Une approche croisée de l'approvisionnement en fer de l'habitat du premier âge du Fer de Vix « Mont Lassois » (Côte-d'Or)

Marion BERRANGER(1), Marianne SENN(2), Ariane BALLMER(3), Michael BRAUNS(4), Philippe DILLMANN(5), Enrique VEGA(6), Philippe DELLA CASA(7), Katharina SCHÄPPI(8), Bruno CHAUME(9)

(1) IRAMAT UMR7065 CNRS
(2) Chercheuse retraitée, Suisse
(3) Chercheuse indépendante, Suisse
(4) CEZA - GmbH, Allemagne
(5) IRAMAT UMR7065 CNRS et NIMBE UMR3685 CEA/CNRS
(6) IRAMAT UMR7065 CNRS et NIMBE UMR3685 CEA/CNRS
(7) University of Zurich, Department of Archaeology, Suisse
(8) Department of Archaeology of the Canton of Schaffhausen, Suisse
(9) UMR6298 Artehis -CNRS, Université de Bourgogne

DOI : https ://doi.org/10.17184/eac.9896

Résumé : La mise au jour d'une série de demi-produits bipyramidés sur l'habitat fortifié hallstattien du Mont Lassois à Vix a conduit à la réalisation de plusieurs approches analytiques afin d'étudier la nature des matériaux et de tenter de restituer les réseaux d'échanges en fer. Onze objets ont été étudiés en croisant analyses macroscopiques, métallographie, analyses chimiques dans le métal et des inclusions de scories, analyses isotopiques de l'osmium. Les résultats permettent de restituer une grande diversité des approvisionnements, révélant des liens avec de multiples zones de production et l'intégration à des réseaux d'échanges ramifiés.

Abstract: A set of bipyramidal semi-products has been discovered at the Early Iron Age fortified settlement of Mont Lassois, Vix, which underwent several types of analyses in order to study the quality of the materials as well as to attempt to reconstruct possible iron exchange networks. Eleven objects were studied, combining macroscopic analysis, metallography, chemical analysis of metal and slag inclusions, and osmium analysis. The results show a great diversity of supplies, revealing links with multiple production zones and allow the integration of the finds into extensive trade networks.

1 Introduction

Au cours du premier âge du fer, alors que seules de faibles masses de métal sont conservées au sein des habitats (Dubreucq 2013), des demi-produits, principalement bipyramidés, nous sont parvenus sous forme d'exemplaires massifs pouvant peser plusieurs kilogrammes (Berranger 2014). Ils constituent des témoins particulièrement représentatifs de la nature du métal produit et des réseaux d'échanges.

Pour la période du Ha D2–D3, le site fortifié du Mont Lassois, à Vix (Côte d'Or - France) livre un ensemble exceptionnel de plusieurs dizaines de demi-produits en fer. Pour mieux comprendre l'approvisionnement de ce site, une sélection de ces objets a été étudiée par des méthodes archéométriques. L'originalité de l'approche adoptée ici est de proposer le croisement de plusieurs méthodes de caractérisation : macroscopie, métallographie, analyses chimiques du métal et des inclusions de scories, analyses isotopiques de l'osmium dans le métal.

2 Contexte archéologique et datations

Tous les objets étudiés proviennent du secteur du Champ du Fossé sur la pente ouest du Mont Lassois. Une première série de bipyramidés a été trouvée par R. Joffroy dans les années 1950 et 1970 (Joffroy 1960, p. 101-102, pl. 33 n° 19-20 ; Chaume 2001, p. 64, 67, fig. 66 n° 1, n° 2, 68, 562, fig. 74, n° 1232-1234, 80). Leur nombre initial est inconnu, aujourd'hui cinq sont conservés, dont une barre bipyramidale complète et deux fragments (échantillons A, B et C). Alors que les contextes stratigraphiques spécifiques sont inconnus, les fouilles de R. Joffroy ont livré principalement des objets du Hallstatt final et de La Tène (Chaume 2001, p. 64, 68 ; voir aussi Ballmer *et al.* 2022). La barre bipyramidale A a été datée par analyses radiocarbone sur le plateau du Hallstatt (Berranger *et al.* 2019).

Une autre série d'objets provient des fouilles récentes (2009-2014) de l'Université de Zurich. Une barre bipyramidale complète D provient ainsi du remblai (US 48.5) du fossé extérieur du rempart, qui est daté du Hallstatt final ou de La Tène, sans plus de précision (Ballmer *et al.* 2022, p. 69-70, 115-116). Quatre ou cinq fragments de barres font partie du dépôt du Hallstatt final 'Fait 41' (exemplaires E, F, G, H) (*ibid.*, p. 55-56, 150-151). Un fragment angulaire I provient d'un dépôt daté du Hallstatt final, creusé dans le rempart, qui a livré différents types d'artefacts (*ibid.*, p. 152-153 ; objet I inédit).

L'US 7.1 correspond à un niveau d'empierrement établi à La Tène sur la fortification abandonnée au Hallstatt. Les objets en provenant ont été interprétés comme les vestiges de cérémonies rituelles de LT C (*ibid.*, p. 85-88, 154-157). Deux demi-produits en proviennent et l'un d'entre eux a été analysé (objet J inédit).

Le fragment K, qui s'est avéré appartenir à un burin, a été trouvé dans un dépôt formé par l'érosion et qui contenait de nombreux objets, recouvrant les vestiges de la dernière occupation Hallstatt au Champ Fossé (US 8.1 ; objet K inédit). Les artefacts en provenant peuvent être datés de différentes périodes, il n'est donc pas possible de proposer une datation pour cet objet.

Published in : BERRANGER, Marion ; SARAH, Guillaume ; TÉREYGEOL, Florian (dir.), *Paléométallurgie, archéométrie et archéologie. Recueil en hommage à Philippe Fluzin*, Editions des archives contemporaines, ISBN : 9782813005984, doi : 10.17184/eac.9782813005984

3 Méthodologies

Les objets ont été soumis à plusieurs types d'analyses dont les méthodologies ont déjà été publiées de manière détaillée. Nous renvoyons donc à ces dernières pour plus de précisions. La répartition des inclusions et la microstructure du métal ont été déterminées au microscope métallographique selon la méthodologie publiée par Ph. Fluzin in Mangin 2004 et ont été réalisées au LMC-IRAMAT à l'UTBM. Des analyses chimiques des inclusions de scories piégées dans la matrice métallique ont été menées afin d'établir leur origine suivant le protocole publié dans Disser *et al.* 2017 et 2020. L'analyse au microscope électronique à balayage, couplé avec un spectromètre dispersif en énergie permet de déterminer les constituants majeurs, et d'identifier les inclusions issues directement de l'étape de réduction. Afin d'obtenir les dosages des éléments traces (principalement les terres rares), 15 inclusions par masse de métal ont été analysées par spectrométrie de masse à plasma inductif par ablation laser (LA-ICP-MS). Ces analyses ont été effectuées au LAPA-IRAMAT au CEA de Saclay et au CEB-IRAMAT à Orléans. En vue de leur traitement statistique, les données sont transformées et normalisées en rapports logarithmiques du type xij selon la procédure détaillée dans Leroy *et al.* 2012. Les éléments pris en compte sont : Ce, Eu, Gd, Hf, La, Nb, Nd, Pr, Sm, Tb, Th, U, Y et Yb. Le tri des inclusions par classes de composition se fait à travers une approche statistique éprouvée Disser *et al.* 2017. Ainsi, une analyse en composante principale (ACP) a été réalisée dans un premier temps, puis dans un deuxième temps une classification ascendante hiérarchique (CAH) a été réalisée sur les coordonnées de l'ACP.

