

Kalium zeigt nur zu Si, Al, usw. eine undeutliche positive Korrelation. Daher dürfte Kalium außer aus den Alkalifeldspäten und Glimmern des Sandes zusätzlich noch aus der Holzkohle stammen, da Holzaschen an Kalium angereichert sind.

Nach dem Mineralbestand sind die Schlacken als Wüstit-Fayalit-(Glas)-Schlacken anzusprechen. In Abhängigkeit vom Eisengehalt kristallisieren die Mineralphasen in zwei unterschiedlichen Abfolgen:

- niedriger Eisengehalt: Fayalit-1, Wüstit-1, Fayalit-2, Glas
- mittlerer u. hoher Eisengehalt: Wüstit-1, Fayalit-2, Wüstit-2, Glas

In einigen Proben weisen richtungslose Erstarrungsgefüge oder schwache Fließregelung auf eine ruhige Kristallisation aus einer Schmelze hin. Die Mehrzahl der Proben ist jedoch hinsichtlich der Mineralverteilung und der Gefügeausbildung inhomogen aufgebaut. Auffällig sind Bereiche, die deutliche Anzeichen für eine Deformation (bruchhaft und plastisch) erkennen lassen. Dies wird als Hinweis auf eine spätere mechanische Bearbeitung des Schlackenmaterials gewertet.

Aus der Untersuchung des Schmelzverhaltens repräsentativer Schlacken ergibt sich, daß bei der Verhütung und späteren Bearbeitung Temperaturen um 1200°C erreicht worden sein müssen.

Die Ergebnisse sprechen dafür, daß es sich bei den inhomogen aufgebauten Proben um Schmiedeschlacken handelt. In den übrigen Proben lassen sich keine eindeutigen Kriterien für eine nachträgliche Bearbeitung finden.

Die detaillierte Darstellung der Ergebnisse ist veröffentlicht (Fröhlich, Rose u. Endlicher 1987).

ELISABETH LAVIELLE · BERNARD PIERAGGI · FRANCIS DABOSI
ROBERT SABLAYROLLES · CLAUDE DOMERGUE

CARACTERISATION DE MATERIAUX METALLIQUES ET DE SCORIES ISSUS DES FERRIERS DE LA MONTAGNE NOIRE

Introduction

Au Sud du Massif Central, dans la Montagne Noire, plus de vingt ferriers antiques ou sites d'exploitation métallurgique ont été recensés par R. Sablayrolles¹ et C. Domergue² et témoignent de l'intense activité métallurgique de cette région durant les trois à quatre siècles de l'occupation romaine.

Le ferrier le plus important, implanté au lieu-dit «Les Forges» sur le territoire de la commune des Martyrs (Aude), renfermait environ un million et demi de tonnes des scories déposées sur une épaisseur maximale de huit à dix mètres. Les fouilles archéologiques ont permis d'établir la stratigraphie de ce dépôt dont les couches s'étagent des premières années de notre ère aux années 280 ap. J.C.

Aucun four n'a été retrouvé en place. Cependant de nombreux éléments ont été découverts: fonds et parois de four, éléments de tuyère et scories. Parmi ces éléments, l'un des fonds de four découverts présente un grand intérêt car il contenait encore la loupe de fer produite par la dernière opération de réduction.

Parallèlement à l'étude de ce fond de four, quelques objets métalliques provenant d'un site voisin situé sur la commune de Saint-Denis ont également été examinés; ce site est contemporain de celui des Martyrs, il est donc vraisemblable de supposer que des techniques et matériaux semblables ont été employés.

¹ J. M. Pailler, A. Rebiscoul, R. Sablayrolles et F. Tollon
1977. – Sablayrolles 1982.

² C. Domergue, A. Rebiscoul et F. Tollon 1982.

Examens métallographiques du fond de four complet

Le fond de four complet provenant du ferrier des Martys a une forme grossièrement elliptique avec des dimensions maximales de 40 cm pour le grand axe et de 30 cm pour le petit axe, l'épaisseur variant entre 15 cm et 6 cm environ.

L'examen macroscopique d'une section perpendiculaire au grand axe révèle trois zones (Fig. 1,1-4):

- une zone externe scoriacée
- une zone interne riche en fer
- une zone intermédiaire contenant du fer et des scories en proportion sensiblement égale.

