# Première étude paléométallurgique des armes en fer du Puy d'Issolud (Lot)

G. Renoux*, J.-M. Pailler*, F. Dabosi**

* UMR 5608, CNRS, UTAH, Université de Toulouse II-Le Mirail
** UMR 5085, CNRS, CIRIMAT, ENSIACET,
Institut National Polytechnique de Toulouse

**Un très important mobilier de pointes de flèches et de traits de catapulte a été exhumé au Puy d'Issolud, site probable de la bataille d'*Uxellodunum* livrée par César en 51 av. J.-C. Seule une étude typologique lui a, jusqu'alors, été consacrée. Sont ici présentés les premiers résultats de l'examen microstructural et analytique (MO, MEB, EDX, RX, microdureté HV) de quelques armes de ces types, choisies pour leur intérêt archéologique. L'observation est conduite conjointement sur le métal (il s'agit d'alliages Fe-C allant d'un fer assez pur à un acier de type eutectoïde), les couches de corrosion et les deux types de scories résiduelles identifiées (de réduction directe et de forgeage). Ceci permet d'expliciter les aspects techniques de la réalisation de ces armes à l'époque romaine.**

Le Puy d'Issolud se situe dans le département du Lot entre le Haut-Quercy, le Périgord Noir et les Causses de Gramat et de Martel. Il forme une butte témoin de 311 m (*fig. 1*). Depuis son exploration en 1850, il est désormais reconnu comme étant l'*oppidum d'Uxellodunum*, où César affronta une ultime fois les tribus gauloises en 51 av. J.-C. Il fit l'objet de nombreuses fouilles ; depuis quelques années, celles-ci se poursuivent sous la coordination de J.-P. Girault (1). Ces différentes investigations sur le terrain ont permis de mettre au jour un exceptionnel mobilier d'armes en fer se composant notamment de pointes de flèches et de traits de catapultes. Notre étude, engagée sur une partie d'entre eux, aborde pour la première fois à notre connaissance l'examen métallurgique de ces types d'objets ; l'objectif principal est de caractériser, pour ces armes, les structures métallurgiques, les distributions, les morphologies et compositions des phases et des constituants présents. Il est, dès lors, possible d'imaginer les protocoles d'élaboration et les traitements thermomécaniques développés par les forgerons du 1er siècle av. J.-C. pour la mise en forme de ces armes.

Manuscrit reçu le 4 décembre 2000, bon à publier le 8 septembre 2001 .

© La Revue de Métallurgie 2001.

## ■ CONTEXTE ARCHÉOLOGIQUE ET HISTORIQUE

Depuis le milieu du XIXe siècle, les vestiges mis au jour au Puy d'Issolud ont contribué à identifier ce site comme l'*oppidum d'Uxellodunum*. En effet, le Puy d'Issolud présente, par rapport aux écrits antiques, de nombreuses similitudes avec le lieu du dernier combat entre les Romains et les Gaulois. Nous retracerons brièvement les phases principales de ce conflit relatées dans le Livre VIII de la *Guerre des Gaules* de César, livre écrit par un de ses lieutenants, Hirtius. Certains aspects de notre démarche scientifique ne peuvent, en effet, ignorer le contexte spécifique des événements et de leurs conséquences prévisibles sur l'altération des microstructures et propriétés des armes enfouies à l'issue des combats et découvertes en abondance.

La défaite gauloise d'Alésia en 52 av. J.-C. plonge la Gaule tout entière dans un profond désarroi, jusqu'au jour où, en 51 av. J.-C., un ancien combattant d'Alésia, Drappès, aidé par le Cadurque Luctérios, parvient à regrouper une armée de 2 à 5000 hommes pour s'emparer de la *Provincia*. Ils sont, cependant, rejoints assez rapidement par deux légions romaines leur barrant le chemin. Menacés par l'approche de ces armées, Drappès et Luctérios décident de se réfugier sur l'*oppidum d'Uxellodunum* sur le territoire des Cadurques. Au cours d'une opération de ravitaillement, Drappès est capturé et Luctérios doit fuir. Cette nouvelle défaite n'entame pas pour autant la détermination des Gaulois de l'*oppidum* qui se trouve alors entouré par des fortifications construites par le Génie romain.

César, venu en personne sur le site, constate très vite que la seule solution pour se rendre maître de la place forte est de priver d'eau potable ses occupants. Dans ce but, il établit à des endroits stratégiques des archers, des frondeurs et des machines de guerre pour interdire aux assiégés l'accès d'une rivière qui coule au pied de la montagne escarpée, où ils vont puiser l'eau nécessaire pour leur survie. Les Gaulois, s'apercevant du stratagème, décident alors de s'approvisionner en eau, au « seul endroit encore accessible, au pied même du mur de la ville, où jaillit une source abondante du côté que laisse libre le circuit de la rivière ». Désormais le seul moyen dont dispose César pour conquérir l'*oppidum* est de détourner la source de son lit. Il entreprend donc de faire creuser « des conduites souterraines dans la direction où les filets d'eau et la source aboutissent ». En même temps, César ordonne la construction d'un terrassement destiné à supporter le poids d'une tour permettant de dominer la source. Du haut de celle-ci, les Romains harcèlent les Gaulois grâce

# First paleometallurgical study of iron weapons of Puy d'Issolud (Lot)

G. Renoux*, J.-M. Pailler*, F. Dabosi**

* UMR 5608, CNRS, UTAH, Université de Toulouse II-Le Mirail
** UMR 5085, CNRS, CIRIMAT, ENSIACET, Institut National Polytechnique de Toulouse

*Since the middle of the 19th century, the site of Puy d'Issolud (Lot) is usually supposed to represent the* oppidum of Uxellodunum *where happened, in 51 B.C., the last main fight of the Gallic War ; many campaigns of diggings let to excavate a very large quantity of archaeological implements ; noticely, more than 630 arrow heads and arrows of catapult, with various shapes, have been already found.*

*Till now, only typological characteristics have been gathered. No microstructural investigation was made for this category of weapon ; this paper plans to develop this approach.*

*Our investigation, in a first step, is resolutely centered on a few number of these implements – three arrow heads (right or with a barbelure), one arrow of catapult – well identified archaeologically and selected by X rays radiography as the least corroded.*

*Usual techniques were developed for the microstructural study : mechanical cutting with longitudinal and normal sections of these arms, mechanical polishing, macrography before and after selective etching of phases, optical and scanning electron microscopy with EXDS analysis ; X rays microdiffraction lets to study layers of corrosion products whereas Vickers microhardness gives, for each phase, local estimation of mechanical strength.*

*Our aim is to well define the mains steps for production and forging of these iron weapons.*

*Two main results may be already underlined.* Firstly*, the large discrepancies in microstructure, observed between these various objects and even for the different zones of a same arm, are directly connected to the estimated values of carbon content ; this latter is the only one alloy element present here. These weapons were thermomechanically treated ; one of them, at least, was casually heated in oxidizing conditions, during a very strong fire, probably. Secondly, residual slags included in the metal, are issued – as shown by their analysis – either from the direct reduction of iron ores, either from specific forging conditions.*

*The next detailed results are reported for each type of weapon.*

*1. The arrow head with one barbelure (piece A, BU 10-484) was found in a well defined calcined soil, which evidences a long exposure to very high temperatures encountered, for instance, during a fire ; this is precisely mentioned in historic documents of the Gallic War. Equiaxe structure of ferrite fits with a very low carbon content in the metal ; only some fine and globular precipitates of cementite are identified along grain boundaries. Vickers microhardness numbers remain low (80 to 100 HV for ferrite crystals). A such metallurgical state is not suitable for a weapon function ; so, the strong oxidizing heating conditions of a fire is able to induce a casual decarburation with softening of the metallic matrix. X rays microdiffraction analysis on corrosion oxide layers is confident with this hypothesis ; the maghemite, wustite and magnetite peaks are, indeed, only reliable with a specific incursion in very high temperature range, subsequently to the use of this weapon.*

