

Gael Le Roux
Alain Véron
Christophe Morhange

CARACTÉRISATION GÉOCHIMIQUE DE L'ANTHROPISATION DANS LE PORT ANTIQUE DE SIDON

37

Depuis 1998, les ports antiques de Sidon font l'objet de campagnes de carottages dans le cadre du programme de recherches géoarchéologiques du British Museum et du projet franco-libanais CEDRE (Doumet-Serhal, 1999). Les principaux objectifs sont la reconstitution des paléoenvironnements et l'étude des impacts anthropiques (Espic *et al.*, dans ce numéro p. 28-36).

Dans cet article, nous proposons d'étudier l'impact historique de la métallurgie dans le port nord de Sidon grâce aux concentrations et aux rapports isotopiques en plomb des sédiments. La question controversée de l'origine des métaux (Wertime, 1973) sera aussi posée.

Le plomb a déjà fait l'objet de nombreuses études paléoenvironnementales (Weiss *et al.*, 1999) et archéologiques (Begemann *et al.*, 1989). En effet, c'est un métal lié à l'activité humaine. Le plus vieil artefact retrouvé en plomb date de 6400 av.J.-C. en Turquie (Wertime, 1973) et la rareté du plomb natif induit que les objets en plomb sont toujours associés à une activité métallurgique.

L'exploitation et l'utilisation du plomb ont varié spatialement et en terme de production au cours du temps. Allié principalement à l'étain et au cuivre pour constituer des bronzes plombés durant l'âge du Bronze, sa production a augmenté considérablement durant l'Antiquité où il était utilisé entre autre pour les canalisations, la pharmacopée, la vaisselle et la monnaie (Nriagu, 1996).

Les rapports des isotopes stables du plomb constituent des traceurs de l'activité anthropique et des sources de minerais. Ces isotopes stables (^{204}Pb , ^{206}Pb , ^{207}Pb , ^{208}Pb) dont les trois derniers sont radiogéniques et proviennent respectivement des chaînes de désintégration radioactives de ^{238}U , ^{235}U et ^{232}Th (Dickin, 1995). Durant la formation du minerai, le plomb est séparé de l'uranium et du thorium. La composition isotopique du minerai reste alors inchangée alors que la composition isotopique crustale continue d'évoluer. Ainsi les rapports $^{206}\text{Pb}/^{207}\text{Pb}$ dans des sédiments marins non contaminés seront généralement supérieurs à 1,20 (Chow et Patterson, 1962; Ferrand *et al.*, 1999)

alors que le plomb du minerai (dit anthropique) aura un rapport généralement moins radiogénique et variable selon l'âge et la composition initiale du minerai (par exemple entre 1,16 et 1,17 pour les mines de Rio Tinto, Espagne). Compte tenu de la précision analytique sur la détermination des rapports $^{206}\text{Pb}/^{207}\text{Pb}$ (de l'ordre de 0,05%) et des variations isotopiques généralement rencontrées dans les sédiments, des variations de 0,2% pourront être interprétées comme indicatives de sources différentes.

Les objectifs en mesurant des concentrations et des rapports isotopiques dans les sédiments du port antique de Sidon sont les suivants:

L'importance du signal anthropique devrait nous permettre de caractériser l'évolution de l'activité métallurgique et de quantifier géochimiquement, la contamination résultant de l'anthropisation. Cette quantification associée à d'autres analyses (sédimentologiques, palynologiques, biologiques...) illustre alors l'impact d'origine anthropique (construction du port, ateliers métallurgiques...) sur l'environnement.

En cas de contamination, les signatures isotopiques pourraient nous fournir des informations sur la provenance du plomb utilisé, de mieux caractériser les échanges commerciaux et ainsi de préciser l'évolution socio-économique du site étudié. Ceci est particulièrement important pour Sidon, connue pour sa métallurgie du bronze et du fer durant l'Antiquité (Falsone, 1992; Jidéjan, 1995). De surcroît, il n'existe pas de ressources importantes en métaux au Liban (Dubertret, 1955) et les Sidoniens devaient importer des métaux loin de leurs bases (Baurain et Bonnet, 1992).