Dans la zone externe riche en scorie, la présence de fayalite (Fe_2SiO_4), leucite (KAlSi_2O_6) et de wüstite FeO a été mise en évidence par diffraction des rayons X, mais de nombreux pics de diffraction de faible intensité n'ont pas pu être attribués. L'examen en microscopie électronique à balayage (MEB) et la microanalyse des rayons X (EDAX) de sections polies a montré que cette zone est essentiellement constituée par de l'eutectique wüstite-leucite et des zones vitreuses contenant les éléments Fe, Si, Ca et K.

La microstructure de la zone intermédiaire est très complexe. Les constituants principaux sont le fer pur (ferrite), la wüstite et l'eutectique wüstite-leucite. On notera, en particulier que tous les îlots de fer sont entourés d'une couche, approximativement uniforme de quelques microns d'épaisseur, de wüstite FeO (Fig. 2,1). Cette observation laisse à penser qu'une partie du fer réduit a été à nouveau oxydée. En ce qui concerne la partie scoriacée de cette zone, il convient également de noter que l'étude de la répartition des éléments K et Ca semble montrer que ces deux éléments paraissent s'exclure, la présence de l'élément Ca n'étant observée que dans les zones ne contenant pas de K et inversement.

La zone riche en fer contient de nombreuses inclusions (Fig. 2,2). La microanalyse indique que les constituants principaux de ces inclusions sont la leucite (partie claire) et un silicate complexe de fer et de manganèse (partie sombre).

L'examen métallographique, après attaque, révèle une microstructure à gros grains (Fig. 2,3). Une abondante précipitation intra- et intergranulaire est observée, les précipités intergranulaires paraissant parfois orientés. Les différents réactifs métallographiques utilisés permettent de penser que ces précipités sont essentiellement constitués de wüstite.

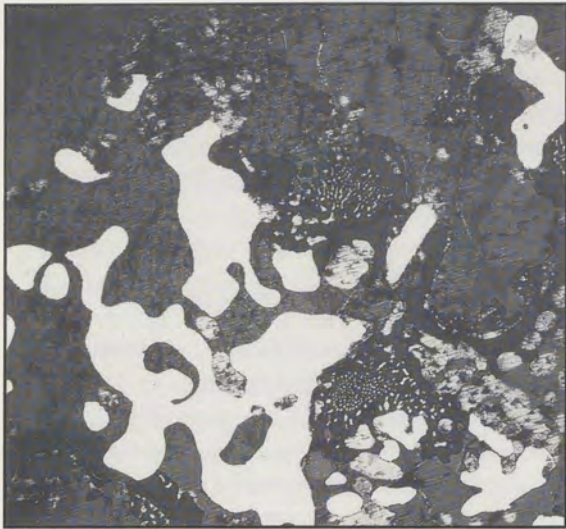
Ces observations indiquent que le refroidissement du fond de four a été lent (gros grains, précipitation intergranulaire orientée), de plus, aucune trace de la structure austénitique formée à haute température n'est décelable. Par ailleurs, la présence de précipités de wüstite confirme l'hypothèse d'une fin d'opération en condition oxydante. Les examens effectués ne permettent pas de déterminer si cela était intentionnel, afin d'obtenir un fer exempt d'impuretés oxydables, ou bien si, au contraire, il s'agit d'une opération ratée, ce qui pourrait expliquer que le fond de four ait été abandonné.