L'analyse chimique de la matrice métallique a également été réalisée par LA-ICP-MS suivant le protocole décrit dans Devos *et al.* 2000 à l'Empa Dübendorf en Suisse dans le laboratoire Advanced Analytical Technologies. Cette étude a montré que le rapport entre les éléments sidérophiles Co/Ni et Cu/As tend à être distribué de manière homogène dans le métal (Senn *et al.* 2010). Trois à cinq points d'analyse ont été effectués par feuille de métal.

Enfin, l'analyse isotopique de l'osmium, comme autre méthode pour tracer la provenance du métal, a été réalisée au Curt-Engelhorn Zentrum für Archäometrie à Mannheim (Allemagne) selon la méthodologie décrite dans Brauns *et al.* 2013. Les résultats de l'approche sur les isotopes de l'Osmium permettent de comparer les artefacts et les zones de production.

4 Résultats : macroscopie et métallographie

La description morphologique de l'ensemble des semi-produits récemment découverts au Mont Lassois se trouve dans Ballmer *et al.* 2022, et, pour les barres provenant de la fouille de Joffroy, dans Chaume 2001. Parmi ce corpus de 21 barres de fer, 11 ont été analysées (tabl. 1). Deux semi-produits (A et D) sont des barres bipyramidales complètes. Ils se caractérisent par des extrémités courtes et une section carrée, ce qui permet de les attribuer au type BSC1 (Berranger 2014). L'attribution typologique des fragments est plus complexe, en raison de leur petite taille, mais la plupart d'entre eux semblent appartenir au type court (BSC). I et J sont plus probablement des fragments d'autres types de semi-produits, de forme plate.

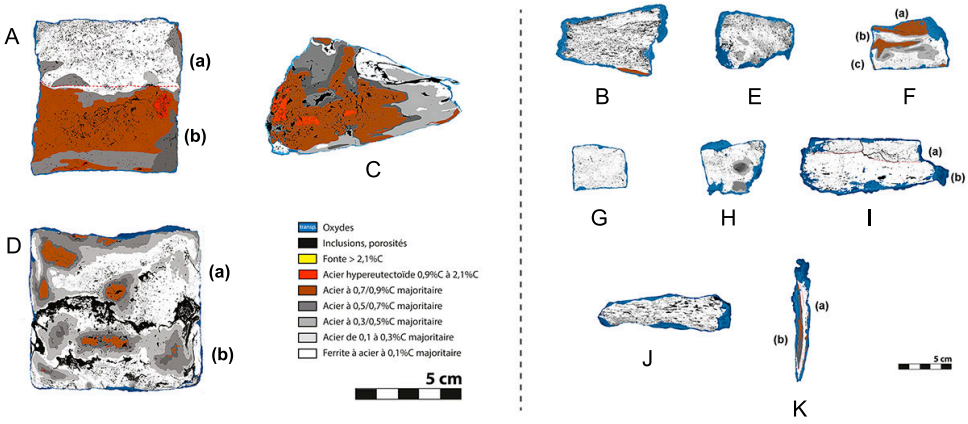
Published in : BERRANGER, Marion ; SARAH, Guillaume ; TÉREYGEOL, Florian (dir.), *Paléométallurgie, archéométrie et archéologie. Recueil en hommage à Philippe Fluzin*, Editions des archives contemporaines, ISBN : 9782813005984, doi : 10.17184/eac.9782813005984

Tab. 1 : Inventaire des objets étudiés.
Met : métallographie / **ICP Si** : analyses chimiques inclusionnaires / **ICP MET** : analyses chimiques dans le métal / **Osmium** : isotope de l'osmium

N° inventaire	Code dans la présente publication	Type d'objet	Commentaire	Masse (g)	Datation relative des contextes de découverte	Type	Contexte de découverte	Analyses	Bibliographie
D-59-16	**A (a) and (b)**	Barre bipyramidée	2 masses de métal (a) et (b)	5350	Ha D2/D3	BSC1	Inconnu (fouilles 1950)	Met * ICP Si * ICP Metal *C14 * Osmium	France-Lanord 1963, Chaume 2001, Berranger 2014, , Dillmann et al. 2017
971-6-1	**B**	Fragment de barre bipyramidée		62	?	BSC	Inconnu (fouilles 1950)	Met * ICP Si * ICP Metal	Chaume 2001, Berranger 2014
947-377-1	**C**	Fragment de barre bipyramidée		1120	Ha D2/D3 ?	BSC1	Inconnu (fouilles 1950)	Met * ICP Si * ICP Metal * Osmium	Chaume 2001, Berranger 2014
CF.2014.F.048.005.002	**D (a) and (b)**	Barre bipyramidée	2 masses de métal (a) et (b)	3400	post-Ha; probablement LT	BSC1	Remplissage de fossé (US 48.5)	Met * ICP Si * ICP Metal * Osmium	Ballmer et al. 2022, no. 149
CF.2010.C.041.001.008.A	**E**	Extrémité de barre bipyramidée ?		47	Ha D2/D3	BSC1	Dépôt (Fait 41)	Met * ICP Si * ICP Metal * Osmium	Ballmer et al. 2022, no. 150
CF.2010.C.041.001.008.B	**F (a), (b) and (c)**	Extrémité de barre bipyramidée ? Plus probablement un outil	2 masses de métal (a) et (b) et (c)	45	Ha D2/D3	BSC	Dépôt (Fait 41)	Met * ICP Si * ICP Metal	Ballmer et al. 2022, no. 152
CF.2010.C.041.001.008.C	**G**	Extrémité de barre bipyramidée ?		28	Ha D2/D3	BSC	Dépôt (Fait 41)	Met * ICP Si * ICP Metal * Osmium	Ballmer et al. 2022, no. 151
CF.2010.C.041.001.021	**H**	Extrémité tranchée d'un demi-produit		38	Ha D2/D3	?	Dépôt (Fait 41)	Met * ICP Si * ICP Metal * Osmium	Ballmer et al. 2022, no. 154
CF.2012.H.069.016.001	**I (a) and (b)**	Demi-produit	2 masses de métal (a) et (b)	123	Ha D2/D3	?	Dépôt (Fait 69)	Met * ICP Si * ICP Metal	inédit
CF.2012.H.007.001.021	**J**	Demi-produit		123	LT C	–	Empierrement (US 7.1)	Met * ICP Si * ICP Metal	inédit
CF.2012.B.008.001.002	**K (a) et (b)**	Burin	2 masses de métal (a) et (b)	15	inconnue; Ha ou LT ?	–	Couche d'érosion (US 8.1)	Met * ICP Si * ICP Metal	inédit