MÉTHODES

Les sédiments proviennent du carottage BH IX, localisé au cœur du bassin portuaire Nord (Espic *et al.*, ce numéro: fig. 1, p. 29). Les sédiments carottés ont été échantillonnés sur place et conservés dans des sacs plastiques les préservant ainsi de toute contamination. Les prélèvements sont ensuite lyophilisés et broyés au mortier en agate.

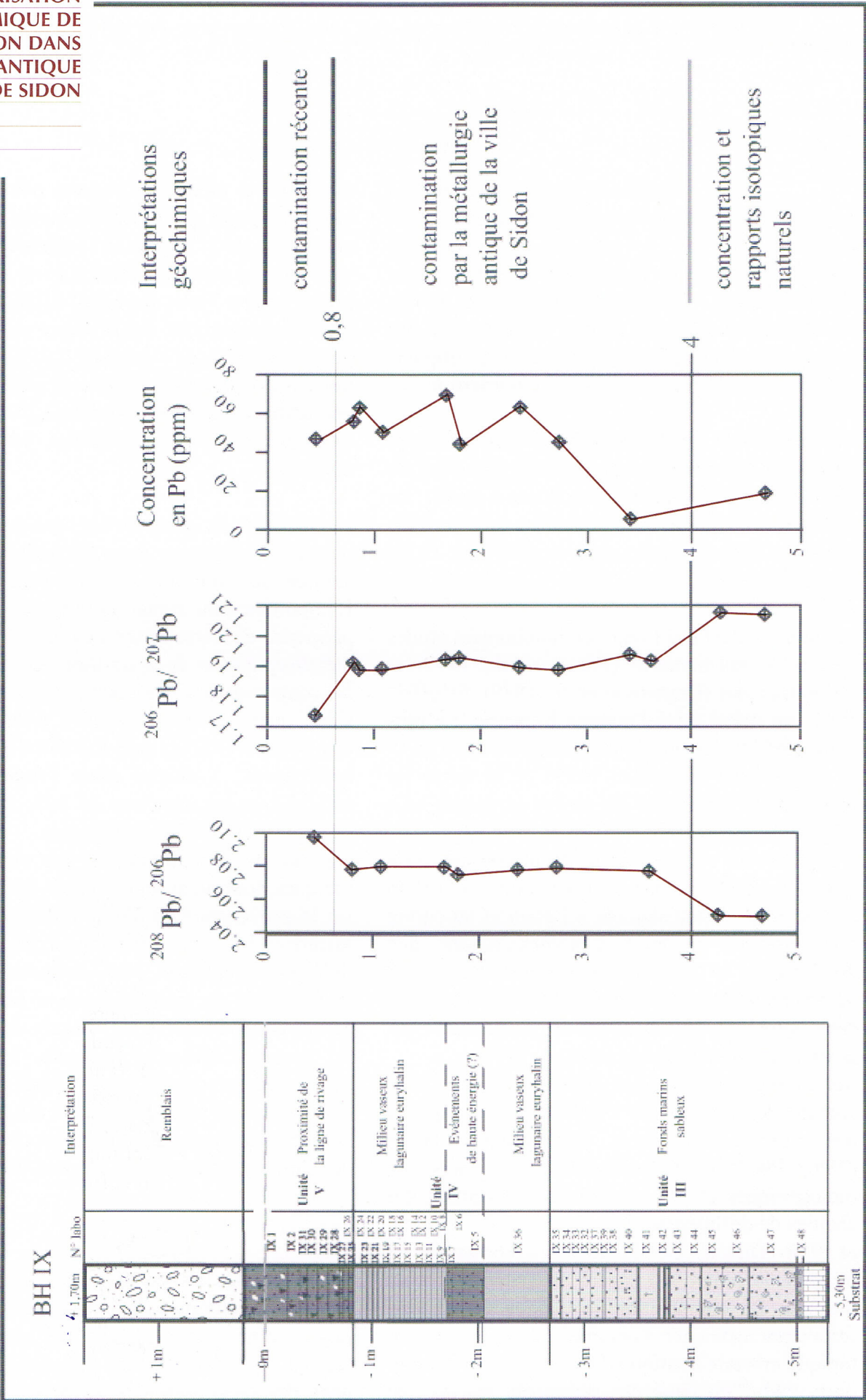


Fig.1 Colonne stratigraphique et mesures des concentrations et rapports isotopiques.