Examens métallographiques de matériaux métalliques transformés

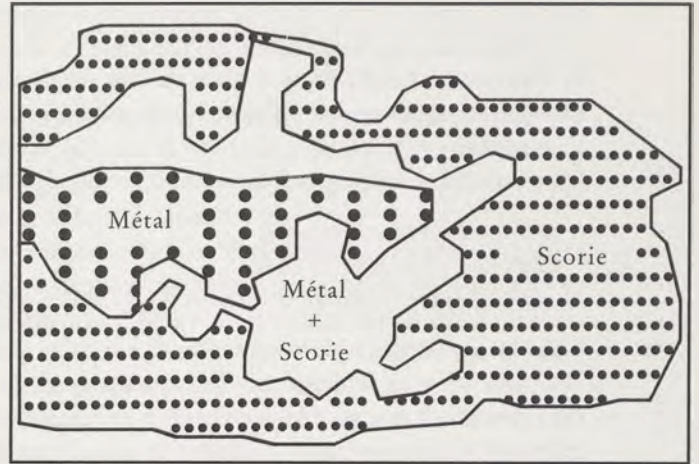
Cette étude métallographique de matériaux métalliques transformés sera illustrée à l'aide des examens effectués sur un clou provenant du site de Saint-Denis. Le corps du clou examiné, d'une longueur de 62 mm et de section carré, se caractérise par une structure fibreuse marquée (Fig. 2,4) correspondant à une alternance de bandes de ferrite quasiment pure et d'acier hypoeutectoïde (Fig. 2,5).

Différents réactifs métallographiques ont été utilisés afin de mettre en évidence la présence d'éventuelles ségrégations. Les examens effectués à l'aide des réactifs de Le Chatelier, de Fry, de Stead³, permettent de constater que les éléments tels que P, Mn et Si sont essentiellement présents dans les zones carburées. La présence de soufre a été recherchée à l'aide d'empreinte Baumann (n. 3), cet élément a seulement été détecté dans la couche externe corrodée. Enfin, il convient de noter la très faible densité d'inclusions présentes.

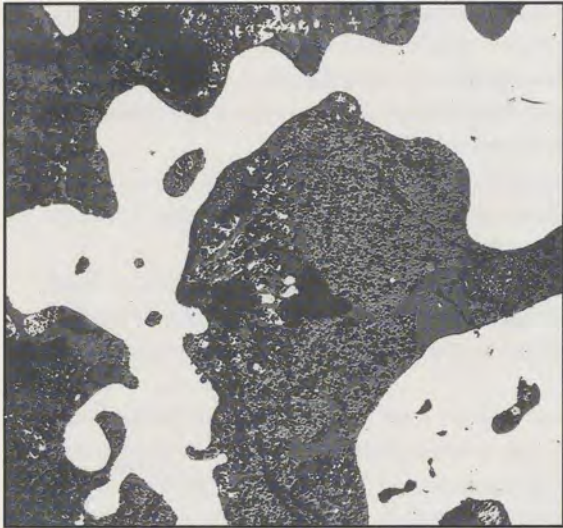
³ Metal Handbook 8: Metallography, Structure and Phase Diagrams.



