

UNIVERSITÉ DE BOURGOGNE
UFR Sciences Humaines
Département Histoire de l'Art et Archéologie
ÉCOLE DOCTORALE LISIT

THÈSE
Pour obtenir le grade de
Docteur de l'Université de Bourgogne
Discipline : Archéologie

Impact des anciens sites miniers et métallurgiques sur des écosystèmes terrestre et aquatique actuels

*Etude comparative de deux moyennes montagnes :
le Morvan et les Cévennes*

Volume 2. Annexes

par

Estelle CAMIZULI

soutenue le 13 décembre 2013

Membres du jury :

Jean-Nicolas Beisel – *Professeur, ENGEES, Université de Strasbourg*

Françoise Elbaz-Poulichet – *Directrice de recherche CNRS, Université de Montpellier*

Andreas Hauptmann – *Professeur, Deutsches Bergbau Museum, Bochum*

Rémi Losno – *Professeur, Université Paris 7- Paris 12*

Dominik Weiss – *Senior Lecturer, Imperial College, London*

Fabrice Monna – *Professeur, Université de Bourgogne*

Paul Alibert – *Maître de conférences, HDR, Université de Bourgogne*

Rapporteur

Rapporteur

Examineur

Examineur

Examineur

Directeur

Co-directeur



Archéologie Terre Histoire et Société
UMR 6298 CNRS - Université de Bourgogne
6 boulevard Gabriel
21000 Dijon



SEPTIÈME PARTIE – ANNEXES

LISTE DES ANNEXES

Annexe I.1. Article publié dans la revue <i>Bourgogne Nature</i> : Le projet identification et impact des sites miniers abandonnés sur les écosystèmes aquatiques et terrestres actuels.....	6
Annexe II.1. Article publié dans <i>Journal of Archaeological Science</i> : Morphometry of Middle Bronze Age palstaves. Part II – spatial distribution of shapes in two typological groups, implications for production and exportation.	11
Annexe II.2. Article publié dans <i>Bourgogne Nature</i> : Minéralogie de la mine du Prabis (Villapourçon, Nièvre, France).	21
Annexe II.3. Etude de déchets issus de la métallurgie du fer dans le secteur de La Ruchette.....	43
Annexe II.4. Fiches de description macroscopique et microscopique provenant de la base de données réalisée après sélection de quinze échantillons représentatifs provenant du secteur de La Ruchette...	50
Annexe II.5. Listes non exhaustives des archives concernant les mines du Nivernais. Documents conservés aux Archives nationales, site de Paris.	80
Annexe II.6. Transcription par L. Roubet (1872) de la Lettre de Louis XI à propos de Pierre des Barres, seigneur de Chitry (Paris, Archives nationales, Trésor des Chartes, JJ196, f°25 v° n°40).....	83
Annexe II.7. Transcription par J. Gauthier (UHA) de la lettre de François Garrault à la Cour des monnaies (Paris, Archives nationales, Cour des monnaies de Paris, Z1B 377).....	84
Annexe III.1. Détails des profils pédologiques étudiés dans le Morvan.....	86
Table IV.2.S1. Reference materials measured and corresponding certified values. Reference samples were digested by <i>aqua regia</i> alone, with no HF, so recovery percentages are often below 100%. The relatively low recovery of Pb for JSD-1 could be due to the low Pb concentration or perhaps its deep strong-binding in minerals like silicates, not well dissolved by <i>aqua regia</i> . LOD stands for “Limit Of Detection”	90
Table IV.2.S2. AAS results for Cd, Cu, Pb, Zn concentrations in mg kg ⁻¹ in the three horizons studied by kinetic extraction. r for “replicate”	91
Table IV.2.S3. ²⁰⁶ Pb/ ²⁰⁷ Pb, ²⁰⁸ Pb/ ²⁰⁶ Pb, and ²⁰⁸ Pb/ ²⁰⁷ Pb ratios in the three horizons studied by kinetic extraction.....	92
Table IV.3.S1. Trace metal descriptive statistics in topsoils for the six study sites. min, max, mean, median are indicated for Cu, Pb, and Zn. For Cd, descriptive statistics were estimated using ROS method. LOD stands for limit of detection.	93
Table IV.3.S2. Characteristics of wood mice sampled on the six study sites. For TM concentrations and condition indices, range is indicated with median between parentheses. Body condition and somatic indices were calculated according to the SMA method.	94
Table IV.3.S3. Quality control of soil analyses.....	95
Table IV.3.S4. Results for the topsoils	96
Annexe IV.3.S1. Calculation of wood mouse age.....	97
Table IV.3.S5. Quality control of wood mouse analyses.	98
Table IV.3.S6. Results for the wood mouse kidneys (dry weight basis).....	99
Table IV.3.S7. Model selection using Akaike Information Criterion corrected for small samples (AICc). TM concentrations in kidneys (d.w.) explained by biological, environmental or contamination parameters	101
Table IV.3.S8. Model selection using Akaike Information Criterion corrected for small samples (AICc). Body condition or somatic indices explained by biological, environmental or contamination parameters	102
Annexe IV.4.S1. Extended details for morphometrics.....	103
Table IV.4.S1. Results of the two-way mixed model ANOVA (side-fixed × individual-random) with repeated measurements on each side.	104
Annexe IV.4.S2. Extended details for methods.	105
Table IV.4.S2. Determination limits (in ng.g ⁻¹) assessed on the basis of 10 times the standard deviation	

of blanks, measured and certified values of the NIST-1547 (peach leaves) and the BCR-185R (bovine liver) standard reference materials, and recovery percentage.....	106
Table IV.4.S3. Replicated analyses (Cd, Pb, Cu, Zn) for eight livers (dry-based concentrations).	107
Table IV.4.S4. Replicated analyses (Cd, Pb, Cu, Zn) for four muscles (dry-based concentrations). .	108
Table IV.4.S5. Cd, Pb, Cu and Zn concentrations of trout livers (corrected to express the results in terms of concentrations in wet tissues).	109
Table IV.4.S6. Cd, Pb, Cu and Zn concentrations of trout muscles (corrected to express the results in terms of concentrations in wet tissues).	110
Table IV.4.S7. Cd, Pb, Cu and Zn concentrations in streambed sediments (fraction < 250 μm).	111
Table IV.4.S8. $^{206}\text{Pb}/^{207}\text{Pb}$ and $^{208}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ ratios in trout livers.	112
Figure IV.4.S1. FA10 for pectoral length (<i>a</i>), pelvic length (<i>b</i>), snout-eye distance (<i>c</i>), operculum-eye distance (<i>d</i>) represented by white boxes. Median Pb in livers (wet-based concentration) for each site is plotted as a bold black line for comparison.	113
Figure IV.4.S2. FA10 for pectoral length (<i>a</i>), pelvic length (<i>b</i>), snout-eye distance (<i>c</i>), operculum-eye distance (<i>d</i>) represented by white boxes. Median Cd in livers (wet-based concentration) for each site is plotted as a bold black line for comparison.	114
Table IV.4.S9. Measured and certified values of the NIST 1547 (peach leaves), BRC 482 (lichen), BCR 185-R (bovine liver), and DORM 3 (fish protein). The F series corresponds to the bryophyte leaves analytical session, and the T series to the trout liver session. LOD for “Limit Of Detection” assessed from $3 \sigma_{\text{blanks}}$. LOD should be multiplied by the dilution factor to be straightforwardly comparable to the sample concentration.	115
Table IV.4.S10. Cd, Cu, Pb, Zn concentrations in mg kg^{-1} (dry weight basis) in <i>Fontinalis antipyretica</i> . The A series for mosses sampled in June 2011 and B series for those sampled in July 2011.	116
Table IV.4.S11. Cd, Cu, Pb, Zn concentrations in mg kg^{-1} (dry weight basis) in wild brown trout livers.	117
Table IV.4.S12. Model selection results using the bias-corrected version of the Akaike Information Criterion (AICc) for TM concentrations in bryophytes.....	118
Table IV.4.S13. Model selection results using the bias-corrected version of the Akaike Information Criterion (AICc) for liver TM concentrations in trout.....	119
Table IV.4.S14. Model selection results using the bias-corrected version of the Akaike Information Criterion (AICc) for trout condition indices.	120

Annexe I.1. Article publié dans la revue *Bourgogne Nature* : Le projet identification et impact des sites miniers abandonnés sur les écosystèmes aquatiques et terrestres actuels.

PROGRAMME RÉGIONAL

Présentation du projet « Identification et impact des sites miniers abandonnés sur les écosystèmes aquatiques et terrestres actuels »

Paul ALIBERT¹, Pauline BEIS², Alain BERMOND³, Benjamin BOHARD², Estelle CAMIZULI², Guillaume DELIVET², Claude GOURAULT², Jean-Paul GUILLAUMET², Gilles HAMM², Jérôme LABANOWSKI⁴, Caroline LACHICHE², Rémi LOSNO⁵, Fabrice MONNA², Adeline PEREIRA², Christophe PETIT⁶, Paul REVELLI⁷, Renaud SCHEIFLER⁸ & Folkert VAN OORT⁹

¹ UMR 5561, Biogeosciences, Université de Bourgogne – CNRS
Boulevard Gabriel - Bat. Gabriel - 21000 DIJON, France - paul.alibert@u-bourgogne.fr

² UMR 5594, ARTéHIS, Université de Bourgogne – CNRS-culture
Boulevard Gabriel - Bat. Gabriel - 21000 DIJON, France

³ AgroParis Tech., Laboratoire de Chimie Analytique
16 rue C. Bernard - 75231 PARIS Cedex 05, France

⁴ UMR 6008, Laboratoire de chimie et microbiologie de l'eau, CNRS, Université de Poitiers, ENSIP
1 rue M. Doré - 86022 POITIERS cedex, France

⁵ UMR 7583, LISA, Universités Paris 7-Paris 12 – CNRS
61 av. du Gal de Gaulle - 94010 CRÉTEIL Cedex, France

⁶ UMR 7041 ARSCAN «Archéologie et sciences de l'Antiquité», Université de Paris 1 Panthéon-Sorbonne
3 rue Michelet - 75006 PARIS, France

⁷ Cabinet vétérinaire - rue de la paix - 63630, SAINT-GERMAIN-L'HERM, France

⁸ UMR 6249, Laboratoire Chrono-Environnement, Université de Franche-Comté - CNRS
16 route de Gray - 25030 BESANÇON Cedex, France.

⁹ I.N.R.A. UR 251-PESSAC, Physico-chimie et Ecotoxicologie des SolS d'Agrosystèmes Contaminés
RD 10 - 78026 VERSAILLES Cedex, France

Introduction

Il est bien connu que l'extraction minière, les procédés de concentration et de transformation du minerai en métal contribuent à la libération des métaux naturellement présents dans les roches en les rendant plus facilement biodisponibles (ALLOWAY, 1995). Le territoire du Parc Naturel Régional du Morvan recèle de nombreux sites miniers qui, bien qu'inexploités aujourd'hui, demeurent des sources potentielles d'éléments traces métalliques pour les environnements de surface (TAMAS, 2004 ; MONNA *et al.* 2004 ; JOUFFROY *et al.* 2007). Plus de 70 sites miniers anciens ont été récemment mis en évidence sur le territoire de 10 communes périphériques de Bibracte - Haut Morvan (GOURAULT, 2009). Ils se positionnent dans l'emprise de zones très enrichies en métaux non-ferreux, dont les teneurs peuvent localement atteindre 20 fois la moyenne régionale. Par ailleurs, deux études récentes réalisées dans le Parc National des Cévennes ont montré que d'anciennes zones minières - même abandonnées - étaient fortement impliquées dans la dissémination et la rémanence des micropolluants métalliques. Il s'est avéré que les truites (*Salmo trutta fario* Linnaeus), bons bioindicateurs des écosystèmes aquatiques, ont subi un impact écologique lié à ces activités ; certaines remontant à plusieurs milliers d'années (MONNA *et al.*, 2011). Compte tenu de ces acquis, nous développons aujourd'hui un projet de recherche qui vise à identifier les mines abandonnées et à évaluer leur impact sur les écosystèmes aquatiques et terrestres actuels dans le Morvan et les Cévennes. Signalons que ces zones protégées de moyenne montagne sont supposées *a priori* peu polluées et, de ce fait, souffrent face aux zones urbaines ou industrielles, d'un important déficit d'études environnementales traitant spécifiquement de la contamination métallique. Déficit qu'il convient de combler aujourd'hui.

Caractérisation et cartographie des risques environnementaux

Le Morvan est un maillon de la chaîne hercynienne de l'Europe occidentale qui se situe à l'intersection de ceintures d'ampleur continentale enrichies en métaux (ROUTHIER, 1980). Les gîtes minéraux y sont nombreux et à contenu varié, mais il s'agit principalement de gisements de faible ou de moyenne importance. Ces gîtes sont localisés aussi bien dans le vieux socle que sur les marges du massif où ont été reconnues des concentrations à fluorine-plomb-argent de typologie originale. D'un point de vue géochimique, le Morvan se singularise par d'importantes anomalies en plomb, zinc, argent, arsenic, cuivre, cadmium, tungstène et baryum au sein desquelles de nombreuses occurrences inédites restent à mettre en évidence ; ces éléments localement très concentrés ont pu être lessivés au cours du temps et entraînés dans les sols et les eaux (eaux de mine chargées en métaux, aires de traitement contaminées, diffusion des polluants par lessivage, ravinement, etc). Une première étude statistique, basée sur les résultats obtenus dans le territoire-pilote des 10 communes périphériques de Bibracte, suggère que le Morvan possède un potentiel en sites miniers anciens qui peut être estimé à un millier d'unités. L'identification de ces sites miniers et métallurgiques est donc indispensable, tout comme l'est celle des métaux qui y ont été exploités, si l'on veut circonscrire les aires de diffusion des polluants métalliques dans l'environnement. Le travail de caractérisation est entrepris dans les secteurs du Morvan qui présentent de fortes potentialités métallogéniques. Il s'agit de recherches sur le terrain qui nécessitent l'établissement préalable de cartes d'anomalies (gîtes minéraux, géochimie, prospection alluvionnaire). Ces recherches intègrent les sites métallurgiques liés aux mines avec une attention toute particulière portée au traitement des métaux non-ferreux, principaux générateurs de pollutions. Des levés et des études métallogéniques sont réalisés pour chaque site majeur. Un échantillonnage, systématiquement réalisé sur les zones découvertes, fait l'objet d'études minéralogiques dont l'objectif principal est d'identifier les métaux jadis exploités.

Il existe également une contribution naturelle qui provient de la percolation des eaux de ruissellement à travers les parties superficielles des gîtes minéraux ; elle est également à prendre en considération. Pour chaque substance polluante, des cartes de concentration des territoires les plus exposés sont établies. De là, une carte synthétique sera proposée aux acteurs et aux organismes concernés par la santé et l'environnement, en tant qu'outil d'aide à la décision. Les matériels et les méthodes sont résumés dans la figure 1.



Fabrice MONNA

Photographie 1. Prélèvement des vingt premiers centimètres de sol à la tarière.

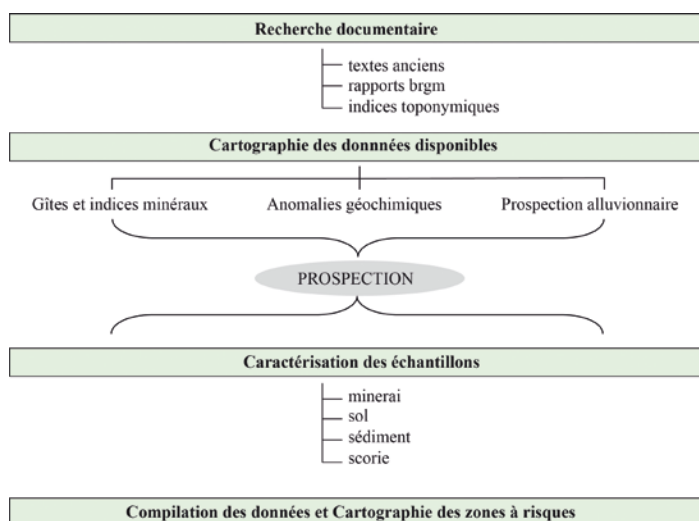


Figure 1. Matériels et les méthodes utilisés pour caractériser et cartographier les risques environnementaux.



Photographie 2. Travaux miniers en forme d'entonnoir dans la forêt de Chatillon.

Fabrice MONNA

Impact des sites miniers abandonnés sur les écosystèmes aquatiques et terrestres actuels

Le deuxième volet du projet a pour objectif de préciser la part des éléments traces métalliques issus des sites miniers abandonnés et assimilables par les organismes vivants.

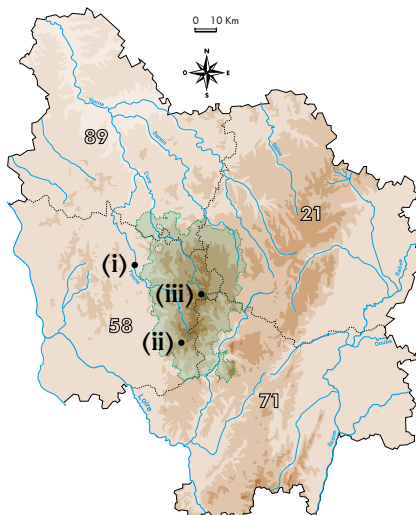
Il s'articule suivant trois axes principaux:

1. Quantifier la biodisponibilité des métaux transférés (Pb, Cd, As, Tl, + oligo-éléments Cu, Zn...) depuis les sites miniers abandonnés vers les compartiments aquatiques et terrestres et leur influence sur le développement des individus.
2. Déterminer l'influence de l'âge des exploitations, de leur nature, et du substrat géologique sur les capacités de mobilisation des polluants à moyen et long terme.
3. Modéliser l'impact des sites miniers sur les écosystèmes aquatiques et terrestres, notamment dans le temps et dans l'espace.

La biodisponibilité dans l'écosystème aquatique est évaluée comme dans l'étude préliminaire via *Salmo trutta fario* Linnaeus ; un poisson ubiquiste, abondant, relativement sédentaire, et qui est fréquemment utilisé comme biomoniteur (e.g. OLSVIK *et al.*, 2001). Il nous renseigne essentiellement sur les transferts liés au lessivage des sites miniers et des sols contaminés environnants.

Concernant l'écosystème terrestre, le mulot (*Apodemus sp.*) possède les mêmes qualités. Le transfert métallique s'effectue par contact et ingestion. Sa position à la base de la chaîne trophique permet de s'affranchir des biais induits par les processus d'accumulation / élimination à chaque étage de prédation. Il nous renseigne sur la biodisponibilité de la contamination accumulée dans les sols par dépôt atmosphérique ou par stockage direct de déchets métallurgiques. La bonne connaissance de son domaine vital permet l'obtention de cartes de biodisponibilité autour des édifices miniers.

Les recherches préliminaires réalisées au printemps 2010 ont permis de sélectionner 3 zones contrastées dans le Morvan : (i) Chitry-les-Mines, mine de plomb argentifère médiévale exploitée jusqu'à la Renaissance; (ii) la Ruchette, près du Mont Beuvray, mine de fer antique réexploitée à la période Moderne, qui présente des ateliers métallurgiques en cours de datation radiocarbone, et un secteur aux alentours de (iii) Gien-sur-Cure, qui ne présente aucun site minier connu, et qui par conséquent pourra être utilisé comme site de référence.



Carte 1. Localisation des zones d'études
 (i) Chitry-les-Mines
 (ii) La Ruchette
 (iii) Gien-sur-Cure

A titre indicatif notons que les concentrations en Pb dans ces sols atteignent ponctuellement 10000 mg kg^{-1} à Chitry, 1000 mg kg^{-1} à La Ruchette et 10 mg kg^{-1} à Gien-sur-Cure ; la valeur 100 mg kg^{-1} correspondant au seuil à partir duquel un sol est considéré comme contaminé. Ces sites constituent les principales zones d'étude dans le Morvan. La cartographie de ces sols et de leurs teneurs en métaux sur une surface couvrant 1 km^2 est actuellement en cours dans le Morvan (100 points par site). Ces informations permettront de mettre en regard la contamination de la faune et les paramètres abiotiques caractérisant les sols et les sédiments. En outre des prélèvements spécifiques de sols ont déjà été effectués afin de réaliser des extractions cinétiques. Il s'agit d'une technique susceptible de caractériser plus finement la biodisponibilité que l'analyse totale (LABANOWSKI *et al.* 2008). Les matériels et méthodes sont résumés dans la figure 2.

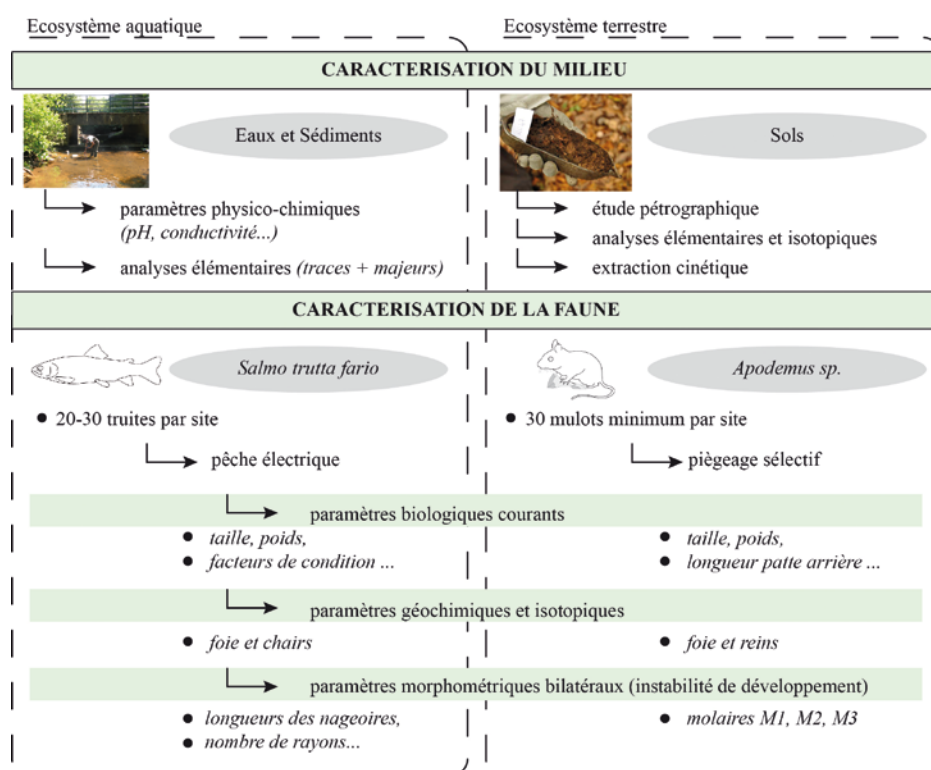


Figure 2. Matériels et méthodes utilisés pour évaluer l'impact des sites miniers abandonnés sur les écosystèmes aquatiques et terrestres actuels.

Les premiers éléments recueillis lors de l'étude menée dans le Parc national des Cévennes sont surprenants. Les teneurs en éléments traces retrouvées dans les foies et les chairs de 120 truites prélevées sur six sites démontrent l'impact des mines en déshérence (Pb, Cd), notamment pour les sites les plus récents (c'est-à-dire post-XVIII^e siècle). Les concentrations atteignent $100 \mu\text{g g}^{-1}$ pour le Pb et $40 \mu\text{g g}^{-1}$ pour le Cd dans les foies secs ; de tels niveaux sont rarement reportés dans la littérature. Sur l'un des sites, la concentration en Pb et/ou en Cd des chairs dépasse, pour la moitié des truites, les seuils de consommabilité fixés par l'UE. Dans ce contexte, l'instabilité de développement morphologique des truites a été déterminée par le biais des niveaux d'asymétrie fluctuante (ALIBERT *et al.*, 2002). Des relations nettes sont apparues entre concentrations en métaux lourds dans les foies et les niveaux d'asymétrie fluctuante. Le stress environnemental est tel qu'il semble affecter ici la qualité du développement des individus. Les résultats dans le Morvan, aujourd'hui en cours d'acquisition, pourraient bien nous réserver quelques surprises.



Photographies 3 et 4. Pêche électrique vers Gien-sur-Cure réalisée par le bureau d'étude AQUABIO.

Fabrice MONNA

Ce programme de recherche est co-financé par le Fonds Européen de Développement Régional (FEDER), le Conseil Régional de Bourgogne, l'Université de Bourgogne, le Parc national des Cévennes, l'Unité Mixte de Recherche 5594 ARTÉHIS, le Ministère de l'Éducation Nationale, de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche, le Centre Archéologique Européen du Mont Beuvray. Il est soutenu activement par le Parc naturel régional du Morvan.

Bibliographie

- ALIBERT P., BOLLACHE L., CORBERANT D., GUESDON V. & CÉZILLY F. 2002. Parasitic infection and developmental stability: fluctuating asymmetry in *Gammarus pulex* infected with two acanthocephalan species. *The Journal of Parasitology* 88(1): 47-54.
- ALLOWAY B.J. 1995. Soil processes and the behaviour of metals. In : ALLOWAY B.J. (ed.) *Heavy Metals in Soils*, Blackie Acad. & Professional, London: 38-57.
- GOURAULT C. 2009. Les anciennes mines du Haut Morvan. Méthode d'inventaire, essai de caractérisation. Mémoire de master 2, Université de Bourgogne, 117 p. + annexes.
- JOUFFROY-BAPICOT I., PULIDO M., GALOP D., MONNA F., PLOQUIN A., BARON S., PETIT C., LAVOIE M., BEAULIEU J.-L. & DE RICHARD H. 2007. Environmental impact of early palaeometallurgy: pollen and geochemical analysis. *Vegetation History and Archaeobotany* 16: 251-258.
- LABANOWSKI J., MONNA F., BERMOND A., CAMBIER P., FERNANDEZ C., LAMY I. & VAN OORT F. 2008. Kinetic extractions to assess mobilization of Zn, Pb, Cu, and Cd in a metal contaminated soil: EDTA vs citrate. *Environmental Pollution* 152: 693-701.
- MONNA F., PETIT C., GUILLAUMET J.P., JOUFFROY-BAPICOT I., BLANCHOT C., DOMINIK J., LOSNO R., RICHARD H., LÉVÊQUE J. & CHATEAU C. 2004. History and environmental impact of mining activity in Celtic Aeduan territory recorded in a peat-bog (Morvan - France). *Environmental Science & Technology* 38(3): 657-673.
- MONNA F., CAMIZULI E., REVELLI P., BIVILLE C., THOMAS C., LOSNO R., SCHEIFLER R., BRUGUIER O., BARON S., CHATEAU C., PLOQUIN A. & ALIBERT P. 2011. Wild brown trout affected by historical mining in the Cévennes National Park, France. *Environmental Science & Technology* 45: 6823-6830
- OLSVIK P.A., HINDAR K., ZACHARIASSEN K.E. & ANDERSEN R.A. 2001. Brown trout, *Salmo trutta*, metallothioneins as biomarkers for metal exposure in two Norwegian rivers. *Biomarkers* 6: 274-288.
- ROUTHIER P. 1980. Où sont les métaux pour l'avenir ? Mémoire BRGM, n°105, Orléans, 410 p.
- TAMAS C.G. 2004. C.R. Bourse postdoctorale, Région de Bourgogne, 2004, 86 p.

Annexes de la deuxième partie

Annexe II.1. Article publié dans *Journal of Archaeological Science* : Morphometry of Middle Bronze Age palstaves. Part II – spatial distribution of shapes in two typological groups, implications for production and exportation.

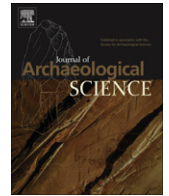
Journal of Archaeological Science 40 (2013) 507–516



Contents lists available at [SciVerse ScienceDirect](http://www.sciencedirect.com)

Journal of Archaeological Science

journal homepage: <http://www.elsevier.com/locate/jas>



Morphometry of Middle Bronze Age palstaves. Part II – spatial distribution of shapes in two typological groups, implications for production and exportation

F. Monna^{a,*}, A. Jebrane^b, M. Gabillot^a, R. Laffont^c, M. Specht^a, B. Bohard^a, E. Camizuli^a, C. Petit^d, C. Chateau^e, P. Alibert^c

^a ARTeHis, UMR 6298, Université de Bourgogne, CNRS, 6 Bd Gabriel, bât. Sciences Gabriel, F-21000 Dijon, France

^b IMB, UMR 5584, Université de Bourgogne, CNRS, 6 Bd Gabriel, bât. Sciences Mirande, F-21000 Dijon, France

^c Biogéosciences, UMR 6282, Université de Bourgogne, CNRS, 6 Bd Gabriel, bât. Sciences Gabriel, F-21000 Dijon, France

^d ARSCAN UMR 7041, Equipe «Archéologie environnementales», Université de Paris 1, 3 rue Michelet, F-75006 Paris, France

^e UFR SVTE, Université de Bourgogne, 6 Bd Gabriel, bât. Sciences Gabriel, F-21000 Dijon, France

ARTICLE INFO

Article history:

Received 17 March 2012

Received in revised form

6 June 2012

Accepted 7 June 2012

Keywords:

Morphometrics

Axe

Shape analysis

Open contour

Archaeology

Orthogonal polynomials

Typology

ABSTRACT

For archaeologists, metallic artifacts are key materials to assess Middle Bronze Age production areas and cultural exchanges. Here, a set of 629 bronze palstaves excavated in northern France, belonging to Breton and Norman typological groups, was treated by (open) outline-based morphometrics with orthogonal polynomial regression. Using robust statistics developed for outlier detection, these Norman and Breton palstave outlines can be divided into two groups: those for which the shape fluctuates close to the standard shape, called “congruent” axes, and those which are far enough from this standard to be considered as “non-congruent”, although they possess most of the features of the typological group. The highest density of discovery (whether congruent and non-congruent in shape) is in the extreme east of Brittany for the Breton axes, while the Norman axes are concentrated in northern Normandy, hence the choice of names. However, the distribution of congruent and non-congruent artifacts appears to be spatially dependent for the Norman group, and to a lesser extent for the Breton group, as there are proportionally more congruent specimens inside the supposed production areas than outside. This contradicts the generally accepted archaeological scheme which hypothesizes that all axes in a group originate from the same production center, and that some items were exported from there to supply neighboring regions. Other minor production centers probably existed, copying the original model with greater shape variation.

© 2012 Elsevier Ltd. All rights reserved.

1. Introduction

In Western Europe, the Middle Bronze Age (1650–1350 BC) was a period where production of metallic objects developed (Briard, 1965; Rowlands, 1976; O'Connor, 1980; Briard and Bigot, 1989). In France, bronze palstave blades are particularly well represented (Verney, 1989; Gabillot, 2003). Such abundance is probably linked to the need for tools to clear forests for agricultural purposes and also in response to the increasing demand for wood. Several types of palstave blades have been recognized by archaeologists of the French Prehistorical Society (Briard and Veron, 1976). Their classification is based on macroscopic observations, including the general shape and the presence of specific ornaments. Two types are particularly abundant in northern France: the Breton and the

Norman types, named after their areas of highest discovery density, the Breton peninsula and Normandy (Briard, 1965; Verney, 1989, recently confirmed by Gabillot, 2003). The numerous specimens found several hundred kilometers away from their supposed production areas are commonly interpreted as resulting from export. Although very useful, the assignment of artifacts to a particular type supplies no information about morphological distribution inside the type, in terms of mean shape and shape diversity (disparity). The close examination by morphometric procedures of the population forming a type may, however, provide finer clues about production areas, possible diffusion of artifacts, know-how, and population mobility.

In a recent companion work, it was demonstrated that the open outline of the inner lateral rib was a powerful morphometric criterion to discriminate Breton and Norman specimens as it separated the two populations in a similar way to traditional typology based on macroscopic observations (Forel et al., 2009). The choice of the inner lateral rib ensues from the fact that the rib is

* Corresponding author. Tel.: +33 (0)3 80 39 63 60; fax: +33 (0)3 80 39 57 87.
E-mail address: Fabrice.Monna@u-bourgogne.fr (F. Monna).

more regular than the lateral curvature as it is representative of the mold, and that its shape is not drastically modified by elimination of the casting cone, preparation of the axe for use, or further repetitive sharpening operations (Gabillot, 2006). Axe profiles were treated by Discrete Cosine Transform (DCT), a procedure already applied in paleontology to study ammonite species (Dommergues et al., 2006, 2007), followed by a discriminant analysis performed on computed harmonic amplitudes. Special attention was paid to possible sources of error, such as obtaining the inner lateral rib from archaeological documentation, the drawing operation itself, and the mathematical treatments (these steps are detailed in Forel et al., 2009). It is noteworthy that considering the inner lateral rib as the sole descriptor of blades is a reductionist approach, as other useful parameters featuring the axes are now ignored (e.g. presence and nature of decorations, metal composition, etc). However, by extracting only a few coefficients representative of the shape, it becomes possible to quantify shape disparity within each group precisely and to calculate the distance separating a particular item from the mean shape of its typological group. This valuable information is inaccessible to the naked eye. In the previous study, Breton palstaves appeared to be significantly more standardized than Norman ones, suggesting regional differences in the organization of metallic production (Forel et al., 2009). Interestingly, most of the palstaves discovered at Sermizelles (Burgundy), a site located several hundred kilometers from Brittany and Normandy (lower Seine Valley), were far from the standard shapes featuring the Norman and Breton types. They did not define a third typological group either, as they displayed a vast variety of shapes with many individuals, spreading out to the edge of the morphological space of Breton and Norman axes, or even outside (see Forel et al., 2009, Fig. 5c, p. 726). Their shape disparity was therefore too great to be compatible with a simple assortment of Breton and Norman types, as previously believed. Some of them therefore possibly came from other sources, perhaps from copies, as they presented most of the features commonly found in both Breton and Norman types (Forel et al., 2009; Gabillot et al., 2009). The concluding remark of this previous work was that other centers of Norman- and Breton-like

palstaves may have existed outside the presumed limits of production areas. Strong presumptions plead in favor of local production in the region of Sermizelles, where environmental studies have indicated that nearby mineral resources were exploited by Prehistoric societies (Monna et al., 2004; Jouffroy-Bapicot et al., 2007). However, the morphological data from this previous set of axes were not treated by spatial analysis, because the main focus of the study was the comparison of axes found in or nearby the presumed production areas (Brittany and Normandy), with axes from the Sermizelles hoard.

Classically, the geographical distribution of artifacts may reveal places where major production took place (perhaps even secondary, minor centers). Our working hypothesis is that links may exist between spatial distribution and artifact shape. We therefore sought to identify geographical clusters of high or low proportions of specimens presenting features close to the mean shape. If such clusters can be recognized, the spatial distribution of artifacts can therefore be aligned with natural, social and cultural phenomena. Characterizing these links may be of great value in understanding the organization of production, and hence, in assessing the material and immaterial relationships linking prehistoric societies.

2. Material and method

2.1. Corpus

Data were acquired on an extended corpus compared to the previous study: 319 palstaves of Breton type instead of 203, and 310 Norman ones instead of 177 (see Fig. 1 for main characteristics of Norman and Breton palstaves). This new corpus now covers a wider geographical area (74 locations for the Breton and 98 for the Norman types), which extends far beyond the presumed production districts (*i.e.* Brittany and Normandy), as it encompasses approximately the northern half of the current French territory (Fig. 2). The aim, here, is to compare districts assumed to be sites of active production, and neighboring regions which are classically

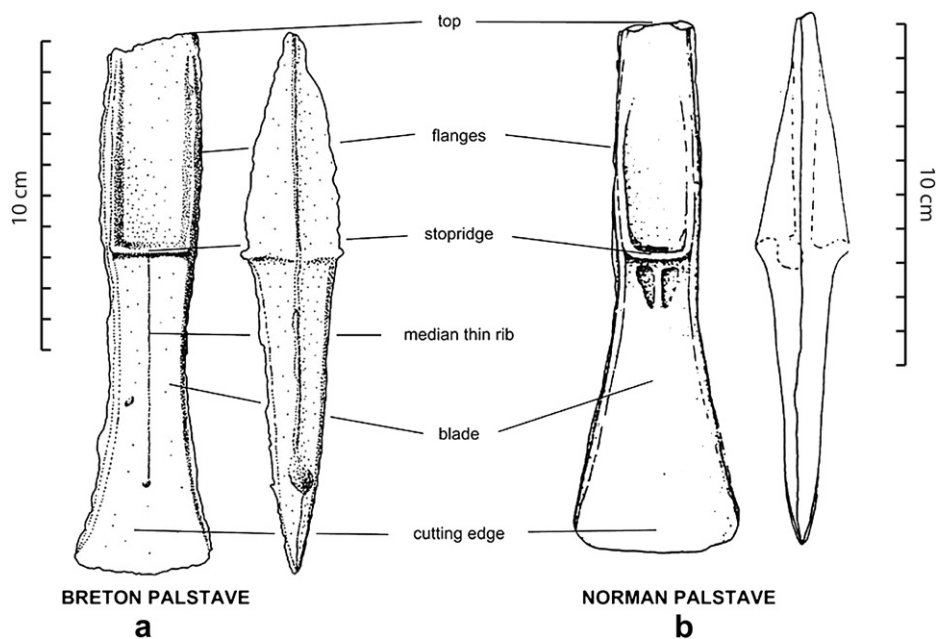


Fig. 1. Typical Breton (a) and Norman (b) palstaves. The Breton type is narrow, and possesses a rectangular, thin, proximal part with straight flanges and little decoration, sometimes consisting merely of a thin rib under the stopridge. The Norman type is defined by a trapezoidal blade, a rectangular proximal part with convex flanges, and decoration under the stopridge (Verney, 1989; Gabillot, 2003, illustration from Forel et al., 2009).

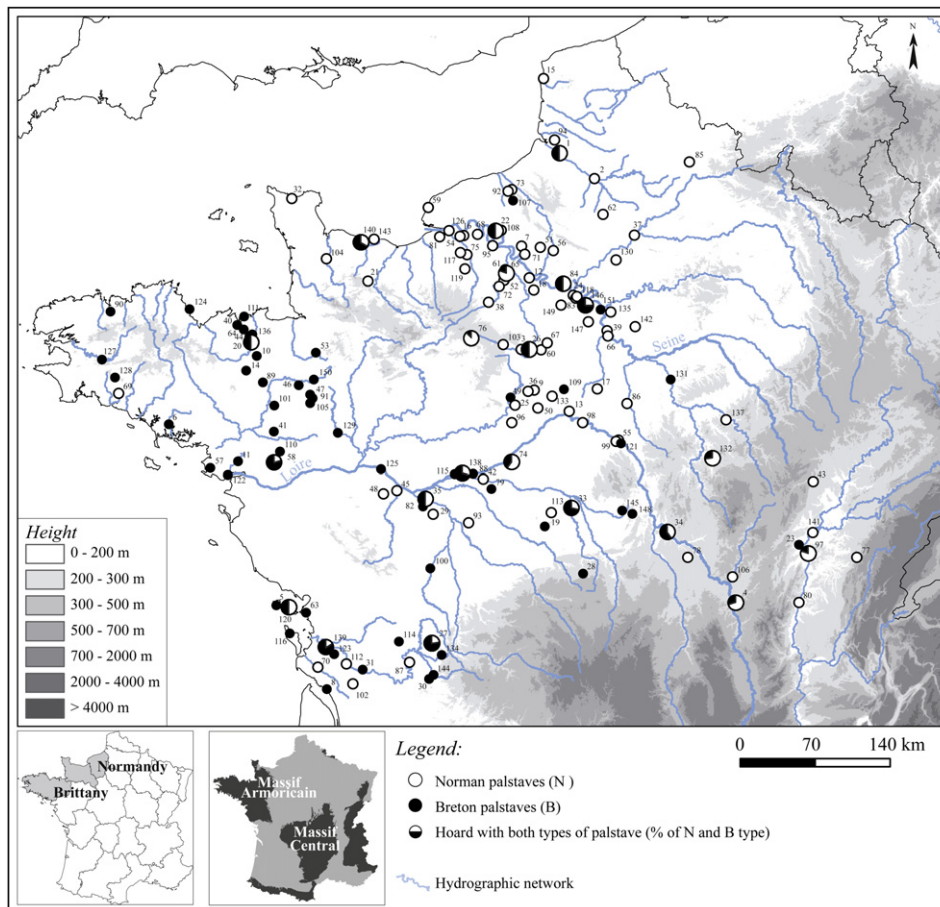


Fig. 2. Location of the sites where the Norman and Breton palstaves were excavated. Black circles correspond to hoards containing only Breton palstaves, white circles to hoards with only Norman palstaves. When both types were found, the distribution is expressed as a pie-chart. Hereafter are listed the site names and in parentheses, the number of palstaves of each type (N for Norman, B for Breton): 1. Abbeville (1 N, 1 B), 2. Amiens (3 N), 3. Amilly (1 N), 4. Anzy-le-Duc (7 N, 3 B), 5. Ars-en-Ré (1 B), 6. Auray (1 B), 7. Bacqueville (1 N), 8. Barzan (1 B), 9. Bazoches-en-Dunois (1 N), 10. Bécherel (1 B), 11. Besné (3 B), 12. Blaru (2 N), 13. Boigny-sur-Bionne (1 N), 14. Boisgervilly (5 B), 15. Boulogne-sur-Mer (2 N), 16. Bourneville (3 N), 17. Boynès (1 N), 18. Bréval (4 N), 19. Brion (1 B), 20. Calorguen (1 N, 1 B), 21. Campandrè-Valcongrain (1 N), 22. Canteleu (1 N, 1 B), 23. Chalon-sur-Saône (1 B), 24. Chambourcy (2 N), 25. Charray (1 N), 26. Chartres (1 N, 1 B), 27. Chassignac (2 N, 7 B), 28. Châteaumeillant (1 B), 29. Chaveignes (1 N), 30. Chazelles (6 B), 31. Chérac (1 B), 32. Cherbourg-Octeville (1 N), 33. Chéry (2 N, 5 B), 34. Chevenon (2 N, 3 B), 35. Chinon (1 N, 1 B), 36. Civry (1 N), 37. Compiègne (2 N), 38. Condé-sur-Iton (1 N), 39. Corbeil-Essonnes (2 N), 40. Créhen (2 B), 41. Derval (2 B), 42. Dierre (1 N), 43. Dijon (1 N), 44. Dinan (5 B), 45. Distré (1 N), 46. Domagné [Chaumeré] (1 B), 47. Domalain (7 B), 48. Doué-la-Fontaine (1 N), 49. Douy (1 B), 50. Epieds-en-Beauce (1 N), 51. Etrépagny (1 N), 52. Evreux (18 N), 53. Fougères (1 B), 54. Fourmetot (2 N), 55. Gien (1 N), 56. Gisors (2 N), 57. Guérande (1 B), 58. Héric (1 N, 4 B), 59. Heuqueville (31 N), 60. Houville-la-Branche (1 N), 61. La Chapelle-du-Bois-des-Faulx (26 N), 62. La Hérèlle (1 N), 63. La Rochelle (2 B), 64. Languenan (7 B), 65. Le Boulay-Morin (4 N, 1 B), 66. Le Coudray-Montceaux (1 N), 67. Le Gué-de-Longroi (16 N), 68. Le Landin (1 N), 69. Le Trévoux (1 N), 70. L'Eguille (1 N), 71. Les Andelys (1 N), 72. Les Baux-Sainte-Croix (4 N), 73. Les Grandes-Ventes (1 N), 74. Les Montils (6 N, 4 B), 75. Livet-sur-Authou (6 N), 76. Longny-au-Perche (7 N, 1 B), 77. Lons-le-Saunier (12 N), 78. Lucenay-les-Aix (1 N), 79. Luzillé (1 B), 80. Mâcon (1 N), 81. Manneville-la-Raoul (1 N), 82. Marçay (1 B), 83. Mareil-Marly (1 N), 84. Meulan-en-Yvelines (1 N, 1 B), 85. Molain (1 N), 86. Montargis (1 N), 87. Montignac-Charente (1 N), 88. Montlouis-sur-Loire (1 B), 89. Mordelles (2 B), 90. Morlaix (1 B), 91. Moutiers (3 B), 92. Muchedent (1 N), 93. Neuilly-le-Brignon (1 N), 94. Nouvion (1 N), 95. Orival (2 N), 96. Oucques (1 N), 97. Ouroux-sur-Saône (4 N, 1 B), 98. Ouvrouer-les-Champs (1 N), 99. Poilly-lez-Gien (1 N), 100. Poitiers (2 B), 101. Poligné (2 B), 102. Pons (1 N), 103. Pontgouin (1 N), 104. Rampan (1 N), 105. Rannée (1 B), 106. Rigny-sur-Arroux (2 N), 107. Rosay (1 B), 108. Rouen (6 N), 109. Ruan (1 B), 110. Saffré (3 B), 111. Saint-Briac-sur-Mer (1 B), 112. Saintes (1 N), 113. Saint-Florentin (1 N), 114. Saint-Fraigne (1 B), 115. Saint-Genouph (2 B), 116. Saint-Georges-d'Oléron [Sauzelle] (5 B), 117. Saint-Georges-du-Vivère (1 N), 118. Saint-Germain-en-Laye (21 N), 119. Saint-Léger-de-Rôtes (1 N), 120. Saint-Martin-de-Ré (1 N, 1 B), 121. Saint-Martin-sur-Ocre (1 B), 122. Saint-Nazaire (1 B), 123. Saint-Porchaire (1 B), 124. Saint-Quay-Portrieux (2 B), 125. Saint-Rémy-la-Varenne (3 B), 126. Saint-Samson-de-la-Roque (3 N), 127. Saint-Thois (150 B), 128. Scaer (1 B), 129. Segré (1 B), 130. Senlis (1 N), 131. Sens (1 B), 132. Sermizelles (29 N, 11 B), 133. Sougy (1 N), 134. Suaux (1 B), 135. Sucy-en-Brie (4 N), 136. Taden (1 B), 137. Tonnerre (1 N), 138. Tours (4 N, 10 B), 139. Trizay (1 N, 5 B), 140. Vaux-sur-Aure (3 N, 6 B), 141. Verdun-sur-le-Doubs (2 N), 142. Verneuil-l'Étang (1 N), 143. Ver-sur-Mer (1 N), 144. Vilhonneur (1 B), 145. Villabon (2 B), 146. Ville-d'Avray (1 N, 3 B), 147. Villejust (1 N), 148. Villequiers (1 B), 149. Villiers-Saint-Frédéric (1 N), 150. Vitry (1 B), 151. Vitry-sur-Seine (1 B).

considered as consumers (passive). The artifacts were discovered fortuitously throughout the 19th and 20th centuries, most of the time consecutively to agricultural works and country planning (bridges, roads and railway constructions, etc.). They sometimes consist of isolated findings but, more often, they are part of a set of palstaves, possibly including other objects such as weapons, jewelry, etc. The corpus consists of all specimens available in the archaeological literature in the form of drawings (Bouet-Langlois, 2009; Gabillot, 2001, 2003; Gomez, 1980; Mordant, unpublished; Ture, 1997), except for those items which were broken when found. It is noteworthy that the hoard of Saint-Thois predominates among the Breton type, as it represents 150 items out of a total of 319. Its

presence obviously influences the geographical distribution of the Breton type, but macroscopic observations made by Gabillot (2001) tend to indicate that the shape disparity within this hoard is comparable (although not quantified) to that observed within the whole Breton type population. In the following, the assignment of a particular axe to the Breton group or to the Norman group used the currently accepted standard typology described in detail in Gabillot (2003), which provides a critical and exhaustive review of the available archaeological literature. Some original drawings available in the literature are probably not fully consistent because they may represent an idealized view of the artifacts. However, as a very large corpus of 629 items is considered here, it is reasonable

to think that final uncertainties due to possible lack of precision of some original drawings will be eliminated, or at least considerably reduced.