Quelques mg de sédiment sont attaqués à chaud (120°C) dans un bécher en téflon avec un mélange HNO_3 (15N), HCl (12N) et HF . Après évaporation à sec, l'échantillon est repris en HBr (0,5N). La solution est alors passée sur une résine Ag1-X8 (10 μL) afin d'extraire le plomb. Les échantillons purifiés sont ensuite déposés sur un filament de rhénium avec un mélange de H_3PO_4 et de silicagel pour mesurer des isotopes du plomb par spectrométrie de masse source solide à ther-moionisation (spectromètre Finnigan MAT 262). Les rapports obtenus sont corrigés du fractionnement de masse avec le standard NBS SRM981. Les concentrations en plomb sont mesurées par dilution isotopique, c'est à dire en ajoutant une solution (spike) dont la concentration en ^{208}Pb est connue. L'ensemble de ces méthodes sur les sédiments sont plus largement présentés dans Hamelin *et al.*, 1990.

Les concentrations mesurées dans les sédiments dépendent de la contamination anthropique mais aussi de facteurs granulométriques, minéralogiques et sédimentaires (flux particulaire, taux de carbonates, origine des sédiments). On dispose ici des taux de carbonates. Ils sont relativement constants (45-55% en poids à Sidon) et donc ils ne sont pas responsables des variations significatives des concentrations observées. Les datations ^{14}C ne sont pas encore connues. On ne peut donc contraindre correctement les taux de sédimentation, mais des corrélations sédimentaires (Espic *et al.*, ce numéro p. 28-36) et géochimiques (Le Roux, 2001) permettent d'apporter des éléments chronostratigraphiques.

RÉSULTATS (fig.1)

Il est possible de distinguer trois phases dans l'évolution des rapports isotopiques et des concentrations en plomb. A - 4m, les concentrations sont inférieures à 20ppm et le rapport $^{206}\text{Pb}/^{207}\text{Pb}$ est de l'ordre de 1,210.

Vers 3,75m les rapports isotopiques changent (diminution de $^{206}\text{Pb}/^{207}\text{Pb}$ jusqu'à 1.190) et les concentrations augmentent. Ensuite et jusqu'à la fin de l'unité IV (0.83m de prof.), les rapports isotopiques sont très peu variables et les concentrations toujours supérieures à 40ppm.

Enfin le point mesuré correspondant à la période

moderne indique une concentration similaire à celle mesurée dans les niveaux précédents et des rapports isotopiques moins radiogéniques ($^{206}\text{Pb}/^{207}\text{Pb}=1.174$).

DISCUSSION

La base de la carotte montre des rapports isotopiques crustaux avec des concentrations inférieures à 20ppm. Les rapports isotopiques changent avant les concentrations. La très faible concentration mesurée (5,5ppm) peut - être due à une variation des apports sédimentaires.

Les rapports isotopiques sont constants ($^{206}\text{Pb}/^{207}\text{Pb}$ toujours proche de 1.190) entre le 1er millénaire avant et le 1er millénaire après le Christ. L'activité métallurgique est mise en évidence avant la mise en place du port qui est caractérisée par un changement de faciès de l'unité III sableuse vers l'unité IV vaseuse (vers 3500 av. J.-C. d'après les corrélations avec la carotte BHI). Les concentrations (>30ppm) varient lors des événements de haute énergie. Ces variations restent faibles et sont généralement dues à la minéralogie (par exemple injection sableuse traduite par une granulométrie plus grossière). Cette constance dans les rapports isotopiques pourrait traduire une source constante dans les minerais utilisés de l'âge du Bronze à l'Époque Romaine.