*2. The right arrow head (piece B, PM 502) was excavated from a non fired zone of the archaeological site. A ferrito-perlitic structure characterizes the outer zones of this arrow head, with primary ferrite on previous grain boundaries of austenite crystals grown during the preheating step for forging. The mean value of carbon content is about 0.2 weight %. In return, the inner part is typically ferritic with a large transition zone with the outer zones, as shown by the hardness values ranged between 120 and 250 HV respectively. Some regions are even bainitic, due to a faster cooling rate after forging.*

*Stringers of residual slags, in elongated and parallel layers, belong to two types, as revealed by SEM observations and XDE analysis. In some of them, dendritic lattice of wustite crystals is embedded in a silicated matrix ; for others, the glassy and homogeneous aspect is associated with a lower content of iron. All of them include Al, Si and Ca at specific levels for each of these two types of slags. A similar condition occurs for the other weapons.*

*It results, from these data, the reliability of slags, either to the process of direct reduction of iron ores (for the highest iron content slags), either to the conditions of forging, including fluidizing additions of clay, sand or lime, along the nature of initial ores.*

*3. The arrow head with barbelure (piece C, PM 662) was found in an excellent state of conservation. Its structure, ferrito-perlitic in surface, becomes ferritic and equiaxe in the inner part ; further, near the extremity of the arrow, microstructure reveals the effects of folding and of localized welding by hot forging for getting an efficient barbelure.*

*Just near the ferrite and perlite zones, a Widmann-stätten type morphology, usual for ancient iron pieces, is attributed to an overheating with a subsequent and rather fast cooling.*

*Microhardness values fit well with these observations, ranging from 120 to 335 HV. As before, the two types of slags are easily identified.*

*4. The arrow of catapult (piece D, PM 436) – a typical arm of roman legions – is not very corroded. Its inner part is mainly ferrito-perlitic whereas the outer zones are martensitic or bainitic. The estimated carbon content is near of the eutectoïd composition (about 0.8 weight %) ; microhardness is ranging from 360 (at surface) to 130 HV (in the innest zone). This results from a rapid cooling (cold water quenching) after hot forging.*

*For the last three arms, the surface increase of carbon content induces high levels of hardness, suitable for uses as weapons ; it is quite enough clear that carbon cementation was already used during the 1st century B.C. in association with a subsequent fast cooling.*

*Some microstructural defects (such as discontinuous area of bainite) may be related to specific difficulties of forging conditions, during the production or rejuvenetion of arms ; indeed, as mentioned in literature, mobile forging workshops supply needs of Roman legions.*

*In conclusion, this study must be considered as a preliminary approach of microstructural and analytical characterization of arrow heads and arrows of catapult, till now neglected in front of swords to which a large number of researches was devoted. From our observations, slags must be examined so deeply as metals, in the same time ; this is probably one of the most efficient keys for a better description of technical steps of the direct reduction and forging, during the Roman period.*

à « des machines qui lancent des projectiles sur les abords de la fontaine ». Mais la riposte des assiégés ne se fait pas attendre. Les Gaulois envoient sur les positions romaines des tonneaux enflammés remplis de suif, de poix et de minces lattes de bois. Un incendie d'une très forte ampleur fait rage du côté des Romains ; les cohortes de César parviennent cependant à maîtriser le feu, sans que, pour autant, l'opiniâtreté et la résistance gauloise s'en trouvent diminuées. Le siège d'*Uxellodunum* prend fin quand les « ruisselets qui alimentent la source sont coupés par les canaux souterrains et détournés de leur cours ». Les Gaulois, inévitablement condamnés à mort et croyant en une intervention divine, se livrent au proconsul.

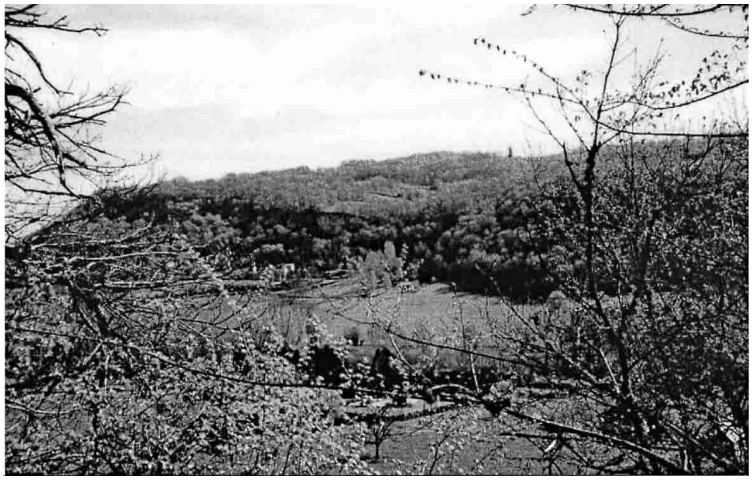


Figure 1 – Le Puy d'Issolud (Lot). Vue Est, versant où eu lieu l'affrontement entre les légions romaines et les tribus gauloises (au centre, La Fontaine de Loulié).

*Figure 1 – Site of the Puy d'Issolud (Lot). East side with the slope where, probably, occurred the fight between the Roman legions and the Gallic bands ; Fontaine de Loulié is just in the center of this figure.*

Ainsi s'achève le siège d'*Uxellodunum*, l'un des derniers épisodes majeurs de la Guerre des Gaules que l'oubli n'a pu effacer grâce aux recherches archéologiques engagées dès 1850 et poursuivies jusqu'à nos jours en divers lieux et notamment au Puy d'Issolud. Les toutes premières études sur le terrain sont entreprises en 1865 par J.-B. Cessac à la Fontaine dite de Loulié au pied du Puy d'Issolud ; Cessac pense, en effet, que cette fontaine correspond bien aux indications fournies par le récit antique. Sa persévérance et ses efforts sont très vite récompensés puisque, entre mai et juin 1865, il peut mettre au jour les traces d'un incendie et surtout découvrir une galerie artificielle sur 40 mètres, comportant encore ses étais. Dans le même temps, des traits de catapulte et des pointes de flèches sont recueillis, ainsi que les galets ayant servi de balles de fronde.

Napoléon III est convaincu de la validité de ces découvertes qui, déclare-t-il dans son ouvrage *Histoire de Jules César*, ne laissent plus aucun doute sur l'emplacement d'*Uxellodunum* au Puy d'Issolud (2). Les campagnes de fouilles se succèdent. Il faut cependant attendre 1990 pour que J.-P. Girault entreprenne, sous la responsabilité du Service Régional de l'Archéologie de Midi-Pyrénées, de nouvelles investigations particulièrement fructueuses, grâce à une méthodologie de fouille rigoureuse. Ce travail de terrain, encore en cours, s'accompagne d'une étude sur le passé du Puy d'Issolud, répertoriant aussi toutes les trouvailles archéologiques anciennes et récentes. Le mobilier d'armes arrive au premier plan de toutes ces découvertes. Il est d'une exceptionnelle richesse, tant par sa quantité que par son état de conservation. C'est ce mobilier que nous nous sommes proposé d'étudier métallurgiquement, pour en définir l'identité et les propriétés, et imaginer les conditions techniques de son obtention.

## ■ NATURE DES OBJETS ÉTUDIÉS

L'inventaire effectué permet de recenser environ 630 pointes de flèches. Sur ce total, 620 proviennent de la Fontaine de Loulié ; 210 d'entre elles sont cependant en mauvais état ou fragmentées et ne peuvent faire l'objet d'une identification fiable et sûre. Enfin, 13 pointes de flèches ont été trouvées à ce jour sur le plateau du Puy d'Issolud.

Les cinq types de pointes de flèches, identifiées selon la typologie proposée par Alain Duval (3), se répartissent ainsi : 260 flèches droites, 137 flèches à une barbelure, 3 flèches à un aileron, 4 flèches à deux ailerons, 5 flèches, enfin, à fer foliacé avec les deux bords tranchants et sans aileron. Tous ces types de flèches sont à douille.

A l'inverse des flèches, les traits de catapulte sont beaucoup plus rares dans les découvertes faites en fouille. On les trouve seulement dans les gisements provenant des champs de bataille. Sur le site de la Fontaine de Loulié, sur les 64 fers de traits à douille de catapulte récupérés, 40 seulement apparaissent en bon état de conservation. Ils présentent une pointe pyramidale et une base quadrangulaire dégagée d'une courte tige cylindrique ouverte à la base. Ce type de mobilier d'armes est le plus important jamais découvert à ce jour.

