

Les premiers objets métalliques ont-ils été fabriqués par des métallurgistes ?

David Bourgarit et Benoît Mille

Résumé Cet article traite de la nature du savoir-faire qui a présidé à la fabrication des premiers objets métalliques en cuivre au début des âges des métaux : invention de procédés spécifiques à ce nouveau matériau qu'est alors le métal, ou simples transferts de technologies d'industries préexistantes, notamment l'industrie lithique ? Pour ce faire, quelques études de cas archéométallurgiques récentes s'intéressant à des contextes d'apparition du métal sont brièvement exposées, en suivant le fil des deux grandes étapes qui conduisent du minerai à l'objet métallique : synthèse et mise en forme du métal. Le résultat est presque univoque. En effet, si certains aspects des procédés, comme la séparation mécanique du cuivre dans la scorie ou l'outillage utilisé pour la mise en forme par martelage s'inscrivent dans la lignée de connaissances déjà acquises, ces activités liées aux premiers métaux, pour la plupart, mettent en lumière un nouveau savoir-faire, spécifique à la métallurgie. C'est le cas du concept même de synthèse chimique à haute température avec, qui plus est, des procédés de réduction des minerais de cuivre sulfurés qui ont probablement exploité plusieurs sources différentes d'oxygène. C'est aussi le cas de la mise en forme par déformation plastique qui tire parti des propriétés physiques spécifiques des métaux et en particulier du cuivre. Cet article montrera enfin de quelle manière une innovation comme la fonte à la cire perdue peut en entraîner une autre : l'élaboration des alliages.

Mots-clés Archéométallurgie, cuivre, métallurgie extractive, formage, alliage.

Abstract **Were the first metallic objects produced by metallurgists?**
The nature of the know-how at the origin of the production of the first metallic objects at the beginning of the Metal Ages, made out of copper, is discussed: invention of new processes specific to the new material, or technological transfer from already existing industries, such as the lithic one? Therefore, recent archaeometallurgical case studies related to contexts of appraisal of metal are briefly described, by following the two main steps leading from the ore to the metallic artefact: synthesis and forming. The results thus obtained are almost univocal. Indeed, while some aspects of the processes such as the copper/slag separation by crushing or the tools used in the forming by hammering may be related to a previous knowledge from other materials, most of the activities dealing with the first metals point out new and specific know-how. This is the case for the concept of high temperature chemical synthesis where moreover smelting of copper sulphides may have been carried out using different sources of oxygen. This is also the case for forming by plastic deformation for which specific physical properties of metals, and particularly copper, have taken advantage of. Finally, it will be shown how an invention like lost-wax casting can lead to another one: alloying.

Keywords Archaeometallurgy, copper, extractive metallurgy, forming, alloy.

Les premiers objets métalliques, en cuivre, qui ont été découverts en Anatolie, sont datés du milieu du 8^e millénaire avant notre ère. Peut-on pour autant situer là les débuts de la métallurgie, c'est-à-dire la mise en place d'un savoir-faire nouveau et spécifique ? Ou s'agit-il alors d'un simple transfert technique issu de pratiques déjà bien établies, comme celles associées aux productions lithiques ?

Deux principales étapes techniques rythment la naissance d'un objet métallique : d'une part la synthèse du métal, quand il n'est pas trouvé à l'état natif, qui fait appel aux savoir-faire de la métallurgie extractive, et d'autre part le travail du métal, depuis l'élaboration éventuelle d'alliages jusqu'à sa mise en forme. En regardant tour à tour chacune de ces deux étapes, à la lumière d'études récentes attachées à des contextes archéologiques de métallurgie naissante,

nous aborderons cette question de la nature des savoirs et du degré de contrôle des premiers procédés liés au métal.

Métallurgie extractive du cuivre

Pendant longtemps, le savoir-faire des débuts de la métallurgie extractive a été considéré comme réduit au strict minimum. Seule l'exploitation de minerais dits simples, à savoir de minerais secondaires (oxydes et carbonates de cuivre) qui plus est très riches, aurait été pratiquée. Il était en effet sous-entendu que des conditions de température et d'oxydoréduction relativement faciles à atteindre dans une structure peu différente des foyers néolithiques à usage culinaire auraient suffi : une température de 900 °C et une pression partielle d'oxygène de l'ordre de 10⁻⁶ atm,



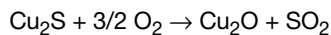
Figure 1 - Nature des minerais de cuivre, sulfures ou oxydes, exploités sur les premiers sites connus de métallurgie extractive.

Les sites sont datés du Chalcolithique ou du début de l'Âge du bronze ancien, soit du milieu du IV^e au milieu du III^e millénaire suivant les régions (d'après [1]).

correspondant à l'équilibre $\text{Cu}/\text{Cu}_2\text{O}$, sont accessibles dans un feu de bois. Or, il est apparu récemment que sur de nombreux sites du début des âges des métaux, des minerais de cuivre polymétalliques à base de sulfures, chimiquement plus complexes à traiter, étaient exploités [1] (figure 1). La complexité du traitement tient à deux aspects : d'une part la désulfuration, et d'autre part la séparation du cuivre des autres éléments par formation d'une scorie. À partir essentiellement de la caractérisation et de l'interprétation physico-chimique des principaux témoins archéologiques, les scories, puis des produits obtenus par reconstructions expérimentales en laboratoire et sur le terrain en conditions proches du réel, il est possible de reconstituer tout ou partie des solutions technologiques mises en place pour affronter cette double complexité. Ont-elles été dès le début spécifiques à un savoir-faire métallurgique ?