Published in : BERRANGER, Marion ; SARAH, Guillaume ; TÉREYGEOL, Florian (dir.), *Paléométallurgie, archéométrie et archéologie. Recueil en hommage à Philippe Fluzin*, Editions des archives contemporaines, ISBN : 9782813005984, doi : 10.17184/eac.9782813005984

La proportion d'inclusions dans le métal est très variable parmi les produits semi-finis (Figure 1). Deux groupes peuvent être reconnus, l'un avec une qualité inclusionnaire « bonne » variant entre 5 et 10 %, et un autre groupe « médiocre » avec plus de 15 % d'inclusions. Ce groupe comprend des objets épais de petite taille. Pour les éléments les plus massifs, on observe un gradient d'épuration des extrémités vers la partie centrale. Des soudures périphériques ont également été observées. Les porosités peuvent être nombreuses, en particulier dans les pièces les plus grandes. Les inclusions dans tous les objets sont multiphasées et comprennent des silicates de fer de type fayalite (Fe_2SiO_4), une matrice vitreuse et des dendrites de wüstite (FeO) dans des proportions variables. Certains sont complètement amorphes et riches en silice. Ces produits intermédiaires, issus du compactage de masses de métal brut, auraient pu être transformés en objets après un important traitement d'épuration et d'homogénéisation en forge.



N° échantillon	Proportion d'inclusions	Alliage fer carbone						Techniques de mise en forme
		Ferrite <0,1%C	Acier 0,1/0,3%C	Acier 0,3/0,5%C	Acier 0,5/0,7%C	Acier 0,7/0,9%C	Acier hypereutectoïde (0,9/2,1%C) et fonte	
A	8%	36%	1%	14%	4%	35%	2%	Soudures de deux masses de métal
B	25%	69%	2%	2%		2%		Déformation d'une seule masse de métal
C	9%	13%	17%	9%	11%	37%	4%	Déformation d'une seule masse de métal
D	15%	39%	22%	17%	5%	4%		Soudures de deux masses de métal
E	15%	80%	5%					Déformation d'une seule masse de métal
F	2%	42%	23%	6%	2%	25%		Soudure de plusieurs feuilles de métal
G	6%	94%						Déformation d'une seule masse de métal
H	5%	76%	8%	8%	3%			Déformation d'une seule masse de métal
I	7%	93%						Soudure de plusieurs feuilles de métal
J	16%	84%						Déformation d'une seule masse de métal
K	3%	47%		12%	29%	9%		Soudure de plusieurs feuilles de métal

FIG. 1 : Coupes légendées après analyses métallographiques, des objets étudiés et tableau de synthèse des résultats des analyses métallographiques.

Published in : BERRANGER, Marion ; SARAH, Guillaume ; TÉREYGEOL, Florian (dir.), *Paléométallurgie, archéométrie et archéologie. Recueil en hommage à Philippe Fluzin*, Editions des archives contemporaines, ISBN : 9782813005984, doi : 10.17184/eac.9782813005984

Deux objets étudiés se sont avérés être des outils. L'échantillon K, doté d'une lame à une extrémité et d'une tige rectangulaire à l'autre, pourrait être un burin. L'analyse montre sa fabrication à partir de plusieurs feuilles d'acier et de fer, pliées et soudées. L'étude du fragment F a révélé sa formation à partir de trois tôles, et est doté d'une surface carburée entre 0,7 et 0,9 %C. Il pourrait donc plutôt s'agir d'un outil. Ces deux objets présentent la plus faible proportion d'impuretés du lot étudié (3 % pour le burin et 2 % pour l'outil indéterminé).

L'ensemble du corpus se caractérise par une grande homogénéité de distribution du carbone au sein d'un même objet (Figure 1). La majorité des barres est faiblement aciérée, seule C est majoritairement constitué d'acier. L'exemplaire A est hétérogène en raison de sa formation par soudure de deux pièces de métal de teneur en carbone différente. Les demi-produits bipyramidés complets, A et D, ont été façonnés par assemblage d'au moins deux masses de métal soudées. Six autres échantillons comportent plus d'une couche : c'est le cas des deux outils et de trois demi-produits bipyramidaux. Les différentes masses de métal ont été subdivisées et nommées (a), (b) et (c), par exemple A(a) et A(b) afin de permettre leur distinction pour l'analyse de provenance (Figure 1).

5 Résultats : analyses chimiques et isotopiques

5.1 Manganèse et phosphore

Au cours du processus de réduction, dans les conditions thermodynamiques du bas fourneau le phosphore se partage entre le métal et la scorie tandis que le manganèse passe très majoritairement dans la scorie. Au sein du corpus, comme attendu, le manganèse dans le métal est le plus souvent sous la limite de détection mais peut être détecté parfois en faibles concentrations (tab. 2 ; annexes 1 et 2). Il a été détecté notamment dans la partie en acier (b) du demi-produit A, où il atteint une teneur médiane de 340 ppm dans le métal (moyenne de 9700 ppm dans les inclusions de scories). Le demi-produit J contient du manganèse dans les inclusions de scories (moyenne de 20000 ppm), mais peu dans le métal (médiane 50 ppm). Les parties (a) et (b) du demi-produit D contiennent également un peu de manganèse dans les inclusions de scories (14000 ppm) et très peu dans le métal (20-40 ppm).

Par ailleurs, la majorité des objets est caractérisée par des teneurs élevées en phosphore, en particulier dans le métal. Ainsi, neuf d'entre eux contiennent des quantités significatives de phosphore dans le métal (teneur médiane supérieure à 1000 ppm) et dans les inclusions (teneur moyenne supérieure à 30000 ppm). Les trois objets C, E et K(a) contiennent du phosphore dans le métal mais cet élément n'est pas présent en forte proportion dans les inclusions de scorie. C'est l'inverse pour le bipyramidé D(b) où les analyses du métal ont été entreprises uniquement dans les parties aciérées, ce qui expliquerait l'absence de phosphore. En conclusion, deux masses de métal contiennent du manganèse, douze contiennent du phosphore et trois autres n'ont ni manganèse ni phosphore.