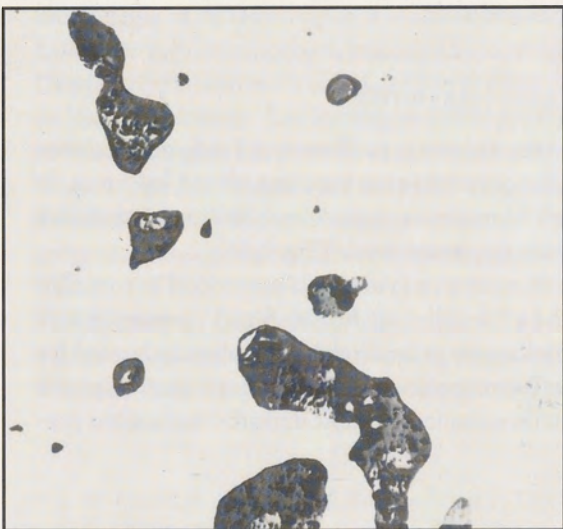
2



1

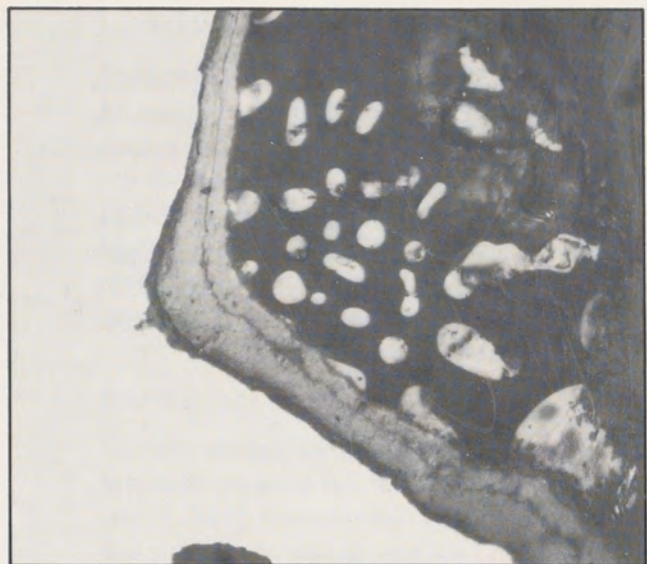


3

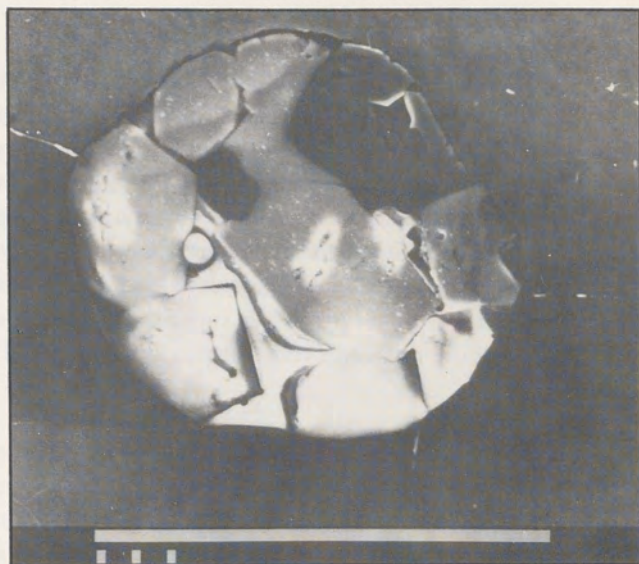


4

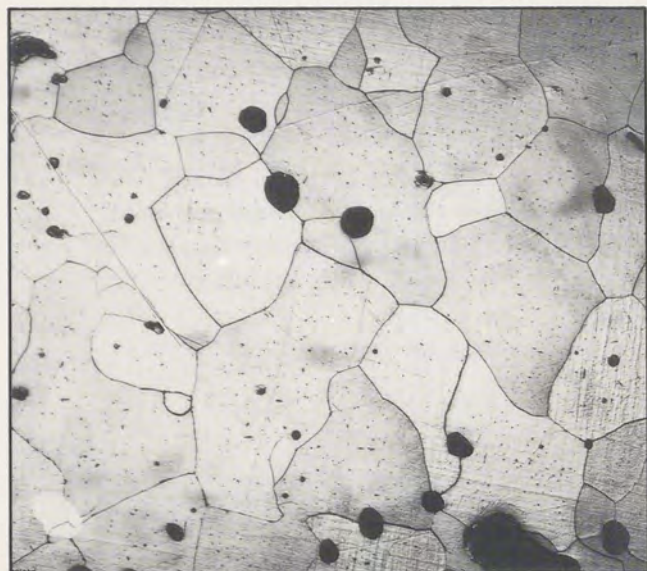
Fig. 1 1 Schéma d'une partie de la section du fond de four étudié (Echelle 1:2). - 2 Zone riche en scorie. - 3 Zone mixte métal + scorie. - 4 Zone riche en métal (2-4 = 200x).