Désulfuration : oxygène gazeux ou sous forme d'oxyde ?

À compter de l'Âge du bronze final, soit en Europe occidentale la seconde moitié du II^e millénaire avant notre ère, et jusqu'à l'abandon du charbon comme combustible (XX^e siècle), le procédé exclusif de désulfuration des minerais de cuivre est le grillage, autrement dit une réaction avec le dioxygène gazeux du type :



Le minerai est disposé sur une aire de combustion à ciel ouvert, en une ou peu de couches, bénéficiant ainsi de conditions de température et d'oxydoréduction optimales pour le départ du soufre (500-700 °C, balayage naturel par l'air ambiant). Avec l'apparition des premiers métaux, à la fin du Néolithique et jusqu'au début de l'Âge du bronze ancien, les traces archéologiques directes d'un tel procédé ne sont pas encore attestées. Trois solutions pour introduire l'oxygène dans le système réactionnel ont pour l'heure été envisagées :

- Une étape apparentée au grillage peut prendre place au début de l'opération de réduction proprement dite, laquelle est pratiquée à 1 100-1 200 °C dans de petits réacteurs (figure 2) : avant de rejoindre par gravité le lit de fusion à la

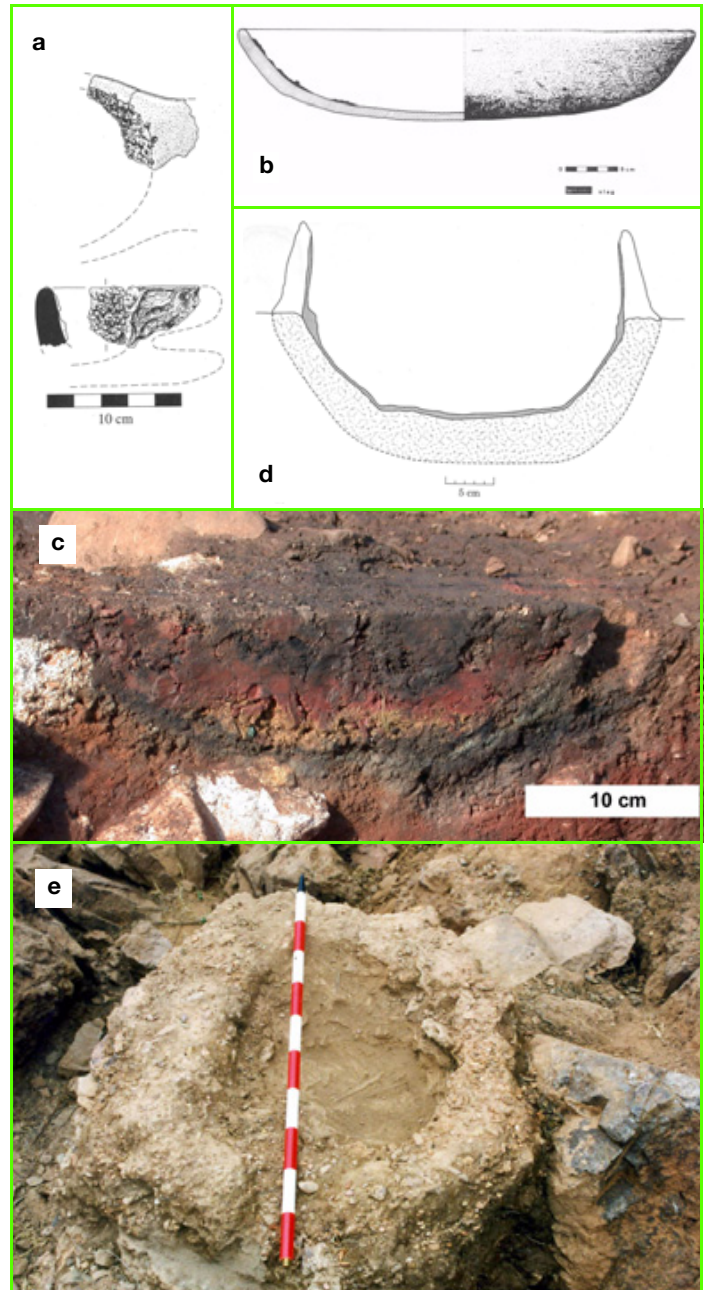


Figure 2 - Diversité des structures de réduction de minerais de cuivre sur divers sites Chalcolithiques (voir carte de la figure 1 pour les sites).

a) Creuset céramique de Wadi Fidan 4 (WF4), © A. Hauptmann ; b) Vase-four de Almizaraque, © I. Montero et A. Taboada ; c) Vue en coupe d'un foyer de La Capitelle du Broum, Hérault, © B. Mille ; d) Restitution d'un four de Shiqmim, © J. Golden ; e) Vue d'un four de Cabezo Jure, © F. Nocete (d'après [1]).

base de la structure, le minerai repose au-dessus de la couche de charbon en contact avec l'air. Tout l'enjeu est de garder la charge dans cette zone aérée le plus longtemps possible, en limitant au maximum l'élévation de température pour éviter la fusion des sulfures (900-1 000 °C). Des prélèvements faits sur des parois de fours archéologiques, qui montrent la présence d'oxydes de cuivre sur les niveaux les plus élevés, pourraient appuyer cette hypothèse [2].