2.2. Morphometry

2.2.1. Drawing and sampling

All inner lateral ribs, which consist in curves, were drawn using tracing paper (Fig. 3, steps 1 & 2). As mentioned before, the material available from Forel et al. (2009) was reused and supplemented by 249 new axes drawn by a new operator. The new operator was careful to use the same criteria for choosing the start and the end of the profile to draw, because this step was previously identified as a possible source of error (Forel et al., 2009). The good agreement between drawings of the inner lateral ribs produced by each operator was first checked on a training set of 30 palstaves before completing the corpus. The drawings were scanned at 300 dpi and saved in TIF format (Fig. 3, step 3). Coordinates of open outlines were extracted from the TIF image using a home-made script written for MATLAB® (Fig. 3, step 4). Note that its analog can be found for the free R software (<http://www.r-project.org>) as the set of similar functions described in Claude (2008). Two hundred equally spaced points were sampled along the chord linking the starting and ending points (X-values), and the Y-values were evaluated perpendicularly to these positions. Baseline registration was then operated by sending the start and the end of the profiles to the respective coordinates (-1,0) and (1,0) (Bookstein, 1991; cf. Fig. 3,

step 5). This method rotates, translates and scales all profiles, so that the coordinates are no longer dependent on size, position or orientation.

2.2.2. Regressing and extracting coefficients

Profiles were regressed using Legendre orthogonal polynomials (see Rohlf, 1990 for fundamentals, and Rhode et al., 2001 for an application). More details about properties of this polynomial family can be found in the Appendix section. A script was developed for the R software, using the orthopolynom R package, which contains a set of functions (e.g. legendre.polynomials()) allowing regression to be easily computed. As with classical polynomials, coefficients are used as shape variables (Fig. 3, step 6). The higher the degree of polynomials is, the more precise is the reconstruction of the outline. The adjusted-R² is used to quantify the quality of reconstruction:

$$R_{adj}^2 = 1 - (1 - R^2) \left(\frac{n - 1}{n - p} \right) \tag{1}$$

where *n* is the number of observations, *p* the degree of the polynomials.

2.2.3. Distance to the mean shape (centroid)

Each individual, *i*, is defined by a vector, α_i , containing the estimated values of coefficients, $\hat{\alpha}_{i,k}$ (*k* denotes the degree of the monomials from 0 to *p*):

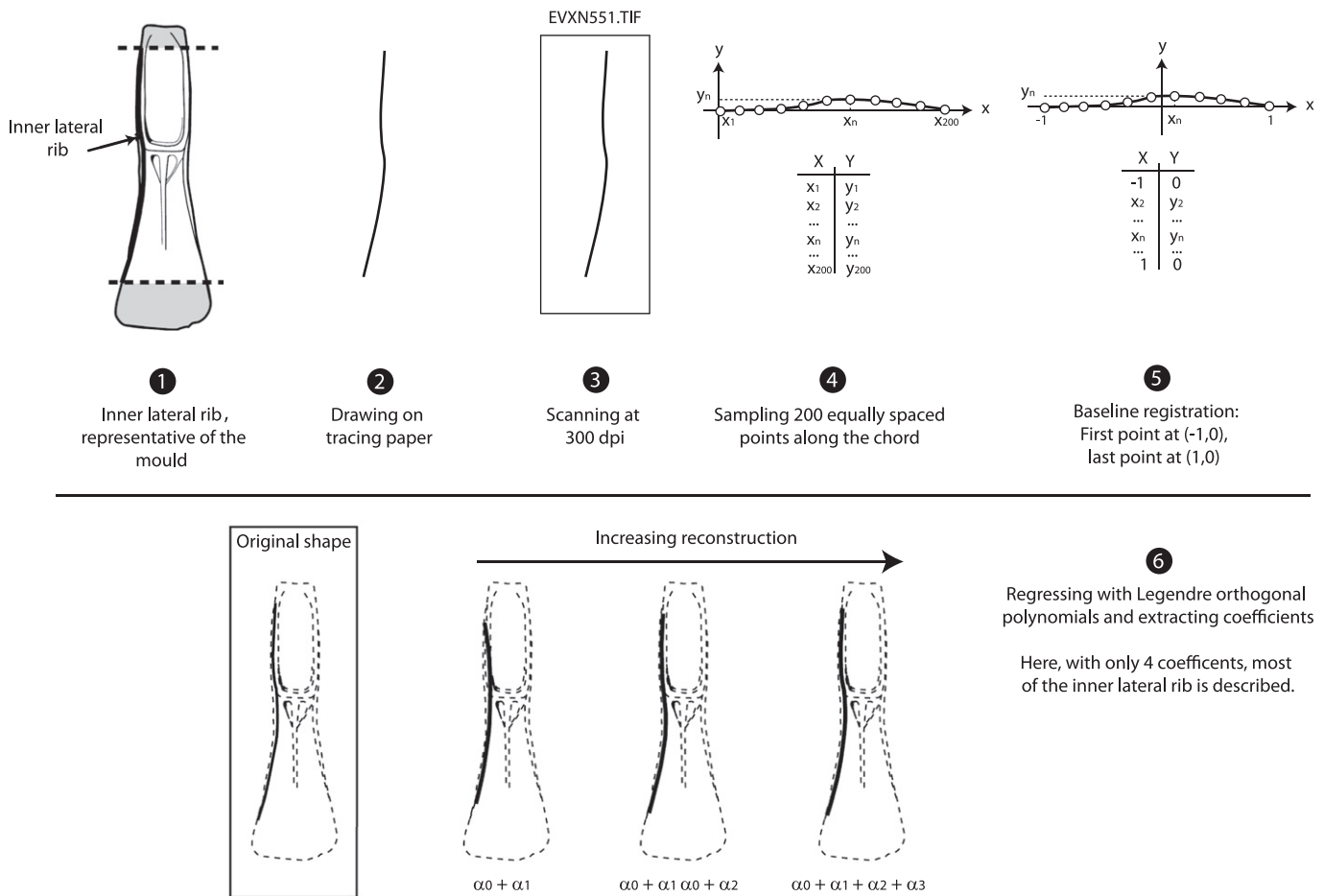


Fig. 3. Data processing. Extraction of the inner lateral rib from the available archaeological documentation, drawing, scanning, sampling, baseline registration, and mathematical treatment.

$$\alpha_i = (\hat{\alpha}_{i,0}, \hat{\alpha}_{i,1}, \hat{\alpha}_{i,2}, \dots, \hat{\alpha}_{i,p})^T,$$

for a p th-order polynomials, where T denotes the transpose of the matrix. The mean group vector of each group (*i.e.* Breton or Norman), which represents the centroid or mean shape, is defined by $\mu = (\hat{\mu}_0, \hat{\mu}_1, \hat{\mu}_2, \dots, \hat{\mu}_p)^T$, where $\hat{\mu}_k$ is the estimated mean of all $\hat{\alpha}_{i,k}$. Then, the distance of each specimen from the centroid of its group can be evaluated using as metric the squared Mahalanobis distance, D_i^2 :

$$D_i^2 = (\alpha_i - \mu)^T \Sigma^{-1} (\alpha_i - \mu) \quad (2)$$

where Σ^{-1} denotes the inverse of the sample covariance matrix of the typological group considered. This distance is here better adapted than the Euclidean distance because it standardizes the coefficients. Interestingly, if α follows a multivariate normal distribution, D_i^2 follows a chi-squared distribution at $p + 1$ degrees of freedom (Baxter, 2003). With the R software, the Mahalanobis distance is computed using the `mahalanobis()` function of the stats package. Unfortunately, for each group, the presence of several outliers affects both the sample covariance matrix, Σ , and the position of the centroid, μ (Atkinson and Mulira, 1993). That is why squared robust distances, RD_i^2 , are frequently computed using high-breakdown robust multivariate location (\mathbf{t}) and scale estimator (\mathbf{S}) in place of μ and Σ , respectively:

$$RD_i^2 = (\alpha_i - \mathbf{t})^T \mathbf{S}^{-1} (\alpha_i - \mathbf{t}) \quad (3)$$

Many algorithms have been developed to assess RD_i^2 . One of them exploits the minimum covariance determinant (MCD) to estimate the \mathbf{t} and \mathbf{S} matrices. It has been proved to be efficient and is widely used (e.g. Alameddine et al., 2010). Functions such as `CovMcd()` and `getDistance()` are available in the `rrcov` package for R. More details about the technical calculation procedure can be found in Rousseeuw and Driessen (1999) and Alameddine et al. (2010). In order to test the validity of such an approach in our case, both classical Mahalanobis and robust distances were computed and compared. To summarize, the higher D_i^2 or RD_i^2 are, the farther the blades are from the centroids (mean shapes) of their group. On this basis, both Breton and Norman palstaves were divided into two sub-groups: (i) those which can be considered as reasonably conforming to the mean shape, namely “congruent” palstaves, and (ii) those which are far enough from the mean shape to be considered as “non-congruent”, although their overall characteristics identify them as either Norman or Breton.

2.2.4. Mapping palstave density

The spatial distribution of the two types of palstaves (Breton and Norman) was achieved using Gaussian kernel functions for bivariate data, a popular method for visualizing geographical distribution (e.g. Cusimano et al., 2010). Kernel density estimation produces interpolated maps which are invaluable for estimating values over a large region from which only samples have been taken. The degree of density estimate smoothing is controlled by bandwidths: large bandwidths produce over-smoothing which can mask some local features, whereas small bandwidths may create roughness in the estimates (see Baxter et al., 1997 for a review on the method and its potential in archaeology). As a first step, tools based on cross validation (functions available in the `ks` package for R) were used to produce theoretical optimum bandwidths (Wand and Jones, 1994). As a second step, an empirical approach selected bandwidths of 50 km for X and Y , which is slightly higher than values provided by the cross validation method (35–40 km). Such values were preferred as they tend to over-smooth the density estimate, and substantially reduce the chance of over-interpretation (Stevens et al., 2009).

2.2.5. Cluster detection

First, an approach based on a dual kernel density estimate (so-called kernel density ratio) was applied to our set of data to examine visually the geographical structure in terms of under- or over-representation of non-congruent palstaves (see Siqueira et al., 2004 for details and an application in medicine). In other words, the purpose was to see if the ratio of densities of congruent/non-congruent blades is the same everywhere or not. Dual kernel was computed by dividing the density estimations of congruent palstaves by those of non-congruent palstaves. Although visually friendly, this procedure suffers from major drawbacks. Regions far from the discovery of non-congruent palstaves lead to computation of anomalously high congruent/non-congruent ratios, so that only the regions with an appreciable number of palstaves can be taken into account in the analysis. Moreover, census data are ignored and the statistical significance of the obtained ratios in relation to random fluctuations cannot be evaluated under a Bernoulli probability distribution.

To palliate this weakness, the procedure was supplemented by the use of scan statistics to identify statistically significant areas with high or low proportions of non-congruent palstaves. This step was performed using SaTScan v9.1 (<http://www.satscan.org/>; Kulldorff et al., 1998), software very widely used in the health sciences (e.g. Green et al., 2003; Beroll et al., 2007). Basically, the space is progressively scanned using ellipses of gradually expanding size, moving from one finding location to another, in which non-congruent and congruent axes are counted. For each scanning window center and size, the congruent vs. non-congruent distribution is tested against the null hypothesis, which corresponds to spatial randomness, meaning that the proportion of non-congruent palstaves is the same everywhere, inside and outside the ellipse. The window with the maximum likelihood is the most likely cluster. Secondary clusters with lower likelihood may also be detected (see Kulldorff and Nagarwalla, 1995; and the operating manual provided with the SaTScan software for details about p -value calculations). Scans were operated for areas with high or low rates of cases (a case is here a non-congruent palstave), in other words to identify regions where proportions of non-congruent palstaves are significantly too high or too low to be compatible with spatial randomness.

3. Results and discussion

3.1. Choice of the number of coefficients necessary to describe the palstaves

The full set of palstaves ($n = 629$) was sequentially regressed using orthogonal polynomials with p , the order of polynomials, increasing from 1 to 10. It appears that the adjusted- R^2 quickly increased to reach values close, on average, to 0.95 from $p = 3$ (Fig. 3, step 6; Fig. 4). In other words, about 95% of the variation of the inner lateral rib is described only by four numbers: the first three coefficients plus the constant. From that point, adjusted- R^2 slowly increases to tend asymptotically toward 1 (Fig. 4). The high goodness of fit obtained with only a cubic polynomial regression is due to the simplicity of the profiles with, at worst, two local maxima/minima. Increasing the order of polynomials (*i.e.* by taking $p > 3$) will slightly improve the goodness of fit, but may also have a deleterious effect on the calculation of the distance of each individual from the group centroid because each coefficient α_k acts in a same way due to normalization by its variance. Mixing at equal weight high-order polynomial coefficients (which explain little of the variance) with the first four polynomial coefficients (which explain almost 95% of the total variance) is definitely not a good choice. As a result, the following steps were performed using only

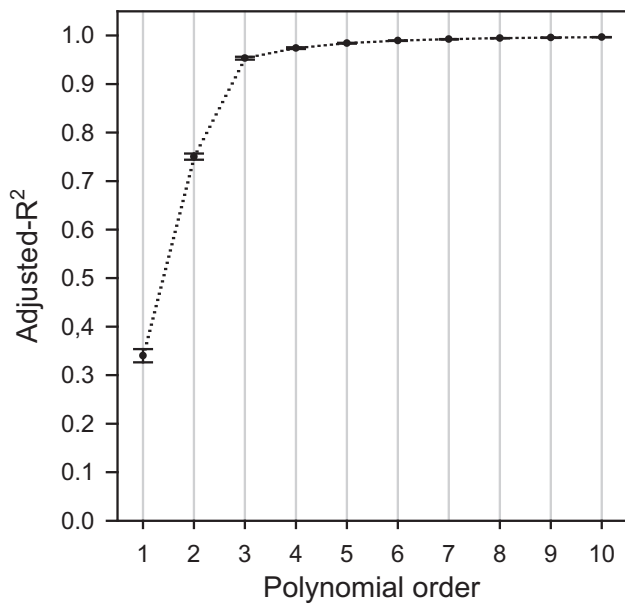


Fig. 4. Average adjusted- R^2 vs. the order of orthogonal polynomial model used for treating the 629 palstaves. Error bars represent the 95% confidence interval of the mean value.

the first 4 coefficients obtained by Legendre orthogonal polynomial regression (*i.e.* considering a third-order regression).

3.2. Discriminating congruent and non-congruent palstaves

Mahalanobis and robust distances, which separate the specimens from the mean shape of their group, were computed separately for Breton and for Norman types. If the coefficients follow a multivariate normal distribution, D_i^2 and RD_i^2 are supposed to follow chi-squared distributions at $p + 1$ degrees of freedom (here $p = 3$, see above). The quality of the adjustment to the expected multivariate normal distribution is represented in the form of sample quantile vs. theoretical ($\sim \chi_4^2$) quantile diagrams. In the Mahalanobis plots (Fig. 5a,b), specimens close to the centroid match well the theoretical χ_4^2 distribution (although they plot sometimes slightly below the $y = x$ line), suggesting that polynomial coefficients, at least for these individuals, roughly follow a multivariate normal distribution. However, from a certain point, sample values drastically diverge from theoretical quantiles,

indicating the occurrence of outliers, which may have parasitized by their simple presence the calculation of the covariance matrix (Σ) and of the centroid location (μ). When computing robust distances in place of Mahalanobis distances, the situation becomes clearer (Fig. 6a,b). The specimens close to the centroid now almost perfectly fit the theoretical χ_4^2 – based distances, while the point at which divergence begins becomes much more clearly identifiable, especially for the Breton palstaves (see Fig. 5b vs Fig. 6b). These procedures, based on assumed multivariate normal distribution of estimates, are often applied for outlier detection by experimental scientists. For this purpose, atypical observations are generally considered to result from measurement or transcription errors, or may even derive from exceptional events, which are, by definition, not supposed to occur frequently. By convention, any point which has a D_i^2 (or RD_i^2 depending on calculation strategies) exceeding $\chi_{df=v,0.975}^2$, is considered as atypical. Such a threshold makes the whole procedure highly conservative (*i.e.* only a few samples are rejected). A straightforward application of this convention is not appropriate here, because there may be a high proportion of non-congruent palstaves in both Norman and Breton populations. That is why thresholds used to separate both groups into congruent and non-congruent sub-groups were set at the distance where robust distance values start to diverge from theoretical expectations. Such thresholds are materialized in Fig. 6a,b by horizontal lines at $RD_i^2 > 5.4$ for the Norman and $RD_i^2 > 6.8$ for the Breton palstaves. These cut-offs identify 77 non-congruent palstaves out of a total of 310 (24.8%) for the Norman type (Fig. 6a) and 53 non-congruent palstaves out of a total of 319 (16.6%) for the Breton type (Fig. 6b). The drawings of specimens depicted in Fig. 6a,b help to assess where the congruent palstaves stand in contrast to the non-congruent ones.

3.3. Mapping shape distribution for the two groups

3.3.1. The Norman group

Fig. 7a represents the kernel density interpolation for the Norman group. The highest density is observed between Paris and the mouth of the Seine and lies along the Seine, although a minor site is also recognized in Burgundy. Under the null hypothesis that the proportion of non-congruent axes is spatially independent, the density ratio congruent/non-congruent should randomly fluctuate around 3 (233 congruent specimens/77 non-congruent specimens = 3.03), and should not exhibit any spatial structure. The reality is quite different as the dual kernel produces a clear pattern (Fig. 7b). An area (ellipse 1), perfectly matching the highest

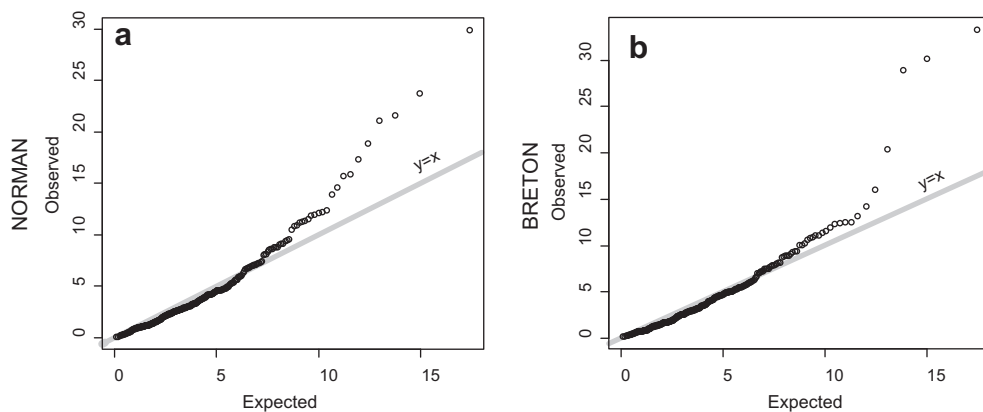


Fig. 5. Sample quantiles vs. theoretical quantiles for a χ^2 distribution with 4 degrees of freedom built on the basis of the squared Mahalanobis distances for the Norman (a) and Breton (b) groups. The line $y = x$ corresponds to the conformity with multivariate normal distribution.

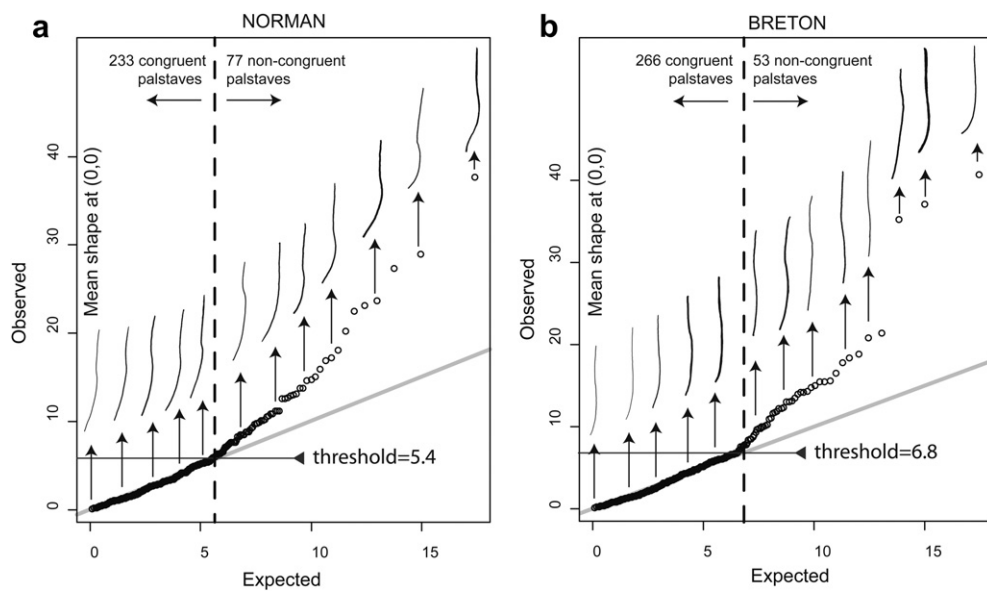


Fig. 6. Sample quantiles vs. theoretical quantiles for a χ^2 distribution with 4 degrees of freedom built on the basis of the squared robust distances for the Norman (a) and Breton (b) groups. The line $y = x$ corresponds to the conformity with multivariate normal distribution. The threshold values are set at the distance where robust distance values start to diverge from theoretical expectations. These thresholds separate the palstaves into two categories: the congruent and non-congruent ones. Open outlines of some specimens are depicted in order to make clearer the progressive divergence from the mean shape.

densities of discovery (Fig. 7a), is clearly identified by scan statistics as presenting a significantly low rate of non-congruent palstaves: out of a total of 148 palstaves, only 14 are non-congruent, whereas 36.8 specimens would be expected. Such a distribution is too

unbalanced to result from a Bernoulli probability model ($p = 10^{-5}$). Another area covering part of Burgundy and the northern Massif Central (ellipse 2) is statistically recognized as exhibiting an anomalously high rate of non-congruent palstaves ($p = 0.027$): out

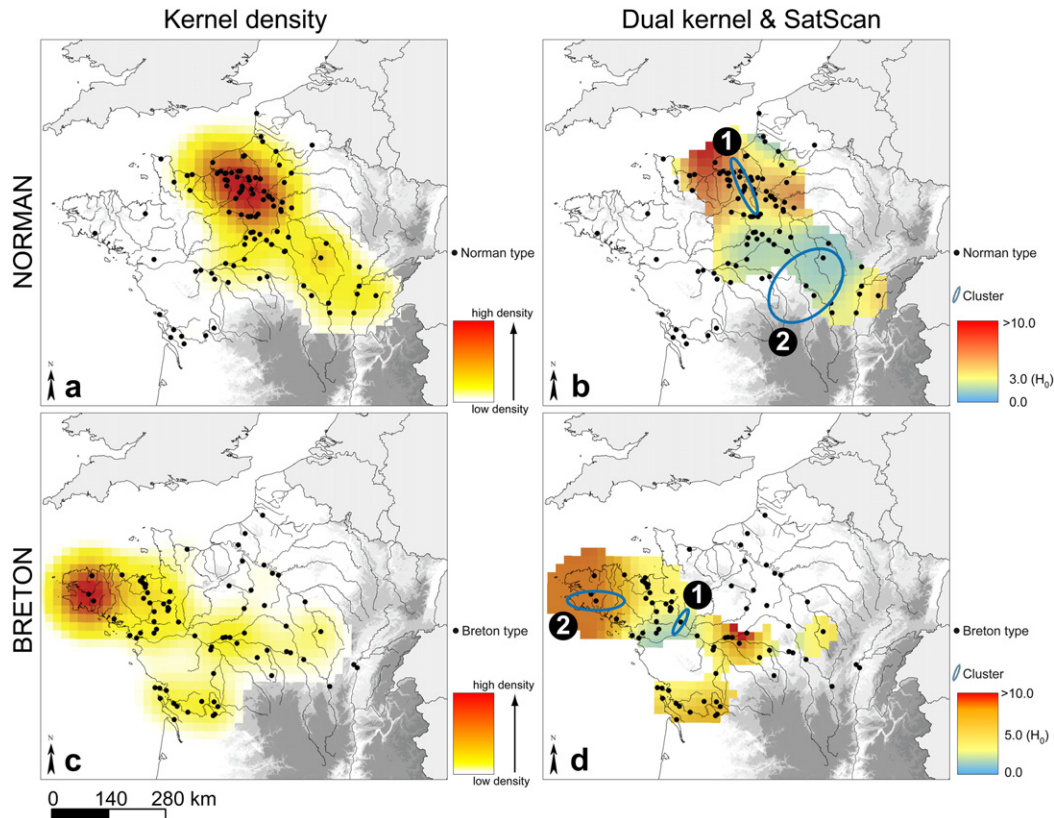


Fig. 7. Absolute kernel density interpolation for Norman (a) and Breton palstaves (c). Dual kernel, computed by dividing the density estimation of congruent palstaves by that of non-congruent palstaves, for Norman (b) and Breton types (d). The ellipses correspond to the most likely (●) and secondary (⊙) clusters for high and/or low proportions of non-congruent palstaves obtained by scan statistics (purely spatial scan statistic under a Bernoulli probability model, elliptic scanning and Monte Carlo randomization with 999 permutations).

of a total of 89, 38 are non-congruent, whereas 22.1 would be expected. The null hypothesis must therefore be rejected for the Norman group.

3.3.2. The Breton group

Fig. 7c represents the kernel density interpolation for palstaves belonging to the Breton type. The extreme east of Brittany is a hot spot, but such a high-density position is governed by the presence of the Saint Thois hoard. Under the null hypothesis, the dual kernel is supposed to oscillate randomly around 5 (266 congruent items/53 non-congruent items = 5.02). The moderate spatial structure observed is in part confirmed by scan statistics (Fig. 7d). The most likely cluster (ellipse 1, located close to the low Loire valley) shows a significantly high proportion of non-congruent palstaves ($p = 0.048$): where the 5 axes within the ellipse are all non-congruent, while only 0.83 items would be expected. A secondary cluster is identified in the extreme east of Brittany (ellipse 2, which encompasses the Saint Thois hoard), with 16 non-congruent palstaves out of a total of 159, while 26.42 would be expected. However, it does not appear statistically significant since its p -value is 0.702. The situation for the Breton axes seems therefore to be much less clear than for the Norman ones.

4. Archaeological interpretation

4.1. Inferences for Norman-type production

First of all, the highest density of Norman palstave discovery does not precisely match the current eponymous Normandy administrative region, but rather lies along the middle and low Seine valley. One simple scenario might explain the areas where high and low proportions of non-congruent palstaves are observed (Fig. 7b). Metalworkers produced the entire set of so-called Norman palstaves along the Seine, but they preferentially exported the models which differed the most from the mean standard shape, so that nowadays, there is a low proportion of non-congruent specimens inside the region of production, and a higher proportion outside. Although theoretically acceptable, this scheme is not likely; first, because it is not always easy to distinguish the non-congruent specimens with the naked eye, even for such skilled metalworkers, and second because that would imply a stricter management of exchanges than could plausibly have existed at that time. A more likely explanation is that the majority of Norman palstaves were manufactured according to rules that metalworkers had to follow, in the low Seine valley where the type was probably invented. There would have been little incentive to develop new shapes, or variations around the original model. Such a scenario explains why non-congruent palstaves are proportionally less abundant in the low Seine valley. That would imply control over the production, but the way in which this control was exerted is not clear. One can invoke control by the elites, the control of only a few metalworkers over a large production, or multiple producers following a very strict technological style (i.e. control through socially accepted standards); these hypotheses are not mutually exclusive. Some of the palstaves produced in the middle and low Seine valley, including both congruent and non-congruent blades, were exported to neighboring communities, who were familiar with the original Norman type. These communities may also have produced their own blades following the Norman model, but their copies exhibited greater shape disparity, so that non-congruent palstaves are proportionally more abundant than in the low Seine valley. These 'Norman-like' palstaves are found in greater proportion in Burgundy and in the northern Massif Central. Some of these copies may also have been exported elsewhere.

4.2. Inferences for Breton-type production

The highest density of Breton palstave discovery matches the Brittany peninsula, even when the Saint Thois hoard, with its 150 specimens, which overwhelms the analysis, is removed (not shown here). One area with a high proportion of non-congruent palstaves is observed, but it concerns too limited a subset of the corpus (only 5 items) to be of real archaeological relevance. Additional tests (not shown here) were performed by removing the hoard of Saint Thois, but no spatial structure could be statistically identified, perhaps because of the drastic downsizing. Several scenarios can be invoked to explain the relatively homogeneous spatial distribution of congruent vs non-congruent Breton palstaves: (i) most of the production, including congruent and non-congruent palstaves, took place in Brittany and was partly exported to neighboring regions indistinctly, (ii) palstaves were produced in Brittany, but copies were made elsewhere; however, these copies matched the original model so well that they are not distinguishable by spatial statistics, or (iii) intense circulation of artifacts masks the initial distribution. It is noteworthy that any inferences made here are drawn from a corpus which can be biased with respect to the original distribution. In the current state of knowledge, it is impossible to favor either of these hypotheses using this corpus.

4.3. Exchanges of raw material and formed artifacts

In the low Seine valley, metal resources are lacking, so that raw material used by metalworkers had necessarily to be acquired elsewhere. England, the Alps and southern France, where prehistoric mines have been discovered and studied (Barge, 1997; Ambert et al., 2002), are classically evoked as the main providers of copper and tin at that time (Routhier, 1999). Abundant mineral resources from the surrounding French crystalline massifs may also have been used. In Brittany, mineral resources are abundant although there is currently no archaeological evidence of their exploitation. In the Vosges massif, the recent analysis of metallic pollution archived in a peat bog reported a geochemical anomaly around 1500 cal. BP, which might possibly be related to atmospheric emissions consecutive to local mining and smelting (Forel et al., 2010). The presence of mining during the Bronze Age has been demonstrated in the Morvan (northern Massif Central) using the same methodology that has been applied to several peat cores (Monna et al., 2004; Jouffroy-Bapicot et al., 2008), in other words in areas formerly considered by archaeologists as passive with respect to metal production and consumption at that time. The accessibility of abundant local raw material in the northern Central Massif may have been an asset for the development of local metallurgy, which took as models the Norman (and perhaps the Breton) palstaves. A major result of the present study is that, at least for the Norman type, a clear spatial structure in terms of high or low proportions of non-congruent palstaves can now be seen. This necessarily implies that exportation/importation exchanges were limited for this type, otherwise the spatial structure observed would have vanished due to the homogenization consecutive to intense circulation.

5. Conclusions

The difference between the traditional approach made by archaeologists dealing with typology and morphometrics is that shape disparity within a type can be only roughly assessed by the naked eye (especially when several hundreds of specimens are considered), while it can be precisely quantified by morphometrics. That constitutes a valuable advance, which complements traditional typology. Accompanied by spatial analysis, the information contained in artifact shape disparity can be a precious tool to

identify artifact production areas and exchange networks. The procedure is based on objective measurements and hypothesis testing, making it reliable, reproducible and capable of being updated when new discoveries are made. However, it requires the discrimination of congruent vs non-congruent objects, which is not as straightforward as in other studies (e.g. epidemics, where the status – sick/not sick – can most of the time be determined unambiguously). In the case of archaeological materials, an appropriate method to determine a threshold has to be found. The close examination of the robust distances from the centroid provides efficient guidelines here. If the structure of the data is clear enough, the results of the spatial analysis will be highly robust, as is the case here for the Norman type. In all cases, a large corpus is desirable.

More specifically for the Bronze Age palstaves, it is demonstrated that the low Seine valley is the place where most of the Norman-type palstaves were produced, with low shape variation. This tends to imply a strict control of production in this area. The artifacts were exported from there, but other minor centers, in Burgundy and in the northern Massif Central, probably copied them, but with less stability around the standard shape. If such a spatial structure can still be seen nowadays, it must mean that the intense exchanges leading to geographical homogeneity did not occur. The situation is less clear for the Breton palstaves, which exhibit almost homogeneous spatial distribution with respect to congruent and non-congruent sub-group proportions. Therefore, in this case, no clear archaeological inferences can reasonably be drawn for the Breton palstaves, for which several scenarios are still envisageable.

Acknowledgments

We are grateful to the anonymous reviewers whose judicious comments improved the manuscript.

Appendix A

Orthogonal polynomials

Considering the simplicity of the profiles, a straightforward procedure would consist in regressing the curves by classical polynomial functions (Rohlf, 1990). With n points (X_j, Y_j) , $j = 1, 2, \dots, n$, where X is a predictor variable (the abscises) and Y is a response (the ordinates), we obtain :

$$Y = \sum_{i=0}^p \beta_i X^i + \epsilon$$

where β_i represent the coefficients sought and ϵ the error term. However with classical polynomials, multicollinearity of predictors $(1, X, X^2, X^3, \dots, X^p)$ occurs, especially at a high degree, even when the X are centered or, better, rescaled in $[-0.5, 0.5]$, as recommended by numerous textbooks (e.g. Marques de Sá, 2007). The covariance matrix tends to be ill-conditioned, leading to problems in fitting by least squares. As a consequence, the $\hat{\beta}_i$ coefficients estimated may appear to be somewhat unstable (small changes in Y may lead to relatively large changes in $\hat{\beta}_i$) and they are correlated. Adding another term $\beta_{i+1} X^{i+1}$ induces changes in the estimates of all coefficients. Substantial benefit can be found with orthogonal polynomials because they produce coefficients which are not correlated (Smyth, 1998). The basis composed by the predictors is orthogonal, leading to minimized approximation and round-off errors (Draper and Smith, 1998):

$$Y = \sum_{i=0}^p \alpha_i \varphi_i(X) + \epsilon$$

where α_i represent the coefficients sought, and $\varphi_i(X)$ the orthogonal polynomials associated to the scalar product:

$$(P|Q) = \int_{-1}^1 P(x)Q(x)dx$$

The sequence of Legendre polynomials can be obtained by recurrence, $\varphi_0(x) = 1$, $\varphi_1(x) = x$, and then by the Bonnet's recursion formula:

$$(n + 1)\varphi_{n+1}(x) = (2n + 1)x\varphi_n(x) - n\varphi_{n-1}(x)$$

They can then be normalized by replacing $\varphi_i(x)$ by $\frac{\varphi_i(x)}{\|\varphi_i(x)\|}$ where $\|\varphi_i(x)\| = \sqrt{(\varphi_i(x)|\varphi_i(x))}$

Estimated $\hat{\alpha}_i$ coefficients, calculated using a least squares procedure, are uncorrelated when X is uniformly distributed over $[-1, 1]$. Unlike classical polynomials, these coefficients have no meaning when adjusted to a known physical law, but this is not a drawback here because the purpose is only to describe shapes. On the other hand, higher order polynomials can be computed without modifying the lower order coefficients. This simplifies the determination of the degree at which a suitable fitting equation is found.

References

Alameddine, I., Kenney, M.A., Gosnell, R.J., Reckhow, K.H., 2010. Robust multivariate outlier detection methods for environmental data. *Journal of Environmental Engineering-ASCE* 136, 1299–1304.

Ambert, P., Coularou, J., Cert, C., Guendon, J.-L., Bourgarit, D., Mille, B., Dainat, D., Houllès, N., Baumes, B., 2002. Le plus vieil établissement de métallurgistes de France (IIIe millénaire av. J.-C.): Péret (Hérault). *Comptes Rendus Palevol* 1, 67–74.

Atkinson, A.C., Mulira, H.M., 1993. The stalactite plot for the detection of multivariate outliers. *Statistics and Computing* 3, 27–35.

Barge, H., 1997. L'installation métallurgique préhistorique de la cabane des Clausis à Saint-Véran (Hautes-Alpes). *Archéologie en Languedoc* 21, 99–110.

Baxter, M.J., Beardah, C.C., Wright, R.V.S., 1997. Some archaeological applications of kernel density estimates. *Journal of Archaeological Science* 24, 347–354.

Baxter, M., 2003. *Statistics in Archaeology*. Arnold Applications of statistics, London. 291 p.

Beroll, H., Berke, O., Wilson, J., Barker, I.K., 2007. Investigating the spatial risk distribution of West Nile virus disease in birds and humans in southern Ontario from 2002 to 2005. *Population Health Metrics* 5 (3). <http://dx.doi.org/10.1186/1478-7954-5-3>.

Bookstein, F.L., 1991. *Morphometric Tools for Landmark Data: Geometry and Biology*. Cambridge University Press. 435 p.

Bouet-Langlois, B., 2009. Nouveaux dépôts de haches à talon en Ile-de-France. Observations macroscopiques, techniques et typologiques. *Revue Archéologique d'Ile-de-France* 2, 65–88.

Briard, J., 1965. Les dépôts bretons et l'âge du Bronze atlantique. *Travaux du laboratoire d'anthropologie de la Faculté des Sciences, Rennes*. 352 p.

Briard, J., Verron, G., 1976. Typologie des objets de l'âge du Bronze en France, III: Haches (1), IV: Haches (2), herminettes. *Société Préhistorique Française, Commission du Bronze*, Paris.

Briard, J., Bigot, B., 1989. Le bronze atlantique: de Tréboul aux haches à talon en Armorique in: *Actes du 113ème Congrès des Sociétés Savantes, La culture des tumulus et la dynamique du Bronze moyen en Europe occidentale*. Editions du Comité des Travaux Historiques et Scientifiques, Paris, 523–536 pp.

Claude, J., 2008. *Morphometrics with R*. Springer. 318 p.

Cusimano, M., Marshall, S., Rinner, C., Jiang, D., Chipman, M., 2010. Patterns of urban violent injury: a spatio-temporal analysis. *PLoS ONE* 5 (1), e8669. <http://dx.doi.org/10.1371/journal.pone.0008669>.

Dommergues, J.L., Dommergues, C.H., Meister, C., 2006. Exploration of the Oxynticeratidae ornamental morphospace using the discrete cosine transform (DCT) to analyze rib patterns. *Paleobiology* 32 (4), 628–651.

Dommergues, C.H., Dommergues, J.L., Verrecchia, E.P., 2007. The discrete cosine transform, a Fourier-related method for morphometric analysis of open contours. *Mathematical Geology* 33 (8), 749–763.

Draper, N.R., Smith, H., 1998. *Applied Regression Analysis*, third ed. John Wiley & Sons, 736 pp.

Forel, B., Gabillot, M., Monna, F., Forel, S., Dommergues, C.H., Gerber, S., Petit, C., Mordant, C., Chateau, C., 2009. Morphometry of Middle Bronze Age palstaves by discrete cosine transform. *Journal of Archaeological Science* 36, 721–729.

- Forel, B., Monna, F., Petit, C., Bruguier, O., Losno, R., Fluck, P., Begeot, C., Richard, H., Bichet, V., Chateau, C., 2010. Historical mining and smelting in the Vosges Mountains (France) recorded in two ombrotrophic peat bogs. *Journal of Geochemical Exploration* 107, 9–20.
- Gabillot, M., 2001. Le dépôt de haches à talon de la fin du Bronze moyen découvert à Saint-Thois (Finistère). *Revue Archéologique de l'Ouest* 18, 27–44.
- Gabillot, M., 2003. Dépôts et production métallique du Bronze moyen en France nord-occidentale. In: *British Archaeological Reports. International Series*, vol. 1174. 471 p.
- Gabillot, M., 2006. Les manipulations après la fonte des objets en alliage cuivreux: caractéristique sociale, économique, culturelle? L'exemple des haches à talon du Bronze moyen du Nord-Ouest français, Normes techniques et pratiques sociales, de la simplicité des outillages pré-et protohistoriques. In: Astruc, L., Bon, F., Léa, V., Milcent, P.-Y., Philibert, S. (Eds.), *Actes des XXVIe Rencontres internationales d'Archéologie et d'Histoire d'Antibes*, pp. 287–296.
- Gabillot, M., Forel, B., Naudin, A., Monna, F., Losno, R., Piningre, J.F., Mordant, C., 2009. Influences atlantiques dans les productions métalliques en Bourgogne et Franche-Comté au Bronze moyen, L'Isthme européen Rhin-Saône-Rhône dans la Protohistoire, Approches nouvelles en hommage à Jacques-Pierre Millotte. Besançon, 133–144.
- Gomez, J., 1980. Les cultures de l'âge du Bronze dans le bassin de la Charente. *Pierre Fanlac, Périgueux*, 118 pp.
- Green, C., Hoppa, R.D., Kue Young, T., Blanchard, J.F., 2003. Geographic analysis of diabetes prevalence in an urban area. *Social Science and Medicine* 57, 551–560.
- Jouffroy-Bapicot, I., Pulido, M., Baron, S., Galop, D., Monna, F., Lavoie, M., Petit, C., de Beaulieu, J.-L., Richard, H., 2007. Environmental impact of early palaeometallurgy: pollen and geochemical analysis. *Vegetation History and Archaeobotany* 16, 251–258.
- Jouffroy-Bapicot, I., Forel, B., Monna, F., Petit, C., 2008. Paléoméallurgie dans le Morvan: l'apport des analyses polliniques et géochimiques. In: du CTHS (Ed.), *Le peuplement de l'arc alpin*, Paris, pp. 323–334.
- Kulldorff, M., Nagarwalla, N., 1995. Spatial disease clusters: detection and inference. *Statistics and Medicine* 14 (8), 799–810.
- Kulldorff, M., Rand, K., Gherman, G., DeFrancesco, D., 1998. SaTScan v2.1: Software for the Spatial and Space-time Scan Statistics. National Cancer Institute, Bethesda, MD.
- Marques de Sá, J.P., 2007. *Applied Statistics Using SPSS, STATISTICA, MATLAB and R*. Springer, 505 pp.
- Monna, F., Petit, C., Guillaumet, J.-P., Jouffroy-Bapicot, I., Blanchot, C., Dominik, J., Losno, R., Richard, H., Lévêque, J., Chateau, C., 2004. History and environmental impact of mining activity in Celtic Aeduan territory recorded in a peat-bog (Morvan – France). *Environmental Science and Technology* 38 (3), 657–673.
- O'Connor, B., 1980. Cross-channel Relations in the Later Bronze Age, Relations Between Britain, North-Eastern France and the Low Countries During the Later Bronze Age and the Early Iron Age, with Particular Reference to the Metalwork. In: *British Series*, vol. 91. *British Archaeological Reports*, Oxford.
- Rhode, K.M., Pappas, J.L., Stoermer, E.F., 2001. Quantitative analysis of shape variation in type and modern populations of meridian (*Bacillariophyceae*). *Journal of Phycology* 37 (1), 175–183.
- Rohlf, F.J., 1990. Fitting curves to outlines. In: Rohlf, F.J., Bookstein, F.L. (Eds.), *Proceedings of the Michigan Morphometrics Workshop*, Spec. Publ. No. 2. University of Michigan Museum of Zoology, Ann Arbor, pp. 167–177.
- Rousseeuw, P.J., Driessen, K.V., 1999. A fast algorithm for the minimum covariance determinant estimator. *Techonometrics* 41, 212–223.
- Routhier, P., 1999. *Voyage au monde du métal*. In: *Inventions et aventures*. Belin Pour la science, 159 p.
- Rowlands, M.J., 1976. The Production and Distribution of the Metalwork in the Middle Bronze Age in Southern Britain. In: *British Series*, vol. 31. *British Archaeological Reports*, Oxford.
- Siqueira, J.B., Martelli, C.M.T., Maciel, I.J., Oliveira, R.M., Ribeiro, M.G., Amorim, F.P., Moreira, B.C., Cardoso, D.D.P., Souza, W.V., Andrade, A.L.S.S., 2004. Household survey of dengue infection in Central Brazil: spatial point pattern analysis and risk factors assessment. *American Society of Tropical Medicine and Hygiene* 71, 646–651.
- Smyth, G.K., 1998. Polynomial approximation. In: Armitage, P., Colton, T. (Eds.), *Encyclopedia of Biostatistics*. John Wiley & Sons, Ltd, Chichester.
- Stevens, K.B., Del Río Vilas, V.J., Guitián, J., 2009. Classical sheep scrapie in Great Britain: spatial analysis and identification of environmental and farm-related risk factors. *BMC Veterinary Research* 5 (33), 1–12.
- Ture, I., 1997. Les Dépôts de haches à talon d'Anzy-le-Duc, d'Ouroux-sur-Saône (Saône-et-Loire) et de Lons-le-Saunier (Jura), *Mémoire de maîtrise*. Université de Bourgogne.
- Verney, A., 1989. La place des haches à talon de type normand dans l'étude du Bronze moyen en France. In: *Actes du 113ème Congrès des Sociétés Savantes, La culture des tumulus et la dynamique du Bronze moyen en Europe occidentale*. Editions du Comité des Travaux Historiques et Scientifiques, Paris, pp. 479–489.
- Wand, M.P., Jones, M.C., 1994. Multivariate plugin bandwidth selection. *Computational Statistics* 9, 97–116.

Annexe II.2. Article publié dans *Bourgogne Nature* : Minéralogie de la mine du Prabis (Villapourçon, Nièvre, France).

Raspite - Le Prabis - Image 7 mm.



William PERAUD

Minéralogie de la mine du Prabis (Villapourçon, Nièvre, France)

Claude GOURAULT*, William PERAUD** Estelle CAMIZULI*, Jean-Paul GUILLAUMET*, Gilles HAMM*,
Fabrice MONNA* & Christophe PETIT***

Résumé

L'ancienne mine du Prabis fait partie d'un groupe d'occurrences essentiellement pyriteuses connues sous le nom de district de la Forêt de Châtillon. Ces gisements d'apparence filonienne sont encaissés dans des formations sédimentaires du Viséen inférieur et renferment également de la barytine, de la galène et de nombreux autres sulfures qui ont été exploités probablement depuis la Protohistoire jusqu'au début du 20^{ème} siècle. Ces exploitations anciennes ont laissé de multiples traces encore bien visibles dans le paysage. Lors de recherches récentes, des échantillonnages de minerais sur le site du Prabis nous ont permis d'identifier une large gamme de minéraux d'oxydation dont, pour la première fois en Morvan, de la carminite, de la stolzite et de la raspite.

Mots-clés : métallogénie, exploitation minière, minéralogie descriptive, arséniates, raspite, stolzite.

Key-words : metallogeny, mining exploitation, descriptive mineralogy, arseniates, raspite, stolzite.

* UMR 5594 ARTeHIS Université de Bourgogne - gourault.claude@neuf.fr

** Association Française de Microminéralogie

*** UMR 7041 Equipe Archéologies Environnementales, Paris 1 Sorbonne-Panthéon

Introduction

L'ancienne mine du Prabis est située à 4 kilomètres au sud du bourg de Villapourçon, au coeur de la Forêt de Châtillon, non loin de la limite avec le territoire de la commune de Larochemillay et à environ 7 kilomètres à l'ouest de l'oppidum de Bibracte qui occupe le Mont Beuvray (figure 1). Ce fut l'exploitation la plus importante d'un district minier comportant une douzaine de gisements et de nombreux indices minéralisés ; ces occurrences ont, pour la plupart, fait l'objet de travaux miniers anciens probablement depuis la Protohistoire jusqu'au début du 20^e siècle. Les principaux minerais recherchés furent, dans un premier temps, les oxydes de fer puis la pyrite mais certaines mines, dont celle du Prabis, contiennent également du cuivre, du plomb argentifère et de l'arséno-pyrite aurifère.