Nos toutes premières études métallographiques, appelées à se poursuivre, portent sur un ou deux spécimens de chaque type : une pointe de flèche droite (inventoriée PM502), deux à barbelure (inventoriées BU10-484 et PM 502) et un trait de catapulte (inventorié PM436) ; les objets inventoriés PM ont été détectés par prospection magnétique.

## ■ MÉTHODES D'ÉTUDE EXPÉRIMENTALE

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'oxyde complexe plus ou moins importante, masquant ainsi la morphologie originelle du produit étudié. Les échantillons étudiés ont été retrouvés dans des sols différents. Pour la flèche A, il s'agit d'un sol rubéfié comprenant charbon de bois, bûches calcinées, chaux et briques cuites, ce sol étant associé à l'incendie dont il est fait mention précédemment. Les autres pièces B, C et D ont, quant à elles, été découvertes dans des sols d'argiles et de marnes hors zones incendiées. La seule observation de la surface naturelle de l'objet extrait 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 ; par leur spécificité, elles peuvent, en effet, 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, traitements imparfaits), comme nous le constaterons par la suite.

La *radiographie X* de ces objets doit précéder toute analyse scientifique (*fig. 2*). 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 originelles, encore intactes, des couches d'oxyde ; de ce fait, elle permet de prélever avec beaucoup plus de sécurité et d'efficacité les échantillons à analyser. Dans le cas présent, cette méthode d'analyse n'a cependant pas été véritablement déterminante dans l'étude des pointes de flèches et traits de catapulte sélectionnés : nous étions, en effet, assurés de l'absence de décor ; grâce au nombre considérable de ces armes retrouvées au Puy d'Issolud, il nous était loisible d'analyser entièrement les spécimens choisis sans avoir recours à des prélèvements représentatifs très locaux et peu nombreux. *L'examen structural des échantillons a nécessité une préparation métallographique classique.*

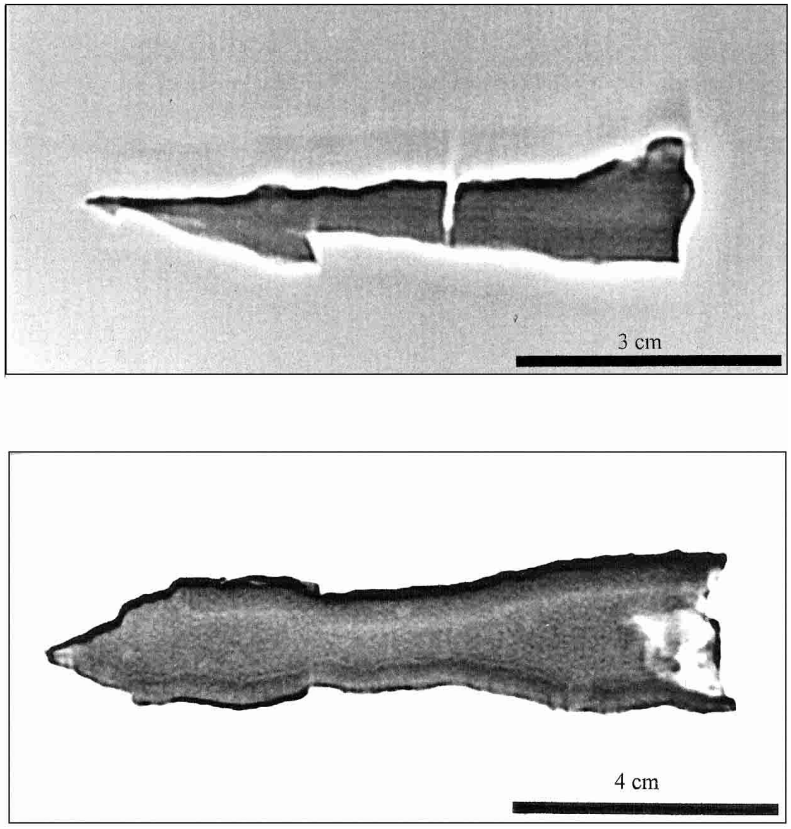



Figure 2 – Radiographies des armes : en haut, pointe de flèche à barbelure (BU10-484, objet A) ; en bas, trait de catapulte (PM 436, objet D).

*Figure 2 – X radiograhs of weapons : upside, one arrow head with one barbelure (BU 10-484, piece A) ; at the bottom, arrow of catapult (PM 436, piece D).*

Le *découpage mécanique* soigné à la scie diamantée a permis de sélectionner les zones privilégiées d'observation, à savoir la tête et la douille. Les coupes transversales et longitudinales ainsi réalisées sur chaque échantillon donnent des surfaces polies d'observation généralement comprises entre 0,1 et 1 $cm^2$. 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 (6 µm sur drap dur et 1 µm sur drap feutré). Une attaque chimique au nital à 2 % complète la procédure pour l'examen de la microstructure.

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 plus fine (grossissement de 100 à 1200) et révèle la microstructure de l'objet. Cette dernière approche a porté tant sur le métal que sur les scories ou les couches d'oxydes superficielles et préservées lors de la découpe.

Pour atteindre enfin des grossissements beaucoup plus élevés, nous avons eu recours au *microscope électronique à balayage* (MEB.). 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 $\mu m^2$ sont rendues possibles par l'analyse dispersive des rayons X en énergie (méthode EDX). La *diffraction de rayons X*, de son côté, s'est montrée très utile pour l'étude analytique de prélèvements sélectifs effectués dans les couches de corrosion. Enfin, les *mesures de microdureté* (Vickers ou, éventuellement, Knoop) permirent de fixer le niveau relatif des propriétés mécaniques des diverses zones examinées de la pièce.

## ■ OBSERVATIONS ET RÉSULTATS

Nous pouvons, en préambule, dégager quelques caractéristiques générales à partir des analyses structurales des pointes de flèches. Les examens révèlent une très grande hétérogénéité, non seulement d'une flèche à l'autre mais surtout au sein d'un même objet, plus particulièrement en ce qui concerne les teneurs locales en carbone. Enfin, de nombreuses inclusions, notamment de scories plus ou moins organisées, sont observées au cœur du métal. Considérons à présent chacune des flèches préalablement sélectionnées.

### Pointe de flèche à une barbelure (objet A, BU 10-484)

La radiographie de cette pièce révèle la faible masse de métal subsistant au cœur de la pointe, sous l'épaisse couche oxydée. Cette zone métallique est épaisse de 0,1 cm, large de 0,4 cm et longue de 1,6 cm. La barbelure est entièrement oxydée. La microstructure du métal est de nature ferritique, à très faible teneur en carbone (*fig. 3*). La cristallisation équiaxe traduit une assez grande homogénéité du traitement. Des précipités de cémentite fine et globulaire se sont développés au niveau des joints de la ferrite, dans un domaine de température suffisamment élevé que l'on peut estimer compris entre 400 et 600°C ; localement des chapelets de particules sphéroïdales de cémentite ont coalescé sous forme de précipités plus gros et plus stables (*fig. 4*). 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. Il semble, effectivement, que cette flèche ait été

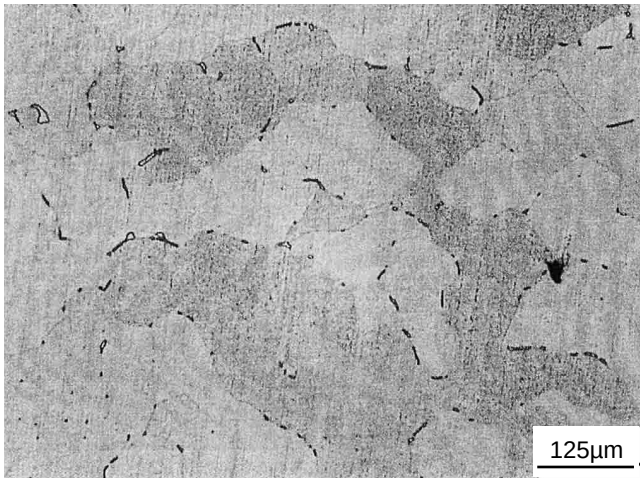



Figure 3 – Micrographie optique. Pointe de flèche BU 10-484 (objet A). Corps de la flèche. Structure ferritique avec précipités de cémentite aux joints de grains des cristaux de ferrite.

