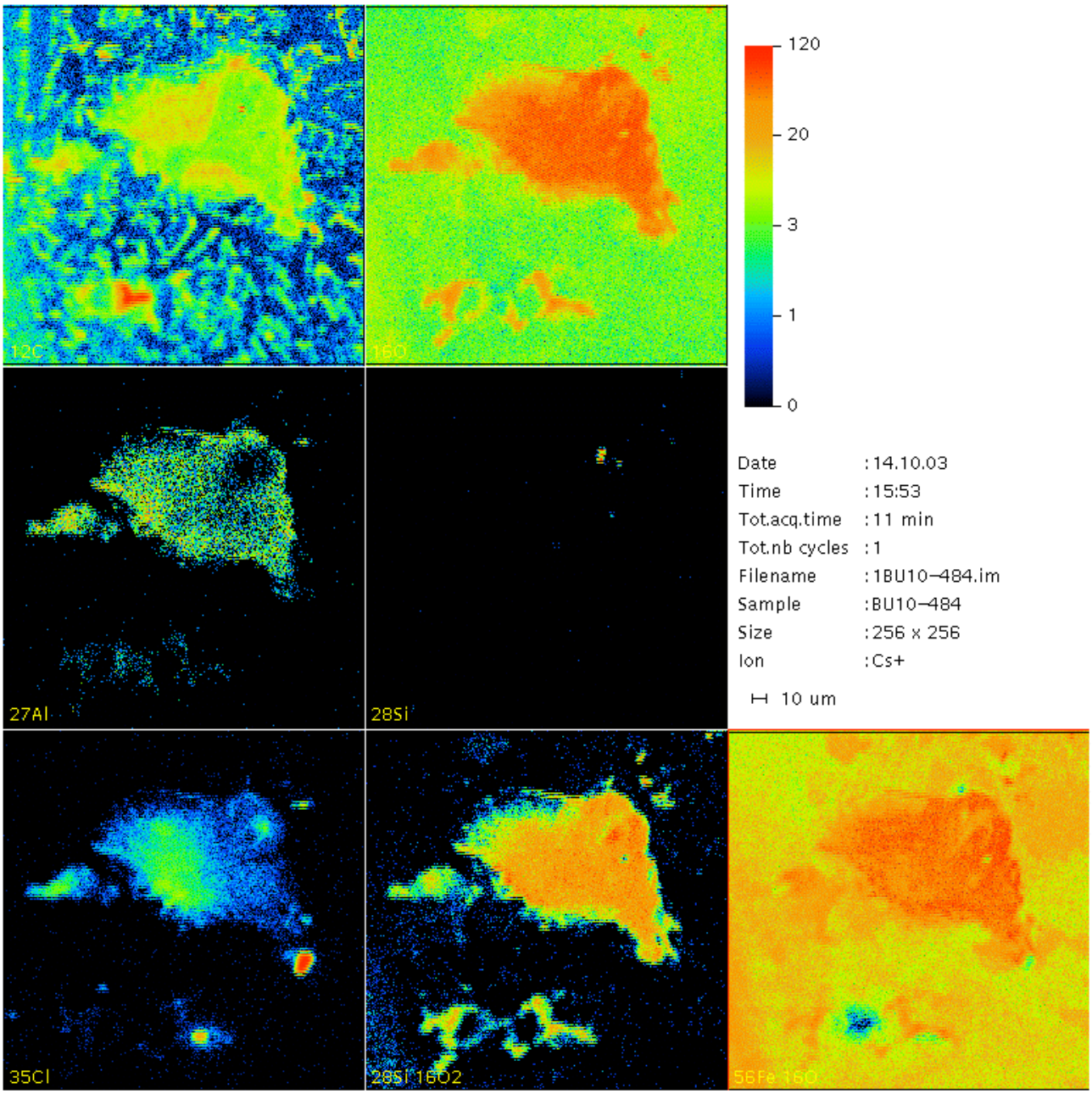


Image de spectrométrie d'analyse Iionique SIMS. Localisation du Carbone (première image)