La figure 2 montre les signatures isotopiques ($^{206}\text{Pb}/^{207}\text{Pb}$ et $^{208}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$) du Pb de Sidon. La signature mesurée en base de carotte ($^{206}\text{Pb}/^{207}\text{Pb}=1,207$; $^{208}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}=2,05$) n'est pas représentée par souci d'une représentation plus fiable des variations isotopiques d'origine Anthropique. Les rapports isotopiques "bruts" représentent le mélange entre le plomb naturellement contenu dans le sédiment et le plomb provenant de la métallurgie. Pour dissocier le plomb d'origine métallurgique de celui contenu naturellement dans la matrice sédimentaire, nous avons considéré que la base de la carotte représente le sédiment non contaminé. Nous obtenons alors pour chaque mesure les signatures du plomb provenant seulement de la métallurgie. Afin de comparer avec les différents domaines isotopiques des mines et pour montrer la variation des rapports isotopiques du plomb d'origine anthropique, nous avons associé les points calculés sous forme d'un domaine (fig. 2).

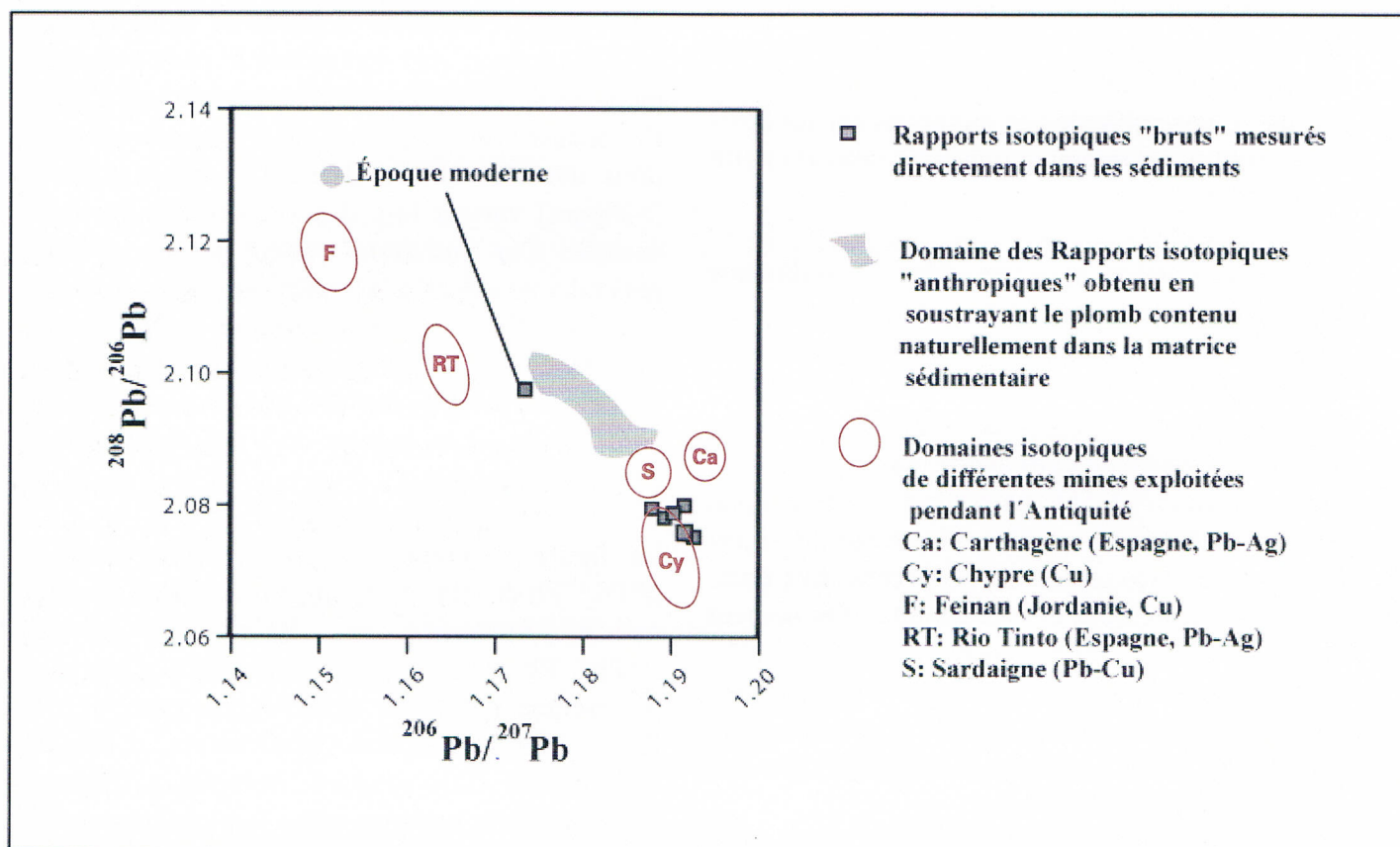
Le domaine du plomb anthropique n'est pas précisément le même que celui d'une mine connue dans l'antiquité mais traduirait un mélange des mines espagnoles du Rio Tinto et de Carthagène.