*Figure 3 – Arrow head BU 10-484 (piece A). Frame of the arrow. Ferritic structure with precipitates of cementite at grain boundaries of ferrite.*

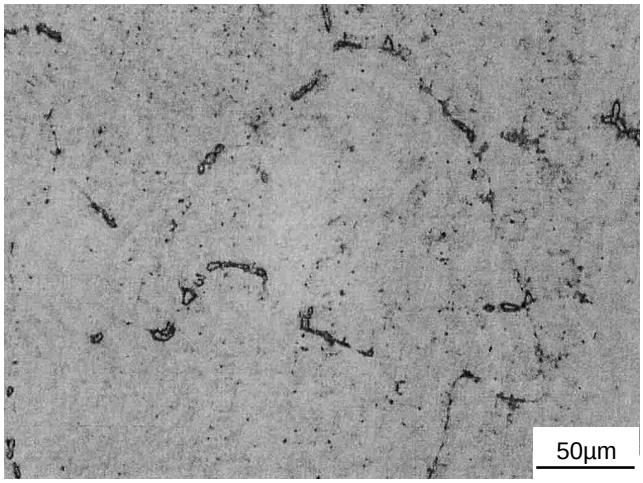
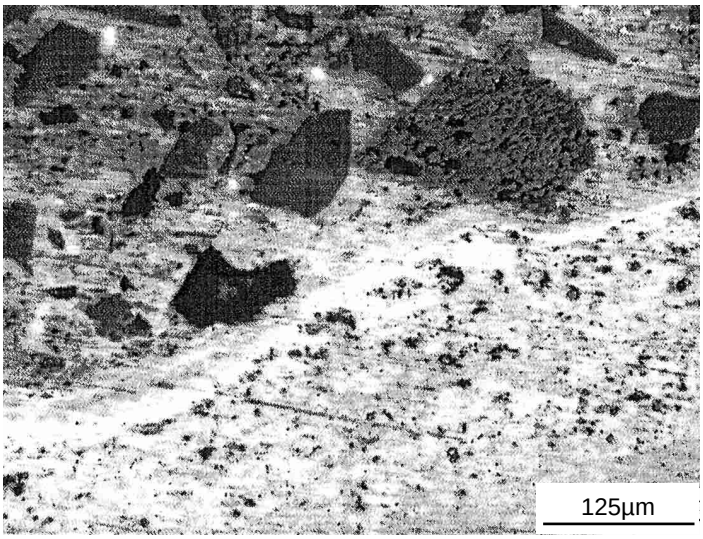
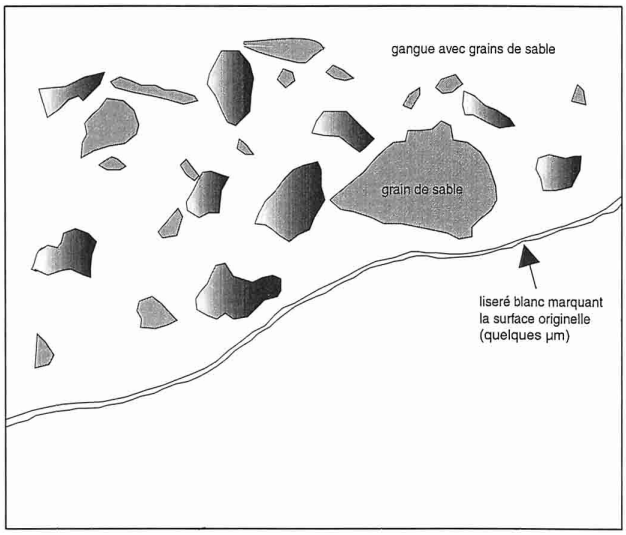



Figure 4 – Micrographie optique. Pointe de flèche BU 10-484 (objet A). Structure ferritique ; les précipités de cémentite coalescent en partie aux joints de grains des cristaux de ferrite.

*Figure 4 – Arrow head BU 10-484 (piece A). Precipitates of cementite have partially coalesced at the grain boundaries of ferrite.*




a)




b)

Figure 5 – a) Micrographie optique. Pointe de flèche BU 10-484 (objet A). Liséré blanc marquant la limite entre la zone oxydée (en bas) et la gangue, reconnaissable aux cristaux de silice (sable) ; b) représentation schématique de la figure 5a.

*Figure 5 – a) Arrow head BU 10-484 (piece A). Clear border between oxided zone (down) and gangue, where sand particles are observed ; b) schematic analysis of figure 5a (clear border between oxided zone and gangue).*

confrontée à un environnement chaud. Le contexte de la découverte de cette flèche, lors des fouilles à la Fontaine de Loulié en 1999, sur le sol calciné et rubéfié, nous conduit à privilégier l'hypothèse de son exposition directe à l'incendie ; cependant, on ne peut pas exclure le simple maintien prolongé dans le foyer de forge, lors de sa réalisation.

Les valeurs de microdureté Vickers obtenues sous une charge de 50 g varient de 81 à 143 HV ; certaines plages – les zones intergranulaires notamment – se révèlent plus dures que le cœur des cristaux.

Nous sommes en présence d'un fer très doux, dont la teneur en carbone apparaît inférieure à celle de l'extrémité du palier eutectoïde, probablement de l'ordre de 0,01 %, épuré de toutes inclusions et dont le niveau de résistance mécanique se révèle médiocre. Les analyses par EDX au MEB n'ont pas permis de déceler dans le métal la présence d'autres éléments.

Dans ces conditions, la question qui se pose aux archéologues est de savoir comment une telle arme a pu être utilisée lors d'un combat, étant donné ses très mauvaises qualités de résistance. La réponse doit, en réalité, prendre en compte le fait que cette pointe de flèche a été soumise, après usage, à une forte température, comme le laissent penser les textes (4). Dans ce cas, des processus de décarburation et de recristallisation ont pu favoriser l'adoucissement du métal corroyé initial, dénaturant ainsi sa fonction. L'hypothèse de l'usage précipité d'une flèche non cémentée est peu plausible car, dans des circonstances comparables, les Romains savaient aménager un atelier de fortune pour parer aux exigences du moment, voire même assurer des approvisionnements complémentaires (8). L'analyse diffractométrique aux rayons X de prélèvements des zones oxydées de la flèche nous permet de renforcer l'hypothèse d'une décarburation accidentelle de cette arme. Parmi les phases décelées, outre la maghémite ($Fe_2O_3$) et la magnétite ($Fe_3O_4$), figure, en effet, des traces de wüstite (FeO). 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 incursion 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. Il faut noter toutefois que plusieurs examens de diffractométrie X ont été nécessaires pour pouvoir identifier cet oxyde sans ambiguïté.

Si les diverses strates d'oxydes sont très épaisses, nous observons, surtout vers la barbelure, un liséré de couleur gris clair, se différenciant nettement des autres couches oxydées et de la gangue enrobant l'objet oxydé (*fig. 5, a et b*). Son analyse sur trois plages distinctes, à l'aide de la microsonde électronique, permet d'identifier un oxyde de fer, apparemment très proche, pour sa teneur en fer, des autres plages d'oxydes ; des analyses plus fines doivent être conduites pour tenter d'en définir la nature exacte. Cette bande apparaît délimiter la frontière entre les zones oxydées et la gangue où se reconnaissent de gros cristaux de sable. Concernant l'ensemble de la flèche, ce liséré indique vraisemblablement la surface originelle du métal de l'arme correspondante.