- Des expérimentations grandeur nature menées sur de la chalcopryrite CuFeS_2 ont montré la possibilité d'introduire de l'air et donc de l'oxygène sous forme gazeuse dans le lit de fusion, par brassage (figure 3). Un tel procédé a permis un départ notable de soufre, rendu visible par l'apparition de silicates de fer (voir ci-après) [3].



Figure 3 - Reconstruction expérimentale de réduction de cuivre dans un vase-four montrant le brassage du lit de fusion au moyen d'un bâton. © C2RMF/D. Bourgarit.

• Les oxydes, en particulier de cuivre, peuvent également être des sources d'oxygène, de surcroît bien plus concentrées que l'air. Ce type d'interaction (par ex. : $\text{Cu}_2\text{S} + \text{Cu}_2\text{O} \rightarrow \text{Cu} + \text{SO}_2$), primordiale dans l'étape moderne de conversion de matte (l'étape finale du procédé qui consiste à réduire le sulfure de cuivre, généralement Cu_2S , en métal, voir [4]), a été testée en laboratoire et sur le terrain (voir tableau) : le produit obtenu est très sensible à la proportion initiale d'oxydes. Dans la mesure où pour l'instant rien ne permet de distinguer l'origine de l'oxygène dans la scorie archéologique, il est difficile de statuer sur l'utilisation de cet oxygène « solide », et encore moins sur le degré de maîtrise de la composition en oxydes de la charge. Toutefois, la présence de mélanges naturels de minerais sulfurés et oxydés à proximité de certains sites métallurgiques d'une part, et la grande difficulté technique d'amener de l'oxygène gazeux en quantité suffisante d'autre part, suggèrent fortement qu'un tel procédé a été exploité.

La scorie

Bien séparer le cuivre des autres éléments indésirables, et en particulier du fer (le minerai de cuivre le plus abondant est la chalcoppyrite CuFeS_2) constitue l'autre grande difficulté de la métallurgie extractive des sulfures. La solution la plus fréquente, encore en usage de nos jours, consiste à piéger le fer sous forme de silicates (notamment fayalite Fe_2SiO_4 et/ou clinopyroxènes type augite $\text{Ca}(\text{Fe},\text{Mg})\text{Si}_2\text{O}_6$), composés eutectiques⁽¹⁾ dont la fusion se situe à des températures « raisonnables » (autour de 1 200 °C). Si la séparation chimique est loin d'être maîtrisée au tout début de la

métallurgie (désulfuration incomplète du cuivre et du fer, ou au contraire, trop grande oxydation du cuivre), le gros écueil du procédé réside alors surtout dans la séparation physique. En effet, la « scorie » archéologique que l'on rencontre alors tient plus du conglomérat de minéraux non ou incomplètement fondus (quartz, argile, minerais de cuivre, etc.) dont la cohésion est assurée par des zones passées par l'état liquide (figure 4), que du laitier homogène et peu visqueux des périodes suivantes marquant les premières productions de cuivre en masse [5]. La grande viscosité qui en résulte empêche tout rassemblement du cuivre métallique par gravité à la base du réacteur, et impose un concassage systématique des scories pour récupérer le cuivre prisonnier. La fragmentation très importante des scories archéologiques en témoigne (figure 4). Pour autant, ce concassage ne permet pas de dégager les inclusions de cuivre inframillimétriques : d'importantes quantités résiduelles de cuivre, supérieures à 10 % en masse, sont systématiquement détectées dans la scorie, alors que ces pertes diminuent d'un facteur dix aux périodes suivantes [6-7]. Trois principaux paramètres sont probablement à incriminer :

- Les compositions de scories sont très éloignées des compositions idéales des eutectiques (typiquement celles correspondant à la fayalite Fe_2SiO_4) avec, dans la majorité des cas, un excès significatif de silicium, généralement sous la forme de quartz. En particulier, il semble clair qu'aucun ajout volontaire de ce que l'on nomme un fondant, ici de l'oxyde de fer (hématite), n'était alors pratiqué.

- Les températures atteintes sont probablement insuffisantes, notamment en regard des écarts aux compositions eutectiques optimales, du fait de réacteurs mal isolés thermiquement (figure 2) ainsi que d'une moindre maîtrise des procédés de ventilation. Cependant, les témoins archéologiques *ad hoc* restent rares et difficiles à interpréter.

- Il est également possible que les durées de maintien en température soient insuffisantes, mais là encore, les preuves archéologiques sont difficiles à mettre en lumière. L'altération des parois céramiques est susceptible d'enregistrer ce paramètre temps [8], ce qui pourrait être exploité au moins dans le cas des vases-fours, dans la mesure où ces réacteurs sont à usage unique.

Un quatrième paramètre pourrait être invoqué, sachant que la formation des chaînes silicatées constituant la phase

Tableau - Composés majoritaires dans les produits obtenus par réduction expérimentale de mélanges chalcoppyrite (CuFeS_2)/malachite ($\text{Cu}_2(\text{OH})_2(\text{CO}_3)$) dans un four électrique tubulaire à 1 200 °C.

Deux paramètres sont explorés : (i) la composition du mélange d'oxydes et de sulfures de cuivre (indiqué par le rapport molaire O/S dans le mélange initial) et (ii) la pression partielle d'oxygène du gaz de balayage. $p\text{O}_2$: pression partielle d'oxygène.