Au cours de prospections récentes, menées dans le cadre d'un stage de Master 2 (GOURAULT, 2009), des espèces minérales rares, voire inédites pour le Morvan, ont pu être identifiées dans les rejets miniers de l'ancienne mine du Prabis.

Contexte géologique et métallogénique

Le gisement du Prabis apparaît sur le revers nord de la Forêt de Châtillon et appartient à un groupe de concentrations surtout pyriteuses et ferrifères qui sont des filons issus d'une remobilisation tectonique de minéralisations disséminées dans les roches encaissantes. Ces gisements sont localisés au sein d'une entité géologique bien définie qui sont des sédiments terrigènes attribués au Viséen inférieur (DELFOUR *et al.*, 1991, 1992) et qui affleurent sur environ 25 km². Les formations sédimentaires se placent structuralement sur le passage d'une fracture d'ampleur régionale : le linéament Decize-Aloxe Corton.

Les sédiments sont constitués par des grès, des conglomérats et surtout par des siltites – les schistes des anciens auteurs. S'il existe peu de différences entre cette sédimentation et celle, antérieure, connue aux environs de Bourbon-Lancy, il est admis que les intercalations grés-conglomératiques marquent le passage entre le Dévonien et le Carbonifère.

Les **siltites** sont des roches de couleur grisâtre à verdâtre, très finement grenues et souvent envahies par les oxydes de fer. Elles constituent des bancs plurimétriques ou des masses plus épaisses localement consolidées par de la silice. Ces siltites silicifiées, particulièrement fréquentes près des gîtes minéralisés, passent de manière assez tranchée à des **grès** également silicifiés. Le terme gréseux de la série sédimentaire comporte des grains

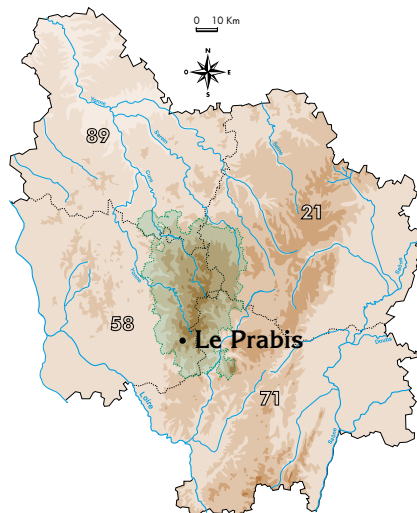


Figure 1. Situation géographique de la mine du Prabis.



de quartz, de quartzite et de lydienne ; il s'agit de roches beiges à brunes en bancs subhorizontaux atteignant quelques mètres d'épaisseur. La fraction la plus grossière est représentée par des **conglomérats** dont les constituants sont les mêmes mais dont la taille peut dépasser 5 cm ; les conglomérats sont le lithofaciés le plus tardif car ils contiennent des galets de grès et de siltites ; ils sont par ailleurs intensément silicifiés jusqu'à évoquer de véritables filons de quartz bréchiques.

Intercalées dans ces sédiments, plusieurs lentilles de **calcaires** métamorphiques sont connues à Argentolle, au Puits et à Champrobert ; les deux dernières furent exploitées comme marbre dès l'Époque Romaine. D'autres bancs carbonatés ont été interceptés par les sondages miniers du BRGM, notamment au Moulin de la Ruchette, et la lentille de Champrobert se poursuit vers l'E à faible profondeur (TRINQUARD, 1962).

Une **unité volcanique** du même âge, représentée par des dacites-andésites finement porphyriques, des tufs acides, des brèches et des épanchements ignimbritiques forme plusieurs massifs orientés NNE-SSW ; le plus important d'entre eux peut être suivi depuis Lanty au sud jusqu'à Montserin au nord.

Ces formations sont surmontées par une épaisse série volcano-sédimentaire, datée du Viséen supérieur, qui appartient au **Synclinal de Chiddes** tel qu'il a été défini par DELFOUR (1989). Ce sont principalement des tufs rhyodacitiques soudés et des ignimbrites rhyodacitiques qui ont été partiellement transformés par une granitisation intraviséenne (granite hypovolcanique de Gien sur Cure). Ailleurs en Morvan, ces roches sont connues pour encaisser d'importants gisements fluorés filoniens.

L'ensemble de ces terrains est recoupé par un grand nombre de dykes de microgranite vraisemblablement tardifs (Stéphanien ?) et par des filons de quartz dont certains constituent de véritables barres rocheuses (Saint-Jean de Coeurty). Les filons quartzeux sont susceptibles de contenir des minerais assez variés comme la barytine, la pyrite, la galène ou encore la fluorine ; le remplissage de ces structures siliceuses est rapporté à un épisode liasique (GOURAULT, 1999). Pour une grande part, les microgranites et les filons de quartz cicatrisent des cassures dont l'orientation N 15 à N 40° E se calque sur celle du linéament Decize-Aloxe Corton ; dans cette région un jalon de ce linéament majeur, la faille d'Autun, doit être considéré comme un important métallotecte et s'accompagne de zones broyées et de mylonites. Outre cet accident, le secteur est compartimenté par un dense réseau de failles orthogonales dont certaines peuvent être suivies sur plusieurs kilomètres.

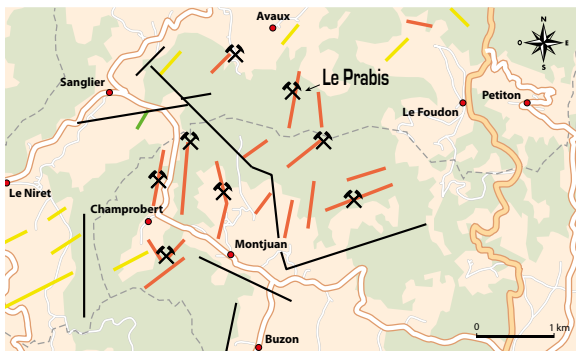


Figure 2. Les gîtes minéraux de la Forêt de Châtillon

- Filons à pyrite et oxydes de fer
- Filons à barytine et galène
- Filons à quartz et fluorine
- Filons de quartz non minéralisés
- Failles principales
- Principales mines anciennes

Exception faite d'un petit indice de fluorine connu près du hameau de Sanglier (Villapourçon), et qui n'est actuellement visible qu'en éboulis, les minéralisations inventoriées dans le secteur sont essentiellement des filons à pyrite-oxydes de fer à gangue de quartz et de barytine. En un point cependant (Bois de Buzon à Larochemillay), la pyrite n'est que résiduelle au sein d'un puissant filon riche en barytine et galène (GOURAULT, 2006). On retrouve le sulfure de plomb, localement très riche en argent, dans plusieurs de ces gisements pyriteux (Moulin de la Ruchette, le Prabis, Champrobert, le Champ des Crots). Outre ces minéraux, on peut également citer l'arsénopyrite parfois aurifère (le Prabis, Villapourçon), la blende, la chalcopryrite, les cuivres gris ou encore la scheelite dans des proportions plus ou moins grandes selon les sites.

Ces minéralisations (figure 2) s'inscrivent dans l'emprise d'une vaste anomalie géochimique multi-élémentaire où l'on retrouve, à des teneurs particulièrement élevées, tous les métaux entrant dans la composition des différents minerais. Ainsi, le plomb est présent dans les sédiments en concentrations dépassant par places 900 ppm ; l'arsenic, le zinc, le cadmium et le molybdène sont également fortement anormaux tandis que le cuivre et le baryum dépassent sensiblement la moyenne régionale. Plus surprenantes, les teneurs très fortes en tungstène – dépassant ici 100 ppm ! - qui ne peuvent s'expliquer par la seule présence de scheelite dans les paragenèses des gisements. De telles anomalies en tungstène pourraient être reliées à un apex granitique, prolongement supposé du massif du Folin à faible profondeur. D'autres arguments militent en faveur de cette hypothèse : existence d'un « couloir » anormalique en As-Cu-Sn entre le Haut-Folin et Saint-Honoré-les-Bains, présence de roches visiblement affectées par la granitisation, concentrations de certains minéraux alluvionnaires (oxydes titanés, cassitérite). A l'échelle des minerais, ces niveaux élevés en tungstène dans les sols ont généré la formation des espèces minérales très particulières que sont la stolzite et la raspite qui combinent cet élément avec le plomb.

Pour être tout à fait complet, ces anomalies géochimiques s'accompagnent d'un cortège de minéraux alluvionnaires caractéristiques des gisements. En plusieurs points les teneurs en barytine dépassent plusieurs centaines de grammes à la tonne, le sulfate de baryum – très commun dans les filons de la Forêt de Châtillon – s'associe à la gorceixite, espèce qui en dérive par altération, voire à la fluorine, minéral pourtant très instable en milieu aqueux. Il en est de même de la pyrite, facilement altérable, qui a été rencontrée en teneurs élevées dans la plupart des batées pratiquées dans le secteur. D'autres minéraux (scheelite et wolframite, galène et pyromorphite, cassitérite) sont aussi significativement présents dans les alluvions.

Historique minier

Une simple prospection pédestre en Forêt de Châtillon permet rapidement de se faire une opinion quant au nombre et à l'importance des vieux travaux miniers qui s'y trouvent. En de nombreux endroits, le terrain est largement bouleversé par des tranchées, des fosses, des entonnoirs, ou encore des haldes qui sont les vestiges d'anciennes exploitations ; on trouve également, çà et là, des tas de minerais pauvres laissés en place par les anciens mineurs. A première vue il est parfois difficile de démêler l'écheveau de ces structures d'extraction tant elles s'interpénètrent et s'entrecroisent. Les sites les plus remarquables de ce point de vue sont ceux du Moulin de la Ruchette, des Corseries (nord et sud) et surtout du Prabis.

L'histoire de ces vieilles mines est cependant peu documentée et ce sont surtout quelques trouvailles archéologiques qui apportent la certitude d'une première phase d'exploitation très ancienne car remontant au Second Age du Fer.

Cependant des renseignements d'un grand intérêt historique nous sont donnés par FOURNET (1858) qui signale des amas rocheux d'apparence « druidique » - la *Pierre à Niquet*, la *Roche Crodelaire* et la *Pierre Perthusie* - aux alentours du Prabis et indique qu'ils sont imprégnés de minerais de fer portant des traces d'exploitation. Tout aussi intéressante, une publication parue dans le Bulletin de la Société Nivernaise des Lettres, Sciences et Arts (CHARLEUF, 1867) dont nous reproduisons un extrait : « ...Dans ce canton isolé et presque entièrement couvert de forêts, dans ce Pagus Morvinus, dépendant du territoire éduen...; des indices certains démontrent aussi qu'on y travaillait le fer. Ainsi, l'on retrouve non loin de Saint-Honoré, aux abords de la voie romaine : Ad Fossas, les mines, aujourd'hui les Fossats ; Vallis Ferrea, la Vau-de-Ferrières ; Mont-Erosus, Mont-Rosé, le Pra-Bis, magnifique dolmen superposé à deux galeries creusées de main d'homme, où les traces d'antiques travaux métallurgiques sont irrécusables (une fouille pratiquée dans la galerie de droite nous a donné une médaille gauloise, dite de la Ligue contre Arioviste)... ». BULLIOT (1899) signale également avoir découvert à Champrobert les restes de travaux miniers, un four bien conservé et des outils de mineurs ; de nombreuses scories coulées, observées à cette occasion, formaient un gros ferrier que le remodelage récent du site a fait disparaître.

La réalité d'une phase d'activité minière éduenne est étayée par plusieurs observations récentes. Dans les années 1960, Jacques DE LA COMBLE (communication orale) avait recueilli, sur le site du Prabis, une « barre » de métal ferreux dont la facture était typiquement celle des produits élaborés au Second Age du Fer. Nos recherches nous ont également amenés à mettre à jour, sur le site des Corseries-Sud, de grandes quantités de scories coulées mêlées à des *tegulae* et à des parois de four ; sur ce même site, nous avons dernièrement identifié un alignement de charbonnières qui sont en cours d'étude. Enfin, en plusieurs points des tranchées minières et des monticules de déblais sont nettement recoupés par des voies que L. OLIVIER (1983) considère comme gallo-romaines ; le meilleur exemple est donné par le site du Prabis (figure 3).



Figure 3. Voie gallo-romaine recoupant un déblai minier ancien.

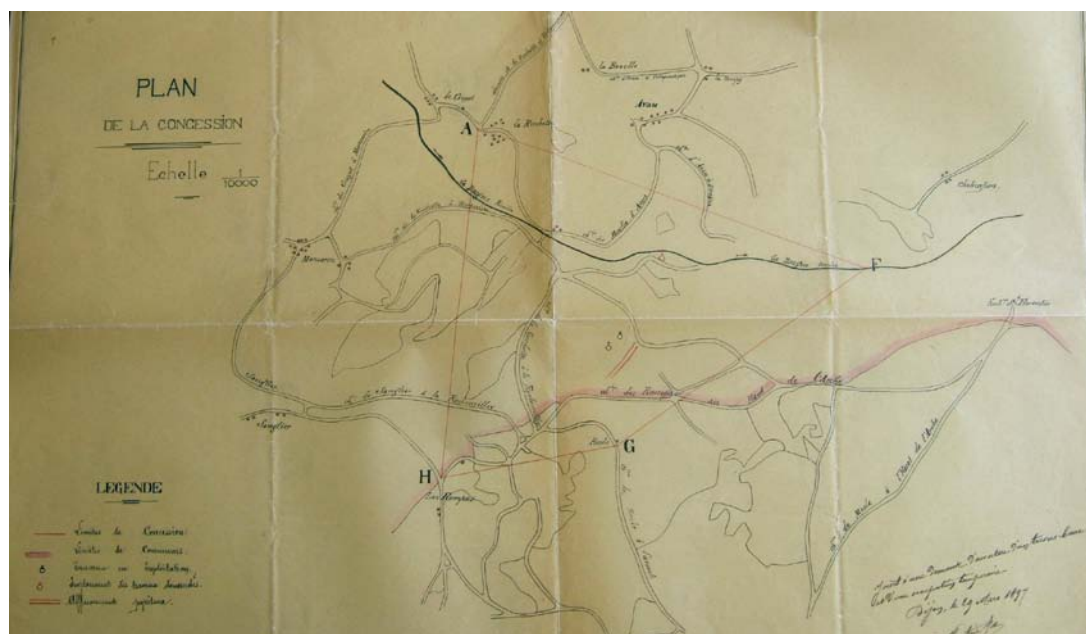


Figure 4. Plan de la concession minière de la Compagnie du Creusot.

Entre la Protohistoire et le début du 19^e siècle, les archives font totalement défaut et nous ne savons rien d'une éventuelle activité des mines au cours de cette longue période. Les seuls indices indirects dont nous disposons sont des traces d'une métallurgie mérovingienne, révélées par des études paléo-environnementales et géochimiques pratiquées sur des tourbières voisines (MONNA *et al.*, 2004) ; mais rien n'indique que ces traces soient issues de l'activité de ces gisements. Il faut attendre 1839 pour trouver la mention de travaux miniers au Prabis et ces travaux n'étaient visiblement que très superficiels. Une vaste concession (figure 4) est obtenue en 1853 par la Compagnie du Creusot (DELAVILLE, 1858) ; plusieurs mines sont alors exploitées pour la pyrite qui se trouve en profondeur et pour les oxydes de fer superficiels. Deux galeries sont creusées au Prabis mais la mine ferme suite à une détérioration de la conjoncture économique. Une nouvelle concession sera accordée en 1892 et la mine du Prabis sera encore active jusqu'en 1922, date de sa fermeture définitive ; elle employait alors une cinquantaine de personnes. Enfin, entre 1960 et 1980, les travaux de recherche du BRGM n'ont pas trouvé de minéralisations économiquement exploitables.

Les chiffres de production de l'ensemble des mines du district ne sont pas connus mais, lors de sa phase moderne d'exploitation (1853-1922), la mine du Prabis a livré environ 3500 tonnes de pyrite. Il ne fait guère de doute, compte-tenu de la nature du minerai, que d'autres métaux (plomb, or, argent) ont pu être produits à la Protohistoire.

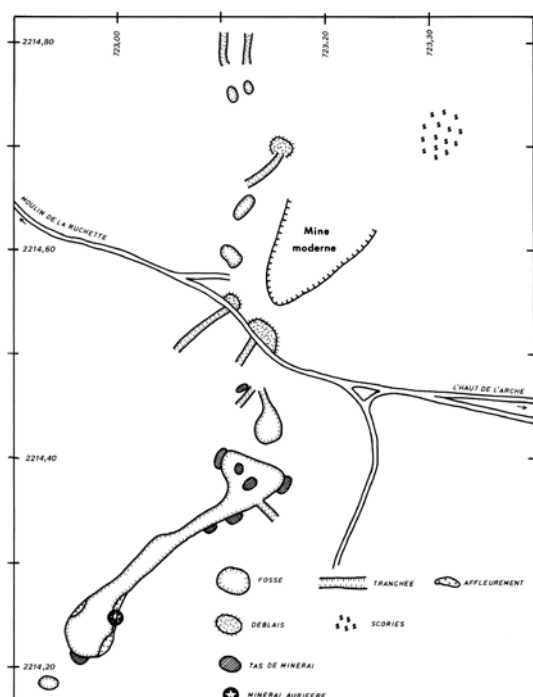


Figure 5. Mine du Prabis : levés des principales structures d'exploitation.

La mine du Prabis

Le gisement du Prabis, parfois improprement dénommé « mine de la Ruchette », est le plus important de tout un ensemble d'anciennes mines qui constituent le district de la Forêt de Châtillon. La figure 5 permet de se faire une idée de l'ampleur des vieux travaux qui s'étalent à flanc de coteau sur près de 750 mètres. Il ne subsiste, de la partie moderne de l'exploitation, qu'une plate-forme assez vaste cernée de déblais et une venue d'eau indique l'emplacement d'une ancienne galerie. Les travaux les plus anciens sont de taille beaucoup plus imposante et consistent principalement en une longue tranchée orientée N 40-45° E, plusieurs tranchées plus modestes et de nombreuses fosses qui n'ont pas toutes été relevées. Les rejets de mine forment des monticules de taille variable où l'on trouve de nombreux blocs bien minéralisés. La terminaison méridionale de la grande tranchée a visiblement été reprise par le dernier exploitant qui a laissé une portion du filon en saillie. Enfin quelques petites scories coulées ont été trouvées sur une éminence aplanie, au sud-est de la mine dans une parcelle dénommée « la Chaume du Charbon ».

Décrit comme un véritable filon par R. TRINQUARD (1962) ce gisement correspond en réalité à un type complexe de minéralisation. En effet, il s'agit de concentrations formées par la remobilisation volcano-magmatique, voire tectonique, de stocks initialement stratiformes (GOURAULT, 1999). L'aspect filonien résulte d'une ultime reprise des minéralisations par des failles qui ont été accompagnées de remplissage essentiellement quartzeux – contrairement au secteur de Champrobert, la barytine est ici très discrète – avec des sulfures. La minéralisation, qui comporte de la pyrite largement dominante, est portée par une longue et puissante (entre 12 et 15 mètres selon les rapports des derniers exploitants) structure de quartz bréchique orientée N 15 à N 30° E ; elle peut être suivie sur environ un kilomètre et montre un net pendage vers l'ouest. Dans le quartz grisâtre, la pyrite se présente sous forme de boules massives et grenues dont la tailles peut dépasser plusieurs mètres cubes ; ces boules sulfurées se relayent sur la longueur du filon et leur oxydation a provoqué la formation d'un épais chapeau de fer constitué de goethite concrétionnée, de limonite terreuse et d'hématite. Outre la pyrite on trouve, à l'état disséminé, de la galène

riche en argent, de la blende noire ferrifère, un peu de chalcopryrite et des minéraux de bismuth ont été signalés ; la scheelite est également présente, çà et là, tant dans le filon que dans la roche encaissante. Par ailleurs, à l'extrémité sud du gisement, le quartz pyriteux est recoupé obliquement par plusieurs lentilles contenant de l'arsénopyrite aurifère ; la puissance de ces lentilles varie entre 0,10 et 1,50 m.

Description des espèces minérales

La complexité des minerais constitutifs du gisement, associée à la circulation d'eaux très acides dans une caisse filonienne très bréchifiée, a généré la formation d'une vingtaine d'espèces secondaires – à ce jour – dans lesquelles on retrouve tous les éléments présents. L'affleurement de l'extrémité sud de la zone minéralisée montre de nombreux éléments anguleux de quartz blanchâtre à beige, microgéodique, qui sont dispersés çà et là et cimentés par du quartz largement cristallisé, légèrement teinté par l'arsénopyrite, et par des encroûtements plus ou moins massifs d'oxydes de fer rouille à noirâtres. Le quartz microgéodique contient la plupart des arsénates. Ceux-ci ont librement cristallisé dans les petites géodes dont la taille varie entre 0,5 et 3 mm. La pharmacosidérite est la plus abondante et est associée à la scorodite, l'arsénosidérite, la beudantite et la carminite. Cette dernière espèce, discrète et constamment associée à la beudantite, n'apparaît que dans les franges externes des blocs de quartz microgéodique.

Les lentilles contenant de l'arsénopyrite, et qui interceptent la pyrite massive associée à de la galène, sont un bon exemple de cette interaction puisque plusieurs arsénates contenant du fer (arsénosidérite, pharmacosidérite, scorodite) et du plomb (beudantite, carminite) ont été identifiés. Par ailleurs, les infiltrations d'eaux chargées en ions sulfate sont à l'origine de l'existence de jarosite fréquente et bien cristallisée. Mais la découverte la plus intéressante fut celle des deux tungstates de plomb dimorphes que sont la stolzite et la raspite, espèces pour qui le Prabis constitue la première occurrence morvandelle. La présence de ces deux minéraux rares était attendue car, outre la galène qui a apporté le plomb, le gisement contient de la scheelite et se positionne au sein d'une importante anomalie géochimique en tungstène. Ce qui est plus surprenant c'est que ces deux espèces sont ici relativement fréquentes, notamment pour ce qui concerne la raspite, à l'inverse de la plupart des autres gisements mondiaux.

Les descriptions qui vont suivre ne concernent, à de rares exceptions près, que les espèces supergènes dans la mesure où, seules, les parties affleurantes superficielles et les blocs de minerais oxydés ont pu être échantillonnées. La caractérisation des espèces minérales a fait appel à l'examen visuel, à l'étude cristallographique et à des micro-analyses chimiques qualitatives. Après examen sous binoculaire, les cristaux de stolzite et de raspite ont été idéalisés à l'aide du logiciel de dessin « FACES ».

Acanthite Ag_2S *monoclinique*

Ce minéral, dont c'est la première occurrence en Morvan, a été observé en petits agrégats de cristaux xénomorphes noirs, à éclat vif, rencontrés très rarement dans le quartz gris riche en sulfures. A fort grossissement on distingue de minuscules individus à aspect cubo-octaédrique. L'acanthite provient de l'oxydation de la galène, ici très riche en argent, qui parsème le minerai pyriteux et sa formation pourrait être sub-actuelle.

Argent Ag *cubique*

L'argent natif n'a été rencontré que de manière très exceptionnelle dans le gisement. Il forme de petites plages moussues grises, à reflets un peu dorés, typiques pour cette espèce et un peu ternes à la surface de grains de galène. Nous l'avons aussi observé en minuscules pellicules à la surface de la pyrite ou de l'arsénopyrite ; dans ce cas, il pourrait s'agir d'un alliage argent-or (*electrum*).

Arséniosidérite $Ca_2Fe_3(AsO_4)_3O_2 \cdot 3H_2O$ *monoclinique*

C'est le plus rare des arséniates observés au Prabis. Cette espèce a été rencontrée en agrégats mamelonnés à cassure micacée caractéristique, à éclat nacré, de couleur brun-rouille. Parfois en sphérolites de 2 à 3 mm de diamètre avec une structure en « pelure d'oignon » dont les vides peuvent être tapissés de carminite ; du fait de l'exiguïté de certaines fissures, ces sphérolites peuvent être extrêmement minces. L'arséniosidérite est l'arséniat le plus précoce, elle cristallise directement sur le quartz et sert de support à la plupart des autres espèces.

Arsénopyrite $FeAsS$ *monoclinique (pseudo-orthorhombique)*

Elle peut être localement abondante, notamment dans la partie sud du gisement où c'est le sulfure dominant de lentilles aurifères recoupant le minerai pyriteux. On la rencontre habituellement en petits grains qui soulignent les rubanements du quartz, parfois en petits cristaux cannelés et striés, brillants et, occasionnellement, en petites masses grenues grises de quelques centimètres. Plus rarement, nous l'avons rencontrée en longues lames très aplaties formant des groupements en « étoile » ; ce sont ces habitus qui sont réputés être aurifères.

Barite $BaSO_4$ *orthorhombique*

Alors qu'elle peut être très abondante dans certains gisements de la partie méridionale du district (le Champ des Crots, les Corseries-Sud, Champrobert), la barite est très rare au Prabis et n'a été rencontrée que très ponctuellement. Ordinairement, elle forme de jolies lames incolores et limpides, riches en faces, dans les géodes du quartz pyriteux ; quelques cristaux ont une teinte légèrement mielleuse. Beaucoup plus rarement, la barite a été observée en cristaux à habitus losangique qui apparaissent lenticulaires et qui rappellent les échantillons du gîte à pyrite et cuivre de Chizeuil (LACROIX, 1893-1913).

Photographies de minéraux de William PERAUD



Barytine - Le Prabis - Image de 6 mm.

Beudantite

$PbFe_3(AsO_4)(SO_4)(OH)_6$
homboédrique

Cette espèce est assez fréquente sur le gisement où elle est toujours cristallisée. Les cristaux sont surtout des rhomboédres trapus, très nets, de couleur brun-sombre, associés à la pharmacosidérîte ou plus rarement à la scorodite. Certains individus apparaissent sous une forme pseudo-cubique. Il existe aussi des groupes de rhomboédres très pointus, jaune-brun à vert-olive à éclat vif qui pourraient être rapportés à de la **segnitite**, espèce proche de la beudantite mais qui n'est pas sulfatée. Dans quelques fissures d'un quartz roux, les rhomboédres de beudantite sont accompagnés de boules rouge-sang de carminite. Quelles que soient les formes, la taille des cristaux ne dépasse pas 0,5 mm.



Beudantite - Le Prabis - Image 2 mm.



Beudantite - Le Prabis - Cristal 0,5 mm.



Beudantite-Carminite - Le Prabis - Image 3 mm.

La carminite

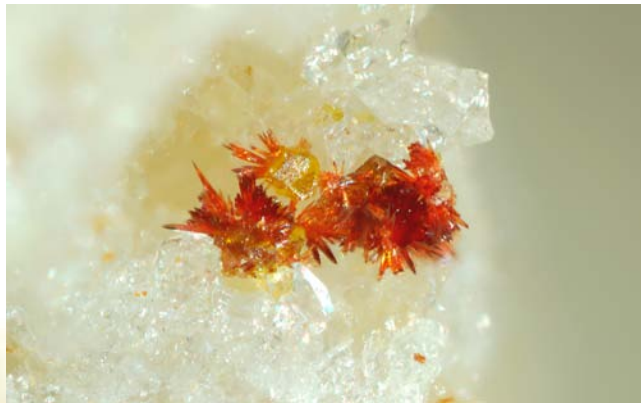
La carminite est une espèce assez peu commune des parties superficielles de certains gisements plombifères contenant de l'arsenic ; elle est dimorphe de la **mawbyite** qui est un minéral beaucoup plus rare. Les cristaux appartiennent au système orthorhombique avec les paramètres de maille suivants : $a = 16,59$, $b = 7,58$ et $c = 12,285$. Sa formule est $PbFe_2(AsO_4)_2(OH)_2$ et elle est souvent chimiquement pure. Sa couleur est typiquement rouge carmin avec, parfois, des nuances orangées ou brunes ; son éclat est vitreux, perlé ou semi-adamantin ; sa dureté est de 3,5 et sa densité est comprise entre 5,1 et 5,4.

La localité-type est la mine Luise à Horhausen (Rhénanie, Allemagne) et son nom lui a été donné pour sa couleur caractéristique.

Carminite $PbFe_2(AsO_4)_2(OH)_2$ orthorhombique

Le gisement du Prabis constitue la première occurrence morvandelle pour cette espèce peu fréquente connue dans une vingtaine de localités en France. Elle est ici assez rare et difficile à identifier à cause de sa petite taille. Elle a été rencontrée dans les vacuoles et les fissures d'un quartz roux, au contact entre les lentilles à arsénopyrite et le minerai pyriteux, où elle est constamment associée à la beudantite. Le plus souvent, elle forme des oursins et des gerbes de cristaux très allongés, de couleur rouge-sang caractéristique, avec la beudantite jaune-brunâtre. La taille des oursins n'excède pas 0,3 à 0,4 mm de diamètre. Des cristaux plus petits forment des tapis d'aiguilles brun-orangé, à aspect velouté, dans les micro-géodes du quartz.

Carminite-Pharmacosidélite
Le Prabis - Image 2 mm.



Carminite - Le Prabis - Image 3 mm.

Covellite CuS *hexagonale*

Nous l'avons identifiée en enduits bleu-sombre sur la sphalérite, plus rarement sur la galène. Exceptionnellement ont été rencontrées de petites croûtes de lamelles hexagonales bleu-noir, à vif éclat métallique, dans de petites géodes avec de la pyrite et de la sphalérite.

Fluorite CaF_2 *cubique*

Cette espèce, qui n'avait pas été signalée antérieurement, est présente à titre accessoire dans le gisement. Elle se présente en plages plus ou moins cubo-octaédriques en partie corrodées, incolores, ou légèrement mauves, atteignant au maximum 2 mm et incluses dans du quartz grisâtre microcristallin. Ce quartz, qui ne renferme pas d'autres minéraux, montre de nombreux boxworks qui proviennent de la dissolution de la fluorite.

Galène PbS *cubique*

Non signalée par R. TRINQUARD (1962), la galène s'avère en réalité assez fréquente, voire par endroits abondante, au Prabis où elle s'observe dans toutes les parties du gisement. On la rencontre généralement en petits grains, parfois en mouches centimétriques ou en minuscules cubes dans les rares géodes de la pyrite. La présence d'acanthite et d'argent natif dans le gisement pourrait s'expliquer par des teneurs en argent élevées dans le galène. Elle est à l'origine de la formation de certains arséniates ainsi que de la raspite et de la stolzite.



Jarosite - Le Prabis - Image 3 mm.

Jarosite $K_2Fe_6(SO_4)_4(OH)_{12}$ *rhomboédrique*

La jarosite est l'une des espèces les plus typiques des chapeaux de fer de cette partie du Morvan ; à ce titre, nous l'avons observée à Champrobert, aux Rompas et au Bois de Buzon où elle forme de spectaculaires échantillons cristallisés. Sa présence s'explique en grande partie par l'action d'eaux très chargées en sulfates sur le minerai pyriteux et constitue, dans beaucoup de localités, l'essentiel d'assemblages terreux bruns injustement dénommés oxydes de fer.

Au Prablis, elle est très fréquente en très bons cristaux rhomboédriques trapus ou aigus, de couleur brun-orangé et à éclat gras. Ces cristaux, dont la taille peut atteindre 2 mm, sont souvent associés à la pharmacosidérite et à la scorodite. Certains individus riches en faces, composites, ont une apparence sphérique ; d'autres sont des pseudo-cubes tronqués de couleur brun-pâle. Elle cristallise sur des enduits et des croûtes d'oxydes et d'hydroxydes de fer et supporte la plupart des arséniates. Dans la partie nord du gisement, en association avec la raspite et la stolzite, la jarosite se présente en « pompons » de très fines lamelles brun-pâle ou jaune-verdâtre tapissant de grandes surfaces ; ce faciès particulier pourrait être rapporté à la **natrojarosite**, espèce dans laquelle le potassium est remplacé par du sodium.

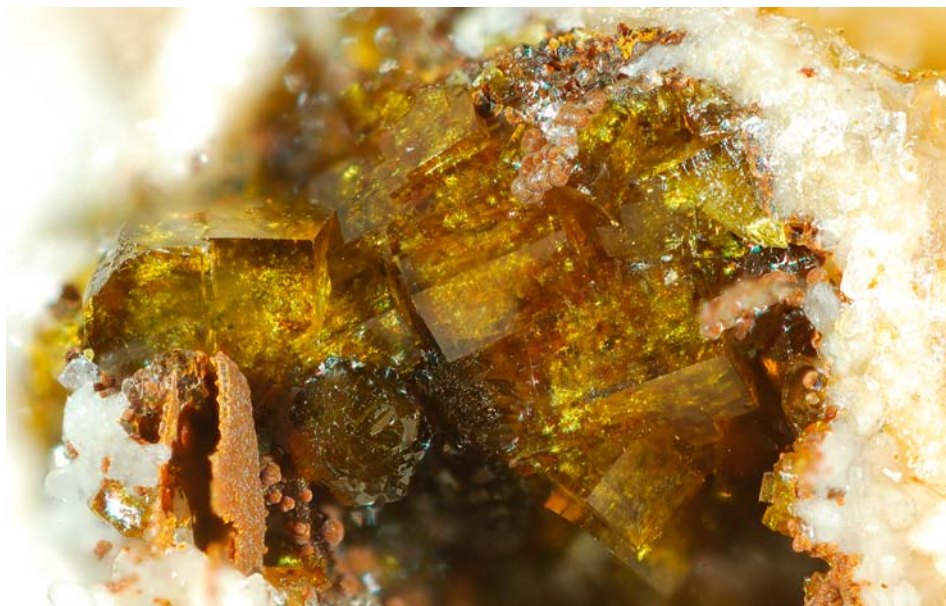


Jarosite-Pharmacosidérite - Le Prablis - Image 3 mm.

Pharmacosidérite $KFe_4(AsO_4)_3(OH)_4 \cdot 6-7H_2O$ *cubique*

Barium-pharmacosidérite $BaFe_6(AsO_4)_6(OH)_8 \cdot 14H_2O$ *quadratique (pseudo-cubique)*

La pharmacosidérite ou son analogue baryté, la barium-pharmacosidérite, est l'une des espèces les plus remarquables du gisement. Elle a été rencontrée en relative abondance en cristaux cubiques atteignant jusqu'à 3 mm, souvent parfaits, limpides et brillants, recouvrant de larges surfaces ou disposés en grand nombre dans les géodes du quartz. La couleur des cristaux est généralement vert-bleuté à vert-bouteille intense à l'état frais mais de nombreux échantillons deviennent orangés, puis bruns, par exposition à la lumière. Les cristaux vert-vif ont une couleur qui reste stable, ce qui caractérise généralement la barium-pharmacosidérite. Les cubes sont le plus souvent simples mais des troncatures octaédriques ont été observées sur plusieurs individus. Cette espèce tapisse les cavités d'un quartz microcristallin tenace, qui sert de gangue à l'arsénopyrite, criblé de petites géodes où les arséniates ont cristallisé librement. Ce quartz est souvent recouvert d'une mince pellicule orangée d'oxydes de fer créant un contraste esthétique avec les différentes espèces minérales qui y sont implantées.



Pharmacosidérite
Le Prabis - Image 3 mm.



Pharmacosidérite
Le Prabis - Cristal 0.7 mm.



Pharmacosidérite
Le Prabis - Image 3 mm.



Pharmacosidérite - Le Prabis - Image 4 mm.

Pyrite FeS_2 cubique

C'est le principal minéral jadis extrait dans la mine et il est encore très abondant car il subsiste de nombreux blocs pyriteux laissés en place par le dernier exploitant. Il s'agit essentiellement de grosses masses grenues en voie d'altération et le remplacement par les oxydes de fer (goéthite et hématite) est parfois tellement poussé qu'il ne reste que de petits noyaux de sulfure intact. On rencontre rarement la pyrite en petits cubes ou en dodécaèdres dans le quartz gris avec les autres sulfures. La pyrite du Prabis peut contenir jusqu'à 4 % de cuivre, ce qui rend très probable la présence d'inclusions de **chalcopyrite** ou d'autres espèces cuprifères.

La raspite

La raspite est un minéral supergène très rare des zones oxydées de certains gisements de plomb et de tungstène ; elle est dimorphe de la **stolzite**. Elle cristallise dans le système monoclinique et ses paramètres de maille sont : $a = 13,555$, $b = 4,976$ et $c = 5,561$. Sa formule idéale est $PbWO_4$, et elle est souvent pure, contrairement à la stolzite qui forme des séries plus ou moins continues avec la wulfénite et la scheelite. Exceptionnellement incolore, elle est le plus souvent beige pâle, jaune pâle, orangée, saumon ou plus rarement grisâtre ; son éclat est adamantin ; sa dureté varie entre 2,5 et 3 et sa densité est de 8,45.

La localité-type est la mine Proprietary à Broken Hill (Nouvelles-Galles du Sud, Australie). La raspite est dédiée au prospecteur germano-australien Charles RASP (1846-1907).

Raspite $PbWO_4$ monoclinique

La raspite est un dimorphe de la stolzite mais elle est beaucoup plus rare que cette dernière espèce. Hormis le Prabis, ce minéral n'était connu en France que dans le gisement des Montmins en Allier (CUCHET *et al.*, 2000) et vient d'être décrit (ANSERMET *et al.*, 2010) en très petits cristaux dans le filon à tungstène-bismuth de la Grange, près de Meymac (Corrèze). Ailleurs dans le monde, la raspite n'a été identifiée que dans moins d'une dizaine de localités, dont le gîte de Broken Hill (Australie) qui a livré les meilleurs échantillons (BIRCH, 1999).

Au Prabis, la raspite a été rencontrée dans des blocs de quartz carié très fissurés où elle est associée à de la stolzite. Elle s'y présente toujours en cristaux d'une grande netteté, d'habitus très variés et dans une gamme de couleur allant du beige très pâle – voire incolore – au brun-rouge (pellicule d'oxydes de fer) en passant par des teintes ambrées, crème clair ou saumon. La taille des cristaux est généralement comprise entre 0,1 et 0,5 mm mais des individus atteignant

3 mm ont été récoltés ; leur éclat est fortement adamantin.

Des prismes lamellaires, striés longitudinalement et parfois très allongés, sont très communs sur le gisement ; ils montrent habituellement les faces {100}, {001} et {010}. Il existe également des faciès plus trapus sur lesquels ont aussi été notées {011} et {201} (figure 6). Mais la particularité la plus remarquable de la raspite du Prabis est la fréquence de plusieurs types de cristaux mâclés, dont nous reproduisons ici quelques exemples (figure 7).

La raspite est ici constamment accompagnée par la stolzite avec laquelle elle forme des échantillons spectaculaires ; les deux espèces semblent contemporaines car elles se recouvrent mutuellement. Parmi les autres minéraux associés, outre la jarosite, figurent des cristaux aciculaires brillants, de couleur noire à reflets rougeâtres et à éclat adamantin, qui pourraient être de la **plattnerite** (PbO_2) ; il existe aussi d'autres espèces en cours d'étude qui semblent également appartenir à la classe des tungstates.

La présence de plomb et de tungstène dans la paragenèse semble, à l'évidence, être à l'origine de la formation de cette rare espèce dont nous avons pu récolter d'autres échantillons, en éboulis, à environ 1500 m au sud du Prabis. En ce point, si les cristaux ont les mêmes formes, leur couleur grisâtre ou verdâtre assez inhabituelle nous laisse penser qu'il existe ici une seconde occurrence.



Raspite - Le Prabis - Cristal 1,7 mm.

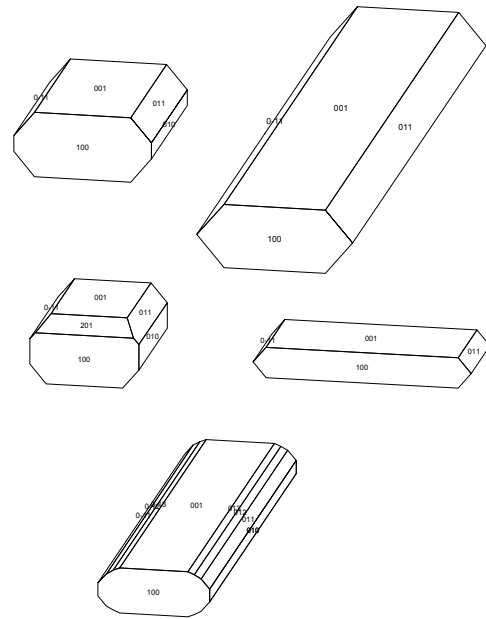


Figure 6. Raspite, formes des cristaux observés au Prabis.

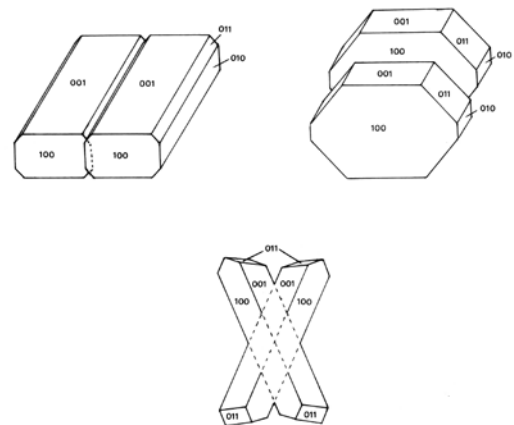


Figure 7. Raspite, mâcles observées au Prabis.



Raspite - Le Prabis - Cristal 1,3 mm.



Raspite - Le Prabis
Image 5 mm.



Raspite - Le Prabis
Cristal 1,7 mm.



Raspite - Le Prabis - Image 4 mm.



Raspite - Le Prabis - Cristal 0,9 mm.



Raspite - Le Prabis - Cristal 1 mm.

Scheelite $CaWO_4$ *quadratique*

C'est le seul minéral hypogène porteur de tungstène actuellement connu au Prabis. Elle y est rare en petits cristaux lenticulaires ambrés, en prismes quadratiques trapus et en petits grains beiges disséminés dans le quartz. Egalement présente en tant qu'accessoire de la roche encaissante, la scheelite est probablement la principale source de tungstène à l'origine de la formation des tungstates de plomb.

Scorodite $FeAsO_4 \cdot 2H_2O$ *orthorhombique*

Autre espèce remarquablement bien cristallisée du gisement, la scorodite est toujours associée à la pharmacosidélite par rapport à laquelle elle est postérieure. Elle est fréquente en gerbes de prismes typiques atteignant plusieurs millimètres, de couleur bleu-lavande pâle, bleu-indigo ou vert d'eau ; certains cristaux sont recouverts d'une mince pellicule ferrugineuse brillante orangée qui leur confèrent des reflets mordorés. Les individus les plus petits sont souvent groupés en agrégats sphériques de couleur vert d'herbe pâle à vert-jaunâtre qui recouvrent des tapis de petits cubes orangés de pharmacosidélite. En règle générale, elle cristallise dans un quartz blanc contenant de l'arsénopyrite en grandes lames où elle est parfois accompagnée de barite en tablettes incolores. Nous avons observé une seconde génération de scorodite, en croûtes botryoïdales cristallines blanc-verdâtre. Les plus gros cristaux ont souvent des faces arrondies, ou rugueuses, qui leur confèrent un aspect « fondu ».

Scorodite-Pharmacosidélite
Le Prabis - Image 4,5 mm.



Scorodite - Le Prabis - Cristal 1 mm.

Soufre S orthorhombique

Contrairement à toute attente, le gisement du Prabis s'est révélé très pauvre en soufre natif. Le minéral a été uniquement rencontré en minuscules globules jaune-verdâtre, ou jaunes à reflets gris, dans les géodes du quartz pyriteux ou implantés sur quelques plages de galène. Pour l'anecdote, les premiers échantillons qui se sont révélés par la suite être de la stolzite, avaient dans un premier temps été pris pour du soufre.

Stolzite $PbWO_4$ quadratique

Avant sa découverte au Prabis, la stolzite était connue dans une demi-douzaine de localités en France. En premier lieu, la mine de Sainte-Lucie en Lozère a livré les plus gros cristaux mondiaux pour cette espèce (CHIAPPERO *et al.*, 1997) puisqu'ils peuvent dépasser 5 cm d'arête ; un autre indice est signalé à proximité (Pierrefiche près des Salces). D'excellents cristaux ont été décrits dans le gisement des Montmins en Allier (CUCHET *et al.*, 2000), au sein d'une minéralisation complexe contenant du tungstène et du plomb et qui a livré une grande variété d'espèces supergènes. Dans les Vosges (BRUNSPERGER, 2005) la stolzite a été décrite à Giromagny, à la mine Donner d'Urbeis, dans le filon du Blutenberg à Sainte-Marie-aux-Mines ainsi qu'à Framont-Grandfontaine. Pour terminer, nous la soupçonnions dans le filon du Bois de Buzon (GOURAULT, 2006) qui affleure à 3 kilomètres au sud du Prabis ; des analyses ont montré qu'il s'agit bien de ce minéral.

La stolzite

Minéral secondaire rencontré dans la zone d'oxydation de gisements plombo-tungstifères, la stolzite est beaucoup plus rare que son homologue molybdaté, la wulfenite. Elle cristallise dans le système quadratique et ses paramètres de maille sont : $a = 5,469$ et $c = 12,043$. Lorsqu'elle est chimiquement pure sa formule est $PbWO_4$ (dimorphe de la raspite), mais il existe des substitutions du tungstène par le molybdène (série avec la wulfenite) et du plomb par le calcium (série avec la scheelite). La couleur est variable : incolore (rare), blanche, jaune pâle à jaune vif, grise, parfois rougeâtre et exceptionnellement verdâtre ; son éclat est gras à adamantin ; sa dureté est comprise entre 2,5 et 3 et sa densité varie entre 7,9 et 8,3.

Elle a été rencontrée initialement dans le gisement polymétallique de Zinnwald à Teplice (Rep. Tchèque). La stolzite a été nommée en l'honneur du minéralogiste tchèque Joseph-Alexis STOLZ (1803-1896).

Au Prabis, la stolzite n'a été observée que dans des blocs de quartz pyriteux très fissurés et dans du quartz carié récoltés en éboulis, si bien que sa réelle position dans le gisement reste à préciser ; ces blocs contiennent également de petites mouches de galène. La stolzite a cristallisé en relative abondance dans les fissures et les rares géodes où elle est accompagnée de raspite et d'espèces en cours d'étude. Les cristaux observés sont, majoritairement, des bipyramides quadratiques $\{101\}$ simples ou présentant la face $\{100\}$ peu développée ; ils sont d'une grande netteté et leur couleur est beige-pâle avec un éclat gras à semi-adamantin. Il existe également des individus plus petits, totalement incolores, dont l'éclat est alors totalement adamantin. Sur certaines bipyramides, nous avons pu observer le développement des faces $\{112\}$ et d'autres individus, beaucoup plus rares, montrent les faces $\{102\}$, $\{103\}$, $\{107\}$ et $\{150\}$. Dans de très rares cas, nous avons également rencontré des prismes $\{100\}$ avec $\{111\}$, $\{201\}$ et $\{107\}$. Les habitus tabulaires, si fréquents à Sainte-Lucie ou dans d'autres localités, sont ici inconnus. Les formes de la stolzite du Prabis sont représentées sur la figure 8.