## Pointe de flèche droite (objet B, PM 502)

La radiographie de cette pointe de flèche révèle une masse de métal plus importante que celle subsistant dans la flèche précédente. Le fer apparaît sur une épaisseur de 0,3 cm,

une largeur de 0,3 cm et une longueur de 2,4 cm. L'observation au microscope optique révèle que sur les bords de la flèche, la structure est de type ferrito-perlitique (*fig. 6a*), avec une ferrite primaire développée au niveau des ex-joints de l'austénite (stable à haute température). Au cœur des grains, la structure lamellaire classique de la perlite est aisément observable (*fig. 6b*). Les proportions des phases en présence permettent d'estimer la teneur en carbone voisine de 0,2 % poids. Le cœur de la flèche, en revanche, est typiquement ferritique, avec des lisérés intergranulaires de perlite. La transition entre les domaines ferritique et ferrito-perlitique est progressive.

Les valeurs de microdureté Vickers, sous une charge de 50 g, s'échelonnent de 118 à 255 HV. Les plages de ferrite sont, évidemment, moins dures que les domaines perlitiques pour lesquels la majorité des valeurs est comprise entre 175 et 200 HV.

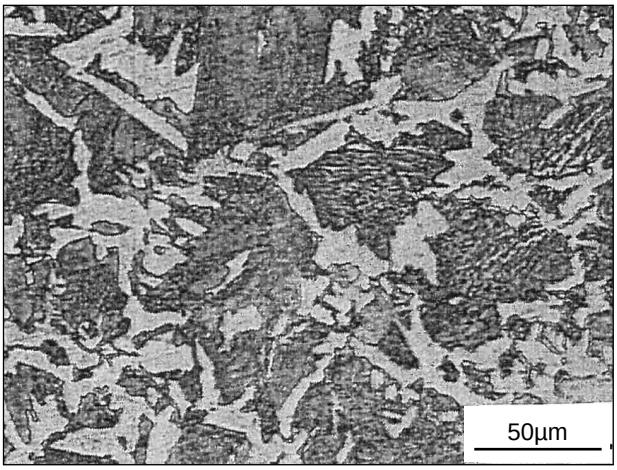
Certains domaines correspondent à une structure bainitique liée à un refroidissement assez rapide de l'acier, et dont la morphologie assez confuse témoigne d'une participation plus limitée de la diffusion à l'état solide (*fig. 6c*). En considérant les nombreux facteurs qui interviennent lors du travail de forge (température et durée du traitement, vitesse de refroidissement, nature du métal) et la présence très localisée de cette bainite sur une partie très réduite de la surface, nous pouvons imaginer une certaine précipitation de la part du forgeron lors de la fabrication de cette pointe de flèche.

De nombreuses inclusions de scories apparaissent sous forme de chapelets allongés ordonnés en lignes plus ou moins continues et parallèles entre elles. Elles témoignent des conditions du forgeage (5). Les analyses EDX au MEB permettent de déceler la présence d'aluminium, de silicium et de calcium. Certaines scories se caractérisent par une plus forte teneur en fer. Les plus pauvres en fer sont probablement associées aux ajouts d'argile, de sable et/ou de calcaire lors du forgeage, éléments générateurs de laitiers fluides. Il est à noter que ces deux types de scories ne sont pratiquement jamais observés dans les zones cémentées. Elles se concentrent dans le cœur des pièces à structure ferritique.

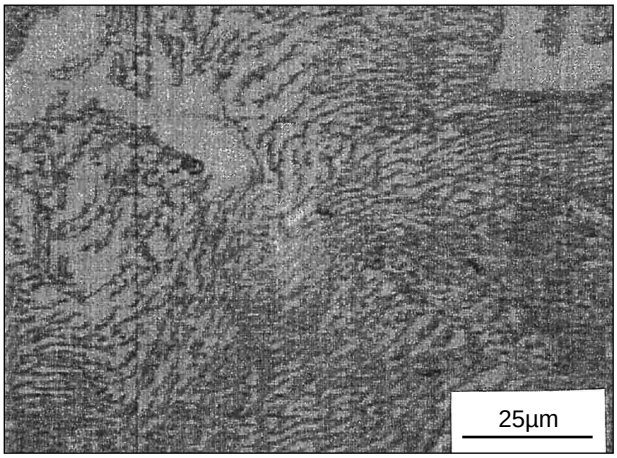
On observe en outre la continuité du contraste à proximité de la limite métal/oxyde entre les plages ferritiques (ex-joints d'austénite) et les colonies de perlite qu'elles enrobent. Il s'agit là d'effets de corrosion différentiels entre la ferrite et la perlite (*fig. 7*).

## Pointe de flèche à une barbelure (objet C, PM 662)

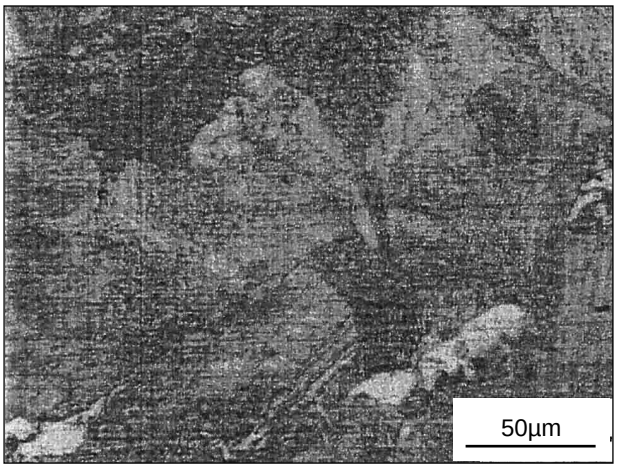
Cette dernière flèche est, sans nul doute, la plus intéressante de toutes celles que nous avons étudiées, car elle présente des caractéristiques originales. La partie métallique restante est épaisse de 0,5 cm, large de 0,5 cm et longue de 2,2 cm. Les zones oxydées ne forment qu'une couche très limitée par rapport à celles que nous avons pu trouver sur les autres flèches.




a)




b)




c)

Figure 6 – Micrographie optique. Pointe de flèche droite PM 502 (objet B). a) Structure ferrito-perlitique ; b) structure ferrito-perlitique, cristaux primaires et lamelles de ferrite (clair) et cémentite (sombre) ; c) structure désorganisée à caractère bainitique.

*Figure 6 – Right arrow head PM 502 (piece B). a) Ferrito perlitic structure ; b) ferrito-perlitic structure with primary crystals of ferrite (clear) and cementite (dark) ; c) bainitic structure, more disordered.*

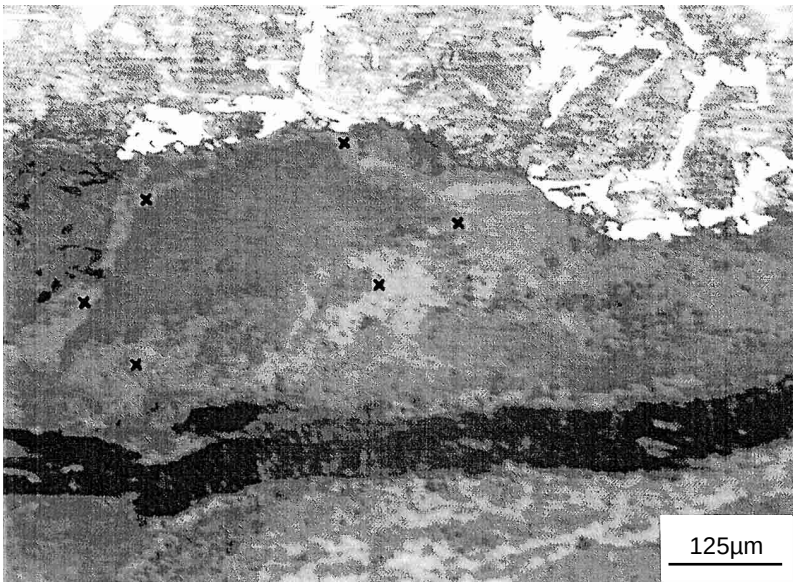



Figure 7 – Micrographie optique. Pointe de flèche droite PM 502 (objet B). Mémoire de la microstructure du métal dans la zone oxydée (zones repérées par des croix).

