



Institut de Physique du Globe de Paris  
Université Pierre et Marie Curie – Paris 6



# **THÈSE DE DOCTORAT DE L'INSTITUT DE PHYSIQUE DU GLOBE DE PARIS**

Spécialité : Géophysique Appliquée  
École doctorale des Sciences de la Terre

Pour obtenir le grade de  
**Docteur de l'Institut de Physique du Globe de Paris**

Sujet de la thèse :

## **Contribution à la caractérisation du type d'occupation des sols à partir des propriétés magnétiques**

Présentée par

Marie PÉTRONILLE

Soutenue le 6 novembre 2009

Devant le jury composé de :

Mr. Vincent COURTILOT	Examineur
Mr. Jörg FASSBINDER	Rapporteur
Mr. Yves GALLET	Examineur
Mr. Pierre ROCHETTE	Rapporteur
Mr. Alain TABBAGH	Directeur de thèse

À ma famille ...



# Remerciements

Je souhaite commencer cette page en remerciant tout d'abord l'IPGP pour m'avoir permis de faire une thèse dans de bonnes conditions et de traiter un sujet mêlant sciences et archéologie.

Je remercie également les membres de jury d'avoir bien voulu se pencher sur mon sujet de thèse et d'avoir pris le temps de lire et de corriger mon travail.

Mes premières pensées s'adressent aussi à mon directeur de thèse, Alain Tabbagh, qui m'a accueillie au sein du laboratoire Sisyphe et m'a guidée tout au long de ces quatre années par de précieux conseils.

Je souhaite également remercier tout particulièrement les personnes qui m'ont aidée dans mes travaux, notamment ces derniers mois. Une pensée particulière revient tout d'abord à Agnès Elmaleh, qui m'a aidée avec la plus grande gentillesse et la plus grande patience du monde. Merci à Maxime le Goff et à Bernard Henry pour leurs conseils et pour l'amitié que je leur porte (je n'oublie pas non plus le petit chat, qui m'a tenue compagnie plus d'une fois ...). Merci à Karin Berghausen et à Harald Krause pour leur accueil lors de mon séjour en Bavière il y a plus d'un an et pour leur aide quant à l'interprétation de certaines données. Merci à Gilles Bossuet et à Anne-Véronique Walter-Simonnet pour m'avoir approvisionné en échantillons et pour leur gentillesse. Merci à Quentin Borderie pour son authentique optimisme et pour m'avoir fait découvrir l'univers des Terres Noires et leur grande complexité. Merci à Olivier Buchsenschutz pour m'avoir permis de travailler sur le site de Levroux. Merci à Dominique Cliquet pour sa gentillesse, son aide et sa disponibilité. Un grand merci également à Marc de Raphélis pour son aide et sa patience, à Omar Boudouma pour les séances de MEB, à Michel Fialin pour les analyses à la microsonde électronique, à Nicolas Tribovillard et à Léa-Marie Bernard pour leur accueil et leur gentillesse concernant l'utilisation du microgranulomètre laser, à France Lagroix pour les mesures au MPMS et à Hélène Bouquerel pour m'avoir accueillie très gentiment en me permettant de faire des mesures qui se sont avérées très importantes pour mon travail.

Le moment est maintenant venu de saluer l'ensemble de l'équipe à laquelle je suis fière d'appartenir. Je remercie Julien pour m'avoir acceptée dans « son » bureau, Roger, Fayçal, Philippe, Maya, Jean-Pierre, Sébastien, Christian, Nicolas malgré sa désertion en Afrique du Sud, Jeanette, Rose, Dominique, Valérie, Nora et Nadine pour la bonne humeur et la convivialité qui règnent à Sisyphe. À cela s'ajoute l'ensemble des anciens (mais il en reste peu) et des nouveaux thésards du laboratoire sans qui les journées seraient moins gaies : merci donc Samir, Amine et Amine, Rémi, Asal, Cyril et une mention particulière pour les filles, à savoir Claire et Pauline sans qui les discussions interminables n'auraient jamais lieu, sans oublier ma petite Gonca et Sihem. . . Je vous dois beaucoup à tous et à toutes, pour votre soutien quotidien, qui plus est en fin de thèse. Merci également à Cécilia qui a été la première à me former à la géophysique de terrain et qui m'a finalement donné le goût de revenir quelques années plus tard dans ce même laboratoire pour y commencer un travail de thèse.

Mes remerciements s'adressent aussi à l'ensemble des stagiaires qui m'ont été confiés, de-

puis Sophie jusqu'à Quentin, en passant par Thomas, Claire et Claire, Clément et Justine. Je remercie également quelques étudiants qui n'étaient pas sous ma responsabilité mais avec qui j'ai passé de très bons moments à savoir Gaëlle, j'ai nommé Melle Hild, et Lucia, sans nul doute la plus espagnole de nous tous.