Toutefois l'influence des mines sardes n'est pas impossible, les phéniciens étant aussi installés dans le Sud de la Sardaigne (Baurain et Bonnet, 1992). La signature des sédiments de Sidon ne semble pas influencée par les minerais de cuivre de Chypre. Ce résultat paraît en contradiction avec l'idée reçue d'un acheminement significatif du cuivre d'origine chypriote à Sidon. Il est possible que le cuivre transporté ait

plomb d'origine anthropique sont effectivement caractéristiques de l'ère industrielle (Dunlap *et al.*, 1999; Rosman *et al.*, 2000).

PERSPECTIVES

L'utilisation du plomb et de ses isotopes comme traceur de l'activité métallurgique dans un port antique a été montrée pour la première fois (Le Roux, 2001). Des contaminations dues à la métallurgie locale ont été mises en évidence isotopiquement. Les implications géoarchéologiques de ce travail sont significatives: les contaminations observées permettent de confirmer l'occupation protohistorique de Sidon.



été largement purifié et contienne peu de plomb (Stos-Gale *et al.*, 1997). De même les mines de cuivre de Jordanie ne paraissent pas à l'origine du plomb anthropique des sédiments sidoniens. Le plomb ayant contaminé les sédiments portuaires de Sidon semble donc posséder une origine largement espagnole, ce qui témoigne à nouveau de leur exploitation intensive durant l'Antiquité par les phéniciens puis les romains (Nriagu, 1983).

La mesure datée de l'époque moderne (post XVIII^{ème} siècle) montre une signature moins radiogénique. Les rapports isotopiques calculés du

Fig. .2 Signatures isotopiques du plomb retrouvé dans les sédiments de Sidon représentées dans un diagramme $^{208}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ vs. $^{206}\text{Pb}/^{207}\text{Pb}$ et domaines des principales mines ayant pu fournir du plomb aux Sidoniens (d'après Hauptmann *et al.*, 1992; Labonne, 1997; Pomiès *et al.*, 1998; Stos-Gale *et al.*, 1997; Wertime, 1973).