$p\text{O}_2$ (-log)	O/S=0	1	2	2,5	3	4	∞
3	Cu-Fe-S	Fe_2SiO_4	Fe_2SiO_4 + Fe_3O_4	Fe_3O_4	CuFeO_2 + Fe_3O_4	CuFeO_2 + Cu_2O	Cu_2O
4			Fe_2SiO_4 + Fe_3O_4		CuFeO_2 + Fe_3O_4	CuFeO_2 + Cu_2O	
7			Fe_2SiO_4 + Fe_3O_4	Fe_3O_4	CuFeO_2 + Fe_3O_4	CuFeO_2 + Cu_2O	
10				Fe_2SiO_4 + Fe_3O_4			

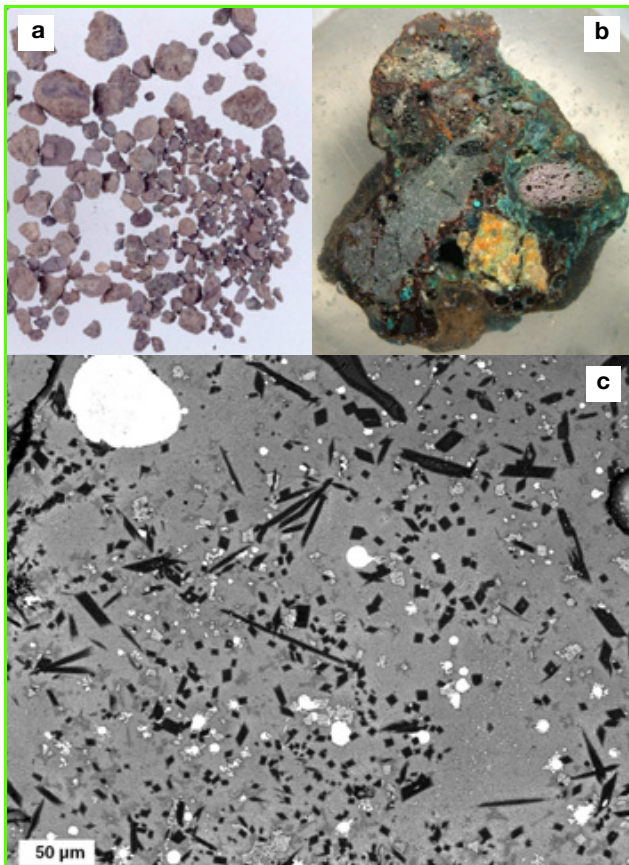


Figure 4 - Exemple de scories typiques du Chalcolithique (La Capitelle du Broum, Hérault) montrant : a) la petite taille des fragments systématiquement exhumés (largeur de l'image 10 cm) ; b) la structure en conglomérat de minerais partiellement fondus (ici quartz et argile) agrégés par une phase passée en totalité par l'état liquide (vue en coupe à la loupe binoculaire, largeur de l'image 2 cm) ; c) la microstructure de la phase fondue où silicates de fer (noir), magnétite (gris) et sulfures de cuivre et/ou cuivre métallique (blanc) décorent une matrice de silicate polymétallique amorphe (micrographie électronique en électrons rétrodiffusés).

© C2RMF/D. Bourgarit.

liquide nécessite que le fer se trouve dans un état d'oxydation adéquat, en l'occurrence Fe(II). Cependant, la récente synthèse des travaux sur le début de la métallurgie extractive [1] a montré, par le seul inventaire qualitatif des composés cristallins à base de fer identifiés dans les scories, une grande variabilité des états d'oxydation du fer, depuis l'idéal « tout Fe(II) » (fayalite) jusqu'à la présence importante et *a priori* néfaste de Fe(III) (magnétite Fe_3O_4 et delafossite CuFeO_2), sans qu'aucune corrélation évidente n'apparaisse avec les quantités de cuivre piégées dans la scorie. À noter que d'après la synthèse bibliographique citée précédemment et nos propres expérimentations (voir *tableau*), la variabilité des conditions redox tient probablement plus à la variabilité des proportions de soufre dans la charge initiale qu'à celle des gaz introduits dans le système, O_2 et $\text{CO} + \text{CO}_2$, d'autant que l'épaisseur de la couche de charbon dans le réacteur, et donc les quantités relatives de CO , CO_2 et O_2 disponibles ont vraisemblablement peu varié.

Mise en forme et élaboration d'alliages

Le formage⁽²⁾ d'un objet métallique est actuellement conduit de différentes manières : fonderie, déformation

plastique, usinage, frittage, etc. Pour ce qui concerne les temps préhistoriques, seules les deux premières de ces techniques ont été mises en œuvre. La fonderie sera la technique de prédilection de l'Âge du bronze [9], mais la question de sa mise au point mérite réflexion. En effet, découvrir que le métal peut être porté à l'état liquide et moulé dans une empreinte, négatif de l'objet à obtenir, ne va pas de soi. Aucun des autres matériaux alors en usage ne se travaille ainsi : pierre, bois, matière dure animale (os, corne, bois de cerf), argile, etc. On comprend alors d'autant mieux qu'au tout début des âges des métaux, on semble plutôt avoir commencé par mettre en forme les métaux par martelage, technique qui a recours à une famille d'outils percutants déjà quotidiennement utilisés par ailleurs (taille de la pierre, extraction de roches, pilage pour les préparations culinaires, etc.). Le formage de ces premiers objets a-t-il nécessité un savoir-faire spécifique au métallurgiste ?