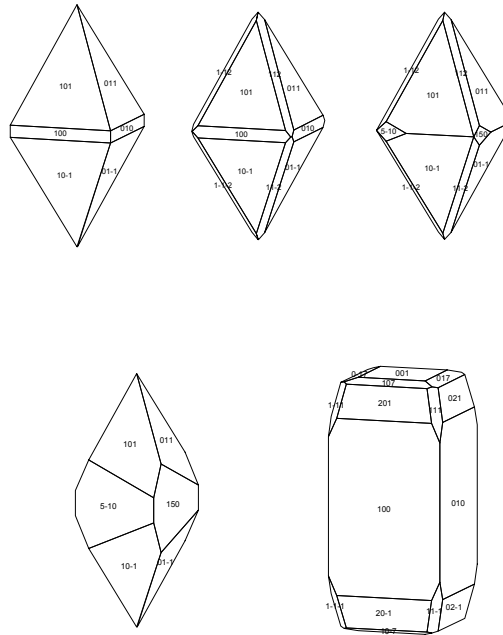


Figure 8. Stolzite, formes des cristaux observés au Prabis.



Stolzite
Le Prabis - Image 5 mm.



Stolzite
Le Prabis - Cristal 0,9 mm.



Stolzite - Le Prabis - Cristal 1 mm.

Les cristaux de stolzite, qui peuvent atteindre 2 mm mais qui sont le plus souvent infra millimétriques, ont des faces inhabituellement réfléchissantes pour l'espèce. L'exiguïté des fissures où ils se sont développés fait que beaucoup de cristaux sont très aplatis, voire pelliculaires mais le minéral peut parfois tapisser la totalité de la surface de ces fissures sur plusieurs cm². D'autres cristaux sont recouverts d'un mince enduit ferrugineux brun-rougeâtre et sont alors ternes.



Stolzite-Raspite - Le Prabis - Cristal 1 mm.

Les minéraux associés sont de petites lames de barite incolore et limpide, des cristaux lamellaires brun-ocre de jarosite ou de natrojarosite, des cristaux nets de raspite et plusieurs espèces qui restent à déterminer. Les éléments constitutifs de la stolzite – plomb et tungstène – sont à rechercher dans la paragenèse du gisement. La galène est la source principale du plomb ; le tungstène provient du lessivage de la scheelite mais nous avons observé, dans certains blocs quartzeux, des cavités lamellaires qui évoquent des cristaux disparus de **wolframite**.

Conclusion

Compte tenu de l'existence d'un panel métallique varié dans le gisement, et de la position de celui-ci à l'intérieur d'une vaste zone d'anomalies géochimiques multi-élémentaires, la mise en évidence d'une large gamme d'espèces supergènes n'a pas été véritablement surprenante. Des recherches sont en cours car plusieurs minéraux récoltés, dont certains semblent correspondre à des espèces très rares, ne sont pas encore déterminés avec certitude. Parmi les espèces possibles, nous citerons la plattnerite, la cuprotungstite, la ferritungstite, l'hydrotungstite et d'autres arséniates, qui vont sans doute s'ajouter à la liste déjà longue des espèces recensées au Prabris. Cette richesse minéralogique potentielle en fait donc un des futurs hauts lieux de la minéralogie morvandelle.

Dans un cadre plus large, des investigations menées sur des sites voisins devraient également apporter leur lot de découvertes minéralogiques majeures et, déjà, les résultats des premiers échantillonnages s'avèrent riches de promesses, notamment au Bois de Buzon où la stolzite – de faciès et de couleur différents de la stolzite du Prabris – a été rencontrée avec de remarquables cristaux de mimétite incolore et d'autres espèces beaucoup plus rares.

Ce travail entre dans le cadre du projet « identification et impact des sites miniers abandonnés sur les écosystèmes aquatiques et terrestres actuels », co-financé par le Fonds Européen de Développement Régional (FEDER), le Conseil Régional de Bourgogne, l'Université de Bourgogne, le Parc National des Cévennes, l'Unité Mixte de Recherche 5594 ARTÉHIS, le Ministère de l'Éducation Nationale, de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche, le Centre Archéologique Européen du Mont Beuvray. Il est soutenu activement par le Parc naturel régional du Morvan.

Bibliographie

- ANSERMET S., CUCHET S. & MEISSER N. 2010. Minéralogie de la mine de la Grange, Meymac, Corrèze. *Le Règne Minéral* 91: 23-31.
- BIRCH W.D. 1999. Minerals of Broken Hill. Australian Mining and Smelting Limited, 289 p.
- BRÜNSPERGER T. 2005. Distribution de la stolzite dans les Vosges. *Le Cahier des Micromonteurs* n° spécial 3-2005: 42-43.
- BULLIOT J.G. 1899. Fouilles du Mont-Beuvray (ancienne Bibracte) de 1867 à 1895. Librairie DeJussieu, Autun. 2 vol., 512 p. et 13 pl. ; 250 p. et 14 pl.
- CHARLEUF G. 1867. Etude archéologique des sources thermales de Saint-Honoré. *Bulletin de la Société Nivernaise des Lettres, Sciences et Arts*, 2(2): 318-336.
- CHIAPPERO P.J., DIETRICH J.E., GALVIER J. 1997. La mine de Sainte-Lucie, Lozère (France). *Le Règne Minéral* 18: 5-28.
- CUCHET S., BRÜGGER J., MEISSER N., ANSERMET S., CHIAPPERO P.J. 2000. Les minéraux du filon Sainte-Barbe, les Montmins, Allier. *Le Règne Minéral* 33: 5-25.
- DELAVILLE M. 1858. Note sur les gisements de minerais de fer de Champ-Robert et d'Arleuf (Nièvre). *Bulletin de la Société Géologique de France* 15(2): 726-728.
- DELFOUR J. 1989. Données lithostratigraphiques et géochimiques sur le Devono-Dinantien de la partie sud du Faisceau du Morvan (nord-est du Massif central français). *Géologie de la France* 4: 49-77.
- DELFOUR J., ARENE J., CLOZIER L., CARROUE J.P., CORNET J., DELANCE J.H., FEYS R. & LEMIERE B. 1991. Notice explicative, Carte géologique de France (1/50 000), feuille Autun (551). Éd BRGM, Orléans, 88 p.
- DELFOUR J., CLOZIER L., ALABOU-VETTE B., CORNET J., MERCIER-BATARD F. 1992. Notice explicative, Carte géologique de France (1/50 000), feuille Fours (550). Orléans, BRGM, 83 p.
- FOURNET J. 1858. Observations au sujet des allures et de la configuration de certains filons. *Bulletin de la Société Géologique de France* 15(2): 239-250.
- GOURAULT C. 2006. Nouvelles occurrences minéralisées en Haut Morvan. *Rev. Sci. Bourgogne-Nature* 3: 55-67.
- GOURAULT C. 2009. Les anciennes mines du Haut Morvan. Méthode d'inventaire, essai de caractérisation. Mémoire de master 2, Université de Bourgogne, 117 p. + annexes.
- LACROIX A. 1893-1913. Minéralogie de la France et de ses colonies. Librairie Polytechnique Baudry et Cie, Paris, 5 vol., 719 p. ; 804 p. ; 815 p. ; 923 p. ; 501 p.
- MONNA F., PETIT C., GUILLAUMET J.P., JOUFFROY-BAPICOT I., BLANCHOT C., DOMINIK J., LOSNO R., RICHARD H., LEVEQUE J., CHATEAU C. 2004. History and Environmental Impact of Mining Activity in Celtic Aeduan Territory Recorded in a Peat Bog (Morvan, France). *Environmental Science and Technology* 38(3): 665-673.
- OLIVIER L. 1983. Le Haut Morvan Romain, voies et sites. *Revue Archéologique de l'Est et du Centre-Est*, quatrième supplément, 279 p. + atlas.
- TRINQUARD R. 1962. Etude pétrographique et métallogénique de quelques chapeaux de fer du Morvan. Thèse 3^e cycle, Clermont-Ferrand, 64 p.

Cadre légal et protection de la nature

Il convient de respecter la propriété privée et toute recherche doit s'effectuer avec l'accord des propriétaires des terrains prospectés.

De nombreuses anciennes mines accueillent aujourd'hui d'importantes et fragiles populations de chauves-souris. Il convient de ne pas perturber leur tranquillité lors de la présence des populations.

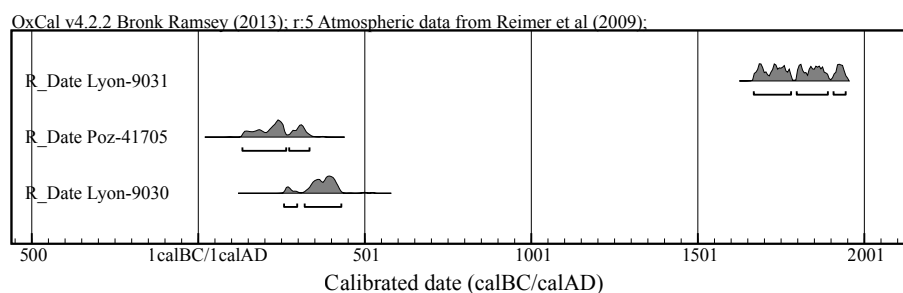
Au cours de l'étude de la Mine du Prabis, les échantillons récoltés l'ont été sur les haldes (déblais) de la mine avec l'accord des propriétaires des terrains prospectés. Il n'y a eu aucune pénétration en milieu souterrain dans d'anciennes galeries de mines. A proximité de la mine du Prabis, un ancien puits de mine accueille chaque hiver une population de Petit rhinolophe. Servant de dépôt sauvage (cadavres d'animaux, ordures) jusqu'au début des années 2000, cette galerie a fait l'objet de plusieurs actions de nettoyage (cf Hors-série 1 de la Revue Scientifique Bourgogne-Nature sur les chauves-souris). L'ancienne mine du Prabis se situe également au sein du site Natura 2000 de la Directive Habitats nommé « Bocage, forêt et milieux humides du Sud Morvan » (FR 2601015).

Annexe II.3. Etude de déchets issus de la métallurgie du fer dans le secteur de La Ruchette

Contexte de découverte

A environ 7 km au sud-ouest de l'oppidum de Bibracte, dans le secteur de La Ruchette, plus particulièrement au niveau des « Corseries Sud » ($3^{\circ}57'30.09''E$, $46^{\circ}54'34.91''N$), une zone de déchets métallurgiques a été découverte le long d'un ruisseau lors d'une prospection de G. Hamm (communication personnelle C. Gourault). Il s'agit d'un ferrier arasé par des activités minières postérieures, constitué principalement de scories écoulées issues de la métallurgie du fer. A l'automne 2009, trois fosses de prélèvement ont été réalisées et après un tri de ces prélèvements, 15 déchets de métallurgie ont été sélectionnés pour une étude macroscopique et microscopique. Chaque échantillon a été mesuré, pesé, photographié, et les informations ont été consignées dans une base de données (Annexe II.4). En parallèle de cette étude, trois charbons de bois, dont deux piégés dans des scories et un prélevé dans une charbonnière, située en amont de la zone métallurgique, ont été datés par ^{14}C (Figure 1). Ces datations révèlent une activité métallurgique à l'époque gallo-romaine, aux alentours des III^e-V^e siècles après J.-C. ; la charbonnière est quant à elle beaucoup plus récente (époque moderne ou contemporaine). Cette dernière n'est donc pas en relation avec cette activité.

Des analyses élémentaires ont également été réalisées au Service d'analyse des roches et minéraux du CRPG (CNRS, Nancy) sur quatre échantillons (trois déchets métallurgiques et un minéral). Un total de 54 éléments a été déterminé, soit par analyse spectrométrique (majeurs et mineurs), soit par ICP-MS (traces).



Site	N° Labo	Zone de prélèvement	Type	Contexte	^{14}C BP	Age calibré	Organisme
Corseries Sud	Lyon-9030	Fosse pédo. profondeur ~ 0.2-0.3 m	Charbon de bois dans scorie	Ferrier étalé	1670 ± 30 BP	258 - 430 AD	Artemis
Corseries Sud	Poz-41705	Fosse pédo. profondeur ~ 0.2-0.3 m	Charbon de bois dans scorie	Ferrier étalé	1785 ± 30 BP	133 - 335 AD	Poznan
Corseries Sud	Lyon-9031	Décap. surf. profondeur ~ 5 cm	Charbon de bois	Charbonnière	140 ± 30 BP	1669 - 1945 AD	Artemis

Figure 1. Datations radiocarbone pour les charbons de bois du site des « Corseries Sud ». Deux échantillons piégés dans des scories et un échantillon prélevé dans une charbonnière. Dates non calibrées BP et dates calibrées correspondant à une probabilité à 95% avec OxCal v4.2.2 (Bronk Ramsey, 2009).

Description macroscopique et microscopique

Les observations microscopiques ont été réalisées sur un microscope métallographique Leica au CReAAH (UMR 6566, université de Rennes 1) avec la collaboration de Cécile Le Carlier (IE CNRS). La description des 15 déchets métallurgiques est disponible dans la base de données fournie en Annexe II.4. Un résumé succinct des principales observations macroscopiques et microscopiques est proposé ici.

On distingue principalement deux grands types de déchets (Figure 2) :

- Des scories presque entièrement cristallisées (scories de type écoulé), et
- Des déchets présentant une matrice microcristalline (parois probables).

Au sein des prélèvements, les scories les plus représentées semblent être celles de type écoulé. Elles sont caractérisées par une surface supérieure sub-plane, et la surface initiale de coulée est souvent conservée. Les cordons sont alors visibles, de taille centimétrique à pluricentimétrique (exemple avec l'échantillon UF1-0002). La surface inférieure est plus variable, mais si elle a été conservée, on distingue (*i*) une zone plane avec des irrégularités correspondant à l'empreinte d'un sol et (*ii*) une zone qui remonte vers le bord supérieur et qui pourraient correspondre à l'empreinte d'un canal. Au niveau microscopique, la structure cristalline de ces scories écoulées se présente sous la forme de grandes lattes de fayalite (Fe_2SiO_4). On note également la présence de magnétite ($\text{Fe}^{2+}\text{Fe}^{3+}_2\text{O}_4$) ou de wüstite (FeO) et de quelques spinelles (MgAl_2O_4). Les billes de métal (fer) ne sont pas nombreuses et de petites tailles, mais quand elles sont présentes, elles se retrouvent au niveau de la matrice microcristalline, entre les lattes de fayalite. Les cordons d'écoulement sont séparés par des lisérés riches en fer qui pourraient correspondre à de l'hématite (Fe_2O_3). On trouve également des scories internes avec de nombreux charbons, mais elles ne sont présentes qu'en faible quantité (exemple avec l'échantillon UF1-0005, en Annexe II.4).

Les autres déchets présents en quantité remarquable sont les échantillons présentant une matrice microcristalline. Il s'agit vraisemblablement de paroi fondue. Leur aspect macroscopique est très variable. On note souvent la présence d'empreintes de charbon de bois sur leur surface. Au niveau microscopique, on les distingue parfaitement des scories cristallisées par la présence de nombreux minéraux en cours de fusion (quartz principalement), et des billes métalliques (fer) plus ou moins corrodées, le tout baignant dans la matrice microcristalline. Il peut arriver qu'une zone scoriacée, cristallisée se trouve en bordure de ces échantillons. D'une manière générale, ces déchets présentent une porosité importante.

Quelques échantillons de minerai de fer ont également été retrouvés. Le fait qu'ils aient subi une étape de grillage est envisageable. De plus, ils ont très certainement été calibrés puisqu'ils se présentent tous sous la forme de fragment de taille comprise entre 3 et 5 cm de diamètre (Figure 2).

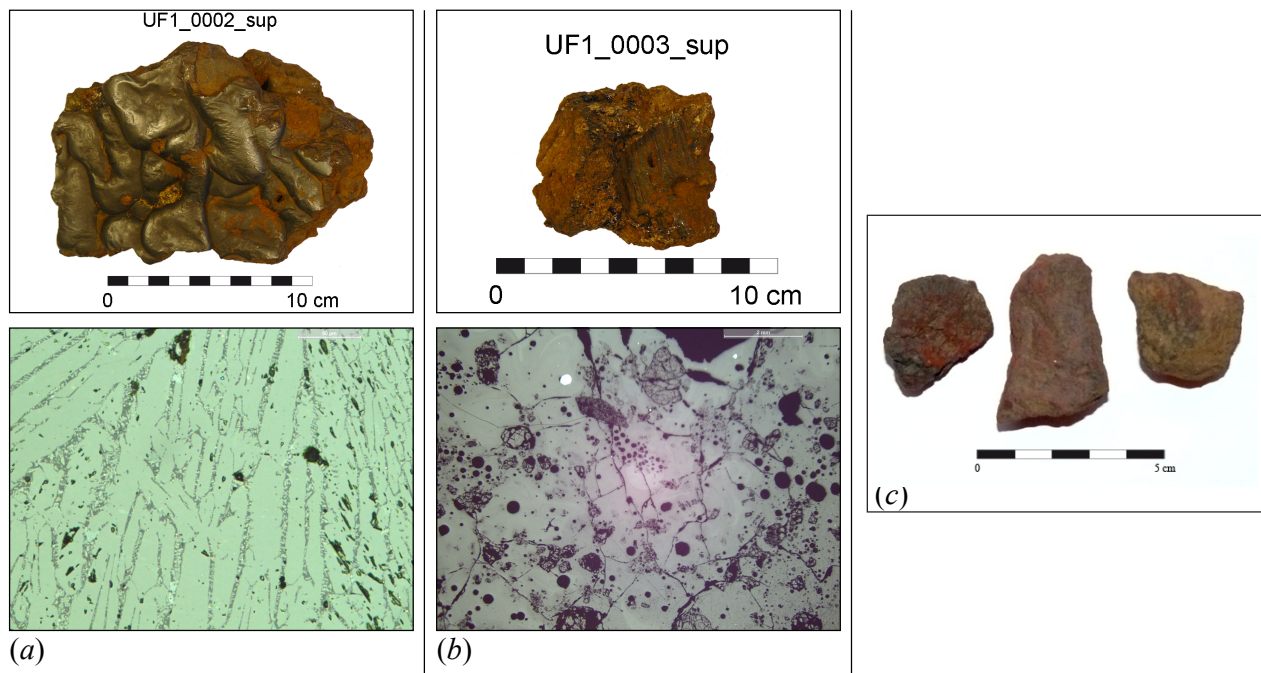


Figure 2. Principaux types d'échantillons. (a) Scorie é coulée présentant une matrice macrocristalline ; (b) Paroi fondue présentant une matrice microcristalline ; (c) Minerai de fer calibré.

Composition chimique des déchets métallurgiques

Compte-tenu du nombre d'échantillons analysé ($n=4$), il ne sera pas possible de faire de traitements statistiques. Cependant les analyses chimiques ont été réalisées dans le but d'obtenir une première vision de la nature chimique des matériaux pour un secteur d'exploitation du fer rappelons-le d'époque gallo-romaine. Elles permettent d'accéder aux concentrations en éléments traces provenant des déchets métallurgiques et qui seraient susceptibles de se retrouver dans les sols de La Ruchette. Une première comparaison entre les concentrations dans le minerai avec celles des déchets métallurgiques est également possible.

En se concentrant sur les éléments majeurs, le minerai et les échantillons UF1-0002 et UF3-0005 sont principalement composés de Fe_2O_3 (~70%) et de SiO_2 (~25%) (Table 1). A l'opposé, l'échantillon UF3-0002 est principalement composé de SiO_2 (~70%) avec du Al_2O_3 (10%) et du Fe_2O_3 (10%). La perte au feu (PF) des deux scories UF1-0002 et UF3-0005 est négative. Sachant que la PF traduit la masse des éléments volatils diminuée de la masse de l'oxygène fixé par oxydation de FeO et Fe en Fe_2O_3 (Chardron-Picault & Pernot, 1999), la PF négative traduit donc que le fer pour ces deux échantillons est principalement sous forme réduite (FeO).

Table 1 : Résultats des analyses spectrométriques pour les éléments majeurs et mineurs mesurés dans le minerai et les déchets métallurgiques provenant du secteur de La Ruchette. La perte au feu et le total des éléments sont également précisés.

Nom éch. Type	UF1-M Minerai	UF1-0002 Déchet	UF3-0002 Déchet	UF3-0005 Déchet
SiO ₂ (%)	20.49	27.80	72.83	31.84
Al ₂ O ₃ (%)	1.41	4.11	9.92	4.17
Fe ₂ O ₃ tot (%)	73.94	70.49	10.12	64.22
MnO (%)	0.16	0.66	0.16	0.37
MgO (%)	0.20	0.23	0.46	0.31
CaO (%)	0.08	0.20	0.41	0.28
Na ₂ O (%)	< LOD	0.01	0.12	0.03
K ₂ O (%)	< LOD	0.29	3.08	0.58
TiO ₂ (%)	0.11	0.26	0.54	0.24
P ₂ O ₅ (%)	0.32	0.43	0.23	0.46
Perte Feu (%)	1.95	-5.87	0.52	-3.78
<i>Total (%)</i>	<i>98.65</i>	<i>98.62</i>	<i>98.38</i>	<i>98.72</i>

En ce qui concerne les éléments traces, le minerai contient 100 mg kg⁻¹ d'arsenic et de cuivre, 750 mg kg⁻¹ de zinc et ~100 mg kg⁻¹ de plomb (Table 2). La paroi présente des concentrations importantes en Ba (~1000 mg kg⁻¹) et en Zr (260 mg kg⁻¹). Tout comme la paroi, les scories sont riches en Ba (~1000 mg kg⁻¹).

Les teneurs en Cd, Cu, Pb et Zn, les quatre ETMs objets de l'étude, ne sont pas particulièrement élevées : ~0,2 mg kg⁻¹ Cd, 100-200 mg kg⁻¹ Cu, 30-70 mg kg⁻¹ Pb et ~300 mg kg⁻¹ de Zn.

Table 2 : Résultats des analyses spectrométriques pour les éléments majeurs et mineurs mesurés dans le minerai et les déchets métallurgiques provenant du secteur de La Ruchette. La perte au feu et le total des éléments sont également précisés.

Nom éch.	UF1-M	UF1-0002	UF3-0002	UF3-0005	Nom éch.	UF1-M	UF1-0002	UF3-0002	UF3-0005
Type	Minerai	Déchet	Déchet	Déchet	Type	Minerai	Déchet	Déchet	Déchet
As (mg kg ⁻¹)	1773	5.9	121	37.4	Nb (mg kg ⁻¹)	1.798	6.28	15.9	5.289
Ba (mg kg ⁻¹)	211.9	1422	1228	738.9	Nd (mg kg ⁻¹)	8.725	22.24	36.91	17.52
Be (mg kg ⁻¹)	4.3	16.2	4.7	10.2	Ni (mg kg ⁻¹)	73.51	< LOD	8.564	< LOD
Bi (mg kg ⁻¹)	1.7	0.18	0.34	0.78	Pb (mg kg ⁻¹)	92.543	29.2239	45.4153	70.3651
Cd (mg kg ⁻¹)	0.94	0.15	0.31	0.24	Pr (mg kg ⁻¹)	2.2	5.703	10.86	4.542
Ce (mg kg ⁻¹)	16.3	45.3	98.8	32.8	Rb (mg kg ⁻¹)	9.2	43.22	174.3	43.27
Co (mg kg ⁻¹)	40.4	2.23	5.65	2.62	Sb (mg kg ⁻¹)	29.18	0.958	4.41	1.352
Cr (mg kg ⁻¹)	52.3	123	44.6	76.6	Sc (mg kg ⁻¹)	1.2	4.66	6.18	4.14
Cs (mg kg ⁻¹)	1.4	4.76	14.8	5.29	Sm (mg kg ⁻¹)	1.91	5.36	6.051	4.105
Cu (mg kg ⁻¹)	1045	228.1	77.25	121.1	Sn (mg kg ⁻¹)	53.39	143.5	5.888	89.81
Dy (mg kg ⁻¹)	1.526	6.054	3.391	3.912	Sr (mg kg ⁻¹)	6.576	24.34	51.4	21.91
Er (mg kg ⁻¹)	0.816	3.735	1.791	2.318	Ta (mg kg ⁻¹)	0.183	0.592	1.828	0.587
Eu (mg kg ⁻¹)	0.773	1.715	1.214	1.324	Tb (mg kg ⁻¹)	0.265	0.967	0.612	0.643
Ga (mg kg ⁻¹)	18.07	41.47	15.4	31.33	Th (mg kg ⁻¹)	1.961	8.223	21.26	7.194
Gd (mg kg ⁻¹)	1.744	5.745	4.183	3.791	Tm (mg kg ⁻¹)	0.122	0.55	0.266	0.346
Ge (mg kg ⁻¹)	5.753	0.382	1.432	0.435	U (mg kg ⁻¹)	4.793	26.23	7.576	13.15
Hf (mg kg ⁻¹)	1.093	2.998	6.532	2.51	V (mg kg ⁻¹)	50.41	148.8	67.74	87.45
Ho (mg kg ⁻¹)	0.287	1.252	0.61	0.775	W (mg kg ⁻¹)	25.7	107.7	36.31	67.09
In (mg kg ⁻¹)	1.058	1.748	0.156	1.955	Y (mg kg ⁻¹)	9.886	44.44	19.27	26.31
La (mg kg ⁻¹)	10.44	24.86	58.07	17.9	Yb (mg kg ⁻¹)	0.809	4.079	1.972	2.448
Lu (mg kg ⁻¹)	0.121	0.635	0.304	0.372	Zn (mg kg ⁻¹)	754.6	279.4	43.46	351.4
Mo (mg kg ⁻¹)	16.95	2.75	4.52	2.205	Zr (mg kg ⁻¹)	45.13	120.5	264.4	105.3

Pour illustrer ces tendances, les échantillons analysés ont été placés dans des diagrammes ternaires (Figure 3), outils couramment utilisés en archéoméallurgie (Serneels, 1993). Les concentrations en CaO étant inférieure à 5%, on travaille dans un premier temps dans le diagramme SiO₂-Al₂O₃-Fe₂O₃ (Serneels, 1993). Ce diagramme d'équilibre renseigne notamment sur la température de fusion des différents minéraux que l'on peut rencontrer dans les scories de fer (Figure 3a). Le minimum théorique se trouve à 1083°C (Verein Deutscher Eisenhüttenleute, 1995). Les observations microscopiques ont permis de mettre en évidence de la fayalite qui est stable jusqu'à des températures de 1205°C (Verein Deutscher Eisenhüttenleute, 1995).

Les scories sont le résultat de processus physico-chimiques complexes qui influencent leur composition finale. Les éléments chimiques présents à l'origine dans le minerai vont se

réorganiser. Certains éléments partiront dans les fumées (éléments volatils), d'autres ayant plus d'affinité pour le fer partiront en impureté dans la masse métallique (éléments sidérophiles) et d'autres enfin se retrouveront dans les scories (éléments lithophiles). Compte tenu des propriétés chimiques du quartz et de l'alumine, les rapports entre ces deux éléments sont censés rester constants entre le minerai et la scorie (Serneels, 1993). Cette propriété est illustrée sur la Figure 3a, les scories résultant de la réduction du minerai doivent se projeter sur la droite partant du pôle Fe_2O_3 et passant par l'échantillon de minerai. Les deux échantillons de scories sont très proches de cette droite : le rapport $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ est donc quasi-constant. Le léger décalage pourrait s'expliquer par une contamination due entre autres à la fusion de la paroi. Sur ce diagramme, la distance entre la projection de l'analyse du minerai et celle des scories est proportionnelle à la quantité de fer soustraite du système et renseigne sur le rendement de l'opération (Serneels, 1993). Les échantillons de scories étant très proches du minerai, leur teneur en fer est élevée et le rendement est par conséquent faible (de l'ordre de 10%).

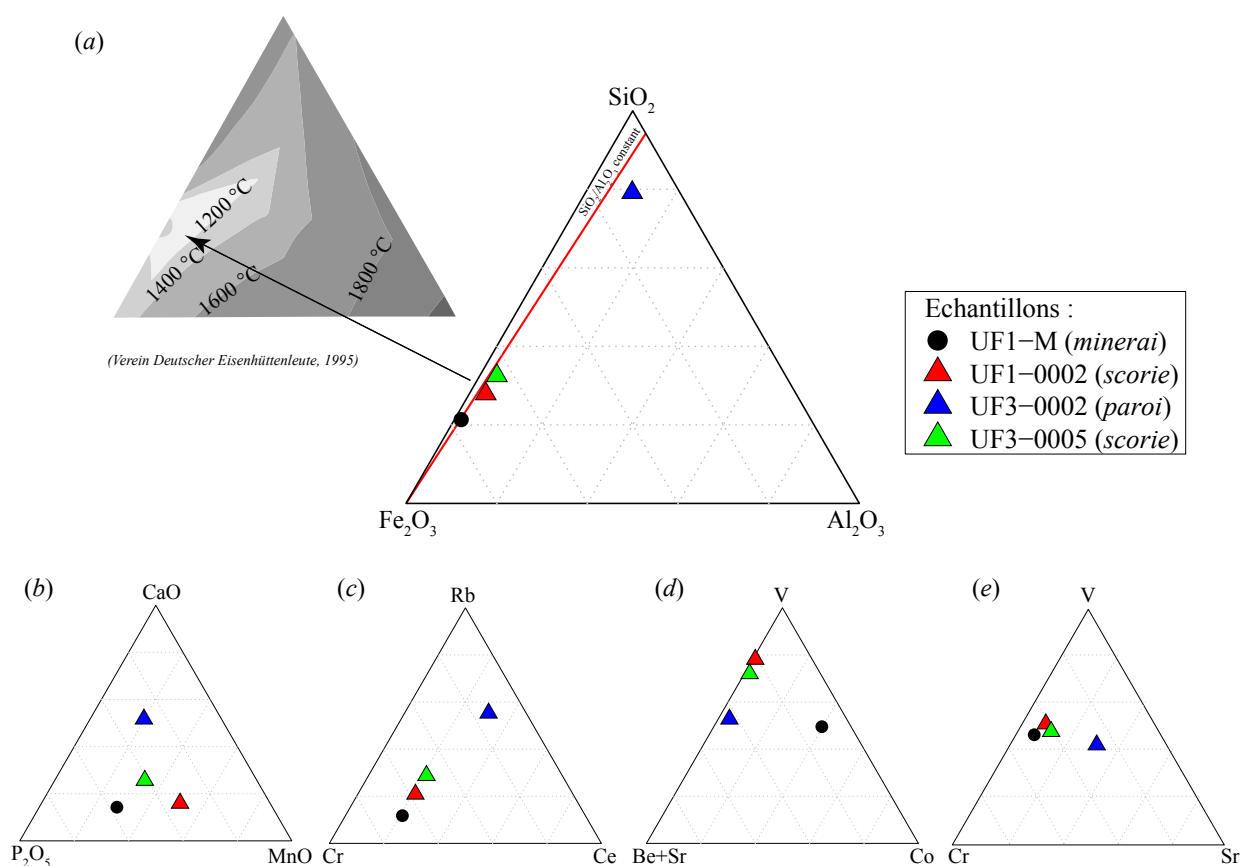


Figure 3 : Diagrammes ternaires des déchets métallurgiques analysés.

L'étude des autres éléments chimiques permet de confirmer les hypothèses de filiation avec le minerai. L'échantillon de paroi est plus riche en CaO que le minerai et les scories (Figure 3b). Les éléments comme le phosphore, le manganèse, et le vanadium proviennent du minerai et lors du processus de réduction se partagent entre la masse métallique et les silicates. Le potassium et le rubidium sont des éléments chimiques révélateurs du charbon (Chardron-Picault & Pernot, 1999). Le minerai présente des concentrations très faibles pour ces deux éléments (inférieur à la LOD pour K₂O et inférieur à 10 mg kg⁻¹ pour Rb). L'échantillon qui présente les concentrations les plus importantes en K₂O et Rb est la paroi fondue. Cette dernière est en contact direct avec le charbon et reste plus longtemps dans le four que les scories écoulées, il est donc logique qu'elle soit plus contaminée par ces deux éléments chimiques. Les éléments lithophiles comme Be, Cr, Ce, et Sr vont se retrouver dans les silicates tandis que les éléments sidérophiles comme Co, présents à l'origine dans le minerai, vont se retrouver dans la masse métallique. Ce comportement explique la très faible teneur en Co dans les scories et la paroi fondue (Figure 3d).

Pour résumer, il s'agit de scories gallo-romaines obtenues par réduction de minerai dans un bas-fourneau. Le minerai de fer analysé semble bien correspondre avec les scories analysées.

References

- CHARDRON-PICAULT P. & PERNOT M. (1999) - *Un quartier antique d'artisanat métallurgique à Autun, Saône-et-Loire: le site du Lycée militaire*, Archéologie préventive (Paris), ISSN 1255-2127 Documents d'archéologie française, ISSN 0769-010X N°76, Paris, France : Éd. de la Maison des sciences de l'homme, 316 p.
- BRONK RAMSEY C. (2009) - Bayesian Analysis of Radiocarbon Dates, *Radiocarbon*, **51**(1), p. 337-360.
- SERNEELS V. (1993) - *Archéométrie des scories de fer : recherches sur la sidérurgie ancienne en Suisse occidentale*, Lausanne, Suisse : Cahiers d'archéologie romande, 240 p.
- VEREIN DEUTSCHER EISENHÜTTENLEUTE (1995) - *Slag atlas*, 2^e éd, Dusseldorf, Allemagne : Verlag Stahleisen GmbH, 616 p.

Année 2009 UF 00001 Auteur de la fiche E. Camizuli
 Chantier 308 N° Objet 0002 Date de création 22/12/2009
 Intervention 701

MORPHOLOGIE GENERALE

Fragment de scorie é coulée (sans doute en canal) avec l'empreinte d'un bord dans la partie inférieure. La couleur générale est gris métallique. Par endroit présence d'une croûte oxydée brun-orangée.

Association(s) Pas d'association visible

Catégorie Métallurgie Nature de l'objet Scorie é coulée Métal Fer
 Technique Bas Fourneau Forme Ellipsoïde Couleur Gris métallique

Description des surfaces

Surface 1

Surface supérieure sub-plane, plissée, dense, la surface initiale de coulée est conservée. Les cordons sont de taille centimétrique à pluri-centimétrique. Au niveau d'une cassure fraîche, la couleur de la matrice est irisée vert-bleu. De rares endroits présentent une couche d'oxydation brune, essentiellement constituée par des oxydes de fer.

Surface 2

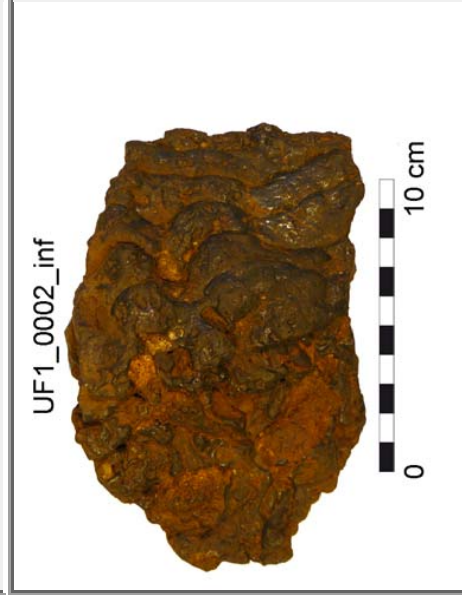
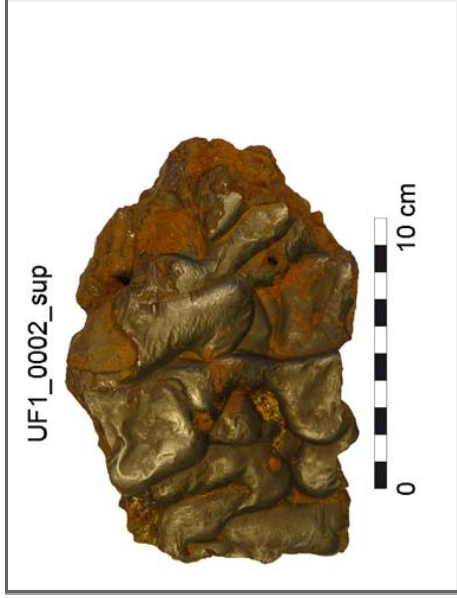
Surface inférieure, présentant deux zones distinctes. Une zone globalement plane, mais comprenant de nombreuses irrégularités et correspondant vraisemblablement à l'empreinte d'un sol. Cette zone est recouverte par une couche d'oxydation brune, constituée essentiellement par des oxydes de fer et du sable fin. La deuxième zone remonte vers la partie supérieure et correspond à l'empreinte d'un bord de canal. La surface de coulée y est conservée et quasi lisse, de couleur gris métallique.

Bords

Les bords sont cassés, plus ou moins vacuolaires mais dense. Certaines vacuoles font jusqu'à 33 mm de longueur. Au niveau des cassures fraîches, la couleur de la matrice, vert-bleu irisée, est visible. Sinon, les bords sont recouverts d'une patine noir-rouge. La scorie semble entièrement cristallisée. Ne contiennent pas d'inclusions particulières.

CARACTERISTIQUES

Longueur max (mm) Largeur max (mm) Epaisseur max (mm)
 Longueur min (mm) Largeur min (mm) Epaisseur min (mm)
 Poids (g)



IDENTIFICATION B/2009/308/00001/0002

Auteur de la fiche E. Camizuli

Date de création 22/12/2009

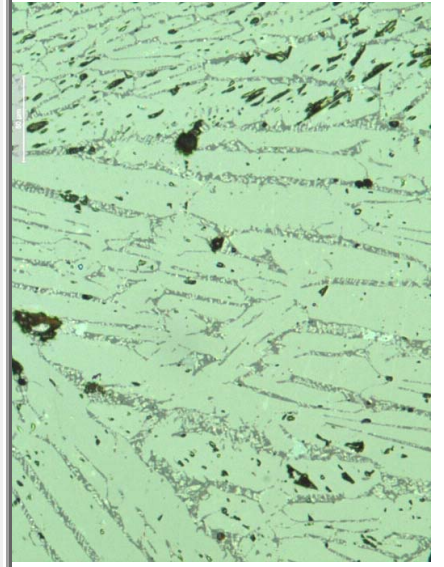
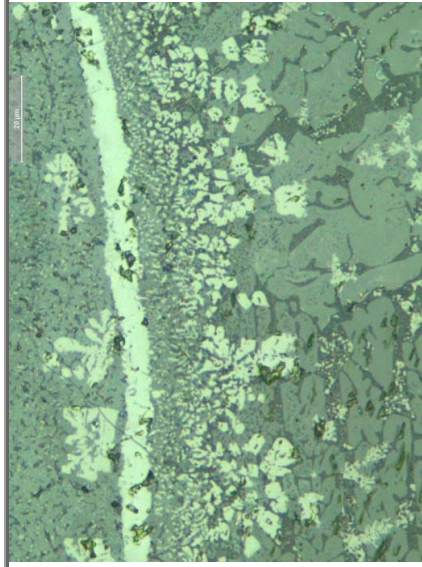
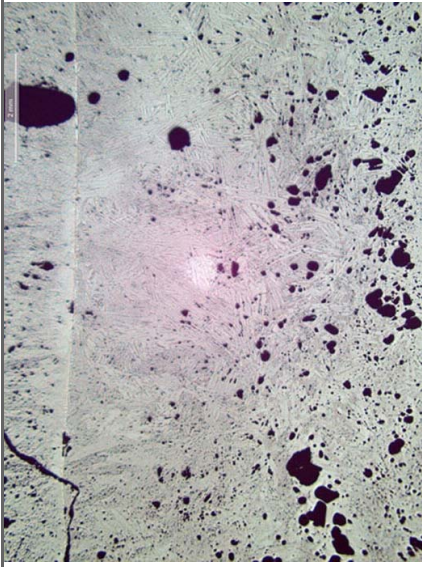
Type d'analyse Observation microscope métallographique

Forme du support Section Polie

Traitement de l'échantillon

polissage disque SiC puis poudre diamantée

1



ASPECT GENERAL (photo 1)

Déchet presque entièrement cristallisé. Présence de grandes lattes de fayalite (Fe_2SiO_4). Dans la partie supérieure de la photo, on aperçoit un liseré clair qui correspond à une limite de coulée. Cette section présente une micro-porosité importante.

Aspects particuliers

Photo 2

Détail sur le liseré qui correspond à une limite de coulée. Il apparaît très clair, il est donc riche en fer : il pourrait s'agir d'hématite. Présence de magnétite sous la forme de minéraux clairs cubiques. On distingue les grandes lattes de fayalite. Plus le temps de cristallisation a été rapide, plus les minéraux sont petits : c'est ce que l'on observe lorsque l'on se rapproche du liseré.

Photo 3

Détail sur les lattes de fayalites et illustration de la cristallisation des silicates. En premier, de grandes lattes de fayalite se forment, puis la cristallisation se fait entre ces grandes lattes. On distingue alors des spinelles et de nouveaux cristaux de fayalite plus petits. Le métal apparaît en dernier dans la matrice microcristalline.

COMMENTAIRES SUR L'INTERPRETATION DE L'OBJET

Année 2009 UF 00001 Auteur de la fiche E. Camizuli
 Chantier 308 N° Objet 0003 Date de création 22/12/2009
 Intervention 701

MORPHOLOGIE GENERALE

Fragment de paroi fondue avec une empreinte de charbon de bois. Les zones de couleur noir obsidienne indiquent une température élevée.

Association(s) Empreinte de charbon de bois

Catégorie Métallurgie Nature de l'objet Paroi fondue Métal Fer
 Technique Bas Fourneau Forme Pavé Couleur Blanc verdâtre et noir

Description des surfaces

Surface 1

Surface présentant une empreinte de charbon de bois partielle de 28 mm de large et 38 mm de long. Cette empreinte est recouverte par une couche de couleur noir-rougeâtre. Le reste de la surface semble plus ou moins vitrifié, de couleur noire. Quelques vacuoles de diamètre millimétrique à plurimillimétrique sont visibles.

Surface 2

La surface est divisée en deux parties. La plus grande zone correspond à la paroi fondue, certains minéraux sont encore visibles (quartz à confirmer). La couleur tire principalement vers le blanc verdâtre. La deuxième zone est plus vitrifiée, sombre. Par endroit, une couleur bleu-blanc est visible mais la présence d'une couche d'oxydation brune masque une partie de cette zone. Présence de quelques vacuoles d'un diamètre de l'ordre du demi-millimètre.

Bords

Les bords sont cassés, plus ou moins bulleux. Par endroits, c'est la paroi qui est visible, à d'autres, c'est une matrice vitreuse noire. Pas d'inclusion particulière visible.

CARACTERISTIQUES

Longueur max (mm) 61,6 Largeur max (mm) 47,4 Epaisseur max (mm) 45,6
 Longueur min (mm) 51,0 Largeur min (mm) 39,1 Epaisseur min (mm) 8,2
 Poids (g) 113

UF1_0003_sup



UF1_0003_inf



UF1_0003 section



IDENTIFICATION B/2009/308/00001/0003

2

Auteur de la fiche E. Camizuli

Date de création 22/12/2009

Type d'analyse Observation microscope métallographique

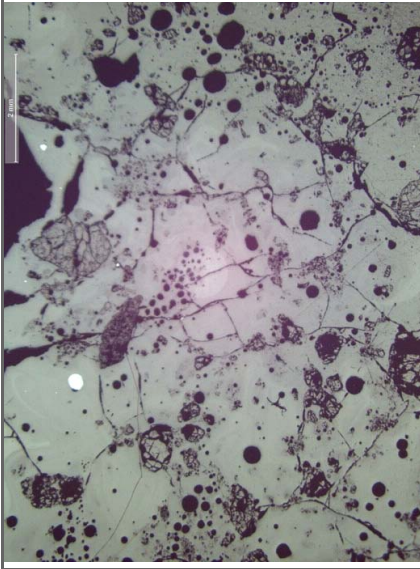
Forme du support Section Polie

Traitement de l'échantillon

polissage disque SiC puis poudre diamantée

ASPECT GENERAL (photo 1)

Aspect général d'une matrice microcristallisée. Présence de nombreux minéraux en cours de fusion, principalement du quartz et des billes métalliques.



Aspects particuliers

Photo 2

Détail sur des quartz en cours de fusion

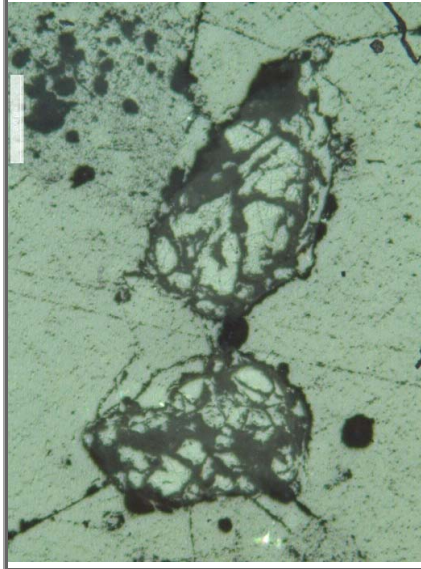
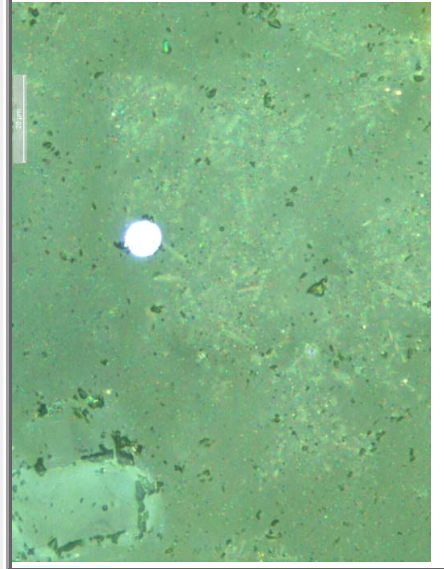


Photo 3

Détail sur une des nombreuses billes métalliques présentes dans la matrice microcristalline. Présence également d'une zone de relique ("minéral fondu") en haut à gauche de la photo.



COMMENTAIRES SUR L'INTERPRETATION DE L'OBJET

Année 2009 UF 00001 Auteur de la fiche E. Camizuli
 Chantier 308 N° Objet 0004 Date de création 22/12/2009
 Intervention 701

MORPHOLOGIE GENERALE

Coulure mélangant fragment de paroi et fragment de scorie. La forme traduit une viscosité élevée, la partie inférieure correspond à la surface d'appui.

Association(s) Possible empreintes de charbon de bois

Catégorie Métallurgie Nature de l'objet Paroi fondue Métal Fer
 Technique Bas Fourneau Forme Coulure Couleur Gris et brun-rougeâtre

Description des surfaces

Surface 1

Surface supérieure, correspondant au départ de la coulure. La paroi fondue de couleur grise présente quelques vacuoles de diamètre inférieur au millimètre. Elle est plus ou moins recouverte par une couche fine foncée variant du brun-rouge au noir-bleuté.

Surface 2

La surface inférieure est une surface d'appui au niveau de laquelle la matière visqueuse s'est accumulée. Elle est sub-plane mais irrégulière (représentant peut-être l'empreinte d'un sol). La paroi fondue de couleur grise est presque entièrement recouverte par une couche scoriacée de couleur noir-bleuté. Possible empreinte de charbon de bois centimétrique. Par endroit, la lecture n'est pas possible en raison d'une couche d'oxydation de couleur brune, essentiellement constituée par des oxydes de fer.

Bords

Les bords correspondent à l'étirement de la partie supérieure pour rejoindre la partie inférieure. Ils présentent deux aspects. La zone qui pourrait correspondre à la partie vers l'intérieur du four présente des cavités pluri-centimétriques, empreintes possibles de charbon de bois. Au niveau de ces cavités, la couche scoriacée présente une couleur brun rougeâtre. De l'autre côté, le bord est beaucoup plus lisse, et traduit peut-être l'écoulement le long d'une paroi. Là encore, la paroi fondue grise se mêle avec la scorie noir-bleuté.