Published in : BERRANGER, Marion ; SARAH, Guillaume ; TÉREYGEOL, Florian (dir.), *Paléométallurgie, archéométrie et archéologie. Recueil en hommage à Philippe Fluzin*, Editions des archives contemporaines, ISBN : 9782813005984, doi : 10.17184/eac.9782813005984

n°objet	Mn (manganèse)		P (phosphore)		Conclusion
	Métal (médiane)	Inclusions SI (moyenne)	Métal (médiane)	Inclusions SI (moyenne)	
	riche (>100 ppm)	riche (>20 000 ppm)	riche (>100 ppm)	riche (>20 000 ppm)	
A (a)	pauvre (5 ppm)	pauvre (2 500 ppm)	riche (4 300 ppm)	limite (12 300 ppm)	Phosphoreux
A (b)	riche (340 ppm)	limite (9 700 ppm)	limit (1000 ppm)	pauvre (<ppm)	Présence Mn
B	pauvre (5 ppm)	pauvre (3 300 ppm)	riche (4 000 ppm)	limite (10 400 ppm)	Phosphoreux
C	pauvre (< ppm)	pauvre (1 500 ppm)	riche (2 200 ppm)	pauvre (2 200 ppm)	Phosphoreux
D (a)	pauvre (20 ppm)	limite (14 200 ppm)	riche (3 800 ppm)	riche (36 000 ppm)	Phosphoreux
D (b)	pauvre (40 ppm)	limite (12 700 ppm)	pauvre (150 ppm)	riche (30 000 ppm)	Phosphoreux
E	pauvre (50 ppm)	pauvre (9 600 ppm)	riche (2 400 ppm)	pauvre (7 900 ppm)	Phosphoreux
F (a)	pauvre (< ppm)	pauvre (3 300 ppm)	pauvre (< ppm)	pauvre (1 500 ppm)	pauvre en tout
F (b)	pauvre (70 ppm)	pauvre (4 700 ppm)	pauvre (< ppm)	pauvre (2 700 ppm)	pauvre en tout
F (c)	pauvre (50 ppm)	pauvre (9 100 ppm)	pauvre (< ppm)	pauvre (5 700 ppm)	pauvre en tout
G	pauvre (< ppm)	pauvre (8 700 ppm)	riche (4 600 ppm)	riche (40 600 ppm)	Phosphoreux
H	pauvre (50 ppm)	pauvre (7 000 ppm)	riche (3 600 ppm)	riche (33 800 ppm)	Phosphoreux
I (a)	pauvre (30 ppm)	pauvre (1 300 ppm)	riche (14 000 ppm)	riche (34 000 ppm)	Phosphoreux
I (b)	pauvre (< ppm)	pauvre (3 900 ppm)	riche (5 400 ppm)	riche (58 300 ppm)	Phosphoreux
J	pauvre (50 ppm)	riche (20 400 ppm)	pauvre (520 ppm)	pauvre (4 300 ppm)	Présence Mn
K (a)	pauvre (5 ppm)	pauvre (1 600 ppm)	riche (1 100 ppm)	pauvre (7 300 ppm)	Phosphoreux
K(b)	pauvre (5 ppm)	pauvre (4 600 ppm)	riche (1 200 ppm)	riche (11 300 ppm)	Phosphoreux

Tab. 2 : Comparaison des teneurs en phosphore et en manganese mesurées dans le métal et dans les inclusions de scories. En rouge : valeurs les plus élevées ; limite : entre pauvre et riche.

5.2 Les éléments traces sidérophiles dans le métal

Le métal de la plupart des artefacts étudiés est pauvre en éléments traces sidérophiles (Tableau 2 ; annexe 1). Certains objets présentent néanmoins des caractéristiques qui les isolent des autres ou qui permet de reconnaître des groupes. Le demi-produit bipyramidal C diffère le plus du corpus. Il contient peu de nickel et cobalt, et possède le rapport Ni/Co le plus élevé. Il contient un peu plus d'arsenic que la plupart des artefacts et entre 30 et 90 ppm de molybdène.

La couche métallique de l'outil F(c) et du produit brut J sont également pauvres en nickel (autour de 100 ppm) et en cobalt (inférieur ou égal à 100 ppm). F(b) se distingue des autres éléments métalliques par ses fortes teneurs en arsenic (800 ppm) et ses teneurs moyennes en cobalt (190 ppm), ainsi que par un très faible rapport Ni/Co (0,3).

F(c) est un bon exemple pour montrer les variations qui peuvent se produire dans une même masse de métal : le rapport Ni/Co varie entre 1,5 et 2,5. Le produit brut J se distingue par un faible rapport Ni/Co (0,9) et une faible teneur en arsenic (20 ppm).

Des groupes cohérents semblent pouvoir être mis en évidence (tab. 3). Le groupe M1, avec un rapport Ni/Co <2 tend à contenir un peu plus de cobalt (entre 90 et 170 ppm) que les objets discutés auparavant. Le groupe M1 comprend le demi-produit complet D et deux fragments (E et H). Ces trois objets ont une composition chimique très similaire et forment un groupe cohérent.

Le groupe M2 avec un rapport Ni/Co >2 comprend la partie (b) du demi-produit complet A et la couche en acier du demi-produit F(a). Ils ont tendance à contenir plus de nickel (entre 230 et 400 ppm).

Published in : BERRANGER, Marion ; SARAH, Guillaume ; TÉREYGEOL, Florian (dir.), *Paléométallurgie, archéométrie et archéologie. Recueil en hommage à Philippe Fluzin*, Editions des archives contemporaines, ISBN : 9782813005984, doi : 10.17184/eac.9782813005984

n° objet	Ni/Co	Ni	Co	Cu	As	Mo	Ag	Sb	V	Cr	Interprétation
	en ppm										
C	9.8	70	10	20	50	**30**	<	<	20	40	
C	9.9	100	10	30	150	**70**	<	5	<	5	*Objet isolé*
C	5.5	160	30	60	140	**70**	<	5	5	10	
C	5.5	160	30	60	170	**90**	<	5	<	5	
F(c)	1.5	100	70	<30	<60	<	<	<	<	<	*Objet isolé*
F(c)	2.5	150	60	<30	<60	<	<	<	<	<	
J	0.9	100	100	30	20	<	<	<	<	<	*Objet isolé*
E	1.4	150	100	<40	<70	<	<	<	<	<	
E	1.5	140	90	<40	<70	<	<	<	<	<	
D(a)	1.7	210	120	20	30	<	<	<	<	<	
D(a)	1.6	140	90	20	20	<	<	<	<	5	*Groupe M1*
D(b)	1.6	160	110	20	30	<	5	<	<	<	
D(b)	1.6	200	120	20	40	<	5	<	<	<	
H	1.8	260	150	<40	<70	<	<	<	<	<	
H	1.7	280	170	<40	<70	<	<	<	<	<	
A(b)	2.7	230	90	40	30	<	<	<	5	5	
A(b)	2.8	400	150	40	100	<	<	<	<	<	*Groupe M2*
F(a)	2.4	400	180	40	70	<	<	<	<	<	
G	2	360	190	60	100	<	<	<	<	<	
G	1.9	600	300	**100**	**300**	<	<	<	<	<	*Groupe M3*
A(a)	1.7	790	**450**	40	100	<	<	<	<	5	
A(a)	2	**1400**	**690**	60	240	5	<	<	<	5	
B	3.2	**1500**	**500**	40	70	5	**20**	<	<	5	
I(a)	2.6	500	190	**110**	**370**	5	5	<	<	10	*Groupe hétérogène M4*
I(b)	2.7	**1300**	**440**	**180**	**600**	10	10	5	<	<	
K(a)	3.1	**950**	300	**180**	**1000**	**180**	10	20	<	10	
K(b)	3.2	700	220	**150**	**800**	**130**	**20**	10	5	10	
F(b)	0.3	60	190	60	**800**	20	<	<	<	<	*Objet isolé*

Tab. 3 : Résultats des analyses en éléments traces dans le métal.