*Figure 7 – Right arrow head PM 502 (piece B). Traces of initial metallic microstructure (grain boundaries) in the oxide laye (zones referenced with crosses).*

La structure, de type ferrito-perlitique homogène aux bords de la pièce, est ferritique à cœur avec des globules de cémentite en voie de coalescence. La transition entre ces deux domaines se fait progressivement. La microdureté Vickers demeure supérieure à 120 HV dans les plages ferritiques où la cristallisation est équiaxe et régulière.

Vers l'extrémité de la pointe de la flèche, nous observons une structure ferrito-perlitique, avec une ferrite aciculaire dont les aiguilles tendent à s'orienter dans le sens du martelage.

A la même hauteur, l'attaque au nital révèle l'existence d'une ligne blanche se situant au milieu de la pointe jusqu'à son extrémité et au centre de la zone ferrito-perlitique, qui matérialise le pliage et le soudage partiel de la barbelure vers l'extrémité de la pointe (*fig. 8*).

Aux bords des plages de ferrite et de perlite, nous observons des motifs en aiguilles de type de Widmanstätten, souvent révélés dans les fers anciens (6). Cette morphologie est le produit d'un refroidissement assez rapide à l'air libre après un maintien à une très haute température (entre 1000 et 1100°C) ; il en résulte une fragilisation de l'acier correspondant.

Les valeurs de microdureté HV, obtenues sous une charge de 50 g, montrent qu'il s'agit d'un acier de bonne qualité, puisque les résultats sont compris entre 120 et 335 HV, respectivement, pour les zones ferritiques et ferrito-perlitiques plus riche en carbone. En considérant l'évolution rapide des valeurs de la dureté entre 120 et 255 HV, voire 330 HV, on confirme la fonctionnalité de l'objet, associant l'obtention d'un alliage de surface, riches en carbone, aux niveaux de résistance appropriés à l'usage.

Les inclusions, très nombreuses, se développent en réseaux de chapelets plus ou moins allongés, parallèles entre eux, traduisant l'effet du forgeage et des différents pliages nécessaires à la réalisation de cette arme. Deux types de scories sont clairement différenciés lors des examens au MEB et des analyses EDX, tant au niveau de leur microstructure qu'à celui de leur composition. Le premier type se caractérise par une structure interne dendritique de cristaux de Wüstite (FeO), dont la croissance est privilégiée dans les directions à haute densité atomique, au sein de la scorie environnante encore liquide. On y rencontre, tant par EDX qu'à la microsonde, les mêmes éléments en proportions moyennes ou faibles : aluminium, silicium, potassium, calcium et, en faible quantité, manganèse et magnésium. Leur teneur en fer est élevée. Une cartographie a été réalisée sur

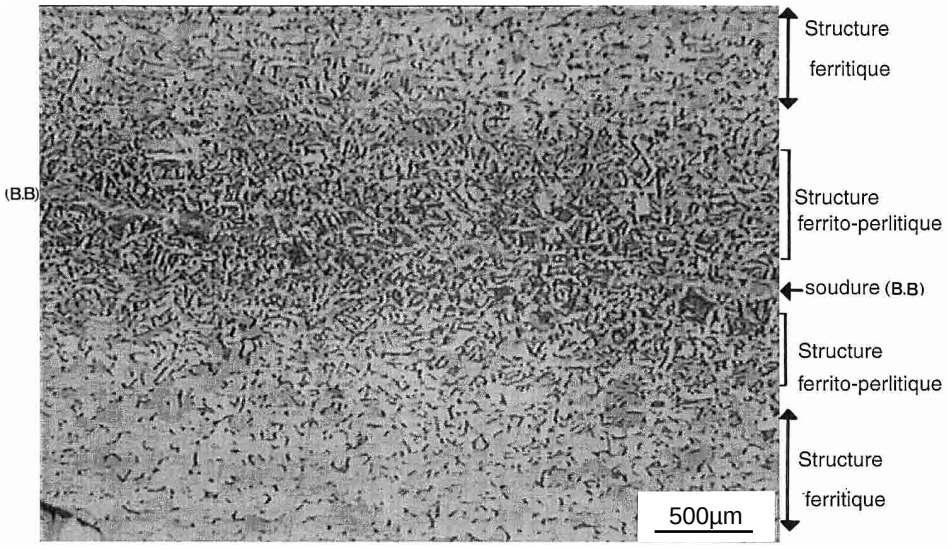



Figure 8 – Micrographie optique. Pointe de flèche à une barbelure PN 662 (objet C). Structure ferrito-perlitique avec bande blanche au niveau du soudage partiel de la barbelure, lors du forgeage. Structure ferritique vers l'extérieur de la zone (B.B. : bande blanche).

*Figure 8 – Arrow head with one barbelure PM 662 (piece C). A clear band is observed near the zone of partial welding of the barbelure which occurred during hot forging. Ferritic structure is observed outside of this zone (B.B. : clear band).*

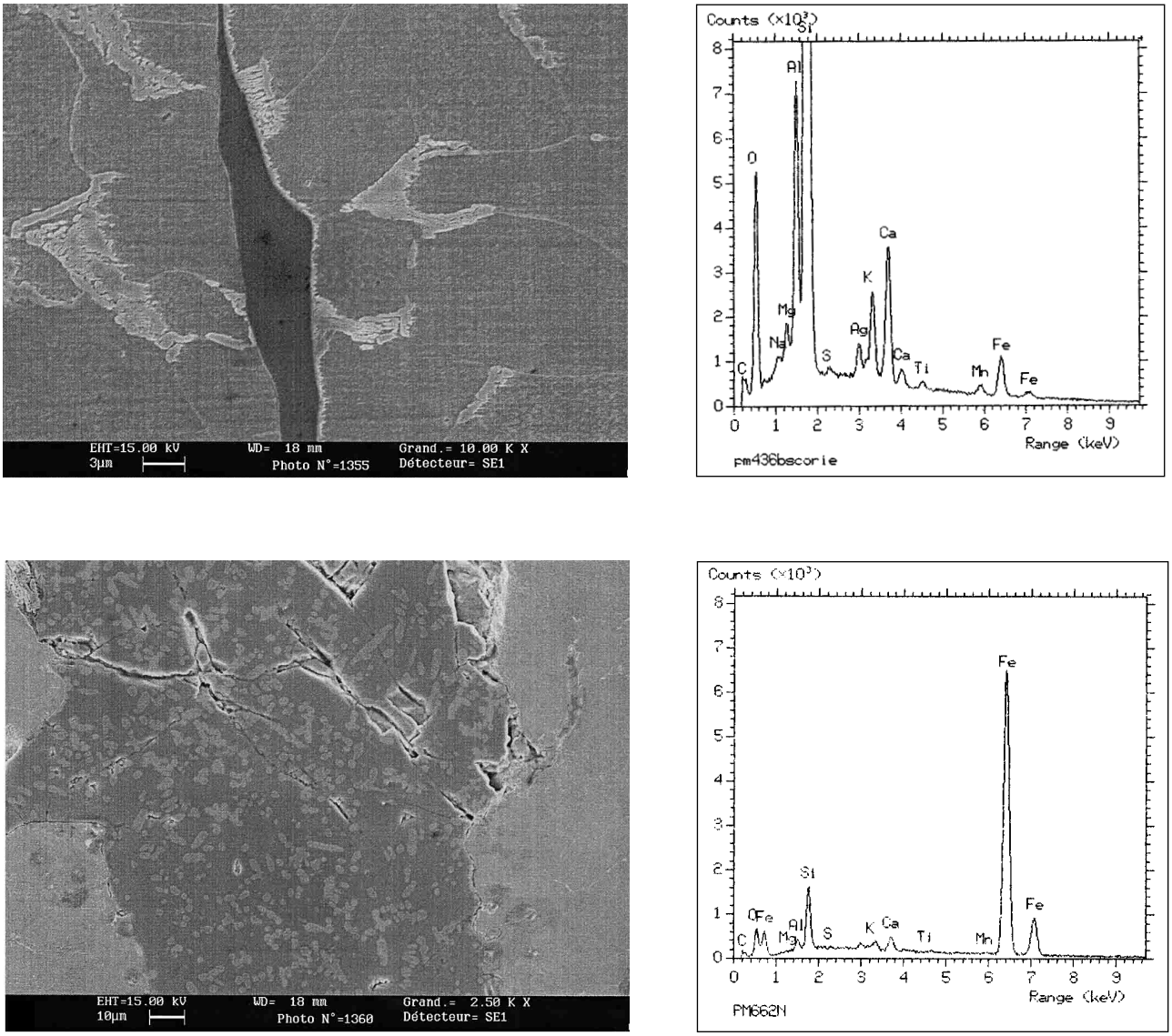



Figure 9 – Exemples des deux types de scories : scorie à caractère vitreux et scorie à structure dendritique, spectres EDX (MEB.) correspondants. La présence d'un pic d'argent correspond à la métallisation de l'échantillon avant analyse.