CARACTERISTIQUES

Longueur max (mm) Largeur max (mm) Epaisseur max (mm)
 Longueur min (mm) Largeur min (mm) Epaisseur min (mm)
 Poids (g)

UF1_0004_avant



UF1_0004_arrière



UF1_0004 section



IDENTIFICATION B/2009/308/00001/0004

3

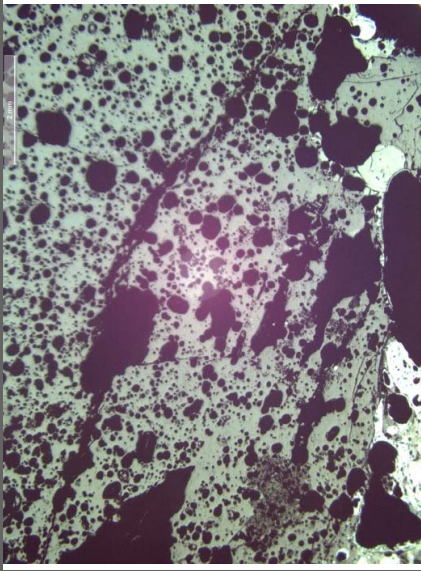
Auteur de la fiche E. Camizuli Date de création 22/12/2009

Type d'analyse Observation microscope métallographique Forme du support Section Polie

Traitement de l'échantillon polissage disque SiC puis poudre diamantée

ASPECT GENERAL (photo 1)

Porosité importante, aspect général d'une matrice microcristalline. Nombreux minéraux en cours de fusion (quartz), zones de reliquat et quelques micro-billes de métal (fer).



Aspects particuliers

Photo 2

Détail sur une zone de reliquat (ancien quartz probable)

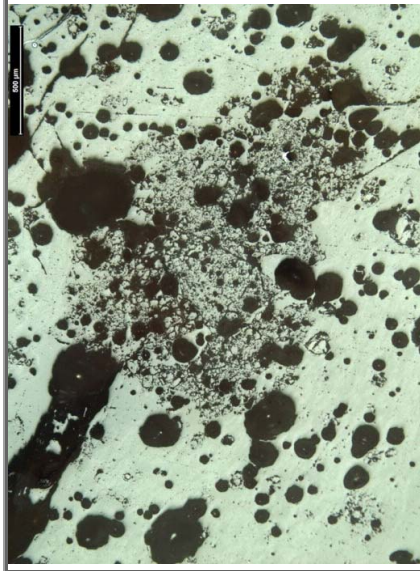
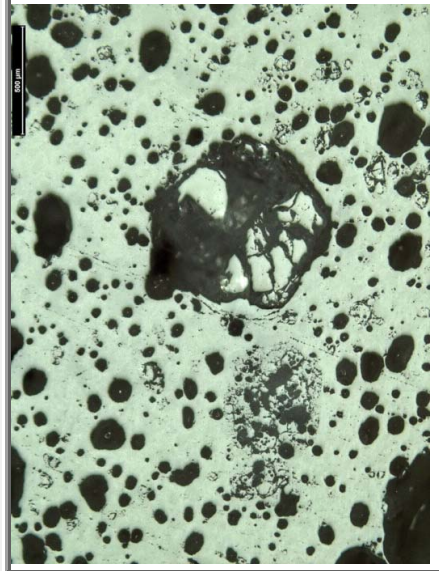


Photo 3

Détail sur un des nombreux quartz en cours de fusion. Présence également de plusieurs reliquat



COMMENTAIRES SUR L'INTERPRETATION DE L'OBJET

Paroi fondue

Année 2009 UF 00001 Auteur de la fiche E. Camizuli
 Chantier 308 N° Objet 0005 Date de création 22/12/2009
 Intervention 701

MORPHOLOGIE GENERALE

Fragment de scorie interne avec des bords anguleux. Présence de nombreuses empreintes de charbon de bois. Couleur générale brune, notamment en raison d'une couche d'oxydation constituée d'oxydes de fer.

Association(s) Empreintes de charbon de bois

Catégorie Métallurgie Nature de l'objet Scorie interne Métal Fer
 Technique Bas Fourneau Forme Ellipsoïde Couleur Brun rougeâtre - orange

Description des surfaces

Surface 1

Surface supérieure convexe et irrégulière (anguleuse). Cette surface semble constituée d'une agglomération de charbon de bois et d'empreintes de charbon de bois. Pas de vacuoles visibles sur cette partie. L'ensemble est recouvert par une couche d'oxydation brune (concrétions de terre et d'oxyde de fer).

Surface 2

Surface inférieure irrégulière. Pas de vacuoles visibles. La patine ne permet pas de conclure quant au degré de cristallisation. La surface est presque entièrement recouverte par une couche d'oxydation brune agglomérée à de la terre. Beaucoup moins d'empreintes de charbon sont visibles.

Bords

Tous les bords sont cassés et anguleux. Pas de cassure fraîche. La patine de la scorie ne permet pas de conclure quant au degré de cristallisation de la matrice.

CARACTERISTIQUES

Longueur max (mm) Largeur max (mm) Epaisseur max (mm)
 Longueur min (mm) Largeur min (mm) Epaisseur min (mm)
 Poids (g)

UF1_0005_surf1



UF1_0005_surf2



UF1_0005 section



IDENTIFICATION B/2009/308/00001/0005

4

Auteur de la fiche E. Camizuli

Date de création 22/12/2009

Type d'analyse Observation microscope métallographique

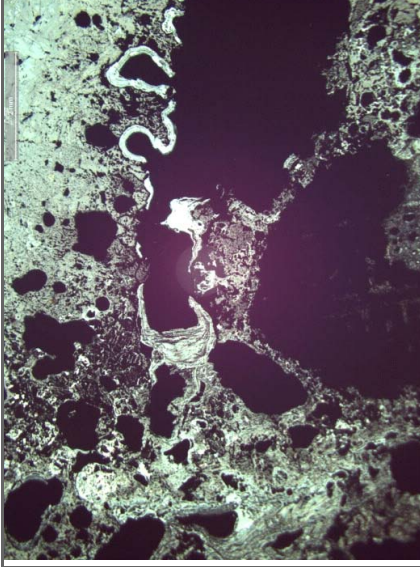
Forme du support Section Polie

Traitement de l'échantillon

polissage disque SiC puis poudre diamantée

ASPECT GENERAL (photo 1)

Présence de nombreux charbons de bois, altération des oxydes de fer (corrosion) qui provoque la formation de vacuoles. Observation de niveaux de diffusion du métal dans la scorie.



Aspects particuliers

Photo 2

Métal corrodé et vacuoles en formation, présence également de charbons de bois.

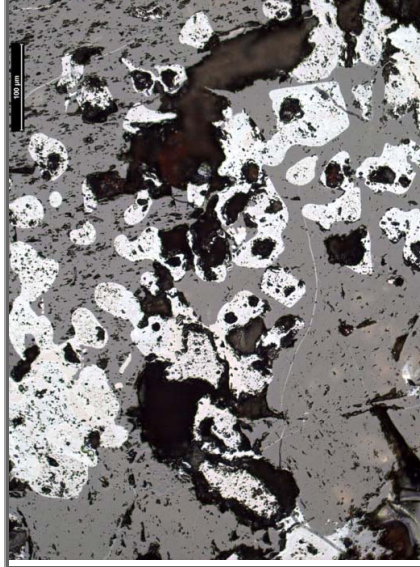
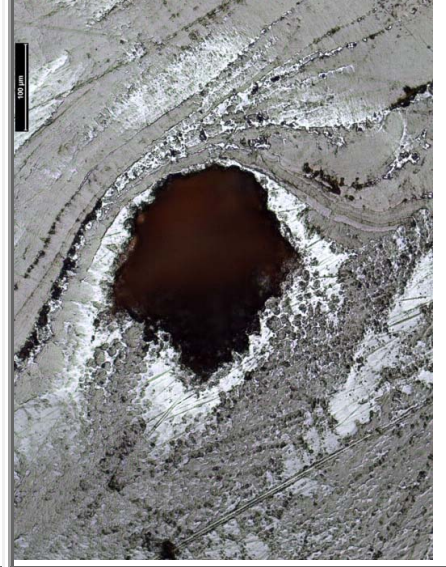


Photo 3

Détail sur la structure microcristalline. Au centre de la photo présence d'une zone vacuolaire avec autour différents niveaux qui correspondent à la diffusion du métal dans la scorie.



COMMENTAIRES SUR L'INTERPRETATION DE L'OBJET

Année 2009 UF 00001 Auteur de la fiche E. Camizuli
 Chantier 308 N° Objet 0006 Date de création 22/12/2009
 Intervention 701

MORPHOLOGIE GENERALE

Fragment de couleur interne ? Quelques cordons/plis sont visibles, l'aspect est visqueux. Quelques vacuoles millimétriques sont visibles au niveau de cassures fraîches. La lecture est compliquée par la couche d'oxydation brune qui recouvre presque entièrement la scorie. Il pourrait également s'agir d'un fragment de paroi fondue.

Association(s) Possible empreintes de charbon de bois

Catégorie Métallurgie Nature de l'objet Paroi ? Métal Fer
 Technique Bas Fourneau ? Forme Pyramidale Couleur Brun orangé et bleu-vert

Description des surfaces

Surface 1

Surface sub-plane, irrégulière. Les creux pourraient correspondre à des vacuoles qui ont éclaté en surface. Deux plis de couleur brun rougeâtre sont visibles (cordons à confirmer). A la cassure, la matrice apparaît de couleur vert-olive, avec des vacuoles de diamètre millimétrique ou inférieure au millimètre. Lorsque la surface n'est pas recouverte par la couche d'oxydation brune, la scorie est blanche et bleue.

Surface 2

Surface convexe, irrégulière. Dans cette zone, les vacuoles présentent un diamètre plus important (plurimillimétrique). Lorsque la surface n'est pas recouverte par la couche d'oxydation brune, la scorie apparaît bleu blanchâtre ou brun rougeâtre.

Bords

Les bords présentent des surfaces irrégulières. La plupart sont cassés, un bord pourrait ressembler à de la paroi fondue de couleur grise. Certaines cavités font penser à des empreintes de charbon de bois.

CARACTERISTIQUES

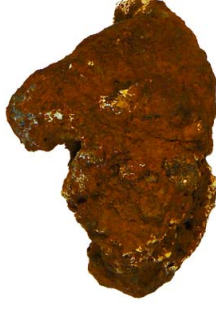
Longueur max (mm) Largeur max (mm) Epaisseur max (mm)
 Longueur min (mm) Largeur min (mm) Epaisseur min (mm)
 Poids (g)

UF1_0006_surf1



0 10 cm

UF1_0006_surf2



0 10 cm

UF1_0006 section



0 5 cm

IDENTIFICATION B/2009/308/00001/0006

5

Auteur de la fiche E. Camizuli

Date de création 22/12/2009

Type d'analyse Observation microscope métallographique

Forme du support Section Polie

Traitement de l'échantillon

polissage disque SiC puis poudre diamantée

ASPECT GENERAL (photo 1)

Cet échantillon est composée de deux parties: (i) une zone cristallisée en limite supérieure et (ii) une zone microcristalline qui constitue la majorité de l'échantillon. Présence de nombreuses zones métalliques corrodées à froid. Microporosité importante.

Aspects particuliers

Photo 2

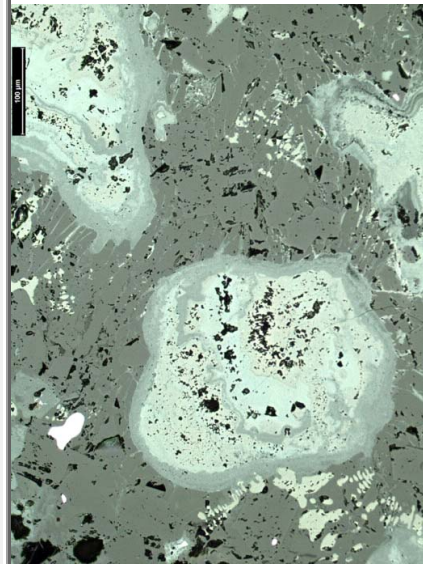
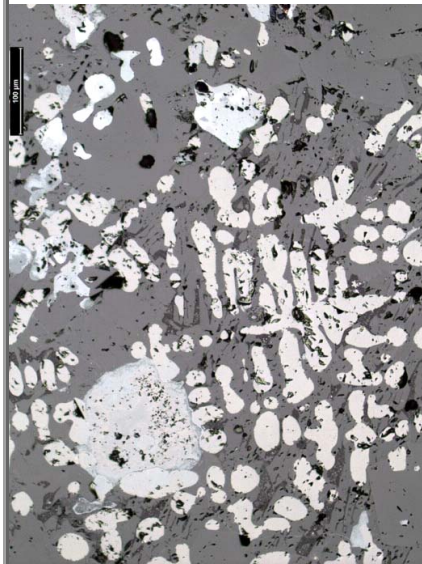
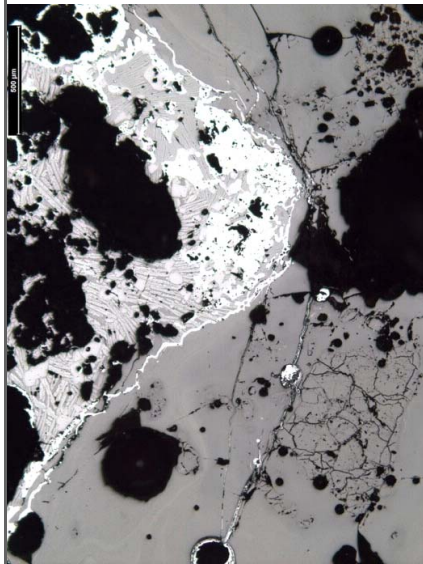
Détail sur une wüstite qui cristallise à partir d'une bille métallique (phénomène d'oxydation à chaud). Lorsque la scorie s'est figée, le fer s'est corrodé (aspect bleu-vert sur la photo).

Photo 3

Détail sur les zones métalliques au niveau de la bordure scoriacée. Métal qui a fondu et qui s'est corrodé à froid.

COMMENTAIRES SUR L'INTERPRETATION DE L'OBJET

Paroi fondue



Année 2009 UF 00001 Auteur de la fiche E. Camizuli
 Chantier 308 N° Objet 0007 Date de création 22/12/2009
 Intervention 701

MORPHOLOGIE GENERALE

Fragment de scorie peut-être mélangée avec de la paroi fondue ? Correspond à une coulure visqueuse recouverte par une couche d'oxydation brune. Au niveau de cassure, la matrice est de couleur vert-olive.

Association(s) Pas d'association visible

Catégorie Métallurgie Nature de l'objet Scorie visqueuse ? Métal Fer
 Technique Bas Fourneau ? Forme Boudin sinusoïdale Couleur Brun-rougeâtre

Description des surfaces

Surface 1

Surface convexe, irrégulière. Quelques cordons sont visibles mais la couche d'oxydation brune rend la lecture difficile. Quelques vacuoles de diamètre pluri-millimétrique ont éclaté en surface

Surface 2

Surface plano-concave, irrégulière, recouverte par une couche d'oxydation brune. Au niveau des cassures fraîches, la matrice apparaît de couleur vert-olive et contenant des vacuoles de diamètre millimétrique

Bords

Les bords présentent des surfaces irrégulières. Ils pourraient correspondre aux limites de coulées ou à des cassures.

CARACTERISTIQUES

Longueur max (mm) Largeur max (mm) Epaisseur max (mm)
 Longueur min (mm) Largeur min (mm) Epaisseur min (mm)
 Poids (g)

UF1_0007_surf1



UF1_0007_surf2



UF1_0007 section



IDENTIFICATION B/2009/308/00001/0007

6

Auteur de la fiche E. Camizuli

Date de création 22/12/2009

Type d'analyse Observation microscope métallographique

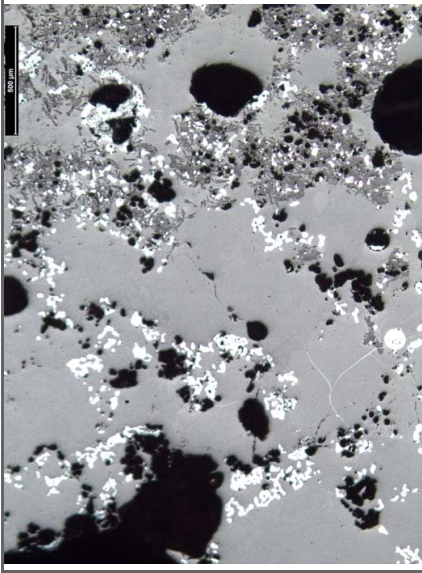
Forme du support Section Polie

Traitement de l'échantillon

polissage disque SiC puis poudre diamantée

ASPECT GENERAL (photo 1)

Porosité importante. Echantillon essentiellement composé de zones de métal fondu dans une matrice microcristalline.



Aspects particuliers

Photo 2

Détail sur les zones métalliques et sur la matrice microcristalline. Le métal s'est corrodé à froid (aspect bleu-gris sur la photo).



Photo 3

COMMENTAIRES SUR L'INTERPRETATION DE L'OBJET

Paroi ou scorie "vitreuse" ?

Année 2009 UF 00002 Auteur de la fiche E. Camizuli
 Chantier 308 N° Objet 0001 Date de création 22/12/2009
 Intervention 701

MORPHOLOGIE GENERALE

Fragment de scorie, endommagé, de surfaces irrégulières. La partie inférieure semble correspondre à l'empreinte d'un sol. La scorie est recouverte par une légère couche d'oxydation brune.

Association(s) Graviers sur la face inférieure et empreinte de charbon de bois probable

Catégorie Métallurgie Nature de l'objet Sc. interne ou é coulée Métal Fer

Technique Bas Fourneau Forme Conique Couleur Brun-noir

Description des surfaces

Surface 1

Surface supérieure, sub-plane très dense et irrégulière car endommagée : elle n'est pas d'origine. Présence de nombreuses vacuoles de diamètre millimétrique ou inférieure au millimètre. Certaines cavités de taille plus importante pourraient correspondre à des empreintes de charbon de bois.

Surface 2

Surface inférieure, plane et irrégulière. Elle correspond à une empreinte de sol (présence de graviers incrustés avec la scorie). Au niveau de cassures fraîches, la matrice est de couleur gris métallique. Présence de nombreuses micro-billes qui ont éclaté en surface.

Bords

Les bords sont cassés et présentent de nombreuses billes (généralement millimétriques) qui ont éclaté en surface. Les surfaces sont irrégulières. Par endroits, des graviers sont incrustés dans la matrice scoriacée.

CARACTERISTIQUES

Longueur max (mm) Largeur max (mm) Epaisseur max (mm)
 Longueur min (mm) Largeur min (mm) Epaisseur min (mm)
 Poids (g)

UF2_0001 surf1



0 5 cm

UF2_0001 surf2



0 5 cm

UF2_0001 section



0 5 cm

IDENTIFICATION B/2009/308/00002/0001

7

Auteur de la fiche E. Camizuli

Date de création 22/12/2009

Type d'analyse Observation microscope métallographique

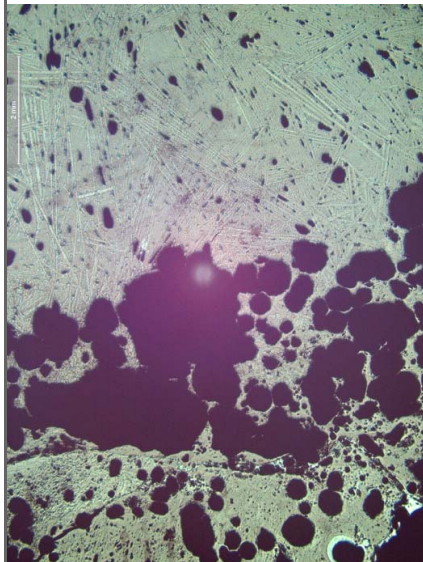
Forme du support Section Polie

Traitement de l'échantillon

polissage disque SiC puis poudre diamantée

ASPECT GENERAL (photo 1)

Scorie presque entièrement cristallisée. Grandes lattes de fayalite. Composée de deux parties séparées par un liseré. Au niveau de cette limite, la porosité est importante (possible dégazage qui n'a pas eu le temps de se faire)



Aspects particuliers

Photo 2

Détails sur la cristallisation des lattes de fayalite : formes allongées en chaîne. Présence de nombreuses micro-billes métalliques au sein de la matrice. Présence également de wüstite

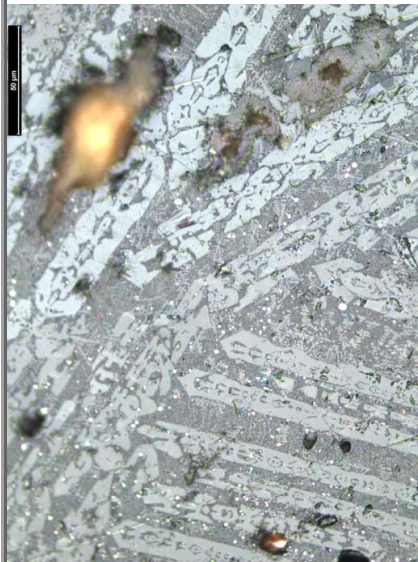


Photo 3

COMMENTAIRES SUR L'INTERPRETATION DE L'OBJET

Scorie écoulée ? Présence d'un liseré qui indiquerait des cordons d'écoulement.

Année 2009 UF 00002 Auteur de la fiche E. Camizuli
 Chantier 308 N° Objet 0002 Date de création 22/12/2009
 Intervention 701

MORPHOLOGIE GENERALE

Fragment de scorie écoulee sans forme caractéristique, de couleur générale brun-rougeâtre pour la croûte et vert-olive à la cassure.

Association(s) Pas d'association visible

Catégorie Métallurgie Nature de l'objet Scorie écoulée Métal Fer
 Technique Bas Fourneau Forme Polygonale Couleur Brun-rougeâtre et vert olive

Description des surfaces

Surface 1

Surface supérieure, sub-plane, irrégulière, en raison de vacuoles de diamètre centimétrique qui ont éclaté en surface. Sur une zone non perturbée, la scorie est de couleur gris métallique et vire au brun-rouge ; des micro-billes ont éclaté en surface. Sur d'autres zones, la surface est rugueuse, comme rongée, et de couleur vert-olive.

Surface 2

Surface inférieure, qui peut être subdivisée en trois zones. La première zone très irrégulière, de couleur noir irisé. Présence de deux types de vacuole : des vacuoles de diamètre centimétrique et des micro-vacuoles qui ont éclaté en surface. Une zone quasi lisse de couleur vert-olive. Et entre ces deux zones, une bande lisse, en négatif, de couleur brun rougeâtre.

Bords

Tous les bords sont cassés et la patine ne permet pas de conclure quant au degré de cristallisation de la scorie. Par contre, on retrouve les deux types de vacuoles observées sur les surfaces.

CARACTERISTIQUES

Longueur max (mm) Largeur max (mm) Epaisseur max (mm)
 Longueur min (mm) Largeur min (mm) Epaisseur min (mm)
 Poids (g)

UF2_0002 surf1



UF2_0002 surf2



UF2_0002 section



IDENTIFICATION B/2009/308/00002/0002

8

Auteur de la fiche E. Camizuli

Date de création 22/12/2009

Type d'analyse Observation microscope métallographique

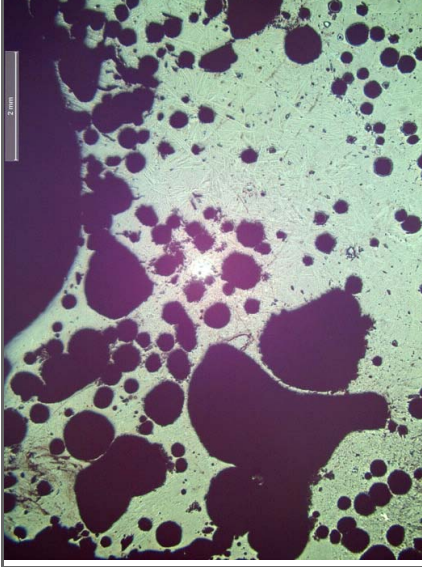
Forme du support Section Polie

Traitement de l'échantillon

polissage disque SiC puis poudre diamantée

ASPECT GENERAL (photo 1)

Déchet presque entièrement cristallisé. Porosité importante. Grandes lattes de fayalite.



Aspects particuliers

Photo 2

Détails sur les lattes de fayalite. Cristallisation en "croix"

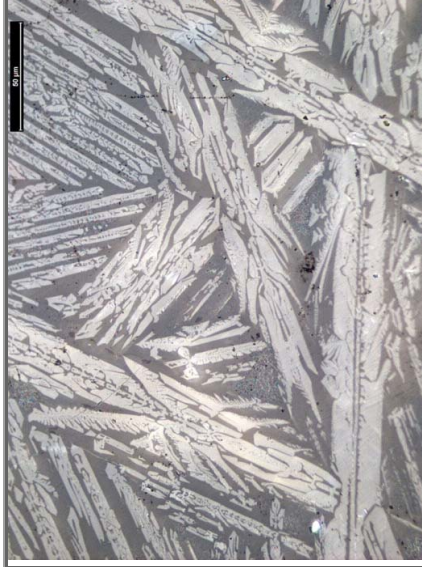


Photo 3

COMMENTAIRES SUR L'INTERPRETATION DE L'OBJET

Année 2009 UF 00002 Auteur de la fiche E. Camizuli
 Chantier 308 N° Objet 0003 Date de création 22/12/2009
 Intervention 701

MORPHOLOGIE GENERALE

Fragment de scorie é coulée, sans forme caractéristique, de couleur générale gris foncé.

Association(s) Gravier sur la face inférieure

Catégorie Métallurgie Nature de l'objet Cordon Métal Fer
 Technique Bas Fourneau Forme Ellipsoïde Couleur Gris foncé mat

Description des surfaces

Surface 1

Surface supérieure, sub-plane, plissée. Très peu de vacuoles visibles (diamètre inférieure au millimètre). La surface initiale de coulée est conservée. Couleur gris foncé virant au noir rougeâtre, avec quelques oxydes de fer orange dans les creux.

Surface 2

Surface inférieure, globalement plane, mais comprenant des irrégularités. Possible empreinte de sol, présence de nombreux graviers inclus dans la masse silicatée. Couleur gris foncé.

Bords

Tous les bords sont cassés. Les cassures fraîches montrent une couleur gris métallique irisé. La scorie semble cristallisée. Présence de vacuoles de diamètre plurimillimétrique à centimétrique.

UF2_0003 surf1



0 5 cm

UF2_0003 surf2



0 5 cm

UF2_0003 section



0 5 cm

CARACTERISTIQUES

Longueur max (mm) 32,2 Largeur max (mm) 26,1 Epaisseur max (mm) 18,8

Longueur min (mm) 16,5 Largeur min (mm) 10,1 Epaisseur min (mm) 6,6

Poids (g) 22

IDENTIFICATION B/2009/308/00002/0003

9

Auteur de la fiche E. Camizuli Date de création 22/12/2009

Type d'analyse Observation microscope métallographique Forme du support Section Polie

Traitement de l'échantillon polissage disque SiC puis poudre diamantée

ASPECT GENERAL (photo 1)

Déchet presque entièrement cristallisé. On distingue plusieurs limites de cordon qui traduisent l'écoulement du liquide silicaté. Présence de grandes lattes de fayalite. Porosité importante.

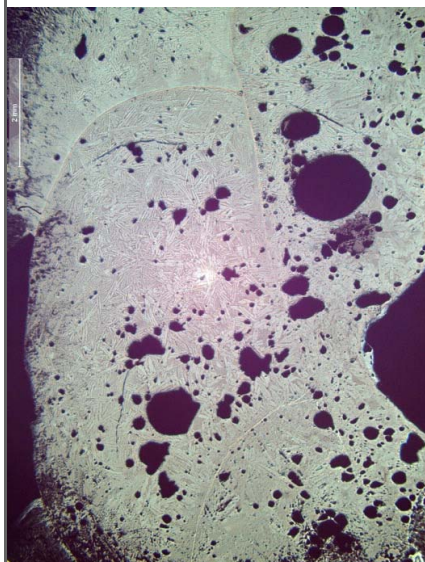
**Aspects particuliers**

Photo 2

Intersection entre plusieurs cordons. Les liserés clairs pourraient être constitués d'hématite. On distingue également une masse métallique fondue et corrodée à froid (aspect bleu-vert qui correspond à un ancien métal oxydé)

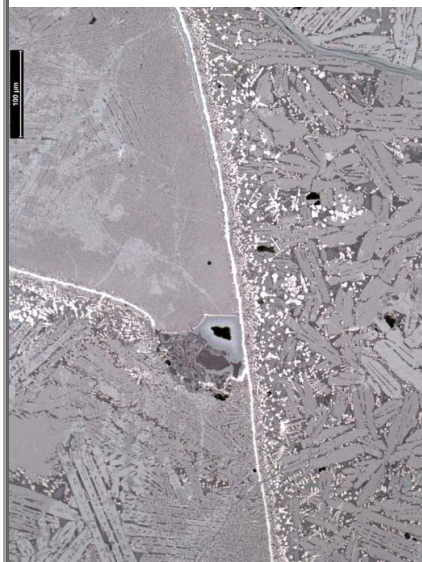
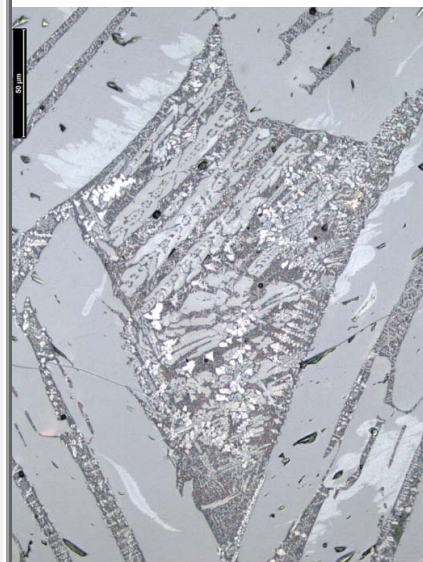


Photo 3

On peut observer sur cette photo les différentes étapes de la cristallisation des silicates. Il s'agit d'un détail entre des lattes primaires de fayalite. Présence également de wüstite au sein de la matrice microcristalline.

**COMMENTAIRES SUR L'INTERPRETATION DE L'OBJET**

Scorie écoulée car présence de cordons d'écoulement

Année 2009 UF 00002 Auteur de la fiche E. Camizuli
 Chantier 308 N° Objet 0004 Date de création 04/01/2010
 Intervention 701

MORPHOLOGIE GENERALE

Fragment de scorie é coulée (sans doute en canal). La couleur générale est gris métallique par endroit recouvert d'une croûte oxydée brun orangé.

Association(s) Possible empreintes de charbon de bois plurimillimétriques, quelques graviers

Catégorie Métallurgie Nature de l'objet Scorie é coulée Métal Fer

Technique Bas Fourneau Forme Cylindrique Couleur Gris métallique

Description des surfaces

Surface 1

Surface supérieure, sub-plane mais très irrégulière (plissée), dense. Très peu de vacuoles visibles. La couleur générale est gris métallique. Cependant par endroit, la surface est recouverte par une couche d'oxydation brune.

Surface 2

Surface inférieure, concave : forme du canal possible. Elle présente de légères aspérités qui correspondent vraisemblablement à l'empreinte d'un sol. Pas de bulle visible. La couleur générale est gris métallique, rares endroits recouverts par une couche d'oxydation brune (principalement dans les creux).

Bords

Les bords qui sont d'origine correspondent vraisemblablement à l'empreinte d'un sol ou d'un canal. Quelques empreintes de charbon de bois de longueur plurimillimétrique et de largeur millimétrique sont visibles. Rares graviers de diamètres plurimillimétriques en inclusions. Au niveau des cassures, plus ou moins fraîches, la matrice apparaît bien cristallisée avec des vacuoles de diamètre plurimillimétriques sur les extérieurs et une couleur vert-bleu irisé. Couche brune par endroits.

CARACTERISTIQUES

Longueur max (mm) Largeur max (mm) Epaisseur max (mm)
 Longueur min (mm) Largeur min (mm) Epaisseur min (mm)
 Poids (g)

UF2_0004 surf1



UF2_0004 surf2



UF2_0004 section



IDENTIFICATION B/2009/308/00002/0004

10

Auteur de la fiche E. Camizuli

Date de création 04/01/2010

Type d'analyse Observation microscope métallographique

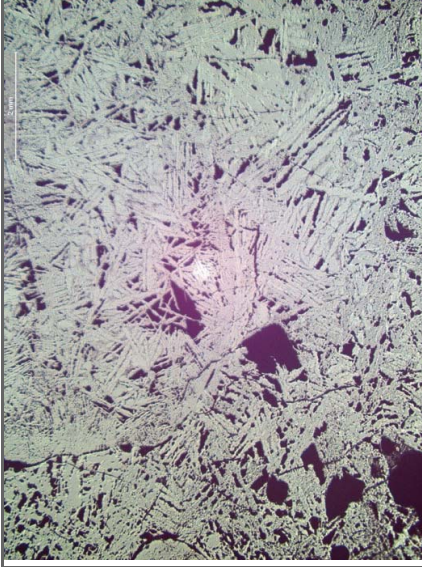
Forme du support Section Polie

Traitement de l'échantillon

polissage disque SiC puis poudre diamantée

ASPECT GENERAL (photo 1)

Déchet presque entièrement cristallisé. Grandes lattes de fayalite et porosité importante



Aspects particuliers

Photo 2

Exemple du wüstite

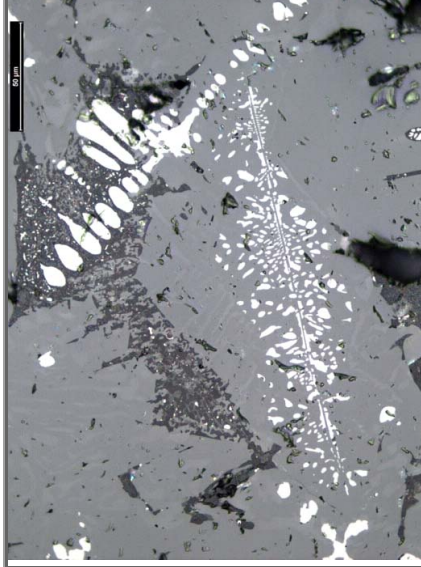
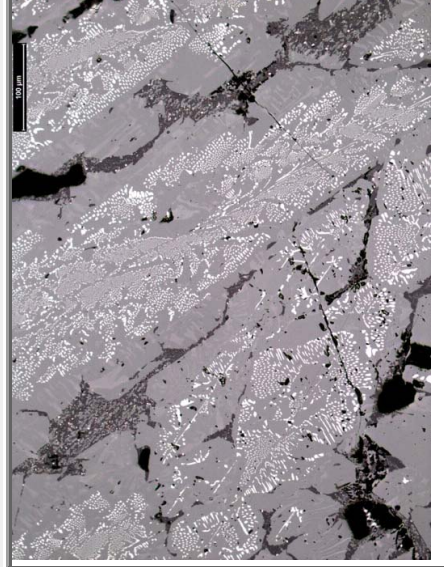


Photo 3

Exemple de cristallisation symplectique. La wüstite s'exprime en même temps que la fayalite



COMMENTAIRES SUR L'INTERPRETATION DE L'OBJET

Année 2009 UF 00003 Auteur de la fiche E. Camizuli
 Chantier 308 N° Objet 0001 Date de création 04/01/2010
 Intervention 701

MORPHOLOGIE GENERALE

Fragment de paroi de four plus ou moins fondue ? On distingue la partie interne avec des empreintes de charbon de bois et de la scorie ; de la partie externe : terre cuite sur laquelle le gradient de température est visible.

Association(s) Empreintes de charbon de bois

Catégorie Métallurgie Nature de l'objet Argile cuite Métal Fer
 Technique Bas Fourneau Forme Ovoïde Couleur Gris,-noir et orange

Description des surfaces

Surface 1

Surface qui correspond à l'intérieur du four. Elle est sub-plane, quelques vacuoles de diamètre centimétrique ont éclaté en surface. Elle est caractérisée par la présence de nombreuses empreintes de charbon de bois, de longueur et de largeur de l'ordre du centimètre. Par endroit, la paroi a subi des températures (zones vitreuses noires). La surface est en partie recouverte par une couche d'oxydation brun-orangé.

Surface 2

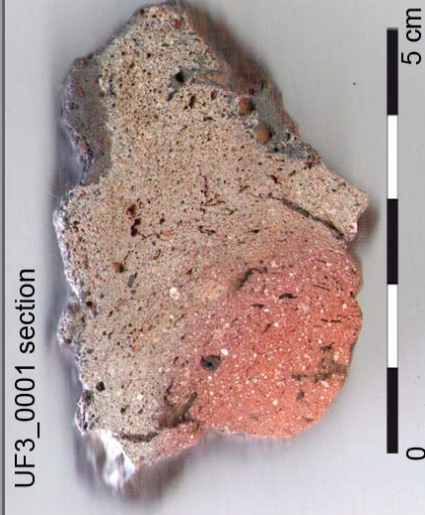
Surface irrégulière qui correspond à la partie la plus externe : elle n'est pas d'origine. De couleur orangé-beige, elle est la zone qui a subi les températures les moins élevées. Les différents constituants (dégraissant) de la terre cuite sont visibles à l'œil nu, de plus certaines empreintes pourraient faire penser à des négatifs de matière organique. Ces observations seront à confirmer par l'observation microscopique.

Bords

Tous les bords sont cassés. Le gradient de température est visible grâce au gradient de couleur de la terre cuite qui passe d'un orange clair pour les températures les moins élevées à un gris clair pour les températures les plus élevées, en passant par le rouge-orangé.

CARACTERISTIQUES

Longueur max (mm) Largeur max (mm) Epaisseur max (mm)
 Longueur min (mm) Largeur min (mm) Epaisseur min (mm)
 Poids (g)



IDENTIFICATION B/2009/308/00003/0001

11

Auteur de la fiche E. Camizuli

Date de création 04/01/2010

Type d'analyse Observation microscope métallographique

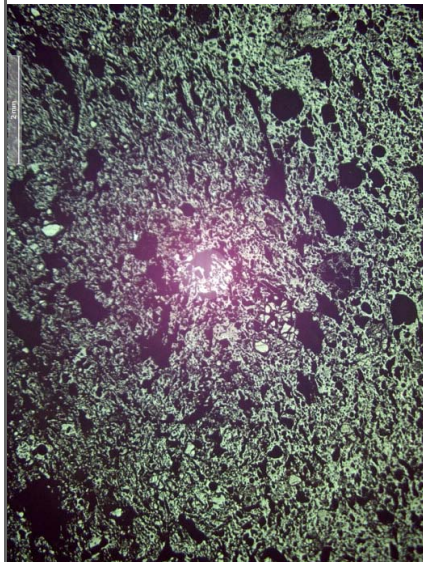
Forme du support Section Polie

Traitement de l'échantillon

polissage disque SiC puis poudre diamantée

ASPECT GENERAL (photo 1)

Echantillon difficile à observer en raison de sa composition hétérogène: une zone scoriacée et une zone d'argile avec un gradient de cuisson. Les différences de dureté des éléments le composant ont rendu le polissage compliqué. La porosité est importante et de nombreux minéraux sont en cours de fusion.



Aspects particuliers

Photo 2

Détail sur la partie scoriacée, présence de métal fondu et en partie corrodée dans une matrice microcristalline

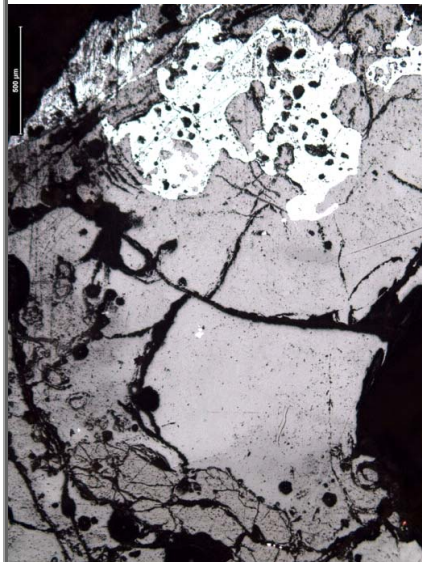


Photo 3

Détail sur la zone argileuse caractéristique de "terre cuite". Le polissage est compliqué par la différence de dureté entre les minéraux et l'argile. Présence probable de quartz



COMMENTAIRES SUR L'INTERPRETATION DE L'OBJET

"Terre cuite" provenant vraisemblablement de la paroi du four (ou fragment de tuyère à confirmer)

Année 2009 UF 00003 Auteur de la fiche E. Camizuli
 Chantier 308 N° Objet 0002 Date de création 04/01/2010
 Intervention 701

MORPHOLOGIE GENERALE

Fragment de paroi fondue avec des empreintes de charbon de bois. Les zones de couleur noir obsidienne indiquent une température élevée. La partie recouverte par de la scorie est aussi celle qui présente la couche d'oxydation brune la plus importante.

Association(s) Empreintes de charbon de bois

Catégorie Métallurgie Nature de l'objet Paroi fondue Métal Fer
 Technique Bas Fourneau Forme Polygonale Couleur gris, noir-bleuté, brun

Description des surfaces

Surface 1

Surface concave, très irrégulière, recouverte par de la scorie de couleur gris métallique. Présence de zones vitreuses noires qui renseignent sur la température élevée du four. Elle est en partie recouverte par une couche d'oxydation brun-rougeâtre. Quelques empreintes partielles de charbon de bois.

Surface 2

Surface très irrégulière présentant de nombreuses cavités qui correspondent soient à des empreintes de charbon de bois soient à des vacuoles de diamètres variables (du millimètre au centimètre). Certaines zones sont recouvertes par de la scorie de couleur verte d'autres par la couche d'oxydation brune et d'autres laissent apparaître de la terre cuite.

Bords

Tous les bords sont cassés, irréguliers et anguleux. Dans l'ensemble, présence de nombreuses vacuoles de diamètres très variables (du millimètre à plusieurs centimètres). L'aspect est parfois vitrifié, de couleur noir, rouge, blanc.

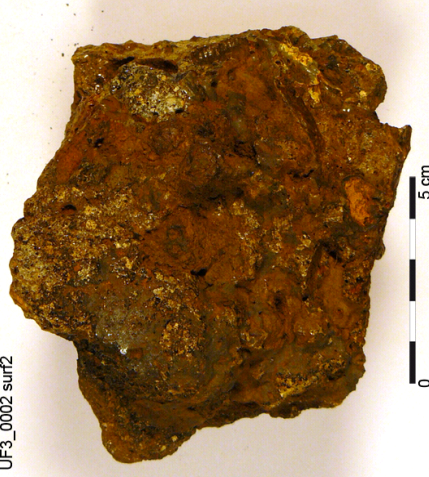
CARACTERISTIQUES

Longueur max (mm) Largeur max (mm) Epaisseur max (mm)
 Longueur min (mm) Largeur min (mm) Epaisseur min (mm)
 Poids (g)

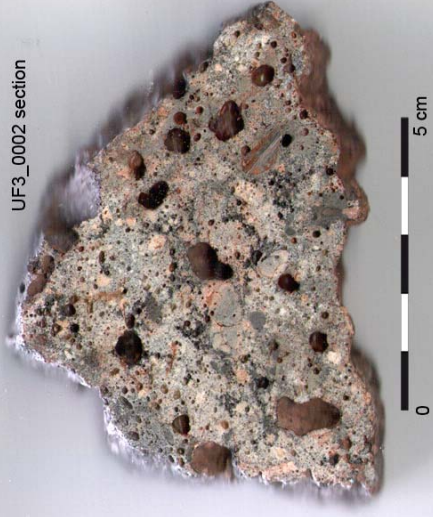
UF3_0002 surf1



UF3_0002 surf2



UF3_0002 section



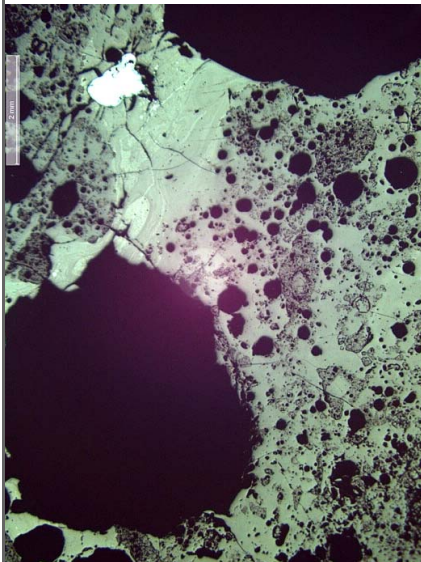
IDENTIFICATION B/2009/308/00003/0002

12

Auteur de la fiche E. Camizuli Date de création 04/01/2010
 Type d'analyse Observation microscope métallographique Forme du support Section Polie
 Traitement de l'échantillon polissage disque SiC puis poudre diamantée

ASPECT GENERAL (photo 1)

Grande porosité, présence de nombreux minéraux en cours de fusion (transformation en cristobalite et en tridymite). Présence de billes de métal (fer) avec les couches de diffusion visibles. Matrice microcristalline.



Aspects particuliers

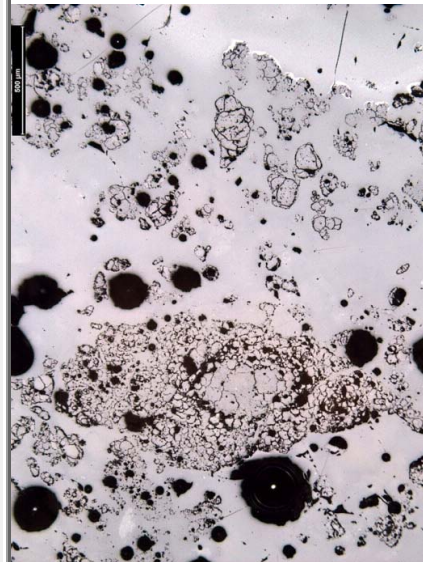
Photo 2

Détail sur une bille de métal avec un golfe de corrosion (aspect bleu-vert, oxydation à froid). Quelques autres micro-billes au sein de la matrice microcristalline. Présence de plusieurs minéraux en cours de fusion



Photo 3

Détail sur un quartz en fusion. On distingue les reliques des bords d'un minéral qui a déjà en grande partie fondu



COMMENTAIRES SUR L'INTERPRETATION DE L'OBJET

Paroi fondue

Année 2009 UF 00003 Auteur de la fiche E. Camizuli
 Chantier 308 N° Objet 0003 Date de création 04/01/2010
 Intervention 701

MORPHOLOGIE GENERALE

Fragment de scorie dense. L'interprétation est compliquée par la présence d'une couche d'oxydation de couleur brune sur quasiment toute la surface. En-dessous, la scorie semble être de couleur verte.

Association(s) Pas d'association visible

Catégorie Métallurgie Nature de l'objet Scorie interne ? Métal Fer
 Technique Bas Fourneau Forme Quadrangulaire Couleur brun-orangé

Description des surfaces

Surface 1 Surface en pointe, présentant de nombreuses aspérités, en raison de nombreuses vacuoles de diamètre millimétrique qui ont éclaté en surface. Sur une zone, une matrice vitreuse, noire, est observable (fragment de paroi fondue possible).