Des teneurs plus élevées en tous les éléments caractérisent le groupe M3 et le groupe M4. Les objets de ces groupes se distinguent également par leur rapport Ni/Co <2 (M3) et >2 (M4). Le groupe M3 se caractérise par une teneur moyenne à élevée en nickel (entre 360 et 1400 ppm), une teneur faible à moyenne en cobalt (190 à 690 ppm) et tend à contenir plus d'arsenic (100 à 300 ppm). Ce groupe comprend la partie ferritique du demi-produit A(a) et le fragment G.

Le groupe M4 se caractérise par les teneurs les plus élevées en nickel (jusque 1500 ppm), cuivre (jusque 180 ppm) et arsenic (jusque 1000 ppm). Le fragment de bipyramidé B, les deux masses de métal du demi-produit I et du burin K sont rassemblés dans ce groupe qui s'avère néanmoins hétérogène. En effet ces objets sont tous différents : le fragment B a une faible teneur en cuivre et en arsenic par rapport aux deux autres. Les deux fragments du burin K ont les teneurs les plus élevées en arsenic et en molybdène.

5.3 Les éléments traces dans les inclusions de scories

L'ACP réalisée sur les données chimiques issues de l'analyse des inclusions de scories (terres rares lithophiles - annexe 2) permet d'isoler plusieurs groupes distincts d'objets en prenant en compte les axes factoriels F1 et F2 qui cumulent 76,5 % de la variance (Figure 2). Un premier groupe est constitué de I(b) et (a) qui sont deux parties d'un même demi-produit, qui sont légèrement séparées des autres objets. Un autre groupe rassemble les objets J, F(a) et (b) et C. Les onze autres masses de métal font partie d'un grand groupe.

Published in : BERRANGER, Marion ; SARAH, Guillaume ; TÉREYGEOL, Florian (dir.), *Paléométallurgie, archéométrie et archéologie. Recueil en hommage à Philippe Fluzin*, Editions des archives contemporaines, ISBN : 9782813005984, doi : 10.17184/eac.9782813005984

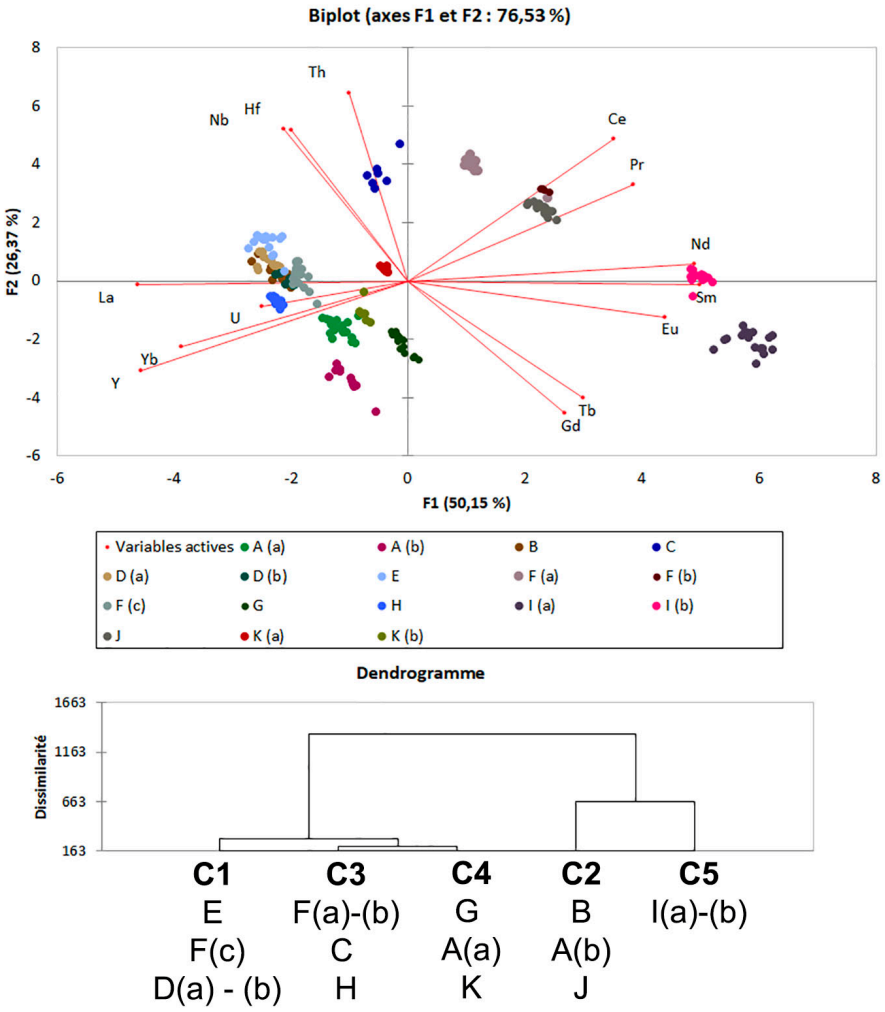


Fig. 2 : ACP réalisée sur les xij des 14 éléments traces mesurés dans les inclusions de scories, et CAH réalisée sur les coordonnées de l'ACP.

La réalisation d'une CAH sur les coordonnées des individus sur les axes de l'ACP, et la prise en compte du saut d'inertie, permet de différencier cinq clusters qui semblent statistiquement pertinents. Les résultats obtenus sont présentés en Figure 2. Toutes les inclusions d'un même artefact se situent dans le même cluster.

Published in : BERRANGER, Marion ; SARAH, Guillaume ; TÉREYGEOL, Florian (dir.), *Paléométallurgie, archéométrie et archéologie. Recueil en hommage à Philippe Fluzin*, Editions des archives contemporaines, ISBN : 9782813005984, doi : 10.17184/eac.9782813005984

5.4 Analyses isotopiques de l'osmium

Pour sept des huit objets analysés, le rapport $^{187}Os/^{188}Os$ est assez similaire (Figure 3 ; annexe 3) et se situe autour de 0,6/0,7. Seul le bipyramidé C est très différent, avec le rapport le plus élevé (0,85).