Mise en forme par déformation plastique de perles en cuivre datées de la fin du Néolithique en France

Les objets métalliques alors produits sont très petits ; ils ne pèsent que quelques grammes et se rapportent essentiellement au domaine de la parure (pendeloques, et surtout perles). Nous prendrons ici l'exemple de la fabrication des perles. Certaines sont d'une conception très simple : il s'agit d'une bandelette de cuivre relativement épaisse (1 à 2 mm), enroulée autour d'un axe de section circulaire (*figure 5A*). Cependant, pour leur grande majorité,

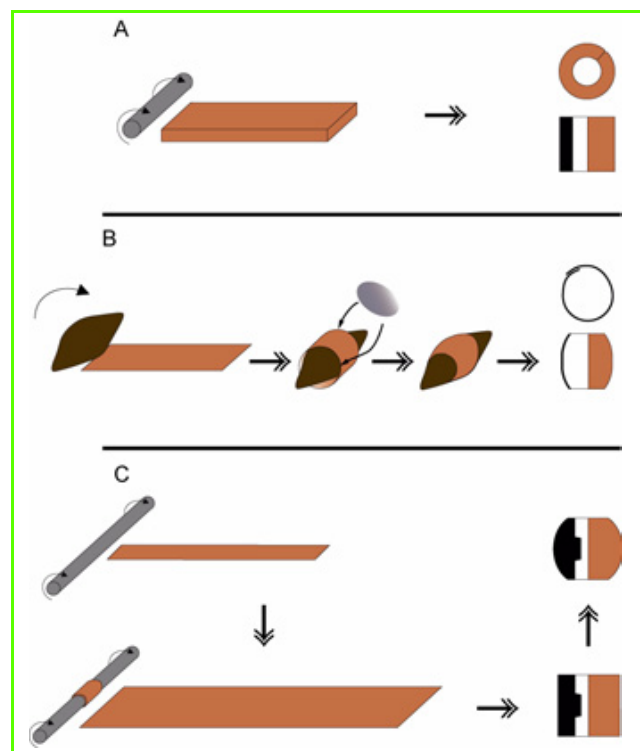


Figure 5 - Quelques exemples de formage de perles néolithiques en cuivre.

A) Perle cylindrique de Seeberg (Suisse) ; B) Perle en tonnelet de Vignely (Seine-et-Marne). La tôle est roulée autour d'une contre-forme en bois, les bords sont rabattus, la contre-forme est éliminée en passant la perle au feu ; C) Perle en tonnelet à canal central rétréci d'Artenac (Charente). Une bandelette de cuivre étroite est enroulée autour d'un axe, puis une seconde, plus large, sur la précédente ; enfin, un recuit prolongé permet l'autosoudure des différentes épaisseurs, les finitions lui donnent sa forme définitive. © C2RMF/B. Mille.



Figure 6 - Squelette d'un enfant inhumé dans la sépulture collective de Vignely (Seine-et-Marne) datée de la deuxième moitié du IV^e millénaire avant notre ère. Il porte au cou un collier de neuf perles en cuivre et une turrítelle⁽⁶⁾ perforée (d'après [10]).
© INRAP/Y. Lanchon.

les perles en cuivre sont de morphologie plus complexe, la forme la plus courante étant celle d'un tonnelet.

Datées entre le XXXIV^e et le XXXII^e siècle avant notre ère, les perles en tonnelet du collier de Vignely (Seine-et-Marne) (figure 6) en sont un bon exemple [10]. Elles se classent parmi les plus anciens objets métalliques connus sur le sol de France. Les perles ne pèsent pas plus de 3 grammes chacune, et pour cause : la tôle de cuivre ne mesure que 0,3 mm d'épaisseur ! Pour arriver à un tel résultat, la fabrication de la tôle a été conduite selon un protocole élaboré, encore en usage aujourd'hui chez les artisans dinandiers⁽³⁾, c'est-à-dire par passes alternées de martelage et de recuit de recristallisation. De plus, la tôle ainsi obtenue a ensuite été enroulée autour d'une contre-forme, seule manière de lui donner cette forme de tonnelet (figure 5B).

La sépulture collective d'Artenac à Saint-Mary (Charente) a également livré des perles en tonnelet. Toutefois, le profil interne de certaines de ces perles est si particulier (figure 5C), qu'on a longtemps cru qu'elles étaient fabriquées par fonderie. Une étude technologique récente vient cependant de démontrer le contraire [11] : la microstructure recristallisée qui est observée n'est pas compatible avec l'hypothèse d'une perle coulée (figure 7), et il a ainsi été

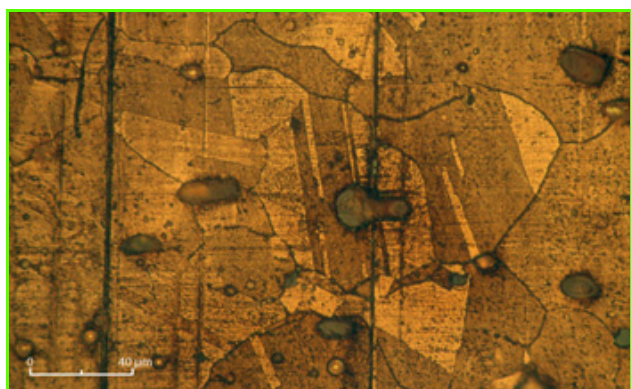


Figure 7 - Coupe métallographique tangentielle d'une grande perle à canal central rétréci découverte à Artenac (Charente).

On remarque notamment les nombreuses macles de recristallisation, le métal a donc subi une ou plusieurs passes de déformation plastique/recuit de recristallisation. Les grains recristallisés sont relativement gros et certains joints de grain sont sinueux, signe que le recuit a été prolongé et a provoqué la coalescence des grains (d'après [11]). © C2RMF/B. Mille.