Surface 2 Surface sub-plane, présentant de nombreuses aspérités en raison de vacuoles de diamètre millimétrique qui ont éclaté en surface. Ici encore, la couche d'oxydation brun orangé complique la lecture.

Bords Les bords ne semblent pas d'origine, mais les cassures ne sont pas fraîches puisqu'elles sont également recouvertes par la couche d'oxydation brun orangé. Certaines zones sont blanchâtres et noirâtres.

CARACTERISTIQUES

Longueur max (mm) Largeur max (mm) Epaisseur max (mm)
 Longueur min (mm) Largeur min (mm) Epaisseur min (mm)
 Poids (g)

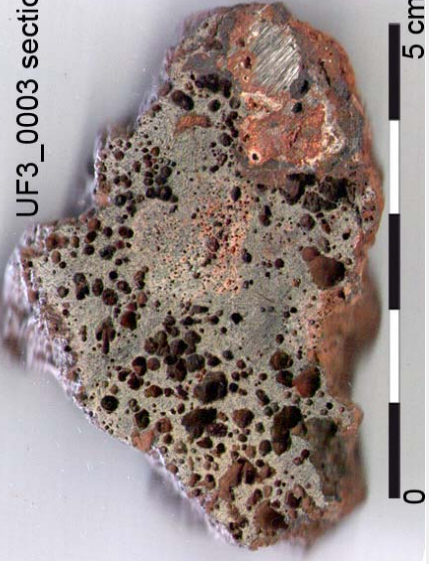
UF3_0003 surf1



UF3_0003 surf2



UF3_0003 section



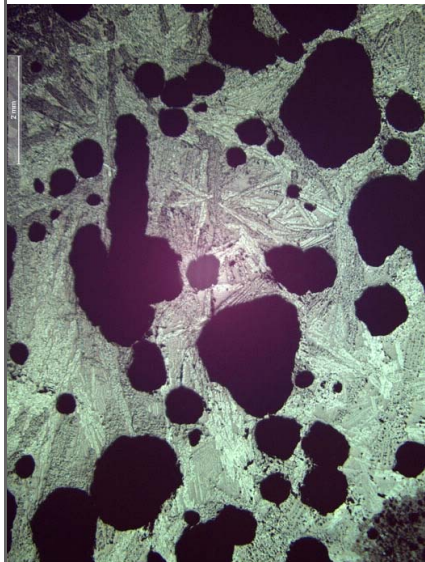
IDENTIFICATION B/2009/308/00003/0003

13

Auteur de la fiche E. Camizuli Date de création 04/01/2010
 Type d'analyse Observation microscope métallographique Forme du support Section Polie
 Traitement de l'échantillon polissage disque SiC puis poudre diamantée

ASPECT GENERAL (photo 1)

Déchet partiellement cristallisé. Grande porosité. Présence de lattes de fayalite et de quelques minéraux en cours de fusion.



Aspects particuliers

Photo 2

Détail sur une relique de minéral avec quelques billes métalliques (Fer). Présence de fayalite et de wüstite

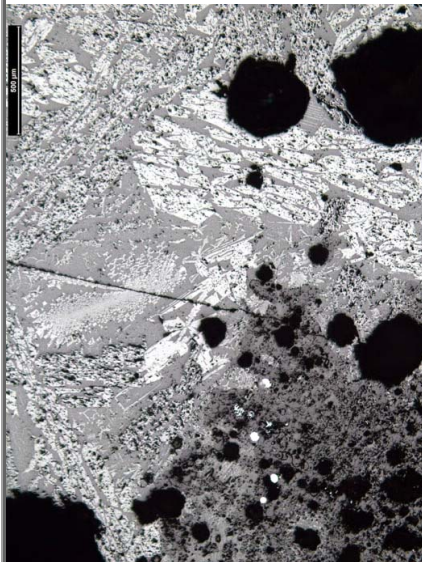


Photo 3

Détail sur la cristallisation des fayalites. Présence également de wüstite.



COMMENTAIRES SUR L'INTERPRETATION DE L'OBJET

Scorie interne ?

Année 2009 UF 00003 Auteur de la fiche E. Camizuli
 Chantier 308 N° Objet 0004 Date de création 04/01/2010
 Intervention 701

MORPHOLOGIE GENERALE

Fragment de scorie é coulée (sans doute en canal) avec l'empreinte d'un bord. La couleur générale est gris métallique avec des zones plus rougeâtres. Par endroit, surtout sur la surface inférieure, présence d'une croûte oxydée brun-orangé.

Association(s) Une empreinte de charbon de bois

Catégorie Métallurgie Nature de l'objet Scorie é coulée Métal Fer
 Technique Bas Fourneau Forme Triangulaire Couleur Gris métallique foncé, rougeâtre

Description des surfaces

Surface 1

Surface supérieure sub-plane, plissée, dense, la surface initiale de coulée est conservée. Les cordons sont de taille centimétrique. La couleur générale est gris métallique mais quelques zones sont plus rougeâtres.

Surface 2

Surface inférieure, très irrégulière. Elle ne semble pas d'origine, mais plutôt fracturée au niveau de vacuoles de diamètre plurimillimétrique.

Bords

Un bord d'origine sur lequel on peut observer la surface d'appui de différents cordons. Les autres bords ne sont pas d'origine mais les cassures ne sont pas fraîches puisque par endroit, on observe une couche d'oxydation brun-orangé. Sur un des bords, une empreinte de charbon de bois est visible avec une longueur de 15 mm. Présence de quelques vacuoles allongées de longueur plurimillimétrique à centimétrique.

CARACTERISTIQUES

Longueur max (mm) Largeur max (mm) Epaisseur max (mm)
 Longueur min (mm) Largeur min (mm) Epaisseur min (mm)
 Poids (g)

UF3_0004 surf1



UF3_0004 surf2



UF3_0004 section



IDENTIFICATION B/2009/308/00003/0004

14

Auteur de la fiche E. Camizuli

Date de création 04/01/2010

Type d'analyse Observation microscope métallographique

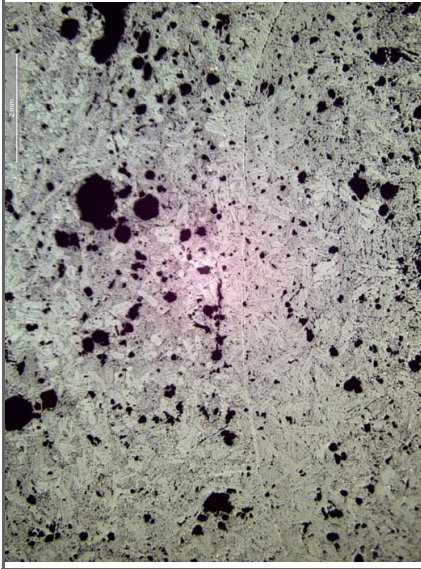
Forme du support Section Polie

Traitement de l'échantillon

polissage disque SiC puis poudre diamantée

ASPECT GENERAL (photo 1)

Déchet presque entièrement cristallisé. Limite de cordon visible. Présence d'une grande porosité. Grandes lattes de fayalite



Aspects particuliers

Photo 2

Détail sur les limites de cordons --> Départ des lattes de fayalite à partir de ces limites

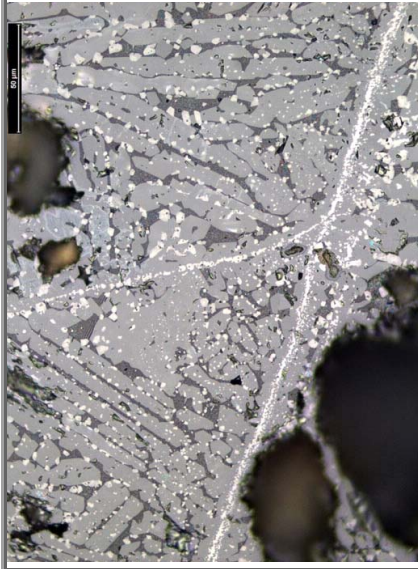
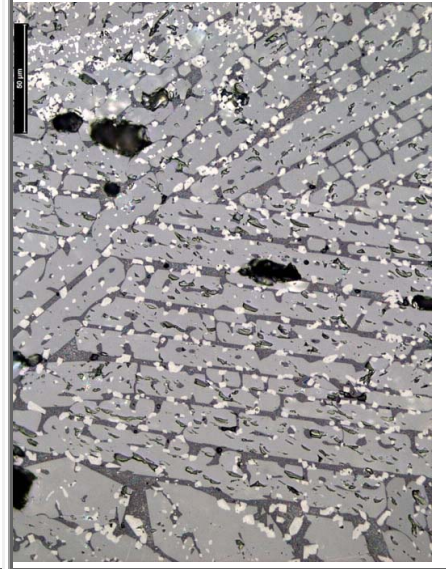


Photo 3

Oxydes de fer coincés entre les lattes de fayalite qui se sont formés après. Formes allongées en chaîne pour la fayalite.



COMMENTAIRES SUR L'INTERPRETATION DE L'OBJET

Année 2009 UF 00003 Auteur de la fiche E. Camizuli
 Chantier 308 N° Objet 0005 Date de création 04/01/2010
 Intervention 701

MORPHOLOGIE GENERALE

Fragment de scorie é coulée (sans doute en canal). La surface supérieure de coulée est conservée. La partie inférieure semble avoir moulé un canal : mélange de scories et de graviers. Par endroit, présence d'une couche d'oxydation brun orangé.

Association(s) Graviers, parois fondues

Catégorie Métallurgie Nature de l'objet Scorie é coulée Métal Fer
 Technique Bas Fourneau Forme Pyramide inversée Couleur Gris métallique

Description des surfaces

Surface 1

Surface supérieure sub-plane, plus ou moins plissée, dense, la surface initiale de coulée est conservée. Les cordons visibles sont de taille centimétrique. La couleur générale est gris métallique. Présence d'une couche d'oxydation brun-orangé dans le creux des plis.

Surface 2

Surface inférieure sub-plane, présentant de légères aspérités. Cette surface ressemble à un agglomérat de graviers, dans une matrice scoriacée. Longueur > Largeur.

Bords

Il est difficile de savoir si les bords sont d'origine en raison de la présence de nombreux graviers. Il s'agit d'un agglomérat de graviers, de cailloux, de parois fondues et de cordons de scories. Au niveau des cassures fraîches, la matrice de la scorie apparaît cristallisée, de couleur vert-bleu irisé. La partie supérieure de certains bords semble intacte et montre la terminaison des cordons de scories.

CARACTERISTIQUES

Longueur max (mm) Largeur max (mm) Epaisseur max (mm)
 Longueur min (mm) Largeur min (mm) Epaisseur min (mm)
 Poids (g)

UF3_0005 surf1



UF3_0005 surf2



UF3_00005 section



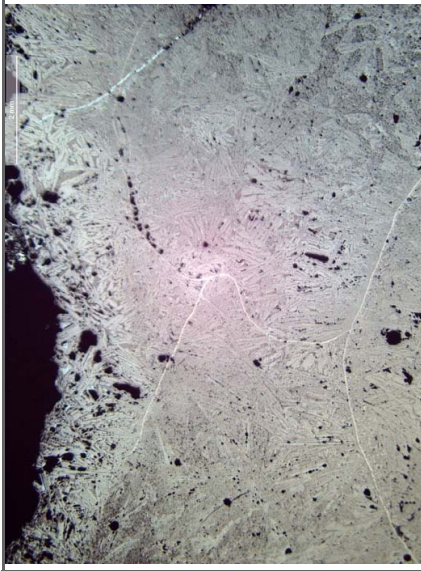
IDENTIFICATION B/2009/308/00003/0005

15

Auteur de la fiche E. Camizuli Date de création 04/01/2010
 Type d'analyse Observation microscope métallographique Forme du support Section Polie
 Traitement de l'échantillon polissage disque SiC puis poudre diamantée

ASPECT GENERAL (photo 1)

Déchet presque entièrement cristallisé. Limites de cordons visibles. Différence de cristallisation entre la bordure et le corps du déchet. Il existe une plus grande porosité près de la surface. Grandes lattes de fayalite visibles



Aspects particuliers

Photo 2

Détail sur le liseré très clair, et donc riche en fer. Il pourrait s'agir d'hématite.

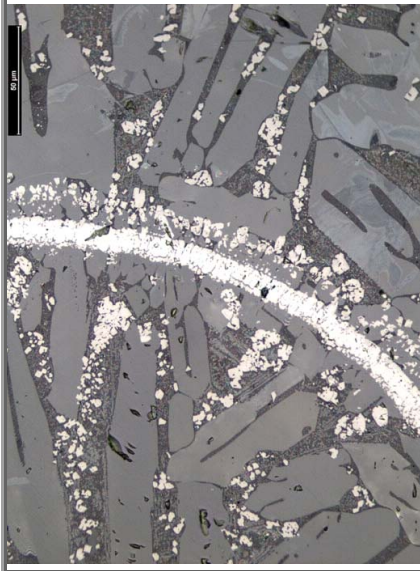


Photo 3

Détail sur la cristallisation des lattes de fayalite. Au sein de la matrice microcristalline, on distingue de la wüstite, des lattes de fayalite plus petites, et des micro-billes métalliques



COMMENTAIRES SUR L'INTERPRETATION DE L'OBJET

Scorie écoulée

Archives concernant la famille de Bèze

JJ 196 f°25 : Trésor des Chartes, Louis XI, Chancellerie de la Cour, 1469-1471 - Lettres royaultx données à Niort par Louis XI à son féal conseiller et chambellan Pierre des Barres, de Chitry, à effet d'ouvrer et besogner ès mynes d'argent et de plomb de Chitry. Niort, 1^{er} septembre 1469. Il s'agit de la première mention des mines de Chitry

X^{1A} 8617 f°83 v° : Parlement de Paris, Lettres patentes et ordonnances, 17 avril 1550 - 22 octobre 1552 - Edit portant sur la fouille des mines d'argent, de cuivre et autres métaux. Paris, juillet 1514 (*Ordonnances de Louis XII*).

JJ 257^A f°101 : Trésor des Chartes, Chancellerie de la Cour, 1546 - Confirmation des lettres de privilèges accordées par Louis XII à Pierre de Bèze, élu de Vézelay, et à Jean, son fils, pour l'exploitation des mines d'argent et de plomb du Nivernais et de Pontaubert en Bourgogne. Paris, mars 1545 (*Catalogue des actes de François Ier, tome 5, n°14914*).

X^{1A} 8617 f°85 v° : Parlement de Paris, Lettres patentes et ordonnances, 17 avril 1550 - 22 octobre 1552 - Confirmation des lettres de privilèges accordées par Louis XII à Pierre de Bèze, élu de Vézelay, et à Jean, son fils, pour l'exploitation des mines d'argent et de plomb du Nivernais et de Pontaubert en Bourgogne. Paris, mars 1545 (*Catalogue des actes de François Ier, tome 5, n°14914*).

X^{1A} 8617 f°87 v° : Parlement de Paris, Lettres patentes et ordonnances, 17 avril 1550 - 22 octobre 1552 - Mandement de Henri II au Parlement, lui enjoignant d'entériner les lettres obtenues en 1545 par Pierre et Jean de Bèze. Fontainebleau, mars 1550

JJ 261^B f°76 : Trésor des Chartes, Registres de Chancellerie, Henri II, 1552 - Lettre d'anoblissement en faveur de Pierre de Bèze. Reims, mars 1551-1552.

Archives concernant des donations

Z^{1B} 61 f°14 et **Z^{1B} 62 f°140** : Cour des monnaies de Paris, Ordonnances (actes royaux), 1315-1660 - Don de 300 marcs d'argent en cendrées à Jehan Cottereau. 4 octobre 1514

Z^{1B} 62 f°148v° : Cour des monnaies de Paris, Ordonnances (actes royaux), 1315-1660 - Don à Etienne Burdelot de l'office de garde des mines d'argent du Comté de Nivernais, vacant par le décès de Jean de Bèze. Paris, 13 avril 1515 (*Catalogue des actes de François Ier, tome 1, n°214*).

Z^{1B} 62 f°156 v° : Cour des monnaies de Paris, Ordonnances (actes royaux), 1315-1660 - Permission à Antoine Du Prat, chancelier de France, de prendre 300 marcs d'argent sur les cendrées provenant des mines du Nivernais. Bois de Vincennes, 19 mars 1516 (*Catalogue des actes de François Ier, tome 1, n°618*).

P 119 f°29 et **J 960 f°63** : Trésor des Chartes, Acquits sur l'épargne de François I^{er} - Mandement à la Chambre des Comptes et aux trésoriers à Paris de faire payer Jacques d'Arson (alias d'Arçon), l'un des gentilshommes de la vénerie, de la somme de 7500 livres tournois en quinze années, soit pour chacune 500 livres, à commencer au 1er janvier 1532 n.s., dont le roi lui a fait don sur le revenu du droit lui appartenant sur les mines du Nivernais, par les mains des maître et garde desdites mines ou autres qui seront à ce commis, nonobstant que ladite partie ne soit inscrite chaque année sur l'état général des finances (*Catalogues des actes de François Ier tome 7, n°26703 et n°28489*).

Archives concernant l'office de contrôleur des mines

Z^{1B} 61 f°76 : Cour des monnaies de Paris, Ordonnances (actes royaux), 1315-1660 - Lettres patentes de François I^{er} continuant l'office de contrôleur des mines en faveur de Pierre Chollet. 7 janvier 1515

Archives concernant François Garrault

Z^{1B} 377 : Cour des monnaies de Paris, Minutes, 1578-1579 - Lettre envoyée par François Garrault à la Cour des monnaies. 22 octobre 1578

X^{1A} 1665 f°264 : Parlement de Paris, Conseil seul, 14 juillet 1579 - 27 octobre 1579 - François Garrault, conseiller du roi, général de ses mines, commis à l'intendance de l'ouvrage des mines d'or, argent et plomb de ce royaume. 26 août 1579

Affaires juridiques

Z^{1B} 7 f°256-258 : Cour des monnaies de Paris, Registres des causes et matières civiles, 1380-1643 - Enquête pour savoir si l'argent va à Bourges ou à Lyon. 3 avril 1514

Z^{1B} 7 f°307 : Cour des monnaies de Paris, Registres des causes et matières civiles, 1380-1643 - Affaire opposant les procureurs du roi aux maîtres et au garde des mines de Chitry. 22 juin 1519

Z^{1B} 62 f°174v^o : Cour des monnaies de Paris, Ordonnances (actes royaux), 1315-1660 - Mandement aux généraux maîtres des monnaies de tenir quittes les maîtres des mines de Chitry et autres mines du Nivernais de la quantité de 500 marcs d'argent, prise par le roi et livrée à ses orfèvres pour fabriquer de la vaisselle tant pour sa maison que pour celle de sa mère et du dauphin. Saint-Germain-en-Laye, 8 juillet 1519 (*Catalogue des actes de François Ier, tome I, n°1054*).

X^{1A} 4872 f°434 : Parlement de Paris, Plaidoiries, 9 avril 1523 - 30 octobre 1523 - Premier arrêt du Parlement de Paris rendu à l'occasion d'un débat entre Pierre Cholet – contrôleur des mines – et Pierre de Bèze – maître faisant l'œuvre des mines d'argent de Chitry. 28 juillet 1523

X^{1A} 4879 f°439 : Parlement de Paris, Plaidoiries, 3 avril 1526 - 10 novembre 1526 - Deuxième arrêt du Parlement de Paris rendu à l'occasion d'un débat entre Pierre Cholet – contrôleur des mines – et Pierre de Bèze – maître faisant l'œuvre des mines d'argent de Chitry. 23 juillet 1526

Archives concernant l'atelier monétaire de Bourges

Z^{1B} 62 f°219 : Cour des monnaies de Paris, Ordonnances (actes royaux), 1315-1660 – « La monnoy de Bourges »

Annexe II.6. Transcription par L. Roubet (1872)¹ de la Lettre de Louis XI à propos de Pierre des Barres, seigneur de Chitry (Paris, Archives nationales, Trésor des Chartes, JJ196, f°25 v° n°40).

Lettres royaultx données à Niort par Louis XI à son féal conseiller et chambellan Pierre des Barres, de Chitry, à l'effet d'ouvrer et besogner ès mynes d'argent et de plomb à Chitry

« Loys, par la grâce de Dieu, roy de France, savoir faisons à tous présents et avenir : Que, après ce que de la part de notre amé et féal conseiller et chambellan, Pierre des Barres, chevalier, seigneur de Chitry, que en certains héritages et domaines lui appartenant, situés en sadite terre et seigneurie de Chitry, y a et se trouve myne d'argent et de plomb qui pourrait estre chose moult utile et profitable à la chose publique de notre royaume, et que a ceste cause, il y ferait volontiers besogner et ouvrer, en quoi faisant conviendrait faire et supporter grands mises et despenses, mais qu'il doubte que quant il y aurait ou voudrait faire besogne ou ouvroir, et qu'il aurait fait et dépendu du sien largement pour faire ; aucuns nos officiers lui vouldissent en se mectre, ou donner empeschement soubz ombre du droit du dixiesme que avons esdites mynes, en nous humblement suppliant et requérant que lui vouldissions donner faculté et autorité et puissance de y pouvoir quérir, manœuvrer et besogner, et avecques ce lui quitter et remettre tout tel droit de dixiesme que nous avons et que nous peut et doit competer et appartenir, et sur ce notre grâce lui élargir.

Nous inclinant en ceste partie, à ladite supplication et requête, de notre dict conseiller et chambellan, pour ces causes et autres à ce nous mouvant, avons, et à ces héritiers successeurs et ayant-cause en partie donné et octroyé, donnons et octroyons de grâce et privilège espécialtx, plaine puissance et autorité royale, faculté, puissance et auctorité de faire concession que bon lui semblera, y ouvrer, manœuvrer et besogner en ladite myne pour trouver et quérir lesdits métaux d'argent et de plomb, en sadite terre et seigneurie de Chitry. Et de plus ample grâce lui avons et à ses dits héritiers, successeurs et ayant-cause, donné, quicté, réunis et délaissé, donnons, quictons remetons et délaissions tout tel droit de dixième que avons et nos successeurs roys de France, peut et doict compéter et appartenir ès-d. mynes et ès-prouffit et émoluments venants à cause d'icelles ; sans ce que par nous, ne nos successeurs et officiers leur en soit, puisse ou doyt estre, ne à ses dicts héritiers successeurs ou ayant-cause, ores ne pour le temps avenir aucune chose demander, prelever ou prétendre en aucune manière.

Ordonnons en mandement par ces mesmes présentes, à nos amés et féaulx gens de nos comptes et trésoriers, et à tous nos autres justiciers et officiers ou leurs lieutenants présents et avenir, et à chacun d'eulx comme à lui appartiendra, que notre présent don, quictance, déclaration et octroy, ils fassent seuffrent et laissent notre dit conseiller et chambellan et les siens joir et user plainement et paisiblement à toujours et sans en ce lui donner ne souffrir estre donné aucun destoubire ou empeschement au contraires.

Aincoys s'aucun leur avais testé donné ou estait fait, mis ou donné, l'ostent ou facent oster et mestre du tout au néant et à ce premier estat et deu.

Car ainsy le voulons et nous plaist estre fait et afin que ce soit chose ferme et estable à toujours nous avons fait mectre notre scel à ces dites présentes sauf en autres choses notre droit, et l'autruy en toutes.

Donné à Nyort, le premier jour de septembre l'an de grâce 1469, de notre règne le neuvième.

Ainsi signé : Par le Roy : Les sieurs de Roussel, de la Forest, du Lude et autres présents. »

¹ Roubet L. (1872) - Des mines d'argent au pays du Nivernois, Bulletin de la Société Nivernaise des lettres, sciences et arts, t. VII(2ème série, t. V), p. 267-276.

Annexe II.7. Transcription par J. Gauthier (UHA) de la lettre de François Garrault à la Cour des monnaies (Paris, Archives nationales, Cour des monnaies de Paris, Z1B 377)

22 octobre 1578

Sire estant en ce pays de Nivernois pour l'establisement et execution de votre # des monnoyes, que autres choses concernant le faict des dictes monnoyes. Je me suis transporté au villaige de Citry, où il y a des mines qui fournissoient anciennement grande quantité d'argent en votre monnoyes de Bourges, et qui auroit esté descontinué despuiz le temps que je suis en votre service, aussy que j'ay # par le chommaige de ladicte monnoye dont j'ay voulu scavoir la raison, pour la confirmation des droictz de votre magesté et # de mon office, aisi qu'il m'est enchargé par votre commission. Lequel de Citry j'ay trouvé à demy bruslé ung peuple ruiné, les mines délaissées et comblées, les forges et martinets pour fondre et affiner rompuz et brisés sans espérance de les pouvoir relever et metre en valleur sans une grande despence.

Toutesfois Sire après avoir assemblé et conféré de la qualité des dictes mines avecque les habitans dudict Citry et lieux circonvoisins, qui m'ont assuré icelles estre fort riches et abondantes. J'ay trouvé un moyen pour les remettre et restablir en valleur sans que vostre magesté entre en aucune despence, moyennant qu'il lui plaise conserver et maintenir en leur # privileges ceulx qui travailleront es dictes mines, et leur acorder quelques articles contenez au mémoire que j'ay envoyé en votre conseil privé, ensemble ung morceau de ladicte mine telle que on la tire de la terre, pour voyre par votre dicte magesté la qualité d'icelle, et la faire affiner pour congnoistre ce qu'elle contient tant en argent que plomb, rendant presque semblable prouffit, l'une en quantité et l'autre en qualité. Par là un chacun pourra juger l'excellance de votre roiaulme, duquel la terre en sa superficie donne non seulement les choses necessaires à la vie, mays aussy du profond de ses entrailles produict abondamment de l'argent, qui est ornement des règnes pacifiques.

Ainsy doncques Sire s'il plaist à votre dicte magesté que on travaille ausdictes mines, et en esvente encores d'autres beaucoup plus riches (que

lesquelles je ne me suis au # transporter pour mestre dans les # et # portez par ma commission). J'espère # # la grâce de dieu en

faire # à votre magesté ung grand proufit, et comodicté au public
sans que votre dicte magesté entre en aulcune despence. Estant tout mon
soing et estude à vous faire très humble et agréable #.

Je pryé dieu Sire vous donner en paix très longue # # et
accomplissement de vos bons et saints #. De Nevers le vingt-
deuxièsme jour d'octobre 1578.

Vostre très humble et obbéissant subject

François Garrault, conseiller

général en vostre cour des monnoyes

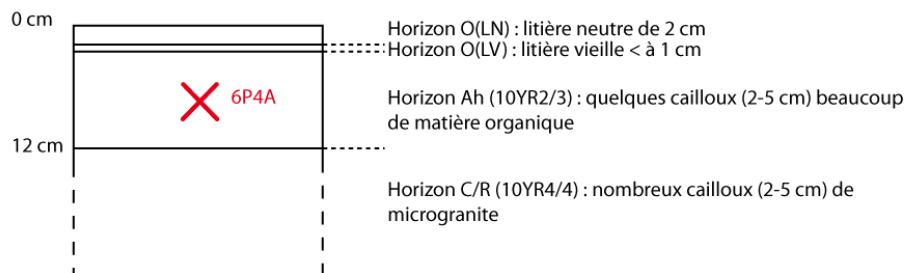
Annexes de la troisième partie

Annexe III.1. Détails des profils pédologiques étudiés dans le Morvan.

Secteur de « Gien-sur-Cure »

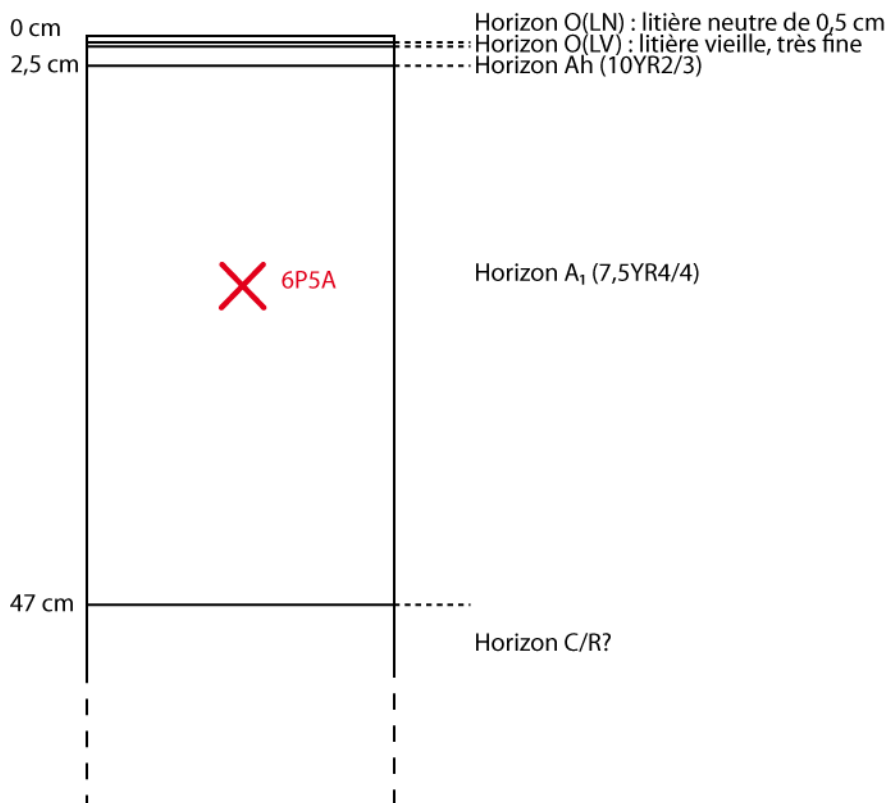
Profil pédologique n°4

Sous couvert forestier, au sommet du Bois du Ravan. Au sommet, nombreux bouleaux et un chêne → caractéristique des environnements anthropiques tandis que sur les pentes, culture de résineux.



Profil pédologique n°5

(près de la première zone de prélèvement de sol), sous couvert forestier.

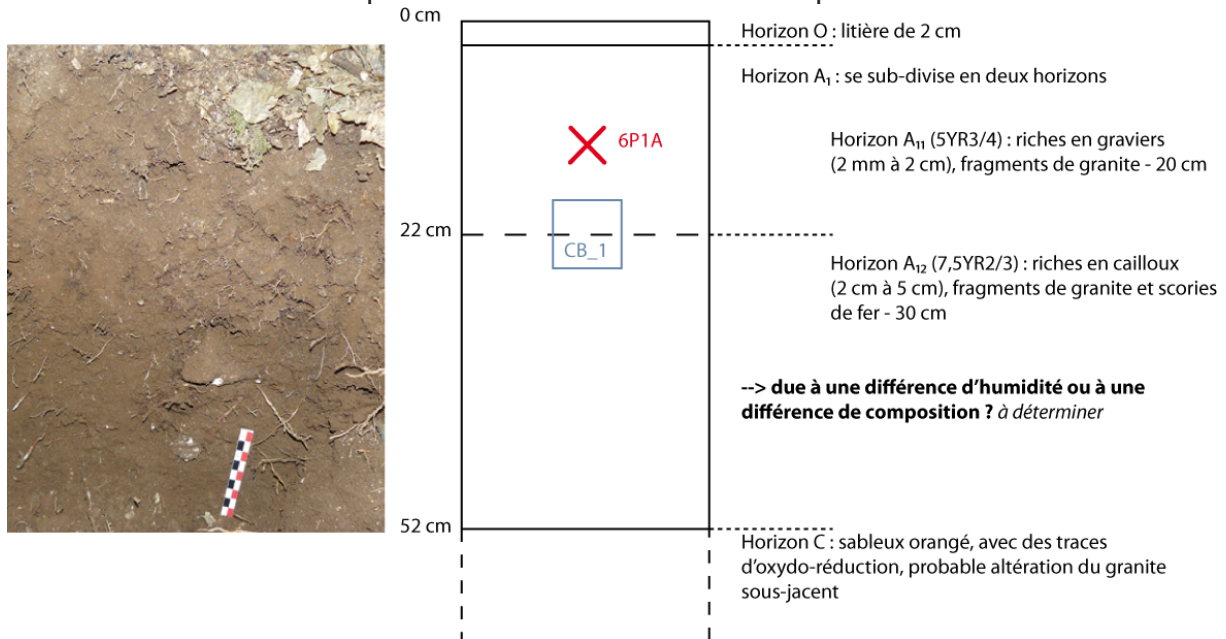


Prélèvement	X (Lambert II E)	Y (Lambert II E)	Type de sol	Horizon	M < 2 mm
6P4A	731 491,25 m	2 241 814,48 m	rankosol	A	432 g
6P5A	730 979,24 m	2 241 839,23 m	Cambisol	A	1571 g

M correspond à la masse de sol tamisé et disponible pour les analyses isotopiques et pour l'extraction cinétique

Secteur de « La Ruchette »**Profil pédologique n°1**

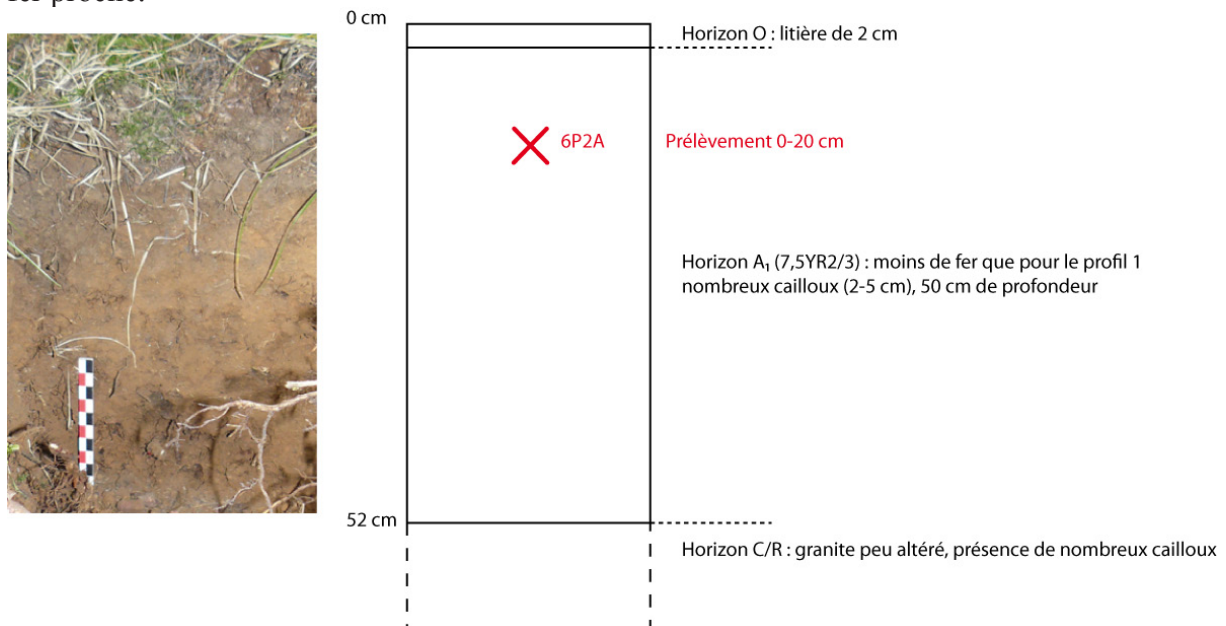
Sous couvert forestier donc présence de nombreuses racines et près du ruisseau.



NB : CB correspond à des prélèvements de sols effectués en vue d'étudier les limites entre deux horizons, échantillons non analysés pour le moment.

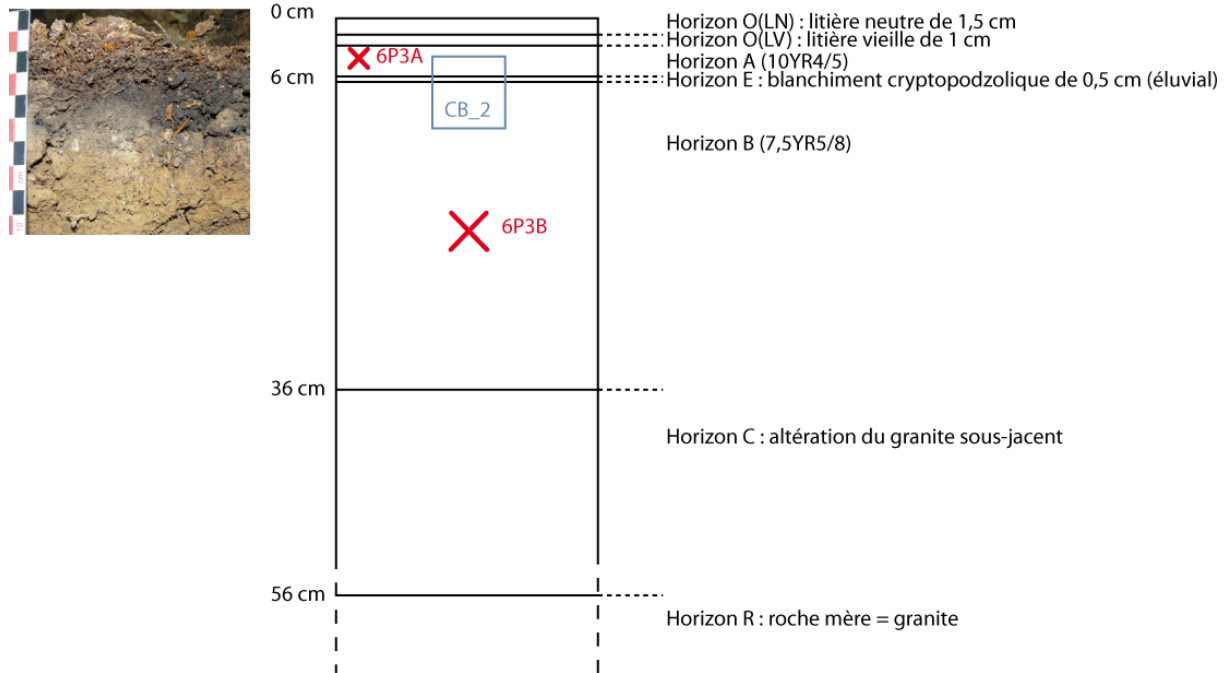
Profil pédologique n°2

Sous couvert forestier, nombreuses racines. Ancienne terrasse ou ancienne halde de la mine de fer proche.



Profil pédologique n°3

Sous couvert forestier, au sommet de la forêt de Châtillon.



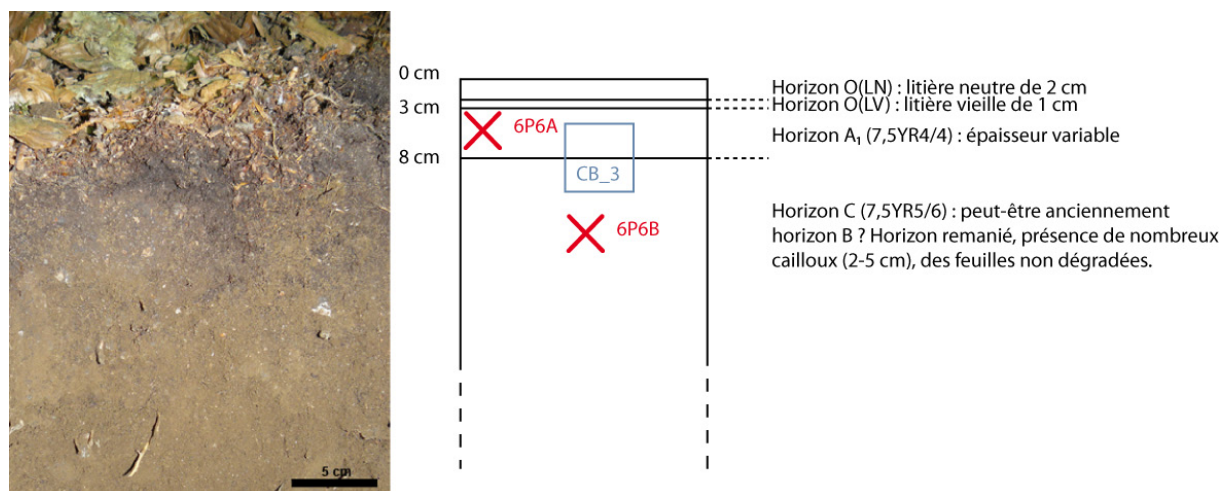
Selon la classification internationale (FAO), il s'agit d'un brunisol. Selon la classification française, il s'agit d'un sol brun acide à évolution cryptopodzolique, sur sol granitique.

Prélèvement	X (Lambert II E)	Y (Lambert II E)	Type de sol	Horizon	M < 2 mm
6P1A	723 516,2 m	2 213 441,39 m	colluviosol anthropique	A	1265 g
6P2A	723 494,32 m	2 213 433,14 m	colluviosol	A	867 g
6P3A	723 362,33 m	2 214 211,17 m	brunisol	A	690 g
6P3B	723 362,33 m	2 214 211,17 m	brunisol	B	664 g

M correspond à la masse de sol tamisé et disponible pour les analyses isotopiques et pour l'extraction cinétique

*Secteur de « Chitry-les-Mines »***Profil pédologique 6**

Sous couvert forestier, sommet du bois des Crots, ancienne zone d'extraction avec des matériaux de déblais aplanis, zone replantée.



Prélèvement	X (Lambert II E)	Y (Lambert II E)	Type de sol	Horizon	M < 2 mm
6P6A	698 958,79 m	2 251 098 m	Technosol ancien	A	1149 g
6P6B	698 958,79 m	2 251 098 m	Technosol ancien	B	1868 g

M correspond à la masse de sol tamisé et disponible pour les analyses isotopiques et pour l'extraction cinétique

Annexes de la quatrième partie

Table IV.2.S1. Reference materials measured and corresponding certified values. Reference samples were digested by *aqua regia* alone, with no HF, so recovery percentages are often below 100%. The relatively low recovery of Pb for JSD-1 could be due to the low Pb concentration or perhaps its deep strong-binding in minerals like silicates, not well dissolved by *aqua regia*. LOD stands for “Limit Of Detection”.

	Cd	Cu	Pb	Zn
<i>LOD (mg kg⁻¹)</i>	0.5	1	2	2
<i>JSD-1 (mg kg⁻¹)</i>				
measured	< LOD	22	6	93
certified	-	22.2	14	99
recovery	-	99%	43%	94%
<i>JSD-2 (mg kg⁻¹)</i>				
measured	3.3	1070	133	1860
certified	-	1114	151	2070
recovery	-	96%	88%	90%
<i>BCSS-1 (mg kg⁻¹)</i>				
measured	< LOD	15	18	110
certified	0.25	18.5	22.7	119
recovery	-	81%	79%	92%
<i>PACS-1 (mg kg⁻¹)</i>				
measured	2.5	397	358	767
certified	2.38	452	404	824
recovery	105%	88%	89%	93%

Table IV.2.S2. AAS results for Cd, Cu, Pb, Zn concentrations in mg kg⁻¹ in the three horizons studied by kinetic extraction. r for “replicate”.

<i>Horizon</i>	<i>time</i>	<i>Cd</i>	<i>Cu</i>	<i>Pb</i>	<i>Zn</i>	<i>Horizon</i>	<i>time</i>	<i>Cd</i>	<i>Cu</i>	<i>Pb</i>	<i>Zn</i>
GiA	4	0.0373	0.139	2.93	0.58	GiAr	4	0.0502	0.135	2.58	0.51
GiA	8	0.0464	0.212	4.17	0.74	GiAr	8	0.0442	0.214	4.16	0.73
GiA	12	0.0534	0.274	4.89	0.88	GiAr	12	0.0507	0.263	4.81	0.79
GiA	15	0.0557	0.291	5.19	0.95	GiAr	15	0.0535	0.286	5.30	0.95
GiA	20	0.0573	0.347	5.80	1	GiAr	20	0.0559	0.325	5.80	0.95
GiA	30	0.0697	0.395	6.57	1.15	GiAr	30	0.0654	0.401	6.50	1.13
GiA	45	0.0731	0.465	7.36	1.24	GiAr	45	0.0726	0.549	7.10	1.33
GiA	60	0.0758	0.544	7.70	1.28	GiAr	60	0.0792	0.554	7.83	1.31
GiA	90	0.0823	0.709	8.59	1.45	GiAr	90	0.0826	0.738	8.48	1.38
GiA	120	0.0857	0.845	9.33	1.48	GiAr	120	0.0862	0.884	9.37	1.39
GiA	150	0.0834	0.963	10.04	1.4	GiAr	150	0.081	0.934	9.49	1.47
GiA	200	0.0899	1.191	10.8	1.66	GiAr	200	0.0904	1.145	10.3	1.58
GiA	250	0.0866	1.330	11.2	1.66	GiAr	250	0.0848	1.306	10.6	1.68
GiA	300	0.0967	1.507	11.7	1.74	GiAr	300	0.0936	1.476	11.4	1.86
GiA	500	0.0948	1.909	13.2	2.07	GiAr	500	0.0950	2.02	11.4	2.16
GiA	1440	0.115	2.96	16.4	3.55	GiAr	1440	0.111	2.99	14.0	3.66
RuA	4	0.0157	0.151	6.83	1.38	RuAr	4	0.0139	0.123	7.18	1.25
RuA	8	0.0216	0.238	10.7	1.99	RuAr	8	0.0204	0.186	10.3	1.87
RuA	12	0.0259	0.297	12.8	2.3	RuAr	12	0.0232	0.251	12.5	2.43
RuA	15	0.0263	0.328	14.2	2.54	RuAr	15	0.0257	0.296	13.2	2.26
RuA	20	0.0288	0.386	15.9	2.7	RuAr	20	0.0283	0.358	15.5	2.62
RuA	30	0.0444	0.460	18.1	2.94	RuAr	30	0.0297	0.446	17.7	2.73
RuA	45	0.0335	0.576	20.6	3.28	RuAr	45	0.0314	0.557	19.8	3.02
RuA	60	0.0363	0.682	22.2	3.38	RuAr	60	0.0348	0.655	21.2	3.12
RuA	90	0.0376	0.875	24.3	3.59	RuAr	90	0.0381	0.863	24.1	3.46
RuA	120	0.0388	1.025	26.8	3.66	RuAr	120	0.0390	1.008	25.6	3.6
RuA	150	0.0383	1.176	28.4	3.8	RuAr	150	0.0382	1.120	27.6	3.73
RuA	200	0.0382	1.504	30.9	3.95	RuAr	200	0.0409	1.307	28.9	3.84
RuA	250	0.039	1.507	32.2	3.99	RuAr	250	0.0420	1.471	30.8	3.78
RuA	300	0.0393	1.636	33.1	4.09	RuAr	300	0.0414	1.615	32.2	3.89
RuA	500	0.0423	1.991	37.2	4.64	RuAr	500	0.0423	1.944	36.1	4.3
RuA	1440	0.0443	2.76	42.7	7.21	RuAr	1440	0.0408	2.76	39.9	7.1
RuB	4	0.0242	0.336	6.30	0.58	RuBr	4	0.0223	0.320	6.34	0.6
RuB	8	0.0254	0.404	7.69	0.67	RuBr	8	0.0262	0.399	7.52	0.72
RuB	12	0.0258	0.443	8.26	0.74	RuBr	12	0.0282	0.462	8.17	0.78
RuB	15	0.0251	0.458	8.73	0.8	RuBr	15	0.0288	0.482	8.85	0.78
RuB	20	0.0256	0.506	9.67	0.8	RuBr	20	0.0299	0.621	9.57	0.84
RuB	30	0.0280	0.585	10.6	0.85	RuBr	30	0.0319	0.594	10.2	0.89
RuB	45	0.0291	0.639	11.9	0.9	RuBr	45	0.0336	0.674	11.5	0.91
RuB	60	0.0298	0.711	12.8	0.95	RuBr	60	0.0368	0.732	12.0	1
RuB	90	0.0334	0.843	13.6	1	RuBr	90	0.0366	0.835	13.4	1.05
RuB	120	0.0342	0.911	14.4	1.03	RuBr	120	0.0374	0.910	14.6	1.1
RuB	150	0.0365	0.947	15.9	1.14	RuBr	150	0.0403	0.957	15.7	1.19
RuB	200	0.0391	1.085	16.2	1.12	RuBr	200	0.0428	1.078	16.2	1.26
RuB	250	0.0391	1.147	17.3	1.29	RuBr	250	0.0417	1.158	17.7	1.37
RuB	300	0.0391	1.212	17.9	1.25	RuBr	300	0.0428	1.186	18.2	1.4
RuB	500	0.0421	1.391	20.1	1.43	RuBr	500	0.0464	1.396	20.3	1.46
RuB	1440	0.0465	2.15	26.9	4.45	RuBr	1440	0.0499	2.176	27.3	4.51

Table IV.2.S3. $^{206}\text{Pb}/^{207}\text{Pb}$, $^{208}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$, and $^{208}\text{Pb}/^{207}\text{Pb}$ ratios in the three horizons studied by kinetic extraction.