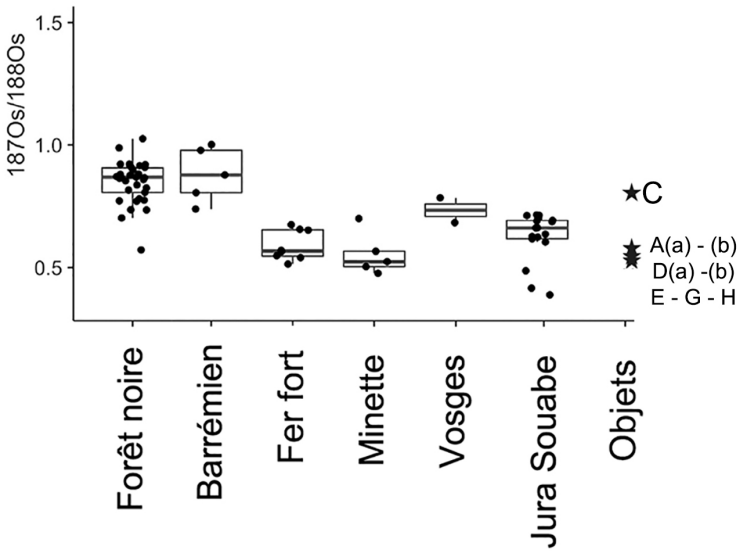


Fig. 3 : Analyses isotopiques de l'osmium, comparaison des résultats des analyses sur les objets et sur les espaces de références compatibles (d'après Dillmann *et al.* 2017 modifié).

5.5 Croisement des résultats des différentes approches

Le projet ANR/DFG franco-allemand CIPIA portant sur l'origine de barres bipyramidales et sur la caractérisation chimique d'espaces de réduction du complexe nord-alpin (Dillmann *et al.* 2017) a montré que les valeurs des rapports isotopiques de l'osmium du minerai provenant de différentes régions peuvent se chevaucher. Bien que les rapports isotopiques des objets E, G, H, D et A soient comparables, ils pourraient traduire potentiellement plusieurs origines[1] : le Jura Souabe, la Forêt Noire, et des secteurs différents de la Lorraine : Vosges, Fer Fort, Minette ou Barrémien sont possibles. Le bipyramidé C qui possède un rapport radiogénique plus élevé pourrait être compatible avec le Jura Souabe, la Forêt Noire, les Vosges ou le Barrémien (Figure 3).

La publication des résultats des analyses chimiques de scories et de minerais de ces mêmes zones de production (*ibid.*) permet de les comparer, grâce à des ACP, avec la signature chimique des objets étudiés. Si aucune distinction sur les différentes projections de l'ACP ne peut être faite entre les deux groupes, lors de comparaisons deux à deux (zone de production/objet), on peut considérer que l'hypothèse de pro-

[1] Une métallurgie du fer est attestée dans la région de Vix, cependant aucun référentiel chimique ne permet de l'intégrer actuellement au corpus de comparaison avec les objets étudiés, et dans l'état actuel des connaissances, les datations obtenues ne permettent pas de documenter une production du fer antérieure au Moyen Âge.

Published in : BERRANGER, Marion ; SARAH, Guillaume ; TÉREYGEOL, Florian (dir.), *Paléométallurgie, archéométrie et archéologie. Recueil en hommage à Philippe Fluzin*, Editions des archives contemporaines, ISBN : 9782813005984, doi : 10.17184/eac.9782813005984

venance est probable (L'Héritier *et al.* 2020). Dans le cas contraire, l'hypothèse est rejetée. Parmi les objets étudiés, un seul présente une signature chimique compatible avec une zone de production. Il s'agit du bipyramidé C dont la signature chimique et le rapport radiogénique (néanmoins légèrement plus élevé que celui des dossiers de référence) sont compatibles avec le Jura Souabe. Pour tous les autres objets, la provenance reste indéterminée.

Le croisement de l'ensemble des données chimiques permet de distinguer des groupes partageant des caractéristiques communes (Tableau 4).

Un premier groupe correspondrait aux deux parties du bipyramidé D(a) et D(b), ainsi qu'au fragment E. Ces trois masses de métal sont riches en phosphore, et elles se classent dans les mêmes groupes chimiques identifiés à partir des éléments traces dans le métal (groupe M1), dans les inclusions de scories (cluster 1), ainsi que par les analyses isotopiques.

Trois autres groupes se distinguent par leur riche teneur en phosphore. Il s'agit d'une part de A(a) et G, d'autre part de K(a) et K(b) et enfin des deux parties de I(a) et (b). Dans chacun des cas, ces paires sont rassemblées dans des groupes chimiques cohérents que l'on prenne en compte leurs teneurs en éléments traces dans le métal et dans les inclusions de scories.

Tab. 4 : Synthèse des résultats de l'ensemble des analyses réalisées.

n°objet	Manganèse et phosphore	Rapport osmium	Groupe distingué sur la base des éléments traces dans le métal	Cluster isolé sur la base des éléments traces dans les inclusions de scories	Interprétation
C	Phosphoreux	0,859	Objet isolé	Cluster 2	Provenance Jura Souabe
D(a)	Phosphoreux	0,66	Groupe M1	Cluster 1	Groupe 1
D(b)	Phosphoreux	0,66	Groupe M1	Cluster 1	
E	Phosphoreux	0,64	Groupe M1	Cluster 1	
A(a)	Phosphoreux	0,69	Groupe M3	Cluster 3	Groupe 2
G	Phosphoreux	0,64	Groupe M3	Cluster 3	
K(a)	Phosphoreux		Groupe M4	Cluster 3	Groupe 3
K(b)	Phosphoreux		Groupe M4	Cluster 3	
I(a)	Phosphoreux		Groupe M4	Cluster 5	Groupe 4
I(b)	Phosphoreux		Groupe M4	Cluster 5	
F(c)	Pauvre en tout		Objet isolé	Cluster 1	Objet isolé
F(b)	Pauvre en tout		Objet isolé	Cluster 2	Objet isolé
F(a)	Pauvre en tout		Groupe M2	Cluster 2	Objet isolé
H	Phosphoreux	0,62	Groupe M1	Cluster 2	Objet isolé
A(b)	Présence Mn	0,62	Groupe M2	Cluster 4	Objet isolé
B	Phosphoreux		Objet isolé	Cluster 4	Objet isolé
J	Présence Mn		Objet isolé	Cluster 4	Objet isolé

Les objets restants présentent tous, en revanche, des caractéristiques chimiques individualisées.

F(c) se différencie de l'ensemble du corpus par ses teneurs en éléments traces dans le métal. Les autres objets ont été classés dans les clusters 2 et 4 qui ont été individualisés sur la base des éléments traces dans les inclusions de scories. Cependant les objets présentent tous des caractéristiques hétérogènes : ils se distinguent par leurs teneurs

Published in : BERRANGER, Marion ; SARAH, Guillaume ; TÉREYGEOL, Florian (dir.), *Paléométallurgie, archéométrie et archéologie. Recueil en hommage à Philippe Fluzin*, Editions des archives contemporaines, ISBN : 9782813005984, doi : 10.17184/eac.9782813005984

en phosphore et en manganèse et par leurs teneurs en éléments traces dans le métal. Il est possible de reconnaître des caractéristiques différentes dans chacun des cas ce qui permettrait de proposer une origine à chaque fois différente.