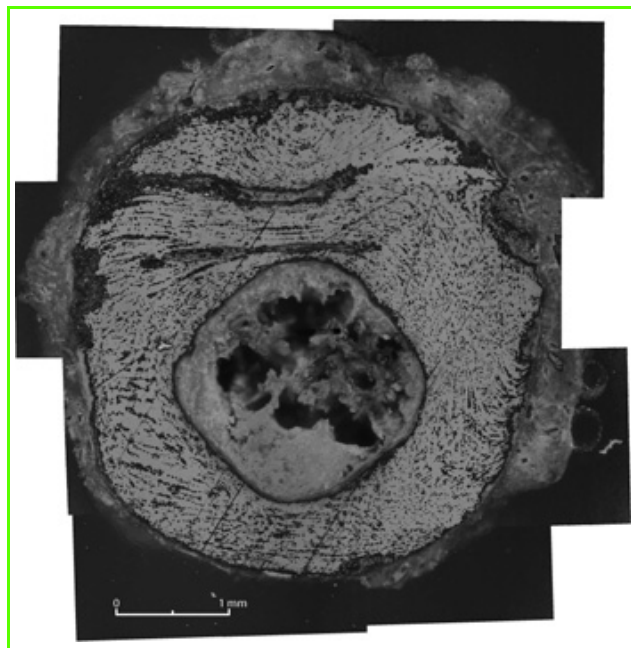


Figure 8 - Coupe métallographique transversale d'une petite perle découverte à Artenac.

Les inclusions présentes dans le cuivre (oxydes de cuivre) s'alignent suivant des orientations qui indiquent l'enroulement d'une feuille de métal sur plusieurs spires. Les deux fissures visibles correspondent très probablement à une zone de soudure incomplète des spires entre elles (d'après [11]).
© C2RMF/B. Mille.

envisagé une mise en forme à partir de tôles enroulées sur plusieurs tours (figure 5C). Il semblerait que l'on ait ensuite réussi à souder les spires entre elles par un recuit prolongé. La maîtrise de ce procédé d'autosoudure du cuivre a pu être directement observée sur la coupe transversale d'une plus petite perle, elle aussi découverte à Artenac (figure 8).

Avec ces perles en forme de tonnelet, on est donc bien loin de procédés de mise en forme directement adaptés de savoir-faire plus ancien. Par la voie d'une démarche certainement expérimentale (essai/erreur ?), quelques caractéristiques physiques essentielles du matériau métallique ont été découvertes. On a ainsi reconnu que le cuivre se caractérise par un très large domaine plastique, qui autorise de forts taux de réduction d'épaisseur, les limites de la déformation plastique sont identifiées (écrouissage⁽⁴⁾ conduisant à la rupture), tout comme le moyen de contourner ces limites (le recuit de recristallisation). Enfin, plus surprenant encore, la soudabilité des métaux est exploitée, explorant une voie étonnamment proche des traitements thermiques aujourd'hui appliqués pour le frittage des métaux en phase solide par des mécanismes d'autodiffusion [12].

L'invention de la fonte à la cire perdue et des alliages au Pakistan

Exhumés sur le site de Mehrgarh, les plus anciens objets métalliques découverts au Pakistan remontent au VII^e millénaire av. J.-C. Ces objets ne dérogent pas à la règle énoncée précédemment, il s'agit encore une fois de petites perles constituées à partir de bandelettes de tôle martelée et roulée [13]. En revanche, les niveaux chalcolithiques du V^e millénaire à Mehrgarh ont livré quelques petites amulettes en forme de rouelle, dont l'étude technologique a montré qu'elles étaient fabriquées par un procédé de fonte à la cire perdue [14] (figure 9) : l'anneau et les rayons ont été modelés



Figure 9 - Rouelle découverte dans les niveaux chalcolithiques du site de Mehrgarh (Pakistan), vue de la face (gauche) et du revers (droite). Rayons et anneau ont été modelés à partir d'un colombin de cire ; les rayons sont joints par écrasement au centre et reposent sur l'anneau périphérique (d'après [14]). © C2RMF/B. Mille.

et assemblés en cire, ce modèle en cire a ensuite été enrobé dans un moule réfractaire que l'on a chauffé pour évacuer la cire, enfin le métal porté en fusion a été coulé à la place de la cire. L'examen métallographique a confirmé qu'il s'agissait bien d'un objet obtenu par fonderie (microstructure dendritique). Cette découverte est tout à fait exceptionnelle puisqu'il s'agit de la plus ancienne attestation au monde de cette technique. À partir de cette période, et ce jusqu'à la fin de la brillante civilisation de l'Indus (début du II^e millénaire av. J.-C.), l'ensemble de la région se distinguera ainsi par la qualité de ses fontes à la cire perdue, et le procédé connaîtra de multiples innovations (en particulier la fonte en creux sur noyau), conduisant à la fabrication d'objets tout à fait spectaculaires tel le « Poids aux Léopards » (figure 10) [14-15].



Figure 10 - « Poids aux Léopards » découvert dans une sépulture de la fin du IV^e/début du III^e millénaire av. J.-C. sur le site de Shahi-Tump (Pakistan).

Une coque ajourée en cuivre au plomb a été coulée à la cire perdue, remplie de plomb, et décorée d'une mosaïque de coquillages représentant un léopard chassant un ibex⁽⁷⁾ (16,5 cm de hauteur, 13 kg).

© Mission Archéologique Française au Makran/R. Besenval.