<i>Horizon</i>	<i>time</i>	$^{206}\text{Pb}/^{207}\text{Pb}$	<i>se</i>	$^{208}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$	<i>se</i>	$^{208}\text{Pb}/^{207}\text{Pb}$	<i>se</i>
GiA	4	1.199	0.003	2.064	0.005	2.475	0.005
GiA	8	1.197	0.004	2.064	0.008	2.469	0.005
GiA	12	1.196	0.003	2.070	0.007	2.474	0.006
GiA	15	1.198	0.004	2.068	0.006	2.476	0.004
GiA	20	1.197	0.003	2.068	0.009	2.474	0.005
GiA	45	1.197	0.005	2.069	0.009	2.476	0.003
GiA	90	1.194	0.003	2.070	0.013	2.470	0.007
GiA	150	1.196	0.004	2.066	0.008	2.470	0.008
GiA	250	1.194	0.005	2.069	0.007	2.470	0.011
GiA	500	1.199	0.004	2.066	0.007	2.475	0.009
RuA	4	1.165	0.002	2.099	0.004	2.444	0.004
RuA	8	1.166	0.002	2.100	0.006	2.446	0.006
RuA	12	1.166	0.003	2.098	0.003	2.446	0.005
RuA	15	1.165	0.002	2.100	0.006	2.445	0.006
RuA	20	1.166	0.004	2.096	0.006	2.441	0.008
RuA	45	1.165	0.003	2.097	0.008	2.443	0.006
RuA	90	1.166	0.004	2.099	0.006	2.445	0.005
RuA	150	1.165	0.004	2.097	0.005	2.441	0.005
RuA	250	1.165	0.002	2.097	0.005	2.443	0.005
RuA	500	1.165	0.004	2.098	0.006	2.444	0.004
RuB	4	1.177	0.005	2.085	0.005	2.453	0.006
RuB	8	1.176	0.003	2.086	0.007	2.453	0.006
RuB	12	1.175	0.005	2.085	0.007	2.449	0.009
RuB	15	1.180	0.004	2.083	0.006	2.457	0.007
RuB	20	1.177	0.004	2.086	0.004	2.453	0.006
RuB	45	1.177	0.006	2.088	0.008	2.456	0.004
RuB	90	1.176	0.003	2.089	0.006	2.456	0.006
RuB	150	1.178	0.004	2.088	0.005	2.458	0.005
RuB	250	1.177	0.004	2.087	0.003	2.457	0.009
RuB	500	1.178	0.004	2.085	0.005	2.455	0.005

Table IV.3.S1. Trace metal descriptive statistics in topsoils for the six study sites. min, max, mean, median are indicated for Cu, Pb, and Zn. For Cd, descriptive statistics were estimated using ROS method. LOD stands for limit of detection.

MORVAN	Cd*	Cu	Pb	Zn	CEVENNES	Cd*	Cu	Pb	Zn
	mg kg ⁻¹	mg kg ⁻¹	mg kg ⁻¹	mg kg ⁻¹		mg kg ⁻¹	mg kg ⁻¹	mg kg ⁻¹	mg kg ⁻¹
<i>LOD</i>	<i>0.5</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>2</i>	<i>LOD</i>	<i>0.5</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>2</i>
Gien-sur-Cure					Vérié				
min	<0.5	2	34	35	min	<0.5	4	45	37
Q1	<i>All</i>	4	44.75	47.5	Q1	<i>All</i>	5	57.5	50
Median	<i>data</i>	5.5	49.5	61.5	Median	<i>data</i>	5	63.5	55
Mean	<i>below</i>	6.2	53.25	61.25	Mean	<i>below</i>	6.2	63	59.6
Q3	<i>LOD</i>	8.25	60.5	71.25	Q3	<i>LOD</i>	7	67	63
Max	<0.5	11	90	90	Max	<0.5	11	85	107
n.cen	24	0	0	0	n.cen	16	0	0	0
% cen	100	-	-	-	% cen	100	-	-	-
sd	-	-	-	-	sd	-	-	-	-
La Ruchette					Ramponche				
min	<0.5	6	41	31	min	<0.5	4	47	48
Q1	-	12	47	68.5	Q1	-	8	63	74
Median	0.16	16	129	86	Median	0.15	10	82	94.5
Mean	0.35	29.4	377.2	134.4	Mean	0.85	17	215	224
Q3	-	30	274.2	128.6	Q3	-	12	115	122.5
Max	3.2	212	4520	835	Max	6.8	132	1580	1560
n.cen	73	0	0	0	n.cen	11	0	0	0
% cen	76	-	-	-	% cen	61	-	-	-
sd	0.53	-	-	-	sd	1.8	-	-	-
Chitry-les-Mines					Serre des Coutrats				
min	<0.5	2	64	82	min	<0.5	3	31	25
Q1	-	16	129	210.2	Q1	<i>All</i>	3	42	33
Median	1	24.5	1115	338.5	Median	<i>but one</i>	4	64	38
Mean	2.4	29.8	1608	641.2	Mean	<i>below</i>	21	940	48.7
Q3	-	43.75	2408	751.8	Q3	<i>LOD</i>	5	96	49
Max	54.2	81	8410	13800	Max	<10	105	4810	142
n.cen	12	0	0	0	n.cen	16	0	0	0
% cen	13	-	-	-	% cen	94	-	-	-
sd	5.85	-	-	-	sd	-	-	-	-

* estimated using ROS method to take into account censored data

Table IV.3.S2. Characteristics of wood mice sampled on the six study sites. For TM concentrations and condition indices, range is indicated with median between parentheses. Body condition and somatic indices were calculated according to the SMA method.

MORVAN	Gien-sur-Cure	La Ruchette	Chitry-les-Mines
Label	GI	RU	CH
Contamination degree	-	+	++
<i>n</i>	30	31	30
Age			
Juvenile	7	4	4
Sub-Adult	11	15	13
Adult	12	12	13
Gender			
Female	15	20	14
Male	15	11	16
Weight (g)	11.3-35.7 (19)	14.4-26.8 (19.4)	13.4-27.3 (20.6)
Length (mm)	73.6-106 (86.3)	77.9-97.3 (86)	78.4-101 (91.2)
Liver(w. w. g)	0.53-1.6 (1.1)	0.65-1.5 (0.94)	0.54-1.5 (0.99)
Kidneys (w. w. g)	0.17-0.37 (0.24)	0.17-0.33 (0.23)	0.15-0.37 (0.26)
TMs in kidney ($\mu\text{g g}^{-1}$)			
Cd	0.34-4.6 (1.4)	0.55-8.9 (2.8)	0.17-26.8 (2.9)
Cu	10.4-21.4 (17.7)	11.9-21.3 (16.5)	12.4-21.6 (17.3)
Pb	0.11-1.7 (0.31)	0.05-2.53 (0.53)	0.15-5.02 (1.2)
Zn	44.5-175 (83.8)	61.3-134 (75.7)	64.9-168 (83)
Condition indices (g)			
SMI ^a	14.7-31.5 (19.8)	15.8-32.3 (19.7)	13.7-28.5 (17.7)
SLI ^b	0.32-2.1 (1.1)	0.67-2.3 (0.95)	0.60-1.4 (0.88)
SKI ^b	0.13-0.38 (0.26)	0.17-0.42 (0.24)	0.17-0.51 (0.22)

CÉVENNES	Vérié	Ramponenche	Serre des Countrasts
Label	VE	RA	SC
Contamination degree	-	+	++
<i>n</i>	18	18	30
Age			
Juvenile	9	4	10
Sub-Adult	3	4	10
Adult	6	10	10
Gender			
Female	10	7	14
Male	8	11	16
Weight (g)	9.1-26.8 (16)	8.15-35 (24)	11.6-32 (18)
Length (mm)	68-98 (85)	68-102 (91)	72-99 (87)
Liver(w. w. g)	0.50-1.80 (0.92)	0.35-2.21 (1.13)	0.66-2.2 (1.2)
Kidney (w. w. g)	0.15-0.47 (0.25)	0.12-0.52 (0.30)	0.18-0.50 (0.26)
TMs in kidney ($\mu\text{g g}^{-1}$)			
Cd	0.05-1.8 (0.3)	0.1-38 (2)	0.07-4 (0.3)
Cu	15.2-21.2 (18)	14.3-20.6 (16.9)	14.7-22 (18.5)
Pb	0.13-0.9 (0.4)	0.07-3.6 (0.25)	0.24-19 (1.4)
Zn	63.5-125 (74.6)	55.7-157 (75)	60-160 (81)
Condition indices (g)			
SMI ^a	13.99-24.20 (18.03)	15.1-28.7 (20.7)	13.8-25.6 (19.9)
SLI ^b	0.63-1.78 (1.11)	0.72-1.6 (1)	0.74-2 (1.3)
SKI ^b	0.19-0.47 (0.30)	0.19-0.42 (0.25)	0.20-0.40 (0.29)

Table IV.3.S3. Quality control of soil analyses.

	Cd	Cu	Pb	Zn
<i>LOD (mg kg⁻¹)</i>	0.5	1	2	2
JSD1 (mg kg⁻¹)				
a	< 0.5	22	6	93
b	< 0.5	22	24	97
<i>certified</i>		22.2	14	99
JSD2 (mg kg⁻¹)				
a	3.3	1070	133	1860
b	3.6	1080	150	2050
<i>certified</i>	-	1114	151	2070
BCSS1 (mg kg⁻¹)				
a	< 0.5	15	18	110
b	0.9	32	50	222
<i>certified</i>	0.25	18.5	22.7	119
PACS1 (mg kg⁻¹)				
a	2.5	397	358	767
b	5.4	852	772	1690
<i>certified</i>	2.38	452	404	824

Annexe IV.3.S1. Calculation of wood mouse age

Body weight is the most commonly used indicator of the age of small mammals (González *et al.*, 2008). Body wet weights were used as an index of age even though this technique suffers from the variable influence of diet, stress and metabolic conditions (Milton *et al.*, 2003). Specimens were divided into three age classes: juvenile (J), subadults (SA), and adults (A) by combining body weight and traits of sexual activity for females (placenta scars). We used arbitrary ranges of body sizes for each sex described by Peig & Green (2010) as followed:

	J	SA	A
<i>Male</i>	<17g	17-22g	≥22
<i>Female</i>	<16g	16-21 g	≥21g

References

- GONZÁLEZ X.I., ABOAL J.R., FERNÁNDEZ J.A. & CARBALLEIRA A. (2008) - Evaluation of some sources of variability in using small mammals as pollution biomonitors, *Chemosphere*, **71**(11), p. 2060-2067.
- MILTON A., COOKE J.A. & JOHNSON M.S. (2003) - Accumulation of Lead, Zinc, and Cadmium in a Wild Population of *Clethrionomys glareolus* from an Abandoned Lead Mine, *Archives of Environmental Contamination and Toxicology*, **44**(3), p. 0405-0411.
- PEIG J. & GREEN A.J. (2010) - The paradigm of body condition: a critical reappraisal of current methods based on mass and length, *Functional Ecology*

Table IV.3.S5. Quality control of wood mouse analyses.

	Pb	Cd	Cu	Zn
	ICP-MS	ICP-AES	ICP-AES	ICP-AES
<i>LOD ($\mu\text{g kg}^{-1}$)</i>	<i>0.09</i>	<i>0.04</i>	<i>0.5</i>	<i>0.2</i>
BCR-185R (mg kg^{-1})				
a	0.18	0.54	290	141
b	0.18	0.54	282	140
c	0.19	0.57	290	146
d	0.20	0.57	282	125
e	0.17	0.57	278	124
f	0.30	0.58	280	123
<i>Certified</i>	<i>0.172</i>	<i>0.544</i>	<i>277</i>	<i>138.6</i>
NIST 1547 (mg kg^{-1})				
a	0.63	0.013	4.1	20.1
b	-	0.027	3.9	16.8
<i>Certified</i>	<i>0.87</i>	<i>0.026</i>	<i>3.7</i>	<i>17.9</i>
DOLT 4 (mg kg^{-1})				
a	0.13	28.8	36.8	121
<i>Certified</i>	<i>0.16</i>	<i>24.3</i>	<i>31.2</i>	<i>116</i>
DORM 3 (mg kg^{-1})				
a	-	0.34	16.8	53.6
<i>Certified</i>		<i>0.29</i>	<i>15.5</i>	<i>51.3</i>

Table IV.3.S6. Results for the wood mouse kidneys (dry weight basis).

ID	region	maille	piege	sexe	age	mass	size	liver	kidneys	Cd	Cu	Pb*	Zn
M4	Morvan	GI11	INRA	F	A	16.8	84	1.02	0.22	1.64	18.2	0.29	76.9
M6	Morvan	GI11	INRA	F	J	11.3	73.6	0.55	0.17	0.91	20.4	0.17	99.4
M16	Morvan	GI14	TAPETTE	M	A	31.3	101	1.55	0.36	0.97	18.4	0.23	81
M17	Morvan	GI14	INRA	F	J	13.8	85.7	0.67	0.19	1.05	20.4	0.44	99.5
M21	Morvan	GI15	INRA	F	J	12.8	75.8	0.65	0.20	1.13	19.9	0.99	146
M23	Morvan	GI15	INRA	M	SA	19.1	87.9	1.14	0.23	1.00	16.4	1.24	68.2
M33	Morvan	GI15	INRA	F	SA	17.6	88.4	0.90	0.18	0.60	21	1.71	174
M41	Morvan	GI34	INRA	F	SA	17.4	83.4	0.78	0.19	1.95	19.2	0.45	123
M42	Morvan	GI34	INRA	M	A	35.7	101	0.53	0.20	0.90	20.8	0.68	173
M44	Morvan	GI34	INRA	M	J	12.8	76.2	0.58	0.17	0.34	21.4	0.30	118
M51	Morvan	GI44	INRA	F	SA	17.1	81.7	0.93	0.21	3.2	18.2	0.32	149
M57	Morvan	GI44	INRA	F	SA	17	80.1	1.05	0.21	2.5	18.7	0.42	74.4
M66	Morvan	GI55	INRA	M	SA	21.1	86.4	1.28	0.30	1.43	16.9	0.72	93
M67	Morvan	GI55	TAPETTE	M	A	27	88.5	1.29	0.32	4.6	17.7	0.24	72.8
M68	Morvan	GI55	INRA	F	A	28.2	106	1.59	0.35	1.15	11.4	0.82	64.2
M71	Morvan	GI55	TAPETTE	M	A	24.7	95.6	1.33	0.28	4.5	16.9	0.11	74.7
M92 #1	Morvan	GI64	INRA	M	SA	18.9	85	1.33	0.24	1.34	16	0.53	67
M92 #2	Morvan									1.19	15	0.21	66.3
M95	Morvan	GI64	TAPETTE	F	A	19.8	89.6	1.11	0.27	0.70	16.2	0.26	73.6
M96	Morvan	GI64	INRA	M	J	17	77.6	1.34	0.24	1.05	17.2	0.15	79.5
M102	Morvan	GI64	INRA	F	A	26.7	86.9	1.41	0.37	1.89	19.2	0.59	94.2
M106	Morvan	GI64	INRA	F	J	15.1	84.9	0.87	0.22	1.93	17.5	0.43	115
M111	Morvan	GI78	INRA	F	A	24.8	88.9	1.34	0.32	2.4	15.3	0.51	69.8
M114	Morvan	GI78	TAPETTE	M	A	24.2	101	0.90	0.30	3.1	20.1	0.21	95.1
M116	Morvan	GI78	INRA	M	A	24.8	97.1	1.47	0.34	1.61	10.4	0.21	44.5
M119	Morvan	GI78	INRA	F	SA	18.6	76.4	0.97	0.24	1.37	17.8	0.24	79.6
M122	Morvan	GI88	INRA	M	J	16.9	85.5	0.89	0.23	0.87	17.2	0.23	78.8
M123	Morvan	GI88	INRA	M	SA	19.5	86.1	1.16	0.26	2.04	18.6	0.21	86.5
M138	Morvan	GI88	INRA	M	SA	20.1	75	1.08	0.21	1.36	17.6	0.39	90.9
M142	Morvan	GI88	INRA	M	SA	17.7	87.9	1.13	0.25	1.71	16.7	0.30	153
M146	Morvan	GI88	INRA	F	A	24.4	91.6	1.53	0.37	1.28	14.8	0.14	74.3
M421	Morvan	RU19	INRA	F	A	16.6	80.5	0.65	0.17	2.4	21.3	1.21	87
M422	Morvan	RU19	INRA	F	A	18.7	82.1	0.91	0.21	2.3	17.4	0.67	71.5
M423	Morvan	RU21	TAPETTE	M	A	22.5	90.7	1.01	0.20	7.1	18.7	0.05	80.9
M424	Morvan	RU21	TAPETTE	F	SA	20.3	83.6	0.88	0.19	2.2	19.9	0.07	75.7
M425	Morvan	RU21	INRA	F	A	17.6	90.9	0.90	0.20	5.1	18.4	1.62	134
M430	Morvan	RU31	INRA	M	SA	20.2	82.5	1.04	0.23	1.74	11.9	0.35	61.3
M432	Morvan	RU31	INRA	F	SA	18.2	81.9	1.03	0.32	1.06	14.1	0.18	72.1
M433	Morvan	RU31	INRA	F	A	24.8	95.7	1.34	0.33	2.55	14.9	0.78	71.4
M435	Morvan	RU38	INRA	F	SA	19	86.5	1.04	0.24	1.51	16.7	2.53	76.4
M437	Morvan	RU42	INRA	F	SA	18.8	89.8	1.36	0.24	5.6	15.3	0.63	76.3
M438	Morvan	RU42	INRA	F	SA	20.9	95.3	0.94	0.25	1.62	17.2	0.45	64.2
M442	Morvan	RU42	INRA	M	A	23	77.9	1.52	0.30	3.4	14.9	0.23	69.5
M443	Morvan	RU42	TAPETTE	M	SA	17.8	88.9	0.80	0.21	3.5	17.6	0.37	80.8
M444	Morvan	RU42	TAPETTE	F	A	22.3	93	0.99	0.23	2.68	15.8	0.77	76.6
M445	Morvan	RU42	INRA	M	SA	20	87.7	0.96	0.24	4.41	18.1	0.54	77.9
M447	Morvan	RU70	INRA	F	J	15.7	79.5	0.80	0.22	0.55	15.9	0.29	72.3
M466	Morvan	RU80	INRA	F	A	22.5	84.7	0.84	0.24	2.81	17.2	0.23	78.9
M473	Morvan	RU80	TAPETTE	F	A	26.8	97.3	1.37	0.32	8	14.6	0.14	64.8
M482	Morvan	RU80	INRA	M	J	14.4	84.4	0.65	0.18	1.3	16.8	0.88	91.8
M483	Morvan	RU80	INRA	F	A	23.3	94.3	1.22	0.3	4	15.2	0.24	73.1
M484	Morvan	RU80	TAPETTE	F	A	19.4	85.8	1.05	0.24	3.17	16.3	0.14	69.1
M486	Morvan	RU82	TAPETTE	F	SA	20.2	82.5	0.79	0.21	3.4	15.5	0.54	74.3
M489	Morvan	RU82	INRA	F	SA	19.2	86	0.89	0.22	2.64	15.1	1.15	67.7
M490	Morvan	RU82	INRA	F	SA	17.5	85.1	0.77	0.24	2.2	16.7	2.17	105.4
M491	Morvan	RU82	TAPETTE	M	J	16.5	82.8	0.85	0.20	5.3	19.1	1.18	77.2
M492	Morvan	RU82	TAPETTE	M	SA	20.1	95.1	0.89	0.23	4.8	17.9	0.44	71.2
M497	Morvan	RU89	TAPETTE	F	A	24.7	94.5	1.12	0.30	8.9	14.4	0.32	69.2
M501	Morvan	RU89	TAPETTE	M	SA	20.4	93.4	1.08	0.21	1.94	15.4	0.74	65.4
M507 #1	Morvan	RU89	INRA	M	SA	17.4	87.5	0.95	0.26	1.36	16.5	0.26	77.9
M507 #2	Morvan									1.08	14.8	0.21	81.8
M508	Morvan	RU89	INRA	F	J	15.9	85.5	0.91	0.20	2.79	16.2	1.14	132
M510	Morvan	RU89	INRA	M	SA	17.4	84.9	0.80	0.26	2.91	18.5	1.37	132
M178	Morvan	CH23	INRA	F	A	23.6	99	1.46	0.29	26.8	12.4	1.39	88
M179	Morvan	CH23	TAPETTE	F	A	22.3	93.7	0.99	0.23	6.6	14	0.83	69.6
M180	Morvan	CH23	TAPETTE	M	A	25.4	99.3	1.14	0.29	5.2	19	2.22	79.7
M182	Morvan	CH23	TAPETTE	M	SA	18	84.1	0.82	0.17	1.40	21.6	0.75	86.3
M183	Morvan	CH23	INRA	M	A	23.6	95.1	1.49	0.28	2.53	16.8	1.61	78.9
M187	Morvan	CH23	INRA	F	J	15.3	89.6	0.66	0.18	3.11	17	2.42	116
M195	Morvan	CH27	INRA	M	A	27.3	100	1.16	0.28	12.4	18.2	5.02	145
M202	Morvan	CH27	TAPETTE	F	A	22.8	87.4	1.11	0.33	3.67	17.8	2.09	87.5
M205	Morvan	CH27	INRA	M	SA	20.7	78.4	0.93	0.37	4.7	18.6	0.77	126
M207	Morvan	CH32	INRA	M	SA	20.5	83.8	0.61	0.15	0.98	19.6	1.81	88.3
M208	Morvan	CH32	TAPETTE	M	J	15.7	92	0.84	0.26	1.97	20.1	1.24	84.8
M210	Morvan	CH32	TAPETTE	F	A	24.3	97.7	1.33	0.27	14	17.7	1.07	88.4
M212	Morvan	CH32	TAPETTE	M	A	23.5	94.5	1.15	0.27	2.61	15.8	0.98	72
M217	Morvan	CH32	TAPETTE	F	SA	19.8	85.4	0.91	0.26	2.52	17.6	1.26	81.1
M220	Morvan	CH32	INRA	F	J	13.6	81.2	0.73	0.19	0.5	14.9	1.55	75.1
M227	Morvan	CH39	TAPETTE	F	A	18.8	91	0.86	0.24	4.6	17	1.33	76.9
M228	Morvan	CH39	TAPETTE	F	SA	18.5	88.9	0.84	0.24	3.14	15	0.52	80.4
M229	Morvan	CH39	TAPETTE	M	SA	20.5	90.2	0.94	0.24	7.6	16.5	0.73	71.6

* mesures ICP-MS

suite de la Table IV.3.S6 :

ID	region	maille	piege	sexe	age	mass	size	liver	kidneys	Cd	Cu	Pb*	Zn
M232 #1	Morvan	CH39	TAPETTE	F	A	22.9	92.5	1.09	0.29	14.4	16.3	0.56	74.8
M232 #2	Morvan									14.7	16.3	-	70.3
M233	Morvan	CH39	INRA	M	A	25	99.8	1.07	0.27	9.2	18.3	1.77	119
M236	Morvan	CH39	TAPETTE	F	SA	18.3	92.1	0.86	0.26	14.2	16.6	1.54	146
M250	Morvan	CH45	INRA	M	A	24.6	101	1.16	1.77	2.15	18.9	1.83	131.6
M255	Morvan	CH45	TAPETTE	M	SA	18.39	92.52	0.89	0.26	0.81	18.57	0.59	78.25
M258	Morvan	CH45	INRA	M	SA	20.1	83.6	0.99	0.31	10.2	17.2	0.51	159
M262	Morvan	CH45	INRA	F	SA	19	92.6	0.91	0.25	1.41	17.8	1.19	143
M264 #1	Morvan	CH75	INRA	M	SA	21.8	91.1	1.38	0.25	2.62	17.3	0.79	74.2
M264 #2	Morvan									2.38	16	1.23	71.7
M266	Morvan	CH75	INRA	F	SA	20.8	86.8	1.30	0.26	2.77	16	1.91	74.6
M273	Morvan	CH75	INRA	M	SA	19.1	91.3	1.07	0.23	0.30	13.9	0.38	64.9
M289	Morvan	CH82	INRA	M	J	13.4	84.9	0.54	0.21	0.17	18.5	0.66	168
M290	Morvan	CH91	INRA	F	A	23.8	88	1.32	0.31	0.41	15.4	0.15	66.4
M336	Cévennes	VE1	INRA	F	A	17.2	77.9	1.17	0.33	0.42	18.5	0.40	81.7
M337	Cévennes	VE1	TAPETTE	F	J	9.1	68.1	0.5	0.15	0.05	19.3	0.38	83.4
M338	Cévennes	VE3	INRA	F	J	12.3	74.3	0.74	0.18	0.21	20.7	0.38	105
M339	Cévennes	VE3	INRA	F	J	12.5	76.1	0.74	0.22	0.22	19.6	0.59	101
M342	Cévennes	VE26	INRA	M	J	15.6	91	0.92	0.24	0.10	17	0.79	71
M346	Cévennes	VE24	TAPETTE	F	J	14.4	84.2	0.79	0.23	0.23	16.4	0.13	74.9
M347	Cévennes	VE24	INRA	M	J	14.3	87.6	0.64	0.25	0.14	21.2	0.31	125
M349	Cévennes	VE48	INRA	M	J	13.8	78.3	0.86	0.24	0.29	18.3	0.30	74.2
M352	Cévennes	VE51	INRA	M	A	26.8	93.8	1.80	0.47	1.78	17.1	0.36	70.9
M354	Cévennes	VE51	TAPETTE	F	J	12.7	80.1	0.71	0.24	0.33	19.8	0.48	72.6
M355	Cévennes	VE51	INRA	F	SA	16.4	77.7	1.08	0.26	0.64	17.7	0.28	68.1
M357	Cévennes	VE51	INRA	F	A	21.5	97.5	1.36	0.27	0.68	18.8	0.90	106
M358	Cévennes	VE59	TAPETTE	M	SA	18.4	90.7	0.89	0.33	0.69	16.5	0.83	64.7
M362	Cévennes	VE59	TAPETTE	M	A	23	97.6	0.92	0.33	0.28	18.7	0.24	78.3
M365	Cévennes	VE70	INRA	M	J	16.7	84.9	1.09	0.24	0.45	17.8	0.15	68.6
M367	Cévennes	VE70	INRA	M	A	24.2	97.4	1.4	0.28	1.84	18.1	0.43	96.8
M371	Cévennes	VE76	INRA	F	SA	20.6	85.7	1.38	0.35	0.42	15.2	0.29	63.5
M372	Cévennes	VE76	TAPETTE	F	A	15.6	86.1	0.95	0.20	0.31	19.8	0.24	72.9
M376	Cévennes	RA3	INRA	M	A	23.4	96.6	1.13	0.31	0.18	17.5	1.48	82.8
M377	Cévennes	RA3	INRA	M	A	35.1	95.3	2.21	0.52	2.35	14.3	0.22	55.7
M385	Cévennes	RA3	INRA	F	J	14.6	77.1	0.73	0.22	0.11	16.5	0.27	76.4
M387	Cévennes	RA12	TAPETTE	M	A	30.8	101.8	1.38	0.30	1.15	17.7	0.08	69.6
M388	Cévennes	RA12	INRA	M	A	27.6	89.5	1.51	0.36	1.37	16.7	0.24	74.5
M395	Cévennes	RA12	TAPETTE	F	A	29.4	101	1.77	0.33	3.20	15.6	0.21	65.8
M390	Cévennes	RA86	TAPETTE	F	A	32.2	96.9	2.14	0.50	3.4	16.4	0.32	68.7
M392 #1	Cévennes	RA86	TAPETTE	M	A	25.8	95.2	1.36	0.30	6	15.2	0.17	73.3
M392 #2	Cévennes									5.8	15.5	0.20	74
M396	Cévennes	RA96	TAPETTE	M	SA	21.3	88.5	0.79	0.22	1.60	20.6	0.12	83.4
M397	Cévennes	RA96	INRA	F	A	25.1	90.7	1.14	0.31	19.6	17.9	0.80	150
M399	Cévennes	RA96	TAPETTE	M	SA	21	84.1	0.71	0.23	0.32	18.5	0.10	75.3
M402	Cévennes	RA55	INRA	M	J	13	75.6	0.63	0.21	0.26	16.3	0.10	70.3
M405	Cévennes	RA56	INRA	F	J	15.9	77.1	1.04	0.29	0.16	18.6	0.07	71.1
M406	Cévennes	RA57	INRA	M	A	25.5	84.1	1.39	0.33	4.79	15.2	0.33	72.8
M410	Cévennes	RA65	INRA	F	SA	18.3	91.7	0.89	0.25	38.1	18	3.62	157
M413	Cévennes	RA65	INRA	M	SA	19.2	95.2	0.97	0.29	3.44	19.1	1.36	89.9
M415	Cévennes	RA65	TAPETTE	F	J	8.2	67.8	0.35	0.12	1.12	14.4	3.25	85.1
M417	Cévennes	RA65	INRA	M	A	29.5	96.1	1.63	0.31	13.6	17.1	0.25	88
M291	Cévennes	SC31	INRA	M	A	23.4	92.7	1.18	0.28	0.38	15.1	4.4	64.5
M292	Cévennes	SC31	TAPETTE	M	SA	17.6	84.5	1.19	0.25	0.13	18.2	1.45	83.3
M294	Cévennes	SC31	INRA	M	J	15	90.2	0.94	0.21	0.18	22.2	2.39	88.4
M295	Cévennes	SC31	TAPETTE	M	SA	18.7	87	1.17	0.25	0.27	18.1	0.59	75.7
M297	Cévennes	SC31	INRA	M	SA	17.9	91.7	1.36	0.32	0.59	17.9	0.31	85.8
M298	Cévennes	SC31	INRA	F	J	15	76.4	1.05	0.21	0.07	20.8	1.41	96.3
M299	Cévennes	SC31	TAPETTE	M	SA	18.9	85.3	1.46	0.25	0.08	19.5	2.21	76
M300 #1	Cévennes	SC31	INRA	F	A	31.9	97.2	2.15	0.50	0.58	14.7	4.42	61.4
M300 #2	Cévennes									0.68	15.7	-	61.6
M301	Cévennes	SC31	TAPETTE	F	SA	16.2	76.3	1.18	0.23	0.11	17.2	1.72	73.2
M302	Cévennes	SC31	INRA	F	J	15.9	80.7	1.19	0.22	0.27	17	4.01	82.1
M303	Cévennes	SC31	INRA	M	SA	21.9	94.7	1.34	0.28	0.30	18.5	0.62	71.4
M305	Cévennes	SC48	INRA	M	J	14.8	82.5	1.08	0.19	0.42	19.5	5.87	80
M307	Cévennes	SC49	INRA	F	A	22.2	83.9	1.71	0.35	0.76	18.3	3.56	77.4
M314 #1	Cévennes	SC61	INRA	F	A	19.1	96.3	1.03	0.36	1.81	18.4	0.99	119
M314 #2	Cévennes									1.82	18.5	1.07	118
M315	Cévennes	SC68	INRA	M	SA	17.8	91.8	1.27	0.29	0.45	19.6	19.4	75.2
M316	Cévennes	SC68	INRA	F	SA	16.6	81.3	1.15	0.27	0.10	16	4.6	61.5
M317	Cévennes	SC68	INRA	F	J	12.8	75.4	0.78	0.18	0.11	20.6	0.96	77.2
M318	Cévennes	SC68	TAPETTE	F	A	23.8	93.4	1.3	0.42	0.8	19.2	2.62	66.8
M319	Cévennes	SC68	TAPETTE	M	J	15.8	77	0.66	0.20	0.09	20.6	0.76	145
M320	Cévennes	SC68	INRA	M	SA	20.4	88	1.19	0.26	0.13	17.7	0.24	70.5
M322	Cévennes	SC75	TAPETTE	F	A	22.8	88.9	1.11	0.33	0.31	17.7	0.35	89.2
M324	Cévennes	SC75	INRA	F	A	27.7	91.5	1.82	0.40	4.11	16.1	0.43	99.8
M325	Cévennes	SC75	INRA	M	J	13.6	80.5	0.84	0.18	0.08	20.4	1.36	122
M327	Cévennes	SC75	TAPETTE	M	J	11.6	72.3	0.76	0.19	0.14	20.1	0.87	89.5
M328	Cévennes	SC78	INRA	M	A	24.7	94.9	1.63	0.38	1.36	18.6	2.52	84.9
M329	Cévennes	SC78	TAPETTE	F	A	31.8	99.4	2.15	0.50	3.16	16.1	9.35	63.8
M330	Cévennes	SC78	INRA	M	J	12.5	72.7	0.75	0.20	0.08	18.8	0.56	139
M331	Cévennes	SC78	INRA	M	A	30.3	92.8	1.58	0.47	0.34	15.7	0.24	59.8
M332	Cévennes	SC89	INRA	F	J	15.1	86.2	0.16	0.86	0.14	18.5	0.99	160
M334	Cévennes	SC89	INRA	F	SA	16.5	86.9	1.02	0.24	0.13	18.7	0.73	119

* mesures ICP-MS

Table IV.3.S7. Model selection using Akaike Information Criterion corrected for small samples (AICc). TM concentrations in kidneys (d.w.) explained by biological, environmental or contamination parameters.

Models	<i>n</i>	LL	K	AICc	wic	Δ AICc
\log_{10}(Cd kidneys) ~ age	79	48	4	105	0.77	0
\log_{10} (Cd kidneys) ~ size	79	-50.4	3	107	0.2	2.66
\log_{10} (Cd kidneys) ~ mass	79	-52.6	3	111	0.02	6.95
\log_{10} (Cd kidneys) ~ 1	79	-58.6	2	121	0	16.8
\log_{10} (Cd kidneys) ~ gender	79	-58.17	3	122	0	17.9
\log_{10}(Cu kidneys) ~ mass + site	157	254	8	-492	0.93	0
\log_{10} (Cu kidneys) ~ mass * site	157	257	13	-486	0.07	5.25
\log_{10} (Cu kidneys) ~ 1	157	237	2	-470	0	21.8
\log_{10}(Pb kidneys) ~ site + \log_{10}(Pb soil)	157	-65.1	8	147	0.95	0
\log_{10} (Pb kidneys) ~ site * \log_{10} (Pb soil)	157	-62.2	13	153	0.05	5.9
\log_{10} (Pb kidneys) ~ 1	157	-99.1	2	202	0	55.3
\log_{10}(Zn kidneys) ~ mass	157	121	3	-237	0.82	0
\log_{10} (Zn kidneys) ~ age	157	121	4	-233	0.15	3.36
\log_{10} (Zn kidneys) ~ 1	157	116	2	-228	0.01	8.40
\log_{10} (Zn kidneys) ~ size	157	117	3	-228	0.01	8.50
\log_{10} (Zn kidneys) ~ gender	157	116	3	-226	0	10.4

n: sample size, LL: maximised log-likelihood, K: number of estimated parameters, AICc: corrected Akaike Information Criterion, wic: Akaike weight of the model, Δ AICc: difference between AICc of models.

Table IV.3.S8. Model selection using Akaike Information Criterion corrected for small samples (AICc). Body condition or somatic indices explained by biological, environmental or contamination parameters.

Models	<i>n</i>	LL	K	AICc	wic	Δ AICc
SMI ~ mass + log₁₀(Pb kidneys)	154	-395	4	799	0.8	0
SMI ~ mass + site + log ₁₀ (Pb kidneys)	154	-391	9	802	0.19	2.89
SMI ~ mass + site	154	-395	8	806	0.02	7.76
SMI ~ site + log ₁₀ (Pb kidneys)	154	-399	8	815	0	16.1
<i>SMI ~ 1</i>	<i>154</i>	<i>-410</i>	<i>2</i>	<i>823</i>	<i>0</i>	<i>24.4</i>
SLI ~ size + site + log₁₀(Zn kidneys)	155	-0.14	9	19.5	1	0
SLI ~ size + log ₁₀ (Zn kidneys)	155	-14.2	4	36.6	0	17
SLI ~ size + site	155	-14	8	45	0	25.5
SLI ~ site + log ₁₀ (Zn kidneys)	155	-25.2	8	67.4	0	47.9
<i>SLI ~ 1</i>	<i>155</i>	<i>-45.2</i>	<i>2</i>	<i>94.7</i>	<i>0</i>	<i>75.1</i>
SKI ~ size + park + log₁₀(Cd kidneys)	155	231	5	-452	0.84	0
SKI ~ size + park	155	228	4	-449	0.16	3.25
SKI ~ size + log ₁₀ (Cd kidneys)	155	220	4	-431	0	20.9
SKI ~ park + log ₁₀ (Cd kidneys)	155	213	4	-418	0	34.4
<i>SKI ~ 1</i>	<i>155</i>	<i>203</i>	<i>2</i>	<i>-402</i>	<i>0</i>	<i>49.7</i>

n: sample size, LL: maximised log-likelihood, K: number of estimated parameters, AICc: corrected Akaike Information Criterion, wic: Akaike weight of the model, Δ AICc: difference between AICc of models.

Annexe IV.4.S1. Extended details for morphometrics.

Four bilateral morphometric traits were selected for FA determination: length of pectoral fins, length of pelvic fins, distance between snout and the anterior edge of the eye, distance between the posterior edge of the eye and the posterior edge of the operculum. All measurements were performed twice. Since a number of factors such as the presence of other forms of asymmetry, allometry or measurement error can lead to a biased estimation of FA (Palmer & Strobeck, 2003), a series of preliminary tests were conducted for all traits. These tests were performed for each sample on the distributions of either signed asymmetries (right-minus-left values $[Ri-Li]$) or absolute asymmetries ($|Ri-Li|$) of the four traits. Directional asymmetry (DA) and antisymmetry (AS) occur when one side of a bilateral character is consistently larger than the other but, in the case of AS, the side that is larger varies at random among individuals (Palmer & Strobeck, 2003). DA and AS were tested with conventional methods (Palmer, 1994). Absolute asymmetry values were also used to test for the presence of allometry by linear regression on character size defined as $([Ri+Li]/2)$. As numerous tests were repeatedly conducted on the four traits, the sequential Bonferroni test (Rice, 1989) was systematically applied (across the series of $k=4$ tests) in order to limit the occurrence of type-I error. Finally, a two-way mixed model ANOVA (side-fixed \times individual-random) was performed with repeated measurements on each side (Palmer & Strobeck, 1986 ; Palmer, 1994). This approach, in addition to testing for DA, allows the measurement error variance to be partitioned out from the non-directional asymmetry variance. Population FA levels were estimated for all traits using the means of the absolute asymmetry distributions (so-called index FA1, Palmer, 1994), as well as the variance component corresponding to the true between-sides variance obtained by partitioning measurement error out of the sides \times individual mean squares of the two-way ANOVA results (so-called index FA10). Differences between samples were tested using ANOVA for FA1 and F-ratio for FA10 (Palmer, 1994).

References

- PALMER A. & STROBECK C. (1986) - Fluctuating Asymmetry: Measurement, Analysis, Patterns, *Annual Review of Ecology and Systematics*, **17**, p. 391-421.
- PALMER A.R. (1994) - Fluctuating asymmetry analyses: a primer, in *Developmental instability, its origins and evolutionary implications.*, Dordrecht, Netherlands : Markow T. A., Ed.; Kluwer Academic Publishers, p. 335-364.
- PALMER A.R. & STROBECK C. (2003) - Fluctuating asymmetry analyses revisited, in *Developmental instability: causes and consequences*, Oxford University Press, Oxford : M. Polak, p. 279-319.
- RICE W.R. (1989) - Analyzing tables of statistical tests, *Evolution*, **43**(1), p. 223-225.

Table IV.4.S1. Results of the two-way mixed model ANOVA (side-fixed × individual-random) with repeated measurements on each side. All interaction terms are highly significant meaning that FA is in all cases significant relative to measurement error. For each trait and each sample FA10, directly computed from variance component (Palmer & Strobeck, 1986), is given as well as its approximate degree of freedom. df: degree of freedom, MS: mean square, F: F ratio, p-value, see Palmer (1994) for complementary information. COC for Cocurès, COM for Combe Sourde, CUB for Cubières, PDP for Pont-de-la-Planche, RAM for Ramponenche, and VER for Vérié.

		COC					COM					CUB							
		df	MS	F	p	FA10	df(FA10)	df	MS	F	p	FA10	df(FA10)	df	MS	F	p	FA10	df(FA10)
Pectoral length	side	1	2.8E-03	0.05	0.83			1	0.1	0.12	0.73			1	1.0E-03	2.8E-03	0.96		
	individual	19	171.2	3034.7	3.9E-29			19	127.2	156.82	5.9E-17			17	51.5	145.0	4.8E-15		
	interaction	19	0.1	16.4	2.9E-13	0.03	16.7	19	0.8	74.87	2.5E-25	0.40	18.5	17	0.4	16.7	3.2E-12	0.17	15.0
	Meas. Error	40	3.4E-03					40	1.1E-02					36	2.1E-02				
Pelvic length	side	1	2.4E-03	0.04	0.84			1	0.8	1.19	0.29			1	4.8E-02	0.21	0.65		
	individual	19	108.8	1876.3	3.8E-27			19	65.5	97.88	4.9E-15			17	34.5	150.3	3.5E-15		
	interaction	19	0.1	11.0	1.7E-10	0.03	15.6	19	0.7	88.25	1.0E-26	0.33	18.6	17	0.2	9.3	1.5E-08	0.10	13.4
	Meas. Error	40	5.3E-03					40	7.6E-03					36	2.5E-02				
Snout-Eyes	side	1	9.4E-03	0.19	0.67			1	0.3	0.28	0.60			1	2.5E-02	0.09	0.77		
	individual	19	25.6	522.0	7.0E-22			19	38.5	34.10	7.9E-11			17	2.2	8.1	4.0E-05		
	interaction	19	4.9E-02	13.7	5.3E-12	0.02	16.3	19	1.1	149.43	0.0E+00	0.56	18.7	17	0.3	16.2	4.8E-12	0.13	14.9
	Meas. Error	40	3.6E-03					40	7.6E-03					36	1.7E-02				
Eyes-Operculum	side	1	0.2	3.61	0.07			1	0.9	2.46	0.13			1	0.1	0.94	0.35		
	individual	19	153.5	3304.8	1.7E-29			19	105.7	274.31	3.1E-19			17	19.4	132.9	9.9E-15		
	interaction	19	4.6E-02	9.1	3.4E-09	0.02	14.9	19	0.4	60.23	1.6E-23	0.19	18.4	17	0.1	4.3	1.2E-04	0.06	9.7
	Meas. Error	40	5.1E-03					40	6.4E-03					36	3.4E-02				
		PDP					RAM					VER							
		df	MS	F	p	FA10	df(FA10)	df	MS	F	p	FA10	df(FA10)	df	MS	F	p	FA10	df(FA10)
Pectoral length	side	1	0.1	0.17	0.69			1	0.6	2.6	0.13			1	0.0	0.07	0.80		
	individual	19	74.5	214.8	3.1E-18			15	54.9	253.6	2.9E-15			11	65.9	626.3	9.8E-14		
	interaction	19	0.3	36.1	2.4E-19	0.17	18.0	15	0.2	37.7	4.5E-16	0.11	14.2	11	0.1	8.8	5.3E-06	0.05	8.6
	Meas. Error	40	9.6E-03					32	5.7E-03					24	1.2E-02				
Pelvic length	side	1	0.2	0.43	0.52			1	0.3	0.60	0.45			1	0.2	2.4	0.15		
	individual	19	55.7	123.3	5.7E-16			15	31.1	66.8	5.6E-11			11	22.1	347.9	2.5E-12		
	interaction	19	0.5	21.7	2.3E-15	0.22	17.3	15	0.5	68.9	5.0E-20	0.23	14.6	11	0.1	2.9	1.4E-02	0.02	4.5
	Meas. Error	40	2.1E-02					32	6.8E-03					24	2.2E-02				
Snout-Eyes	side	1	0.1	0.16	0.69			1	0.2	1.2	0.29			1	1.4	5.7	0.04		
	individual	19	24.5	77.5	4.3E-14			15	19.1	107.6	1.7E-12			11	12.9	54.4	5.8E-08		
	interaction	19	0.3	11.8	5.7E-11	0.14	15.9	15	0.2	44.2	4.2E-17	0.09	14.3	11	0.2	15.0	3.5E-08	0.11	9.6
	Meas. Error	40	2.7E-02					32	4.0E-03					24	1.6E-02				
Eyes-Operculum	side	1	1.6E-03	0.01	0.93			1	3.7E-02	0.16	0.70			1	1.3E-04	0.00	0.98		
	individual	19	85.9	479.8	1.5E-21			15	45.4	192.6	2.3E-14			11	36.3	264.6	1.1E-11		
	interaction	19	0.2	22.1	1.6E-15	0.09	17.3	15	0.2	54.22	1.9E-18	0.12	14.4	11	0.1	13.8	7.7E-08	0.06	9.4
	Meas. Error	40	8.1E-03					32	4.3E-03					24	9.9E-03				

References

- PALMER A. & STROBECK C. (1986) - Fluctuating Asymmetry: Measurement, Analysis, Patterns, *Annual Review of Ecology and Systematics*, **17**, p. 391-421.
- PALMER A.R. (1994) - Fluctuating asymmetry analyses: a primer, in *Developmental instability, its origins and evolutionary implications.*, Dordrecht, Netherlands : Markow T. A., Ed.; Kluwer Academic Publishers, p. 335-364.

Annexe IV.4.S2. Extended details for methods.***Concentration measurements.***

For trout tissues, dried and powdered samples (about 50-70 mg) were dissolved overnight on a hot plate using 3 mL of Suprapure HNO₃ (Merck, Germany). The solutions were precisely diluted and measured by high resolution inductively coupled plasma mass spectrometer (HR-ICP-MS) Thermo Element XR at the University of Montpellier II using external and internal (indium) calibrations (5 replicates). Leachates of sediments were measured under the same conditions.

Isotopic measurements.