En résumé, au moins douze groupes se différenciant par leurs caractéristiques chimiques peuvent être identifiés (Tableau 4). Seule une origine, le Jura Souabe, a pu être proposée pour le demi-bipyramidé C.

6 Synthèse : une apparente multiplicité de provenances

L'ensemble étudié comprend deux objets et neuf demi-produits bipyramidés dont sept se rattachent au type BSC ou BSC1. Les demi-produits sont incomplètement épurés, et la plupart d'entre eux sont peu carburés. Les objets révèlent une épuration et une mise en forme plus poussée avec des soudures, et la réalisation de traitements thermo-chimiques (cémentation). D'un point de vue chimique, douze groupes potentiellement différents ont été reconnus sur l'ensemble des dix-sept masses de métal étudiées (Tableau 4). En l'absence de provenances précisément identifiées, sauf pour un objet, la question de l'interprétation de ces groupes chimiques reste cependant posée : traduisent-ils des provenances depuis des zones de productions différenciées ou reflètent-ils la variabilité chimique de différents ateliers d'un même espace de production ?

Au sein du même ensemble clôt du dépôt Fait 41, les quatre objets analysés (qui rassemblent six couches de métal : E, F(a), (b) et (c), G et H) se rattachent à des groupes différents, avec quatre pièces de métal isolées, et deux autres masses de métal réparties en deux groupes. Six origines potentielles différentes peuvent donc être identifiées pour ce seul contexte. D'autres objets, retrouvés ailleurs sur le site, appartiennent aux mêmes groupes que les objets E et G du dépôt Fait 41. C'est le cas pour les deux masses métalliques de la barre bipyramidale D(a) et (b) (groupe 1, avec E) et de la masse (a) du bipyramidé A (groupe 2, avec G). Mais la plupart des objets semblent avoir une origine unique.

L'image d'une grande diversité d'approvisionnement en fer peut cependant être nuancée si l'on prend en compte les objets datés de la même période ou provenant du même contexte archéologique. En effet, les objets analysés couvrent une grande amplitude chronologique, et il est possible que plusieurs réseaux d'approvisionnement se soient succédé. Une partie des objets peut être attribuée au premier âge du Fer sans plus de précision soit par leur typologie, pour les bipyramidés B, D et C, soit par des datations radiocarbone, pour la barre bipyramidale A. Cinq objets provenant des Faits 41 et 49 se situent plus précisément sur la période du Ha D2 - D3 qui s'étend néanmoins sur une trentaine d'années.

Le burin K ne peut être daté et les deux masses de métal qui le composent ont la même origine indéterminée et unique. Le fragment de demi-produit indéterminé J, seul à être daté de LT C, a également une origine unique et indéterminée.

Néanmoins plusieurs objets sont constitués de masses de métal qui appartiennent à des groupes chimiques différents (le bipyramidé complet A, le fragment de demi-produit I, le probable fragment d'outil F) ce qui permettrait de restituer leur transforma-

Published in : BERRANGER, Marion ; SARAH, Guillaume ; TÉREYGEOL, Florian (dir.), *Paléométallurgie, archéométrie et archéologie. Recueil en hommage à Philippe Fluzin*, Editions des archives contemporaines, ISBN : 9782813005984, doi : 10.17184/eac.9782813005984

tion dans des forges alimentées par du métal de provenances diverses. Le rôle de Vix en tant que lieu d'échange a aussi pu favoriser cette diversité d'approvisionnement en centralisant la production de plusieurs forges, elles-mêmes approvisionnées par de multiples ateliers de réduction. Le cas du dépôt Fait 41, livrant une grande diversité de sources de métal, pourrait témoigner de l'implication de différents acteurs dans la collecte des objets en métal. Cette grande diversité des possibilités d'approvisionnement en métal est également connue pour cette période à partir d'autres études menées sur des corpus de demi-produits provenant de dépôts isolés monospécifiques, comme à Bellmund (Berne) en Suisse (Senn *et al.* 2014) où deux barres ont des origines différentes, ou encore à Durrenentzen (Haut-Rhin) en France (Berranger *et al.* 2017) où cinq signatures chimiques distinctes ont été identifiées sur les six masses de métal analysées. L'étude des demi-produits provenant de la région de Salins-les-Bains (Jura) a également révélé une multiplicité de provenances (Berranger *et al.* 2021).

Pour la période Ha D–LT A les réseaux d'échange du fer sont multiples, comme le montrent les travaux récents menés sur les ensembles de réduction. Ils révèlent une production du fer largement dispersée dans l'espace alpin septentrional et ses marges, au sein de grands centres de production, mais aussi d'ateliers occasionnels (Gassmann & Schäfer 2014, Berranger & Bauvais 2020). Dans ce contexte, l'exemple de Vix montre que cette place commerciale se situait à l'intersection de différents réseaux d'échanges en lien avec différents ateliers de réduction.

7 Conclusion

L'un des objectifs de cet article était d'étudier l'approvisionnement en fer de l'habitat hallstattien de Vix à partir du croisement de plusieurs méthodes de caractérisation. Onze objets, représentant dix-sept pièces métalliques distinctes ont été soumis à une observation métallographique, à des analyses chimiques des inclusions de scories et du métal, ainsi qu'à une analyse isotopique de l'osmium. Ces différentes approches ont permis de révéler toute la complexité des réseaux d'échange pour cette période du premier âge du Fer. Il est ainsi possible de déterminer l'existence de provenances communes pour quelques objets, ce qui indiquerait des approvisionnements récurrents à partir d'une zone de production non localisée. Un objet pourrait provenir du Jura Souabe. Ce qui prévaut néanmoins est la grande diversité des approvisionnements, révélant des liens avec de multiples ateliers de réduction et l'intégration à des réseaux d'échanges ramifiés.

Les annexes 1 à 3 de cet article sont publiées dans Nakala à ce lien :
https://nakala.fr/10.34847/nkl.bda6c42c

Bibliographie

Ballmer, A., Schäppi, K., Della Casa, P. 2022. D*er Westabhang des Mont Lassois (Vix/F). Befestigung, Unterstadt und Kultplatz der Eisenzeit. Ausgrabungen der Universität Zürich 2009–2014. Befunde und Kleinfunde.* Basel : LIBRUM Publishers & Editors LLC. https://www.doi.org/10.19218/3906897660

Berranger, M., 2014. *Le fer, entre matière première et moyen d'échange, en France, du VIIe au Ier siècle avant J.-C. Approches interdisciplinaires.* Dijon : Éditions Universitaires de Dijon.