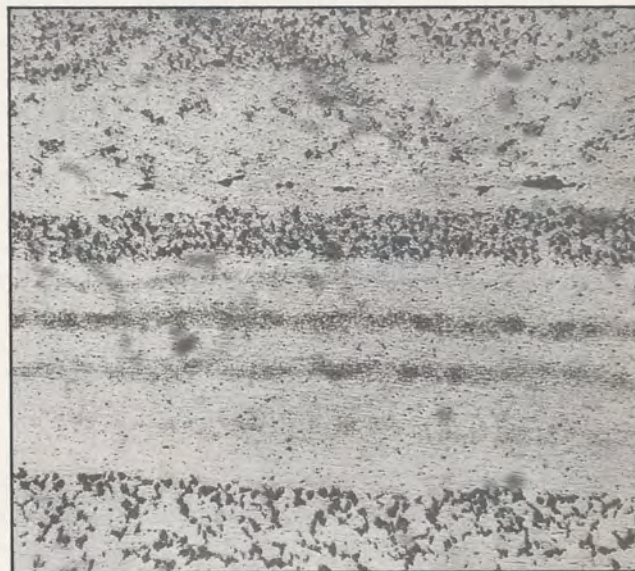
1



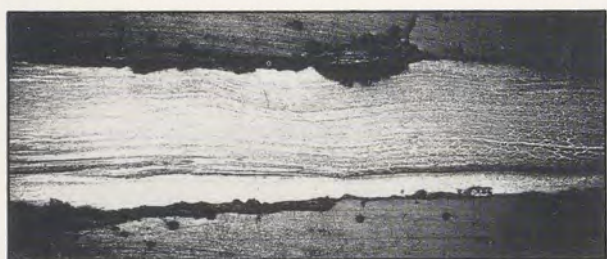
2



3



4



5

Fig. 2 1 Interface métal-scorie dans la zone mixte (750x). – 2 Inclusion dans la partie riche en fer (600x). – 3 Microstructure de la loupe dans la zone riche en fer (75x). – 4 Examen macrographique du clou provenant du site de Saint-Denis (5x). – 5 Microstructure du corps du clou examiné (75x).

Conclusions

Dans la mesure où il peut être admis que la loupe de fer examinée provient d'une opération de réduction s'étant déroulée normalement, les examens effectués montrent que le fer contenu dans cette loupe est de la ferrite pure contenant une fine précipitation de wüstite. La zone scoriacée entourant la loupe de fer est essentiellement constituée de fayalite, leucite et wüstite.

En revanche, les objets métalliques examinés ont généralement une microstructure plus complexe, ferritique et perlitique, traduisant la capacité des forgerons gallo-romains à mettre en œuvre des techniques de carburation et de forgeage très élaborées. Le fait que les zones carburées soient nettement enrichies en éléments ségrévés permet de supposer que les ségrégations observées sont, au moins en partie, la conséquence des différents traitements effectués après l'élaboration, notamment la carburation.

CLAUDE FORRIERES · JEAN-PAUL PETIT

LA METALLURGIE DU FER A BLIESBRUCK, MOSELLE, VICUS GALLO-ROMAIN, DU 1^{ER} AU 3^E SIECLE

Le site de Bliesbruck en Moselle présente de très nombreux vestiges d'une industrie du fer allant du traitement du minerai au forgeage d'objets domestiques et possédant essentiellement un caractère artisanal: toute l'activité est, dans l'état actuel des fouilles, concentrée dans quelques ateliers situés dans un îlot urbain artisanal très rigoureusement construit. On estime que la production de métal réduit devait être de l'ordre de 100 kg par an.

Une étude analytique et critique de chaque étape de la production est proposée.

L'exploitation du minerai

Celui-ci n'a été trouvé qu'à l'état de trace dans les déchets de réduction. Il s'agit des pisolithes d'origine sidérolithique constitués de limonite, de goethite et d'une gangue siliceuse. Il est géologiquement possible d'en trouver à proximité du site mais le gisement n'a pas été identifié à ce jour.

Le grillage du minerai (plus exactement l'élimination de son eau de constitution) n'est pas certain. Un pilon et une pierre plate trouvés à proximité des fourneaux suggèrent un concassage préalable des pisolithes ou des géodes de limonite.

La réduction

Des emplacements de fourneaux de réduction ont été identifiés sur deux niveaux archéologiques (1^{er}, 2^e et début 3^e siècle) ainsi que des vestiges de parois et de tuyères. Il est possible que les fourneaux aient été de types différents aux deux époques (fourneau voûte puis fourneau cheminée?).

Les déchets de réduction, scories, fonds de creusets sont en nombre important sans constituer de véritables ferriers. Leur analyse atteste qu'il s'agit bien de déchets de réduction: les argiles siliceuses contenues dans le minerai donnent des scories de type fayalitique et des scories plus légères, pauvres en fer. Les processus de réduction sont globalement décrits dans le système ternaire (FeO-SiO₂-Al₂O₃). Les autres constituants, CaO, K₂O, TiO₂, étant en plus faible proportion.