Afin de vérifier la validité du traçage des sources de plomb par ses isotopes dans les sédiments antiques et de l'utiliser dans des sites où l'on ne trouve pas d'artefacts, il serait nécessaire de mesurer les signatures isotopiques d'objets ou artefacts fabriqués in situ. Enfin les sédiments

portuaires d'autres villes phéniciennes (Byblos, Beyrouth, Tyr, Larnaca) pourraient être étudiées par analogie. L'analyse des sédiments chypriotes pourrait permettre d'évaluer la contamination des sédiments par la métallurgie du cuivre. Des dif-

férences en termes de sources et d'évolution temporelle dans les différents ports pourraient également nous aider à mieux préciser et comparer les approvisionnements en minerais des villes phéniciennes.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Baurain C. et Bonnet C. (1992) *Les phéniciens marins des trois continents*. Armand Collin.
- Begemann F., Schmitt-Strecker S. et Pernicka E. (1989) Isotopic Composition of Lead in Early Metal Artefacts, Results, Possibilities and Limitations. In *Archäometallurgie der Alten Welt, Beiträge zum Internationalen Symposium "Old World Archaeometallurgy", Heidelberg 1987* (ed. A. Hauptmann, E. Pernicka, and G. A. Wagner).
- Chow T. J et Patterson C.C., (1962) The occurrence and significance of lead isotopes in pelagic sediments. *Geochim. Cosmochim. Acta*, 26, 263-308.
- Dickin A. P. (1995) *Radiogenic isotope geology*. Cambridge University Press.
- Doumet-Serhal C. (1999) Discoveries around the harbour in Sidon. *National Museum News* (10), 40-41.
- Dubertret L. (1955) Carte géologique du Liban au 1/200000ème et notice. IGN.
- Dunlap C. E., Steinnes E. et Russel Flegal A. (1999) A synthesis of lead isotopes in two millennia of European Air. *Earth and Planetary Letters* 167, 81-88.
- Falsone G. (1992) Article: bronzes. In *Dictionnaire de la civilisation phénicienne et punique* (ed. E. Lipinski). Brepols.
- Ferrand J.L., Hamelin B., et Monaco A., 1999, *Isotopic tracing of anthropogenic Pb inventories and sedimentary fluxes in the Gulf of Lions*. Cont. Shelf Res., 23-47.
- Hamelin B., Grousset F. et Sholkovitz E. R. (1990) Pb isotopes in surficial pelagic sediments from the North Atlantic. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 54, 37-47.
- Hauptmann A., Begemann F., Ekkehard H., Pernicka E. et Schmitt-Strecker S. (1992) Early Copper Produced at Feinan, Wadi Araba, Jordan: The composition of Ores and Copper. *Archeomaterials* 6(1), 1-33.
- Jidéjan N. (1995) *Sidon à travers les âges*. Librairie orientale, Beyrouth.
- Labonne M. (1997) *Isotopes du Pb, du Sr et des métaux traces dans les mollusques: contraintes sur les sources de métaux et les mouvements d'eaux*, thèse de sciences, Montpellier II.
- Le Roux G. (2001) *Caractérisation Géochimique de l'Anthropisation dans les Ports Antiques Méditerranéens*. DEA, University of Aix-Marseille 1.
- Nriagu J. O. (1983) *Lead and Lead Poisoning in Antiquity*. New-York.
- Nriagu J. O. (1996) A history of global metal pollution. *Science* 272, 223-224.
- Pomiès C., Cocherie A., Guerrot C., Marcoux E. et Lancelot J. (1998) Assessment of the precision and accuracy of lead-isotope ratios measured by TIMS for geochemical applications: example massive sulphide deposits (Rio Tinto, Spain). *Chemical Geology* 144, 137-149.
- Rosman K. J. R., Ly C., Van de Velde K. et Boutron C. F. (2000) A two century record of lead isotopes in high altitude Alpine snow and ice. *Earth and Planetary Letters* (176), 413-424.
- Stos-Gale Z. A., Malietis G., Gale N. H. et Annetts N. (1997) Lead isotope characteristics of the Cyprus copper ore deposits applied to provenance studies of copper oxhide ingots. *Archeometry* 39(1), 83-123.
- Weiss D., Shotyk W. et Kempf O. (1999) Archives of Atmospheric Lead Pollution. *Naturwissenschaften* (86), 262-275.
- Wertim T. A. (1973) The Beginnings of Metallurgy: A New Look. *Science* 182 (4115), 875-887.