Published in : BERRANGER, Marion ; SARAH, Guillaume ; TÉREYGEOL, Florian (dir.), *Paléométallurgie, archéométrie et archéologie. Recueil en hommage à Philippe Fluzin*, Editions des archives contemporaines, ISBN : 9782813005984, doi : 10.17184/eac.9782813005984

Berranger, M., Bauvais, S., Boukezzoula, M., Leroy, S., Disser, A. ; Vega, E., Aubert, M., Dillmann, Ph., 2017. Technological analysis, provenance study and radiocarbon dating of iron bipyramidal semi-products of the Durrenentzen deposit (Haut-Rhin, France) : A renewed vision of the iron economy during Iron Age. *ArchéoScience, revue d'archéométrie*, 41(1) : 45–67. https://doi.org/10.4000/archeosciences.4883

Berranger, M., Bauvais, S., 2020. Changements sociétaux et évolution de l'économie du fer du Hallstatt D à La Tène D dans le nord-est de la France. *Bulletin de la Société Préhistorique Française, 117*(4) : 641–671.

Berranger, M., Dillmann, Ph., Fluzin, Ph., Vega, E., Leroy, S., Aubert, M., Delqué-Količ, M., 2019. Du produit d'échange à l'objet symbole : de nouvelles données sur les demi-produits de type currency-bar du Val-de-Saône et l'Arc Jurassien. *Gallia – Archéologie des Gaules*, 76(2) : 165–189. https://doi.org/10.4000/gallia.4870

Berranger, M., Dillmann, Ph., Fluzin, Ph., Vega, E., Leroy, S., Aubert, M., Delqué-Količ, M., 2021. A new understanding of the chronology, circulation and function of iron age ferrous semi-products in north-eastern France. *Archaeological and Anthropological Sciences, 13 :* 102. https://doi.org/10.1007/s12520-021-01333-0

Brauns, M., Schwab, R., Gassmann, G., Wieland, G., Pernicka, E., 2013. Provenance of Iron Age iron in southern Germany : a new approach. *Journal of Archaeological Science*, 40 : 841–849. https://doi.org/10.1016/j.jas.2012.08.044

Chaume, B., 2001. *Vix et son territoire à l'âge du fer : fouilles du Mont Lassois et environnement princier*. Montagnac : Monique Mergoil (Protohistoire européenne, 6).

Devos, W., Senn-Luder, M., Moor, C., Salter, C., 2000. Laser ablation inductively coupled plasma mass spectrometry (LA-ICP-MS) for spatially resolved trace analysis of early-medieval archaeological iron finds. *Fresenius Journal of Analytical Chemistry,* 366 : 873–880. https://doi.org/10.1007/s002160051588

Dillmann, Ph., Schwab, R., Bauvais, S., Brauns, M., Disser, A., Leroy, S., Gassmann, G., Fluzin, Ph., 2017. Circulation of iron products in the North-Alpine area during the end of the first Iron Age (6^{th}–5th c. BC) : A combination of chemical and isotopic approaches. *Journal of Archaeological Science,* 87 : 108–124. https://doi.org/10.1016/j.jas.2017.10.002

Disser, A., L'Heritier, M., Dillmann, Ph., Arles, A., 2017. Le chantier de la tour de Mutte à Metz : regards sur la production du fer en Lorraine à la fin du Moyen Âge. Fouille de données, analyses prédictives et traitement spatial des données, *Journal de la Société française de Statistique,* 158(2) : 13–39. https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2020.102653

Disser, A., Bauvais, S., Dillmann, Ph., 2020. Transformations of the chemical signature of slag inclusions throughout experimental refining and first shaping of bloomery iron : new methodological developments. *Journal of Archaeological Science : Reports,* 34, part B : 102653.

Dubreucq, É., 2013. Métal des premiers celtes. Productions métalliques sur les habitats dans les provinces du Hallstatt centre-occidental , Dijon, Editions Universitaires de Dijon, (Arts, Archéologie et Patrimoine).

Gassmann, G., Schäfer, A., 2014. Early iron production in Germany – a short review. In : Cech B. and Rehren T. (Eds.), *Early Iron in Europe* (Monographies instrumentum, vol. 50) : 21–32.

Joffroy, R., 1960. *L'oppidum de Vix et la civilisation Hallstattienne finale dans l'Est de la France.* Paris : Société des Belles Lettres.

Leroy, S., Cohen, S.X., Verna, C., Gratuze, B., Tereygeol, F., Fluzin, Ph., Bertrand, L., Dillmann, Ph., 2012. The medieval iron market in Ariège (France). Multidisciplinary analytical approach and multivariate analyses. *Journal of archaeological Science*, 39(4) : 1080–1093. https://doi.org/10.1016/j.jas.2011.11.025

L'Heritier, M., Dillmann, Ph., Sarah, G., 2020. Deciphering the iron provenance on a medieval building yard : the case of Bourges Cathedral. *Minerals*, 10 : 1131. https://doi.org/10.3390/min10121131

Mangin, M., Dabosi, F., Domergue, C., Fluzin, P., Leroy, M., Merluzzo, P., Ploquin, A., Serneels, V., (dir.) 2004. Le fer. Paris, Errance.

Senn, M., Gfeller, U., Guenette-Beck, B., Lienemann, P., Ulrich, A. 2010. Tools to qualify experiments with bloomery furnaces. *Archaeometry,* 52(1) : 131–145. https://doi.org/10.1111/j.1475-4754.2009.00461.x

Senn, M., Kraack, M., Flisch, A., Wichser, A., Obrist, M., 2014. An aspect of the Celtic iron trade : the "Spitzbarren". The deposit from Bellmund (canton of Bern, Switzerland). In : Cech B. and Rehren T. (Eds.), *Early Iron in Europe* (Monographies instrumentum, 50) : 147–160.

Senn, M., 2024. Étude métallographique et chimique de demi-produits bipyramidés provenant des nouvelles fouilles au Champ Fossé, Mont Lassois, Vix. Publication on-line, https://www.archaeologie.uzh.ch/static/onlineart/vix1.htm

Published in : BERRANGER, Marion ; SARAH, Guillaume ; TÉREYGEOL, Florian (dir.), *Paléométallurgie, archéométrie et archéologie. Recueil en hommage à Philippe Fluzin*, Editions des archives contemporaines, ISBN : 9782813005984, doi : 10.17184/eac.9782813005984

Annexe (en ligne)

Annexe 1. Résultats des analyses chimiques dans le métal.
Annexe 2. Résultats des analyses chimiques inclusionnaires.
Annexe 3. Résultats des analyses isotopiques.

Published in : BERRANGER, Marion ; SARAH, Guillaume ; TÉREYGEOL, Florian (dir.), *Paléométallurgie, archéométrie et archéologie. Recueil en hommage à Philippe Fluzin*, Editions des archives contemporaines, ISBN : 9782813005984, doi : 10.17184/eac.9782813005984