*Figure 9 – The two types of slags : glassy-type slags (upside) and dendritic-type slags (in the bottom) with their corresponding XDE diagrams.*

plusieurs de ces scories à la recherche d'une concentration significative en manganèse, élément reconnu favorable à la cémentation dans les fers antiques. Les résultats ont été cependant décevants, car cet élément n'est présent qu'en très faible quantité, voisine de la limite de détection. (*tabl. I*) Le second type de scories, sans structure dendritique, à caractère vitreux, provient du forgeage et des additifs de sable, chaux ou argile rendant la scorie plus fluide (*fig. 9*). Comme dans le cas de la flèche droite, ces scories n'apparaissent que dans la matrice ferritique.

Les scories à réseau dendritique de Wüstite sont issues, très probablement, de la réduction du minerai de fer en bas fourneaux. Elles constituent, d'une certaine façon, la « mémoire » du métal et du minerai qui lui a donné naissance. Lors de la fabrication de la pointe de flèche, la morphologie de ces scories est régie par les modalités du forgeage ; elles peuvent fragiliser la pièce forgée et favoriser la création de fissures, à leurs interfaces, incohérentes avec la matrice métallique comme nous l'avons observé à plusieurs reprises.

Lors de l'observation microstructurale, le même liséré clair que celui observé dans le cas de la première flèche a été identifié, enveloppant tout le métal, sauf vers la pointe où il présente quelques discontinuités.

TABLEAU I – Valeurs moyennnes de composition des deux types de scories obtenues à la microsonde électronique. Les résultats sont exprimés en pourcentages pondéraux des oxydes d'éléments.

*TABLE I – Mean values for compostion of the two types of slags, issued from electron microprobe. Results in weight percents of element oxides.*

| Éléments | Mg | Al | Si | K | C | Mn | Fe |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Scorie à structure dendritique (PM 662) | < 0,30 < | < 4,80 < | < 32,20 < | < 1,90 < | < 6,50 < | < 0,60 < | < 90,80 < |
| Scorie à caractère vitreux (PM 436) | < 1,18 < | < 5,55 < | < 62,50 < | < 1,45 < | < 4,30 < | < 1,40 < | < 20,80 < |

### Trait de catapulte (objet D, PM 436)

Cette arme occupe une place toute particulière dans cette étude ; son origine romaine est claire, la catapulte constituant l'une des machines de guerre utilisées par les légions romaines (7). Les radiographies X, préalablement effectuées, ont révélé que ce trait de catapulte renfermait encore une grande masse de fer non oxydée ; longue de 2,6 cm et large de 1,1 cm, elle est épaisse de 1 cm. Son état de conservation est très bon, avec un degré de corrosion très nettement inférieur à celui observé sur les autres pointes de flèches. Comme les deux dernières pointes de flèches (objets B et C), le trait a été retrouvé dans un sol d'argiles et de marnes, probablement à l'abri d'une humidité trop importante.

L'attaque au nital 2 % révèle sur la majorité du métal une structure ferrito-perlitique. Les zones les plus superficielles sont soit martensitiques, soit bainitiques, manifestant ainsi la mise en œuvre d'un refroidissement rapide, voire brutal ; la pièce forgée apparaît être constituée d'un acier dont la teneur en carbone est, au vu de la microstructure, estimée à environ 0,8 % poids, valeur de la composition eutectoïde. La structure ferritique est absente ; seules quelques plages de structure de Widmanstätten sont observées au cœur du carreau, où la température est probablement demeurée élevée plus longtemps après le forgeage.

Les valeurs de microdureté Vickers, sous une charge de 50 g, confirment le haut niveau de résistance mécanique de structures de ce type et se situent entre 130 et 340 HV. La valeur moyenne, de l'ordre de 260 HV, est très supérieure à celles obtenues sur les flèches analysées.

Ici encore, l'examen attentif des scories est révélateur de leur origine : de forme allongée, en alignements parallèles, elles sont représentatives des ajouts effectués pour améliorer le forgeage. Les éléments oxygène, magnésium, aluminium, silicium, potassium, calcium et manganèse apparaissent clairement lors des analyses EDX au MEB, tandis que la proportion de fer demeure relativement faible. Nous n'observons pas ici de scories à faciès dendritique à cœur comme dans le cas de la flèche PM 662 ; seules sont observées des scories à caractère « vitreux », d'apparence gris homogène, à teneur en fer égale ou inférieure à 10 %.

## ■ DISCUSSION

Les analyses métallurgiques qui ont guidé notre parcours nous ont amené à recueillir diverses informations sur les techniques de fabrication de pointes de flèche ou traits de catapulte qui, à notre connaissance, n'ont pas été explicitées à ce jour pour ces types d'armes anciennes. Elles nous ont donné l'occasion de dépasser la simple description externe de l'objet pour nous orienter vers la structure et vers les procédés de mise en forme du matériau utilisé, un fer plus ou moins allié au carbone.

Les radiographies X ont permis de souligner la bonne, voire la très bonne, conservation de ces armes, favorisée à l'évidence par des conditions favorables d'enfouissement naturel dans des argiles et des marnes, à l'abri d'une humidité trop importante.

Les examens métallographiques ont conduit à la définition de structures typiques de compositions d'aciers 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) semblant constituer, pour tous les 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 traduit par des faciès variés : *ferritique, ferrito-perlitique, de Widmanstätten, bainitique* et *martensitique.*

La structure ferritique se rencontre sur les pointes de flèches A, B et C (BU10-484, PM 502 et PM 662). Pour les deux dernières flèches, elle se situe au cœur de celles-ci et constitue, dans la première, l'essentiel de sa microstructure. Compte tenu de l'exposition révélée de cette flèche à un incendie, il est naturel de penser, au vu des observations faites, qu'un phénomène de décarburation en milieu oxydant à une température élevée se soit produite. Mais il n'est toutefois pas exclu que cette pointe de flèche ne soit pas totalement représentative d'un objet-type de cette catégorie : teneur en carbone en dessous de la moyenne, cémentation insuffisante, par exemple ; ces diverses hypothèses seraient cependant en contradiction avec ce que révèlent les textes anciens déjà cités. (8) L'absence de conclusion définitive de notre part est, bien entendu, associée au nombre encore

trop limité d'investigations conduites sur des objets prélevés dans les mêmes conditions. Cependant, cette hypothèse est d'autant plus étayée que ce processus de décarburation n'a été rencontré que très ponctuellement sur d'autres armes. Par ailleurs, l'importance de la corrosion de la flèche A, associée à une dégradation ultérieure par oxydation des zones demeurées riches en carbone, n'a pas permis de poursuivre plus avant son analyse. Nous sommes ici face à un cas assez particulier puisque les autres pointes étudiées nous ont révélé des zones carburées.

Les objets B, C et D sont largement de structure ferrito-perlitique, homogène dans les parties superficielles des flèches avec ou sans barbelures. Le cœur des pièces est en revanche ferritique ; cela conduit à penser que la cémentation pouvait être pratiquée au 1er siècle av. J.-C., afin d'améliorer les performances en surface des pointes de flèches et d'augmenter ainsi leur capacité de pénétration.

S'il est vrai que les conditions d'enfouissement ont favorisé sa préservation, 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.

Le trait de catapulte (objet D) est lui aussi fortement carburé. La bainite et la martensite, localisées sur les bords du carreau, résultent d'un refroidissement rapide de la pièce après son forgeage ; la mise en œuvre délibérée d'une trempe du trait n'est pas à exclure pour la période considérée.