Solutions used for concentration measurements were diluted with MilliQ water to obtain an ion flow on the ²⁰⁸Pb isotope of about 7.10⁵ cps. Pb isotopes (²⁰⁶Pb, ²⁰⁷Pb, & ²⁰⁸Pb) were measured using low resolution, analogue detection mode with peak hopping. Fifteen samples per peak were acquired close to the top of each peak. Two-fifths of the total time was consumed for the acquisition of each ²⁰⁶Pb and ²⁰⁷Pb, and one-fifth for the ²⁰⁸Pb isotope, which is the more abundant isotope in lead. Ten runs of 400 passes each were performed for a total acquisition time of about 6 min.

Mass bias correction was operated by bracketing several NIST 981 lead standards every five samples. Further details about the complete procedure can be found elsewhere for Q-ICP-MS, which is the same for HR-ICP-MS (Monna *et al.*, 1998, 2000). Blank corrections were never required as they appeared negligible compared to the total amount of lead in the solutions. Errors for ²⁰⁶Pb/²⁰⁷Pb and ²⁰⁸Pb/²⁰⁶Pb ratios were typically 1-2 and 3-6 at the third decimal place, respectively (95% confidence intervals). Dead time correction was not needed as measurements were performed with the analogue detection mode.

References

- MONNA, LOIZEAU J.L., THOMAS B., GUÉGUEN C., FAVARGER P.Y., LOSNO R. & DOMINIK J. (2000) - Noise identification and sampling frequency determination for precise Pb isotopic measurements by quadrupole-based Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry, *Analisis*, **28**(8), p. 750–757.
- MONNA F., LOIZEAU J.-L., THOMAS B.A., GUÉGUEN C. & FAVARGER P.-Y. (1998) - Pb and Sr isotope measurements by inductively coupled plasma-mass spectrometer: efficient time management for precision improvement, *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*, **53**(9), p. 1317-1333.

Table IV.4.S2. Determination limits (in ng.g⁻¹) assessed on the basis of 10 times the standard deviation of blanks, measured and certified values of the NIST-1547 (peach leaves) and the BCR-185R (bovine liver) standard reference materials, and recovery percentage.

Generally the measured certified reference materials are close to the certified values (except measurement G for Pb in BCR-185R). In any case, the concentration dynamic in brown trout is so high that uncertainties of $\pm 30\%$ do not modify the patterns in Figure IV.4.2 where metal concentrations are plotted along a logarithmic scale.

NIST 1547	Cd ($\mu\text{g g}^{-1}$)	Pb ($\mu\text{g g}^{-1}$)	Cu ($\mu\text{g g}^{-1}$)	Zn ($\mu\text{g g}^{-1}$)
Determination limit (ng g ⁻¹)	0.001	0.03	0.04	1.9
A	0.026	0.74	3.3	18.8
B	0.030	0.70	3.5	18.5
C	0.029	0.90	4.0	15.5
D	0.026	0.74	3.0	20.3
Certified	0.026	0.87	3.7	17.9
Recovery (%)	99-115	80-103	81-107	86-113

BCR-185R	Cd ($\mu\text{g g}^{-1}$)	Pb ($\mu\text{g g}^{-1}$)	Cu ($\mu\text{g g}^{-1}$)	Zn ($\mu\text{g g}^{-1}$)
Determination limit (ng g ⁻¹)	0.001	0.03	0.04	1.9
A	0.49	0.180	235	112
B	0.53	0.186	239	127
C	0.56	0.191	260	143
D	0.54	0.187	244	137
E	0.54	0.206	261	146
F	0.59	0.170	284	175
G	0.51	0.236	257	132
H	0.53	0.203	280	138
I	0.58	0.182	271	172
Certified	0.54	0.172	277	139
Recovery (%)	90-109	99-137	85-102	80-126

Table IV.4.S3. Replicated analyses (Cd, Pb, Cu, Zn) for eight livers (dry-based concentrations), COC for Cocurès, COM for Combe Sourde, PDP for Pont-de-la-Planche, RAM for Ramponenche. Analyses are less replicable with indigenous trout livers (especially for Pb in PDP14) than for CRMs, probably because liver powders present a greater heterogeneity. In any case, the concentration dynamic in brown trout is so high that uncertainties do not modify the patterns in Figure IV.4.2, where metal concentrations are plotted along a logarithmic scale.

	Cd ($\mu\text{g g}^{-1}$)	Pb ($\mu\text{g g}^{-1}$)	Cu ($\mu\text{g g}^{-1}$)	Zn ($\mu\text{g g}^{-1}$)
COC04 A	0.72	0.89	278	107
COC04 B	0.78	0.89	304	127
COM07 A	9.4	12.8	18	209
COM07 B	7.0	11.9	15	172
COM20 A	18.2	31.0	72	184
COM20 B	18.6	31.9	78	197
PDP14 A	5.0	5.0	55	77
PDP14 B	6.5	6.8	93	106
PDP19 A	4.8	4.9	71	113
PDP19 B	4.3	5.1	70	98
PDP20 A	5.7	7.4	66	132
PDP20 B	5.4	7.1	66	120
RAM04 A	13.5	5.5	178	162
RAM04 B	12.5	6.2	172	125
RAM06 A	8.7	5.9	111	154
RAM06 B	9.1	7.6	112	156

Table IV.4.S4. Replicated analyses (Cd, Pb, Cu, Zn) for four muscles (dry-based concentrations), COC for Cocurès and PDP for Pont-de-la-Planche.

	Cd ($\mu\text{g g}^{-1}$)	Pb ($\mu\text{g g}^{-1}$)	Cu ($\mu\text{g g}^{-1}$)	Zn ($\mu\text{g g}^{-1}$)
COC04 A	0.005	0.072	1.2	27.0
COC04 B	0.005	0.070	1.1	28.1
COC08 A	0.008	0.068	1.6	58.3
COC08 B	0.007	0.090	1.0	55.5
COC09 A	0.007	0.077	0.95	12.8
COC09 B	0.008	0.070	0.90	11.5
PDP14 A	0.054	0.160	1.6	48.6
PDP14 B	0.061	0.211	1.9	42.7

Table IV.4.S5. Cd, Pb, Cu and Zn concentrations of trout livers (corrected to express the results in terms of concentrations in wet tissues). COC for Cocurès, COM for Combe Sourde, CUB for Cubières, PDP for Pont-de-la-Planche, RAM for Ramponenche, VER for Verié, and SUP for commercial trout (supermarket).

Sample	Cd ($\mu\text{g g}^{-1}$)	Pb ($\mu\text{g g}^{-1}$)	Cu ($\mu\text{g g}^{-1}$)	Zn ($\mu\text{g g}^{-1}$)	Sample	Cd ($\mu\text{g g}^{-1}$)	Pb ($\mu\text{g g}^{-1}$)	Cu ($\mu\text{g g}^{-1}$)	Zn ($\mu\text{g g}^{-1}$)
COC01	0.074	0.31	9.6	32	PDP01	0.50	0.41	10	11
COC02	0.10	0.16	16	29	PDP02	1.3	2.3	19	59
COC03	0.086	0.19	28	22	PDP03	1.3	2.3	48	61
COC04	0.16	0.19	60	25	PDP04	1.2	0.86	38	15
COC05	0.083	0.22	17	41	PDP05	1.1	0.57	31	31
COC06	0.12	0.20	11	21	PDP06	1.2	1.4	28	23
COC07	0.088	0.12	14	28	PDP07	0.70	0.87	33	18
COC08	0.092	0.29	53	24	PDP08	0.39	0.68	9.0	19
COC09	0.086	0.19	63	32	PDP09	0.95	1.0	40	48
COC10	0.089	0.076	11	32	PDP10	0.97	1.1	38	26
COC11	0.047	0.060	14	23	PDP11	1.1	1.7	36	24
COC12	0.053	0.058	6.2	26	PDP12	1.4	2.0	37	34
COC13	0.041	0.047	22	25	PDP13	0.38	1.2	31	29
COC14	0.046	0.057	14	26	PDP14	1.1	1.1	14	17
COC15	0.049	0.049	18	34	PDP15	1.0	2.9	41	31
COC16	0.038	0.069	8.6	14	PDP16	2.1	3.9	23	28
COC17	0.068	0.070	8.3	29	PDP17	0.78	0.98	21	27
COC18	0.039	0.068	5.8	23	PDP18	1.7	5.8	20	26
COC19	0.047	0.059	13	26	PDP19	0.98	1.1	16	23
COC20	0.037	0.061	5.1	18	PDP20	1.2	1.5	15	27
COM01	1.9	1.3	6.8	28	RAM01	2.0	4.1	93	39
COM02	3.5	4.6	6.9	35	RAM02	-	-	-	-
COM03	2.0	3.5	22	50	RAM03	2.3	2.0	69	55
COM04	2.0	4.8	4.7	53	RAM04	2.9	1.3	41	32
COM05	1.6	3.2	4.0	36	RAM05	-	-	-	-
COM06	8.3	21	19	100	RAM06	1.9	1.5	27	34
COM07	1.7	2.5	3.3	39	RAM07	-	-	-	-
COM08	1.9	5.4	3.0	45	RAM08	3.9	1.7	7.9	32
COM09	-	-	-	-	RAM09	0.72	0.90	37	49
COM10	-	-	-	-	RAM10	3.2	1.0	37	55
COM11	4.1	5.1	7.7	38	RAM11	1.6	0.74	29	38
COM12	0.4	3.3	6.2	31	RAM12	1.3	0.98	25	33
COM13	4.8	6.0	13	42	RAM13	0.40	0.26	9.4	14
COM14	2.6	7.5	7.0	50	RAM14	1.4	0.56	30	34
COM15	1.8	3.1	14	36	RAM15	1.1	0.57	20	25
COM16	3.1	8.4	7.1	48	RAM16	1.6	0.54	22	32
COM17	0.5	0.7	4.5	18	RAM17	1.1	0.57	48	46
COM18	2.2	24	14	50	RAM18	1.4	0.81	29	33
COM19	0.7	1.5	5.8	48	RAM19	1.5	0.67	19	49
COM20	3.8	6.4	15	39	RAM20	1.2	0.58	14	25
COM21	3.7	4.8	13	57					
COM22	2.0	2.5	4.5	29	VER01	0.80	2.1	6.7	21
					VER02	0.81	0.11	5.1	32
					VER03	1.5	0.23	11	68
CUB01	0.59	0.16	17	41	VER04	0.77	0.07	6.7	16
CUB02	0.20	0.14	2.6	11	VER05	1.7	0.12	11	63
CUB03	0.27	0.10	7.0	17	VER06	1.2	0.11	10	33
CUB04	0.30	0.055	6.8	22	VER07	1.1	0.11	4.8	38
CUB05	0.20	0.079	8.0	23	VER08	1.9	0.17	16	21
CUB06	0.33	0.068	10	54	VER09	0.82	0.17	9.1	15
CUB07	0.36	0.11	6.9	28	VER10	1.2	0.14	11	42
CUB08	0.16	0.067	5.2	26	VER11	0.95	0.10	6.6	28
CUB09	0.42	0.065	17	30	VER12	0.42	0.20	2.9	17
CUB10	0.35	0.14	6.9	23					
CUB11	-	-	-	-					
CUB12	0.39	0.089	18	17	SUPA	0.017	0.011	122	28
CUB13	0.36	0.098	10	13	SUPB	0.018	0.013	71	38
CUB14	1.12	0.15	16	50					
CUB15	0.67	0.097	15	34					
CUB16	0.17	0.079	4.6	19					
CUB17	0.23	0.085	1.6	21					
CUB18	0.45	0.13	9.8	27					
CUB19	-	-	-	-					
CUB20	0.51	0.064	7.2	21					

Table IV.4.S6. Cd, Pb, Cu and Zn concentrations of trout muscles (corrected to express the results in terms of concentrations in wet tissues). COC for Cocurès, COM for Combe Sourde, CUB for Cubières, PDP for Pont-de-la-Planche, RAM for Ramponenche, VER for Verié, and SUP for commercial trout (supermarket).

Sample	Cd ($\mu\text{g g}^{-1}$)	Pb ($\mu\text{g g}^{-1}$)	Cu ($\mu\text{g g}^{-1}$)	Zn ($\mu\text{g g}^{-1}$)	Sample	Cd ($\mu\text{g g}^{-1}$)	Pb ($\mu\text{g g}^{-1}$)	Cu ($\mu\text{g g}^{-1}$)	Zn ($\mu\text{g g}^{-1}$)
COC01	0.012	0.029	0.34	13	PDP01	0.008	0.035	0.31	15
COC02	0.002	0.035	0.41	4.1	PDP02	0.002	0.030	0.09	2.5
COC03	0.002	0.037	0.38	13	PDP03	0.010	0.044	0.39	15
COC04	0.001	0.019	0.32	6.4	PDP04	0.009	0.029	0.37	6.8
COC05	0.002	0.022	0.44	9.1	PDP05	0.012	0.059	0.30	5.2
COC06	0.002	0.019	0.50	12	PDP06	0.007	0.095	0.39	9.8
COC07	0.001	0.037	0.32	7.9	PDP07	0.018	0.078	0.32	8.9
COC08	0.002	0.017	0.43	15	PDP08	0.005	0.035	0.29	14
COC09	0.002	0.016	0.21	3.0	PDP09	0.008	0.062	0.58	14
COC10	0.002	0.029	0.28	3.7	PDP10	0.009	0.041	0.44	7.6
COC11	0.002	0.030	0.35	9.4	PDP11	0.008	0.052	0.43	9.0
COC12	0.003	0.063	0.62	7.1	PDP12	0.007	0.030	0.27	6.3
COC13	0.002	0.017	0.41	14	PDP13	0.006	0.046	0.41	9.1
COC14	0.003	0.022	0.24	19	PDP14	0.009	0.036	0.25	6.0
COC15	0.002	0.044	0.49	8.4	PDP15	0.007	0.112	0.37	4.8
COC16	0.002	0.025	0.19	7.0	PDP16	0.009	0.151	0.22	7.9
COC17	0.002	0.018	0.25	14	PDP17	0.007	0.066	0.41	6.7
COC18	0.002	0.027	0.51	8.4	PDP18	0.009	0.273	0.28	15
COC19	0.003	0.024	0.43	11	PDP19	0.008	0.088	0.33	18
COC20	0.002	0.034	0.66	10	PDP20	0.006	0.035	0.18	8.5
COM01	0.025	0.191	0.28	11	RAM01	0.009	0.069	0.46	4.2
COM02	0.036	0.147	0.55	8.5	RAM02	0.024	0.037	0.32	7.8
COM03	0.033	0.199	0.35	10	RAM03	0.007	0.021	0.33	9.9
COM04	0.118	0.091	0.42	9.2	RAM05	0.012	0.045	0.31	7.0
COM05	0.086	0.101	0.59	8.4	RAM06	0.008	0.146	0.24	7.8
COM06	0.080	0.650	0.32	10	RAM07	0.015	0.052	0.46	10
COM07	0.103	0.698	0.46	14	RAM08	0.021	0.118	0.34	7.4
COM08	0.045	0.222	0.47	11	RAM09	0.007	0.032	0.44	11
COM09	0.023	0.177	0.82	12	RAM10	0.016	0.046	0.37	11
COM10	0.054	0.259	0.23	7.1	RAM11	0.013	0.035	0.29	7.8
COM11	0.058	0.178	0.31	12	RAM12	0.011	0.048	0.37	5.5
COM12	0.011	0.089	0.37	8.4	RAM13	0.017	0.042	0.35	6.2
COM13	0.037	0.111	0.61	22	RAM14	0.021	0.052	0.55	15
COM14	0.056	0.364	0.25	23	RAM15	0.015	0.056	0.54	13
COM15	0.076	0.246	0.44	13	RAM16	0.015	0.057	0.44	20
COM16	0.171	0.491	0.42	9.7	RAM17	0.010	0.035	0.40	13
COM17	0.021	0.100	0.58	10	RAM18	0.011	0.067	0.36	6.5
COM18	0.071	0.395	0.33	25	RAM19	0.015	0.037	0.35	17
COM19	0.010	0.048	0.34	5.7	RAM20	0.010	0.025	0.35	14
COM20	0.060	0.221	0.37	14	VER01	0.013	0.019	0.33	6.5
COM21	0.100	0.951	0.51	14	VER02	0.042	0.038	0.34	6.3
COM22	0.041	0.067	0.24	23	VER03	0.035	0.067	0.59	9.4
CUB01	0.008	0.029	0.51	14	VER04	0.063	0.053	0.63	13
CUB02	0.008	0.023	0.35	6.1	VER05	0.013	0.021	0.24	13
CUB03	0.021	0.032	0.22	12	VER06	0.036	0.055	0.33	4.9
CUB04	0.013	0.035	1.49	24	VER07	0.066	0.085	0.50	22
CUB05	0.005	0.015	0.40	6.1	VER08	0.021	0.028	0.38	7.5
CUB06	0.005	0.021	0.35	8.4	VER09	0.012	0.020	0.26	11
CUB07	0.007	0.020	0.92	9.9	VER10	0.036	0.073	0.39	4.7
CUB08	0.008	0.045	0.47	8.6	VER11	0.037	0.067	0.55	11
CUB09	0.007	0.014	0.70	7.0	VER12	0.019	0.012	0.21	4.0
CUB10	0.004	0.018	0.39	10	SUP1	0.001	0.018	0.27	4.8
CUB11	0.007	0.017	0.39	7.6	SUP2	0.001	0.017	0.32	9.6
CUB12	0.005	0.018	0.27	5.3	SUP3	0.001	0.014	0.30	5.6
CUB13	0.034	0.030	0.27	4.7	SUP4	0.002	0.032	0.36	5.4
CUB14	0.007	0.010	0.32	8.0	SUP5	0.002	0.054	0.50	7.6
CUB15	0.010	0.032	0.30	5.8	SUP6	0.002	0.034	0.37	4.0
CUB16	0.010	0.074	0.48	7.1	SUP7	0.001	0.009	0.25	3.0
CUB17	0.014	0.139	0.61	44	SUP8	0.001	0.017	0.28	4.4
CUB18	0.032	0.016	0.37	8.6	SUP9	0.002	0.038	0.46	4.1
CUB19	0.016	0.041	0.42	18					
CUB20	0.006	0.017	0.26	5.4					

Table IV.4.S7. Cd, Pb, Cu and Zn concentrations in streambed sediments (fraction < 250 µm). COC for Cocurès, COM for Combe Sourde, CUB for Cubières, PDP for Pont-de-la-Planche, RAM for Ramponenche, and VER for Vérié.

Sample	Cd (µg g⁻¹)	Pb (µg g⁻¹)	Cu (µg g⁻¹)	Zn (µg g⁻¹)
COC A	1.4	420	20	160
COC B	1.7	250	19	260
COC C	2.1	280	18	330
COM A	190	25000	53	31000
COM B	160	8100	40	29000
COM C	120	11000	24	25000
CUB A	5.2	2200	17	1200
CUB B	5.4	250	16	1000
CUB C	2.4	290	14	830
PDP A	3.0	880	25	260
PDP B	2.0	860	46	200
PDP C	1.5	200	20	150
RAM A	9.0	2100	61	1400
RAM B	7.5	550	57	1300
VER A	0.31	67	15	140
VER B	0.41	70	14	130

Table IV.4.S8. $^{206}\text{Pb}/^{207}\text{Pb}$ and $^{208}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ ratios in trout livers. COC for Cocurès, COM for Combe Sourde, CUB for Cubières, PDP for Pont-de-la-Planche, RAM for Ramponenche, and VER for Vérié. Errors are given at 95% confidence level. *dupl.* for duplicate.

Sample	$^{206}\text{Pb}/^{207}\text{Pb}$	\pm	$^{208}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$	\pm
COC01	1.178	0.001	2.093	0.004
COC04	1.178	0.002	2.093	0.004
COC06	1.176	0.001	2.096	0.003
COC08	1.178	0.002	2.096	0.003
COM03	1.182	0.002	2.087	0.004
COM06	1.183	0.002	2.084	0.003
COM12	1.183	0.001	2.089	0.005
COM14	1.183	0.002	2.087	0.005
COM22	1.181	0.001	2.085	0.004
CUB01	1.179	0.002	2.091	0.004
<i>CUB01dupl</i>	<i>1.178</i>	<i>0.002</i>	<i>2.092</i>	<i>0.007</i>
CUB14	1.180	0.002	2.089	0.003
PDP11	1.172	0.002	2.094	0.006
PDP12	1.172	0.001	2.096	0.006
PDP15	1.173	0.001	2.092	0.005
PDP16	1.173	0.002	2.094	0.005
PDP20	1.173	0.002	2.096	0.004
RAM01	1.175	0.002	2.094	0.004
RAM04	1.176	0.002	2.092	0.004
RAM06	1.176	0.002	2.095	0.003
RAM18	1.173	0.001	2.098	0.005
RAM19	1.175	0.002	2.098	0.003

Figure IV.4.S1. FA10 for pectoral length (a), pelvic length (b), snout-eye distance (c), operculum-eye distance (d) represented by white boxes. Median Pb in livers (wet-based concentration) for each site is plotted as a bold black line for comparison. COC for Cocurès, COM for Combe Sourde, CUB for Cubières, PDP for Pont-de-la-Planche, RAM for Ramponenche, and VER for Vérié.

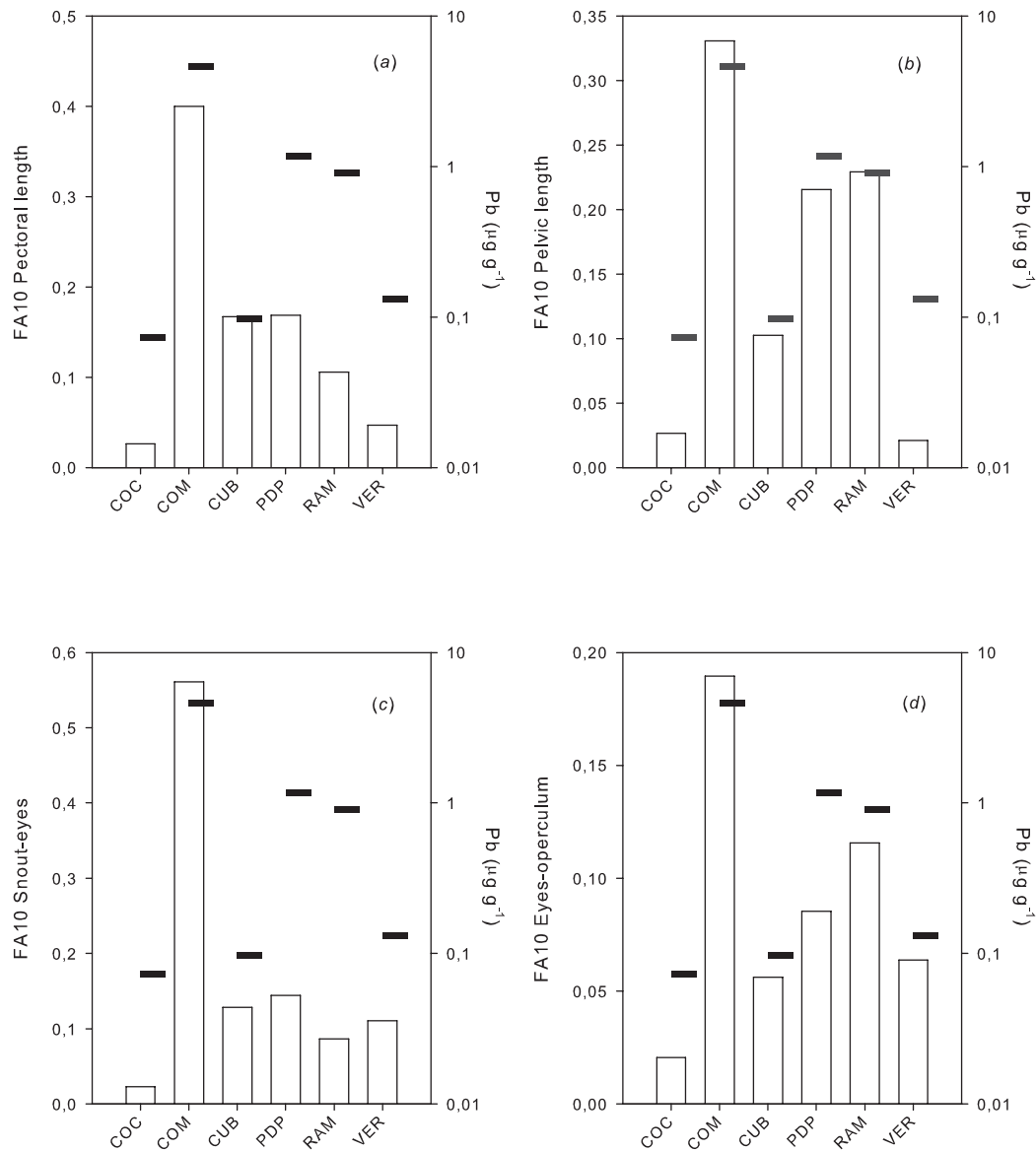


Figure IV.4.S2. FA10 for pectoral length (a), pelvic length (b), snout-eye distance (c), operculum-eye distance (d) represented by white boxes. Median Cd in livers (wet-based concentration) for each site is plotted as a bold black line for comparison. COC for Cocurès, COM for Combe Sourde, CUB for Cubières, PDP for Pont-de-la-Planche, RAM for Ramponenche, and VER for Vérié.

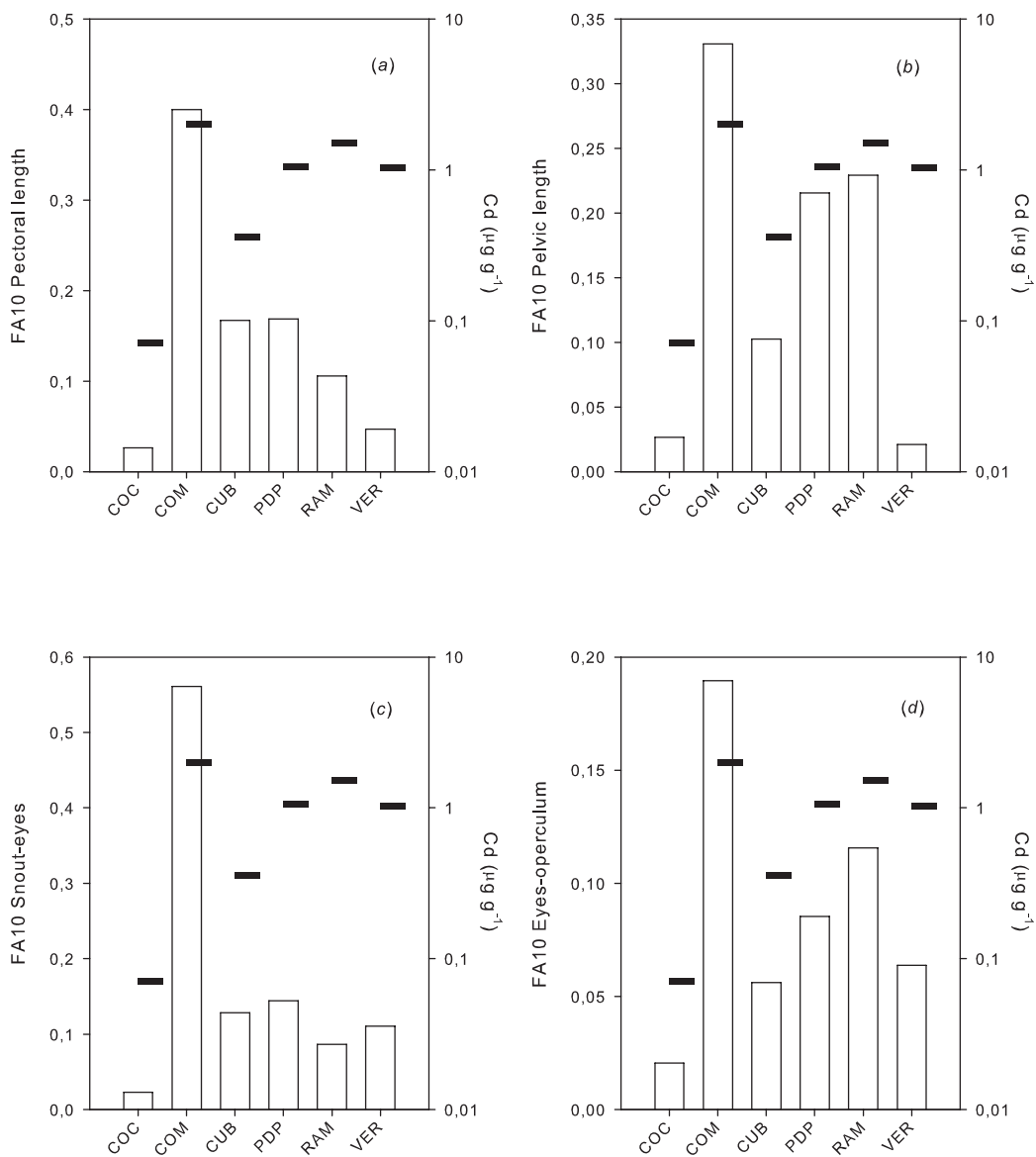


Table IV.4.S9. Measured and certified values of the NIST 1547 (peach leaves), BRC 482 (lichen), BCR 185-R (bovine liver), and DORM 3 (fish protein). The F series corresponds to the bryophyte leaves analytical session, and the T series to the trout liver session. LOD for “Limit Of Detection” assessed from $3 \sigma_{\text{blanks}}$. LOD should be multiplied by the dilution factor to be straightforwardly comparable to the sample concentration.

	Cd	Cu	Pb	Zn
<i>LOD ($\mu\text{g L}^{-1}$)</i>	<i>0.04</i>	<i>0.5</i>	<i>0.6</i>	<i>0.2</i>
NIST 1547 (mg kg⁻¹)				
Fa	< LOD	4.9	< LOD	18.7
Fb	< LOD	4.9	< LOD	18.9
Ta	0.03	3.6	0.78	18.3
Tb	0.01	4.1	0.61	20.1
<i>certified</i>	<i>0.026</i>	<i>3.7</i>	<i>0.87</i>	<i>17.9</i>
BCR 482 (mg kg⁻¹)				
Fa	0.60	7.10	43.6	92.4
Fb	0.50	7.52	38.0	95.3
Ta	0.59	6.13	26.7*	89.9
<i>certified</i>	<i>0.56</i>	<i>7.03</i>	<i>40.9</i>	<i>100.6</i>
BCR 185R (mg kg⁻¹)				
Ta	0.58	296	0.17	123
Tb	0.61	300	0.15	133
Tc	0.61	312	0.22	138
Td	0.54	290	-	141
Te	0.54	282	-	140
Tf	0.57	290	0.31*	146
<i>certified</i>	<i>0.544</i>	<i>277</i>	<i>0.172</i>	<i>138.6</i>
DORM 3 (mg kg⁻¹)				
Ta	0.34	16.8	0.37	53.6
<i>certified</i>	<i>0.29</i>	<i>15.5</i>	<i>0.395</i>	<i>51.3</i>

Table IV.4.S10. Cd, Cu, Pb, Zn concentrations in mg kg⁻¹ (dry weight basis) in *Fontinalis antipyretica*. The A series for mosses sampled in June 2011 and B series for those sampled in July 2011.

mg kg ⁻¹	Cd	Cu	Pb	Zn
Reference (Sioule)				
F01	0.89	26.3	16.3	115
F02	1.07	29.1	15.6	134
F03	0.75	22.9	9.0	88.1
F03 <i>bis</i>	0.71	22.7	9.6	87.9
F04	1.06	26.9	12.1	122
F05	1.26	25.8	12.6	120
F06	0.96	23.4	26.7	110
F06 <i>bis</i>	0.87	24.1	19.3	283
Cure (CUR)				
A1	1.18	20.8	59.8	80.3
A2	1.46	17.2	29.4	85.7
A3	1.47	15.2	25.9	86.1
B1	1.53	17.9	19.3	87.4
B2	2.47	17.7	25.7	131
B3	1.84	15.6	22.1	99.3
Dragne (DRA)				
A1	2.96	30.2	67.8	167
A2	3.32	28.3	71.7	171
A3	2.79	26.9	87.7	161
A4	2.16	23.4	55.7	120
B1	4.16	25.7	39.1	164
B2	4.86	31.0	72.7	202
B3	2.73	25.7	52.0	125
B4	3.45	22.3	31.4	138
Anguison (ANG)				
A1	1.71	31.8	69.5	177
A2	1.60	26.6	64.9	215
A2 <i>bis</i>	1.65	24.7	65.3	206
A3	2.26	30.6	82.4	274
B1	2.49	34.0	102.5	242
B1 <i>bis</i>	2.47	35.4	104.7	249
B2	2.37	32.9	75.0	334
B3	3.07	35.7	76.4	389

Table IV.4.S11. Cd, Cu, Pb, Zn concentrations in mg kg⁻¹ (dry weight basis) in wild brown trout livers.

mg kg ⁻¹ dw	Cd	Cu	Pb	Zn	mg kg ⁻¹ dw	Cd	Cu	Pb	Zn
Cure (CUR)					Anguison (ANG)				
T1	0.76	76.4	0.13	173	T38	0.69	161	0.73	116
T2	0.88	108	0.18	169	T39	0.31	49.2	0.13	123
T3	0.53	85.7	<LOD	182	T40	0.32	125	0.30	107
T4	0.99	162	0.26	138	T40 <i>bis</i>	0.30	120	0.25	106
T5	1.12	158	0.24	167	T41	0.24	108	0.22	136
T5 <i>bis</i>	1.06	154	0.22	165	Dragne (DRA)				
T6	1.42	230	0.15	167	T42	3.99	430	<LOD	316
T7	0.70	63.2	0.22	205	T43	2.66	451	0.24	219
T8	0.58	59.7	0.15	220	T44	4.75	203	0.47	399
T9	0.31	35.2	0.15	153	T45	3.66	435	0.36	187
T10	0.45	46.5	<LOD	165	T46	3.11	385	0.31	175
T11	0.70	111	0.32	174	T47	3.67	349	0.28	173
T12	0.90	57.7	0.17	190	T48	8.03	484	0.39	220
T13	1.11	43.8	0.44	232	T49	2.92	310	0.12	197
T14	1.34	61.4	0.19	184	T50	4.27	365	0.43	140
T15	1.08	119	0.21	205	T51	2.82	189	<LOD	162
T16	1.01	52.2	0.20	170	T52	2.13	155	0.28	321
T16 <i>bis</i>	1.04	55.3	0.12	194	T53	3.36	246	0.22	173
T17	0.93	151	0.22	181	T54	3.65	183	0.33	461
T18	1.16	43.1	0.28	302	T55	2.64	79.5	<LOD	315
T19	1.19	140	0.24	210	T56	3.21	333	<LOD	274
T20	0.58	30.5	<LOD	176	T57	1.37	46.2	0.13	197
T20 <i>bis</i>	0.54	26.3	<LOD	173	T58	3.52	253	<LOD	234
T21	0.66	76.9	0.24	248	T59	2.95	233	0.14	187
T22	0.86	39.1	<LOD	241	T60	1.16	165	0.10	166
T23	0.93	152	0.22	251	T61	1.77	111	0.10	194
T24	1.01	30.1	<LOD	288	T62	1.99	114	0.10	133
T25	0.53	222	<LOD	210	T63	3.21	141	0.13	223
T26	1.78	201	0.43	236	T64	2.41	123	<LOD	142
T27	0.66	85.0	<LOD	290	T65	2.45	109	0.11	158
T28	0.81	52.3	<LOD	154	T65 <i>bis</i>	2.35	104	<LOD	149
T29	1.45	108	0.23	208	T66	7.60	346	0.28	224
T30	0.96	74.9	0.14	229	T67	3.09	124	<LOD	168
T31	1.13	245	<LOD	265	T67 <i>bis</i>	2.92	127	0.10	187
T32	1.37	147	1.02	201	T68	4.00	243	0.22	214
T33	1.68	49.2	0.34	223	T69	4.33	271	0.24	363
T33 <i>bis</i>	1.63	48.5	<LOD	223	T70	3.01	98.0	0.18	173
T34	0.90	129	<LOD	184	T71	2.10	87.6	0.16	158
T35	0.81	36.6	<LOD	229	T72	2.99	91.7	0.12	159
T36	0.74	49.5	<LOD	283					
T37	0.86	43.1	0.12	165					

Table IV.4.S12. Model selection results using the bias-corrected version of the Akaike Information Criterion (AICc) for TM concentrations in bryophytes.

Models	<i>n</i>	LL	K	AICc	wic	Δ AICc
log₁₀(Cd fontinalis) ~ time +sector	20	24.4	5	-34.6	0.98	0
log ₁₀ (Cd fontinalis) ~ time * sector	20	24.5	7	-25.7	0.01	8.9
log ₁₀ (Cd fontinalis) ~ sector	20	17.6	4	-24.5	0.01	10.1
log ₁₀ (Cd fontinalis) ~ time	20	10.4	3	-13.3	0	21.3
log ₁₀ (Cd fontinalis) ~ 1	20	8.2	2	-11.7	0	22.8
log₁₀(Cu fontinalis) ~ sector	20	33	4	-55.4	0.83	0
log ₁₀ (Cu fontinalis) ~ time + sector	20	33.2	5	-52	0.16	3.32
log ₁₀ (Cu fontinalis) ~ time * sector	20	35.2	7	-47	0.01	8.39
log ₁₀ (Cu fontinalis) ~ 1	20	15.4	2	-26	0	29.3
log ₁₀ (Cu fontinalis) ~ time	20	15.4	3	-23.3	0	32.1
log ₁₀ (Pb fontinalis) ~ time + sector	20	14.8	5	-15.4	0.52	0
log₁₀(Pb fontinalis) ~ sector	20	12.7	4	-14.7	0.37	0.69
log ₁₀ (Pb fontinalis) ~ time * sector	20	17.9	7	-12.4	0.12	2.96
log ₁₀ (Pb fontinalis) ~ 1	20	2.13	2	0.44	0	15.8
log ₁₀ (Pb fontinalis) ~ time	20	2.83	3	1.83	0	17.2
log ₁₀ (Zn fontinalis) ~ time + sector	20	22.9	5	-31.5	0.59	0
log₁₀(Zn fontinalis) ~ sector	20	20.6	4	-30.6	0.37	0.93
log ₁₀ (Zn fontinalis) ~ time * sector	20	24.9	7	-26.4	0.05	5.1
log ₁₀ (Zn fontinalis) ~ 1	20	4.45	2	-4.2	0	27.3
log ₁₀ (Zn fontinalis) ~ time	20	4.87	3	-2.23	0	29.3

n: sample size, LL: maximised log-likelihood, K: number of estimated parameters, AICc: value of the corrected Akaike Information Criterion, wic: Akaike weight of the model, ΔAICc: difference between AICc of a model and the lowest value of AICc.

Table IV.4.S13. Model selection results using the bias-corrected version of the Akaike Information Criterion (AICc) for liver TM concentrations in trout.

Models	<i>n</i>	LL	K	AICc	wic	Δ AICc
$\log_{10}(\text{Cd trout}) \sim \text{sector}$	68	25.9	3	-45.4	0.79	0.00
$\log_{10}(\text{Cd trout}) \sim \text{age} + \text{sector}$	68	30.6	8	-42.7	0.21	2.69
$\log_{10}(\text{Cd trout}) \sim \text{age}$	68	-9.11	7	34.1	0	79.5
$\log_{10}(\text{Cd trout}) \sim \text{mass}$	68	-16	3	38.3	0	83.7
$\log_{10}(\text{Cd trout}) \sim \text{size}$	68	-16.1	3	38.6	0	84
$\log_{10}(\text{Cd trout}) \sim I$	68	-17.9	2	40	0	85.4
$\log_{10}(\text{Cd trout}) \sim \text{gender}$	68	-17.9	3	42.2	0	87.6
$\log_{10}(\text{Cu trout}) \sim \text{gender} + \text{sector}$	68	-4.08	4	16.8	0.6	0.00
$\log_{10}(\text{Cu trout}) \sim \text{sector}$	68	-5.62	3	17.6	0.4	0.82
$\log_{10}(\text{Cu trout}) \sim \text{gender}$	68	-18.8	3	43.9	0	27.1
$\log_{10}(\text{Cu trout}) \sim I$	68	-20.2	2	44.6	0	27.8
$\log_{10}(\text{Cu trout}) \sim \text{mass}$	68	-19.7	3	45.7	0	28.9
$\log_{10}(\text{Cu trout}) \sim \text{size}$	68	-19.8	3	45.9	0	29.1
$\log_{10}(\text{Cu trout}) \sim \text{age}$	68	-15.7	7	47.3	0	30.5
$\log_{10}(\text{Pb trout}) \sim I$	68	-8.9	2	22	0.36	0.00
$\log_{10}(\text{Cu trout}) \sim \text{gender}$	68	-8.4	3	23.2	0.2	1.20
$\log_{10}(\text{Cu trout}) \sim \text{size}$	68	-8.67	3	23.7	0.15	1.72
$\log_{10}(\text{Cu trout}) \sim \text{mass}$	68	-8.72	3	23.8	0.14	1.84
$\log_{10}(\text{Cu trout}) \sim \text{sector}$	68	-8.73	3	23.8	0.14	1.85
$\log_{10}(\text{Cu trout}) \sim \text{age}$	68	-8.38	7	32.6	0	10.6
$\log_{10}(\text{Zn trout}) \sim \text{size}$	68	55.1	3	-104	0.43	0.00
$\log_{10}(\text{Zn trout}) \sim \text{mass}$	68	54.7	3	-103	0.28	0.85
$\log_{10}(\text{Zn trout}) \sim \text{age}$	68	58.4	7	-101	0.1	2.95
$\log_{10}(\text{Zn trout}) \sim I$	68	52.5	2	-101	0.1	3.00
$\log_{10}(\text{Zn trout}) \sim \text{gender}$	68	53	3	-99.6	0.05	4.24
$\log_{10}(\text{Zn trout}) \sim \text{sector}$	68	52.6	3	-98.8	0.04	5.02

n: sample size, LL: maximised log-likelihood, K: number of estimated parameters, AICc: value of the corrected Akaike Information Criterion, wic: Akaike weight of the model, Δ AICc: difference between AICc of a model and the lowest value of AICc.

Table IV.4.S14. Model selection results using the bias-corrected version of the Akaike Information Criterion (AICc) for trout condition indices.

Models	<i>n</i>	LL	K	AICc	wic	Δ AICc
SMI ~ sector + log₁₀(Pb trout)	68	-198	4	404	0.92	0.00
SMI ~ sector	68	-202	3	409	0.07	5.08
SMI ~ log ₁₀ (Pb trout)	68	-205	3	417	0	12.9
SMI ~ log ₁₀ (Cd trout)	68	-206	3	418	0	14
SMI ~ log ₁₀ (Cu trout)	68	-206	3	419	0	14.5
<i>SMI ~ I</i>	68	-209	2	422	0	17.9
SMI ~ log ₁₀ (Zn trout)	68	-208	3	423	0	18.7
SMI ~ size	68	-208	3	423	0	18.8
SMI ~ age	68	-204	7	423	0	19.2
SMI ~ gender	68	-209	3	423	0	19.2
SMI ~ mass	68	-209	3	424	0	19.8
SLI ~ size + sector + log ₁₀ (Pb trout)	68	20.5	5	-29.9	0.60	0.00
SLI ~sector + log₁₀(Pb trout)	68	18.8	4	-29	0.37	0.95
SLI ~ log ₁₀ (Pb trout)	68	14.5	3	-22.6	0.02	7.29
SLI ~ log ₁₀ (Zn trout)	68	13	3	-19.6	0.00	10.3
SLI ~ sector	68	12.4	3	-18.4	0	11.5
SLI ~ size	68	9.79	3	-13.2	0	16.7
SLI ~ mass	68	9.4	3	-12.4	0	17.5
<i>SLI ~ I</i>	68	8.16	2	-12.1	0	17.8
SLI ~ age	68	13.8	7	-11.7	0	18.3
SLI ~ log ₁₀ (Cd trout)	68	8.8	3	-11.2	0	18.7
SLI ~ gender	68	8.28	3	-10.2	0	19.8
SLI ~ log ₁₀ (Cu trout)	68	8.17	3	-9.97	0	20

SMI: scaled mass index, SLI: scaled liver index, *n*: sample size, LL: maximised log-likelihood, K: number of estimated parameters, AICc: value of the corrected Akaike Information Criterion, wic: Akaike weight of the model, Δ AICc: difference between AICc of a model and the lowest value of AICc.

Résumé

Le Morvan et les Cévennes sont des massifs protégés pour leurs paysages et leur biodiversité exceptionnels. Cependant dès la Protohistoire, ces régions ont été le lieu d'activités minières et métallurgiques. De telles activités peuvent impacter de façon durable les écosystèmes. Il est donc important de les localiser, puis de quantifier leur impact sur la faune et la flore. Le présent travail propose une démarche pluridisciplinaire alliant archéologie, géochimie, écologie et écotoxicologie. L'application de méthodes statistiques empruntées à la prospection minière a permis de dresser des cartes de potentiel minier, afin de guider l'archéologue dans ses recherches de terrain. Des cartes de distribution spatiale des éléments traces métalliques ont été construites sur six sites (trois dans chaque parc). La biodisponibilité des éléments traces métalliques a été estimée sur des mulots, des truites et des bryophytes. Bien que la plupart de ces éléments semblent appartenir à la fraction non-extractible des sols, la part biodisponible restante peut être détectée dans des bioindicateurs. Une relation négative entre les indices de condition et la concentration en plomb dans les animaux, et dans certains cas une plus grande instabilité de développement a été trouvée, suggérant la présence d'effets délétères sur les organismes. L'impact des anciens sites miniers et métallurgiques est donc toujours décelable dans les écosystèmes actuels. Ces sites doivent être surveillés, notamment au sein des zones protégées supposées à tort comme éloignées de toutes contaminations anthropiques.

Mots-Clés : éléments traces métalliques, mines anciennes, sol, asymétrie fluctuante, mulot sylvestre, truite fario.

Impact of ancient mining and smelting activities on present terrestrial and aquatic ecosystems.

Abstract

The Morvan and the Cevennes Massifs are now protected areas because of their outstanding landscapes and biodiversity. However, from Prehistory onwards, mining and smelting activities existed in these regions. Such activities may have a lasting effect on ecosystems. Locating these ancient sites is therefore capital and impacts on fauna and flora must be quantified. The present work is based in on a multidisciplinary approach, combining archaeology, geochemistry, ecology and ecotoxicology. Statistical methods from modern prospection techniques were used to delineate geochemical anomalies, potentially due to mining exploitation, thus facilitating archaeological prospection. Spatial distribution maps of trace metals were created for six sites (three in each park). Biodisponibility was assessed through analyses of wood mice, trout and bryophytes. Even though most of these elements are incorporated into the non-extractable soil fraction, the remaining bioavailable trace metals can be detected in the bioindicators. A negative relationship between Pb concentrations in animals and their body condition indices was observed and, in some cases, developmental instability was higher, suggesting deleterious effects on wildlife. The impact of past mining and smelting works still remains traceable in ecosystems today. Such sites should therefore be monitored, particularly in protected areas, erroneously thought to be free of any anthropogenic contamination.

Keywords: trace metals, ancient mining, soil, fluctuating asymmetry, wood mouse, wild brown trout.

Cette thèse a été financée par le Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche (allocation de recherche). Les analyses ont été financées par le FEDER, la région Bourgogne, un BQR Université de Bourgogne, et le Parc national des Cévennes. Il a été soutenu par le Parc naturel régional du Morvan et le Centre archéologique européen de Bibracte.



BIBRACTE



UNION EUROPÉENNE
Ce projet est co-financé par
l'Union Européenne.
L'Europe s'engage en
Bourgogne avec le FEDER.