La mise au point de cette nouvelle technique de formage à la cire perdue a entraîné une autre invention : l'élaboration des alliages. En effet, tous les objets issus de ce procédé sont composés de cuivre au plomb, et l'ajout de plomb semble avoir été très contrôlé : sa teneur est toujours supérieure à 10 % en masse et peut atteindre 30 %. Pour les objets mis en forme par d'autres techniques, essentiellement des fontes assez massives effectuées à l'aide de moules à pièces, le métal utilisé est un cuivre souvent légèrement arsénié. Si l'on peut aussi qualifier ce cuivre arsénié d'alliage, au sens où la teneur en arsenic peut effectivement être suffisante pour modifier ses propriétés (dureté, couleur...), il ne s'agit certainement pas d'un ajout volontaire. Cet arsenic est en effet souvent présent en proportions faibles et variables (entre 0 et 5 %) et son addition n'est de toute évidence pas contrôlée comme dans le cas du cuivre au plomb : tout porte à croire qu'il provient d'un minerai de cuivre naturellement riche en arsenic. Ce cuivre, plus ou moins arsénié, ne devait donc pas répondre au « cahier des charges » imposé par la fonte à la cire perdue. Ce « cahier des charges », quel est-il ? Le métal recherché sera celui qui offrira une bonne coulabilité et une bonne mouillabilité (le métal doit correctement mouiller la surface du moule afin d'en épouser tous les détails). À notre connaissance, l'étude de ces deux propriétés n'a jamais été effectuée pour les cuivres au plomb et les cuivres arséniés. Il est en revanche certain que les qualités du cuivre au plomb, de ce point de vue, sont nettement supérieures à celle du cuivre non allié, dont la forte viscosité à l'état liquide est bien connue [16]. Et c'est probablement à cause de la difficulté de contrôler la teneur en arsenic dans le cuivre que l'on a eu recours au cuivre au plomb, sachant que la synthèse du plomb était alors maîtrisée. Ajoutons enfin à cet alliage de cuivre et de plomb une dernière qualité pour un usage en fonte à la cire perdue, son très grand intervalle de solidification : *liquidus* et *solidus*⁽⁵⁾ sont séparés de plus de 600 °C, ce qui autorise une vitesse de solidification très lente et laisse donc tout le temps au métal de bien épouser le moule.

Conclusion

Le savoir-faire lié aux toute premières productions métalliques témoigne pour la plupart des procédés d'une réelle spécificité « métallurgique », avec toutefois des degrés très divers. D'un côté, il est fait recours à des procédés plus ou moins directement adaptés de techniques plus anciennes. Il en est ainsi de la récupération du cuivre métallique dans la scorie par concassage, qui relève fortement de la minéralurgie. C'est aussi le cas pour les procédés de mise en forme du métal, où le martelage détourne des outils mis au point pour d'autres matériaux déjà bien domestiqués (bois, pierre, etc.). De l'autre côté, on assiste à de véritables innovations technologiques. Au-delà de l'apparition du concept même de synthèse à haute température, diverses voies chimiques sont d'ores et déjà explorées pour réduire les minerais de cuivre et en particulier les sulfures polymétalliques. De plus, des propriétés spécifiques au métal sont largement exploitées pour le formage : plasticité, régénérescence des propriétés mécaniques par traitement thermique, et même autosoudure. Enfin, il est extrêmement intéressant de constater comment la naissance d'une nouvelle technique de mise en forme – la fonte à la cire perdue – déclenche une autre innovation essentielle en métallurgie : l'élaboration des alliages.

Ceci étant, le degré de spécificité du savoir-faire lié aux premiers métaux varie aussi et surtout avec les sociétés humaines qui les abritent, à l'image du décalage temporel très variable séparant les premières synthèses de métal des premiers objets métalliques. Ainsi par exemple en Anatolie, les premières traces avérées de métallurgie extractive n'apparaissent qu'au milieu du V^e millénaire, soit 3 000 ans après les premiers objets (dont les signatures chimiques peuvent être apparentées à celle de cuivre natif [17]). A *contrario*, dans le midi de la France, les études récentes montrent une coïncidence chronologique et même chimique des premiers objets en cuivre et des premiers témoins d'extraction connus, vers la fin du IV^e millénaire [6, 10, 18]. Car bien évidemment, la perception qu'aura une société du métal et des objets qui s'y rapportent peut grandement varier, aux tout débuts en particulier, ce qui aura une influence déterminante sur les moyens à mettre en œuvre pour maîtriser ce matériau.