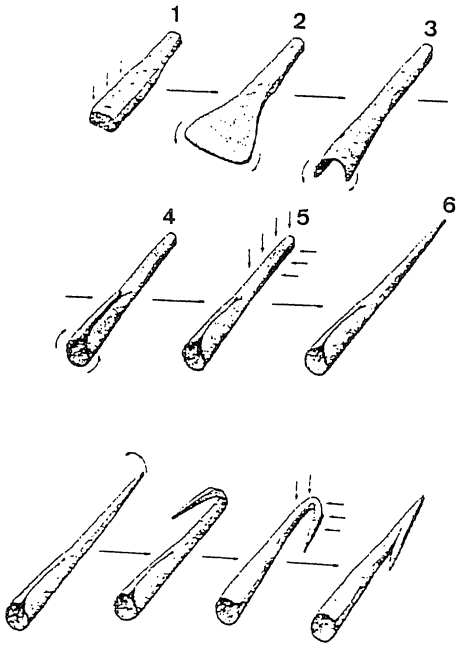



Figure 10 – Schéma représentant les méthodes de fabrication des pointes de flèches droite (1 à 6) et à une barbelure. D'après J.-P. Girault.

*Figure 10 – Main steps of process for doing arrow head right (1 to 6) or with a barbelure.*

Quelques plages de bainite ont pu être observées sur la pièce B, 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. Compte tenu des compétences de l'armée romaine, de sa grande mobilité et de sa capacité à s'adapter au terrain, il est permis de penser – comme l'indiquent d'ailleurs les écrits concernant la guerre d'Afrique de César (8) – que ce dernier ait pu ordonner la construction de forges, même rudimentaires, afin d'alimenter convenablement 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.

Si, comme nous le constatons, la technique délicate de la cémentation superficielle, qui nécessite un savoir-faire adapté à l'obtention d'une bonne répartition du carbone dans une zone appropriée du métal, était maîtrisée, nous pouvons penser que les opérations de trempe étaient également pratiquées. N'ayant cependant analysé qu'une très faible partie des armes du Puy d'Issolud et ne disposant, à ce jour, d'aucune étude comparative sur d'autres flèches contemporaines, aucune conclusion définitive en la matière ne sera tirée pour l'instant.

Ces examens métallographiques ont par ailleurs permis de déterminer le mode de fabrication des pointes de flèches, notamment la flèche (objet C) à une barbelure (*fig. 10*). Il apparaît que l'extrémité de la pointe a été repliée et forgée à chaud pour faire partiellement corps avec l'axe de la douille et créer ainsi la barbelure. La flèche A, trop corrodée à son extrémité, n'a pu faire l'objet d'une étude aussi fine. Toutefois, dans les deux 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.

Les analyses des scories incluses dans le métal se sont révélées discriminantes vis-à-vis des étapes d'élaboration et de 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 à dendrites, riches en fer, sont, selon toute vraisemblance, issues des opérations de réduction directe du minerai de fer en bas fourneaux. La structure dendritique, associée aux cristaux de wüstite, 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 moment du cinglage, des résidus de charbon de bois et de scories peuvent subsister dans la loupe de métal. Ces dernières se retrouvent 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 – Al, Si, K, Ca, Mn – identifiés par EDX au MEB (9). L'origine des ces scories est, quant à elle, liée aux adjuvants (chaux, sable, argile) introduits lors du forgeage pour affiner la loupe, en éliminant, si possible, la totalité des scories résí-

duelles. Cela est rarement le cas et nous retrouvons dans le métal des inclusions silicatées, témoins de l'opération de mise en forme, s'ajoutant aux scories d'élaboration résiduelles (10).

Il est donc très utile d'examiner de façon approfondie ces deux types de scories qui peuvent donner des indications précises, d'une part sur l'origine des minerais et l'efficacité de la réduction directe, et d'autre part sur les opérations du forgeage.

Partant du fait que les traits de catapulte ne peuvent être que d'origine romaine, il est aisé d'analyser les scories qui y sont incluses et d'inventorier avec précision les éléments les composant pour les comparer ensuite aux scories présentes dans d'autres 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.

L'échantillonnage des objets étudiés à ce jour, même restreint, permet cependant de définir les voies d'une recherche plus avancée sur l'ensemble exceptionnel du mobilier d'armes découvert au Puy d'Issolud et d'étendre la démarche à d'autres mobiliers de ce type.

## Remerciements

Les auteurs remercient très vivement Mr Jean-Pierre Girault pour la mise à disposition des objets archéologiques sélectionnés pour nos travaux et les discussions fréquentes sur les fouilles du Puy d'Issolud qu'il coordonne avec efficacité. Nos remerciements s'adressent aussi à Mlle Laetitia Des, Mme Michèle Reversat et M. Francis Tollon pour leur concours gracieux et pertinent respectivement dans les examens micrographiques, en microscopie électronique et en microdiffraction X.

# bibliographie

(1) GIRAULT (J.-P.), BILLIANT (P.) – Puy d'Issolud, histoire des recherches et découvertes archéologiques (1998) (en cours de publication).

(2) NAPOLÉON III – Histoire de Jules César, Paris (1866), II, p. 343-347.

(3) DUVAL (A.) – Les pointes de flèches d'Alésia au Musée des Antiquités Nationales. Antiquités Nationales 2, St-Germain-en-Laye (1970), p. 35-51.

(4) CÉSAR – La Guerre des Gaules, Livre VIII, 42, 1-2, texte établi et traduit par L.-A. Constans, Paris, Les Belles-Lettres (1995).

(5) PIASKOWSKI (J.) – Proposals for a standardization of the criteria for determining technological processes in early iron and steel metallurgy, in "The crafts of the black smith", Ed. B.G. Scott et H. Cleere, symposium 1984, comité U.I.S.P.P., Belfast ( 16-21 septembre,1984), p. 157-168.

(6) LEJARS (Th.) – Les armes des sanctuaires poitevins d'époque préromaine de Faye-L'Abbesse (Deux-Sèvres) et de Nalliers (Vendée). **Gallia**, 46 (1989), p. 1-41.

FLUZIN, (P.), URAN, (L.), CODDET, (C.), BÉRANGER, (G.) – Structures métallurgiques des armes de Gournay-sur-Aronde : lecture et interprétation. Journées de paléométallurgie, Université de Compiègne (1983), p. 85-101

MANGIN (M.), FLUZIN (Ph.), COURTADON (J.-L.), FONTAINE (M.-J.) – Forgerons et paysans des campagnes d'Alésia (Haut-Auxois, Côte-d'Or) La terre, le fer, la route en pays mandubien (1$^{er}$ s. av. - 8$^{e}$ s. ap. J.-C.), CRA 22 monographies, CNRS, Paris (2000), 508 p..

(7) FEUGÈRE (M.) – Les armes des Romains de la République à l'Antiquité tardive. Édition Errance, Paris (1993), 287 pages.

REDDE (M.) – L'armée romaine en Gaule. Errance, Paris (1996), 278 p.

(8) Pseudo-CÉSAR – La Guerre d'Afrique, XX, 1-4, texte établi et traduit par A. Bouvet, Paris, Les Belles-Lettres (1997).

(9) DILLMANN (Ph.) – Diffraction X, microdiffraction X et microfluorescence X sous rayonnement synchrotron et analyses comparées pour la caractérisation des inclusions. Application à l'étude de l'évolution historique des procédés d'élaboration des objets ferreux. Thèse de doctorat, Université de Technologie de Compiègne, 2 vol. (avril 1998).

(10) DOMERGUE (Cl.), TOLLON, (F.) – Minerais et scories de la fonderie gallo-romaine du domaine des forges. Les Martys (Aude). 98$^{e}$ Congrès national des Sociétés Savantes, Saint-Étienne (1973), section archéologie, p. 101-114.

DOMERGUE (C.) (sous la direction) – Mines et fondeurs antiques de la Gaule. Table ronde du CNRS, Université de Toulouse-Le Mirail (21-22 novembre 1980), CNRS (1982).