Notes et références

- (1) *Eutectique* : mélange de deux corps purs qui fond et se solidifie à température constante, contrairement aux mélanges habituels. Il se comporte en fait comme un corps pur du point de vue de la fusion. C'est aussi le point du diagramme de phase (mélange avec une proportion donnée) pour lequel le mélange est à sa température minimale en phase liquide. Cette température est propre à chaque mélange.
- (2) *Formage* : opération qui donne sa forme à un objet manufacturé.
- (3) *Dinandier* : fabricant de vaisselle de cuivre martelé.
- (4) *Écrouissage* : durcissement du métal sous l'effet d'une déformation.
- (5) Pour un matériau affecté par un processus de fusion ou de cristallisation, le *liquidus* d'un diagramme de phase sépare le domaine où le matériau est totalement fondu du domaine où coexistent un liquide et un solide. À température croissante, croiser le liquidus revient à fondre totalement ; à température décroissante, cela revient à débiter une cristallisation partielle. De même le *solidus* d'un diagramme de phase sépare le domaine où n'existe que du solide de celui où coexistent solide et liquide. À température croissante, croiser le solidus revient à débiter une fusion partielle ; à température décroissante, cela revient à une solidification totale.
- (6) *Turritelle* : gastéropode à coquille allongée et pointue.
- (7) *Ibex* : chèvre sauvage.
- [1] Bourgarit D., Chalcolithic copper smelting, *Metals and Mines*, S. La Niece, D. Hook, P.T. Craddock (eds), Archetype Publications, Londres, sous presse.
- [2] Moesta H., Schlick G., The furnace of Mitterberg, an oxidizing Bronze Age copper process, *Bulletin of the Metals Museum*, **1990**, 14, p. 5.
- [3] Bourgarit D., Mille B., Burens A., Carozza L., Smelting of chalcopyrite during chalcolithic times: some have done it in ceramic pots as vase-furnaces; H. Kars, E. Burke (eds), *33rd International symposium on archaeometry*, Amsterdam, Vrije Universiteit, **2002**, p. 297.
- [4] *Extractive Metallurgy of Copper*, 4th ed., W.G. Davenport, M. King, M. Schlesinger, A.K. Biswas (eds), Elsevier, Oxford, **2002**.
- [5] Rostan P., Bourgarit D., Burger E., Carozza L., Mille B., Artioli G., The beginning of copper mass production in the southern part of western Alps: the St Véran mining area reconsidered (Hautes Alpes, France), *Historical Metallurgy*, 41(2), **2007**, à paraître.
- [6] Bourgarit D., Mille B., Burens A., Carozza L., L'évolution des premières métallurgies extractives du cuivre, *Techné*, **2003**, 18, p. 7.
- [7] Hauptmann A., *Zur frühen Metallurgie des Kupfers in Fenan/Jordanien*, Deutsches Bergbau Museum, Bochum, **2000**.
- [8] Tite M.S., Hughes M.J., Freestone I.C., Meeks N.D., Bimson M., Technological characterisation of refractory ceramics from Timna, *The Ancient Metallurgy of Copper*, B. Rothenberg (ed.), Institut of Archaeology, Londres, **1990**, p. 158.
- [9] Veber C., Mille B., Pernot M., Le dépôt de Vaudrevange: études techniques et éléments d'interprétation, *Antiquités Nationales*, tome 37, p. 1-33, **2007**.
- [10] Mille B., Bouquet L., Le métal au troisième millénaire dans le Centre Nord de la France, *Praehistoricae et Anthropologica*, **2004**, 115, p. 197.
- [11] Mille B., Se parer de métal : étude du mobilier métallique de la grotte sépulcrale d'Artenac à Saint-Mary (Charente), *La grotte d'Artenac*, G. Bailloud, C. Burnez, H. Duday, C. Louboutin (dir.), à paraître.
- [12] Exner H.E., Arzt E., Sintering processes, *Physical Metallurgy*, R.W. Cahn, P. Haasen (eds), 3th ed., North Holland Physics Publ., Elsevier, **1992**, p. 1885.
- [13] Moulherat C., Tengbert M., Hacquet J.-F., Mille B., First evidence of cotton at Neolithic Mehrgarh, Pakistan, Analysis of mineralized fibres from a copper bead, *Journal of Archaeological Sciences*, **2002**, 29, p. 1393.
- [14] Mille B., On the origin of lost-wax casting and alloying in the Indo-Iranian world, *Beginning of the Use of Metals and Alloys* (BUMA VI), Pékin, à paraître.
- [15] Mille B., Bourgarit D., Besenval R., Metallurgical study of the "Leopards Weight" from Shahi-Tump (Pakistan), *South Asian Archaeology*, C. Jarrige, V. Lefèvre (eds), 2001, vol. 1, Editions Recherches sur les Civilisations, Paris, **2005**, p. 237.
- [16] Arnaud D., Fonderie et moulage des alliages de cuivre, *Techniques de l'Ingénieur, Mise en Forme et Fonderie*, **1989**, vol. MC3, p. M800.
- [17] Pernicka: trace element fingerprinting of ancient copper: a guide to technology or provenance?, *Metals in Antiquity*, S.M.M. Young, P.A.M. Pollard, P. Budd, R.A. Ixer (eds), *BAR International series 792*, Archaeopress, Oxford, **1999**, p. 163.
- [18] Carozza L., Mille B., Chalcolithique et complexification sociale : quelle place pour le métal dans la définition du processus de mutation des sociétés de la fin du Néolithique en France ?, *Chalcolithique et complexification sociale, séminaires du collège de France*, J. Guilaine (ed.), Errance, **2007**, p. 195.



D. Bourgarit

David Bourgarit

est ingénieur de recherche au Ministère de la Culture et responsable du Groupe Métal au C2RMF*.

Benoît Mille

est ingénieur d'étude au Ministère de la Culture et chargé d'études métallurgiques au C2RMF*.



B. Mille

* Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France (C2RMF), 14 quai François Mitterrand, 75001 Paris.
Courriels : david.bourgarit@culture.gouv.fr, benoit.mille@culture.gouv.fr



Itinéraires de chimistes

1857-2007

150 ans de chimie en France avec les présidents de la SFC

L. Lestel (coord.)

600 p., 39 €

EDP Sciences

Parution : novembre 2007

Quatre-vingt huit présidents se sont succédés à la tête de la SFC qui fête ses 150 ans cette année. Cet ouvrage décrit ce parcours historique jalonné de découvertes fondamentales, de parcours exceptionnels, de travaux et d'intuitions remarquables, et rend hommage à la chimie française qui s'est particulièrement illustrée au plan international.