Enfin, mes derniers remerciements vont à ma famille et à mes amis. Vous m'avez tous beaucoup soutenue, surtout dans les périodes difficiles et je vous en serai toujours extrêmement reconnaissante. Je vous dois cette thèse en très grande partie. Je tiens à remercier tout particulièrement Elise, Ninon, Aurélie, Smaïl, Xavier, Dany, Damien, Estelle, Sébastien et Sébastien, Valérie et Yvan avec lesquels je passe toujours d'excellents moments. Merci à mes éternels amis de vacances, Caro, Gilles, Julie qui occupent toujours mes pensées même dans l'éloignement, ainsi que Laure, Anouar, Anaïs, Jonathan, Christelle et Damien. Merci enfin à mes grands-parents, mes oncles et tantes, mes cousins et cousines et bien évidemment mes parents et beaux-parents, mes frères (et belle-soeur!), sans oublier mon *alter ego*, Arnaud, et mon petit Jack-Russell, Mayon, qui comptent plus que tout. Votre présence et votre soutien sont inestimables . . .

# Résumé

Depuis les travaux de Le Borgne dans les années 1950, l'étude des propriétés magnétiques des sols a montré qu'elle pouvait non seulement rendre compte de la structure du sous-sol en mettant en oeuvre des méthodes de prospection, mais aussi permettre d'identifier certains processus pédologiques ou anthropiques affectant le comportement des différents horizons d'un sol.

Notre étude s'inscrit dans la continuité de ces travaux : il s'agit d'utiliser les propriétés magnétiques des sols afin de mieux caractériser les processus culturels auxquels ils ont été soumis, aussi appelés anthropisation. Nous avons pour cela étudié d'une part des sites « non anthropisés » et d'autre part des sites archéologiques, situés pour quatre d'entre eux en France, contre un en Bavière.

Les études en laboratoire ont été autant que possible complétées par des mesures sur le terrain. Elles ont porté sur des mesures transposables en prospection (susceptibilité et viscosité magnétiques, par dépendance fréquentielle ou dans le domaine temporel), comme sur des mesures réalisables uniquement en laboratoire (taux de conversion par rapport à une susceptibilité maximale, courbes thermomagnétiques et cycles d'hystérésis). Les analyses chimiques comprennent la mesure du taux de carbone et de matière organiques, de phosphates et de fer, ainsi que des analyses au MEB et à la microsonde électronique.

Notre travail a permis une catégorisation en trois classes différentes pour les modifications du signal magnétique des sols : (i) une classe « horizon A » dominée par l'activité bactérienne, caractérisée par un pic à 500°C sur les courbes thermomagnétiques, une viscosité relative assez élevée et un taux de conversion relativement faible ; (ii) une classe « sols chauffés » où la chauffe induit une absence de pic à 500°C, une forte susceptibilité et viscosité, et un taux de conversion relativement fort ; (iii) une classe « résidus métallurgiques du fer » où, si les valeurs de susceptibilité peuvent être très élevées, la viscosité relative est très faible.

**Mots clefs :** propriétés magnétiques des sols, susceptibilité magnétique, viscosité magnétique, archéologie, anthropisation, pédogenèse, magnétite, courbes thermomagnétiques, cycles d'hystérésis.



# Abstract

Since the works of Le Borgne in the 1950s, the study of the magnetic properties of soils showed that it could not only report the structure of the subsoil by implementing methods of prospecting, but also allow to identify pedological or anthropological processes affecting the behavior of the different horizons of a soil.

Our study joins in the continuity of these works : it is about the use of the magnetic properties of soils to better characterize the cultural processes to which they were able to be subjected, called anthropisation. That's why we studied both pristine and archaeological sites situated for four of them in France, against one in Bavaria.

The studies in laboratory were completed as much as possible by field measurements. They concerned transposable measurements in prospecting (magnetic susceptibility and viscosity, by frequency dependence or in time-domain), as well as practicable measurements that can only be carried out in laboratory (conversion rate with regard to a maximal susceptibility, thermomagnetic curves and hysteresis loops). The chemical analyses include the measurements of the rate of carbon and organic matters, and these of phosphates and iron, as well as analyses with MEB and electron microprobe.

Our work allowed a categorization in three different classes for the modifications of the magnetic signal of soils : (i) a class « horizon *A* » dominated by the bacterial activity, characterized by a peak at 500°C on thermomagnetic curves, a high enough relative viscosity and a conversion rate relatively low ; (ii) a class « heated soils » where the heating results in an absence of peak at 500°C, both strong susceptibility and viscosity, and a relatively strong conversion rate ; (iii) a class « metallurgical residues of iron » where, if the values of susceptibility can be very high, the relative viscosity is very low.

**Keywords :** magnetic properties of soils, magnetic susceptibility, magnetic viscosity, archaeology, anthropisation, pedogenesis, magnetite, thermomagnetic curves, hysteresis loops.



# Table des matières

Remerciements	i
Résumé	iv
Abstract	v
Table des matières	xi
Liste des figures	xxxiv
Liste des tableaux	xxxvii
Introduction	2
<b>1 Rappels sur les propriétés magnétiques des sols</b>	<b>3</b>
1.1 Aimantation induite et susceptibilité magnétique . . . . .	3
1.2 Comportement magnétique des matériaux . . . . .	3
1.2.1 Le diamagnétisme . . . . .	4
1.2.2 Le paramagnétisme . . . . .	4
1.2.3 Le ferromagnétisme . . . . .	5
1.2.4 L'antiferromagnétisme . . . . .	5
1.2.5 Le ferrimagnétisme . . . . .	6
1.2.6 Structure de l'aimantation et notion de domaines magnétiques . . . . .	6
1.2.7 Notion d'hystérésis . . . . .	8
1.2.8 Variations des paramètres des cycles d'hystérésis . . . . .	10
1.3 L'aimantation rémanente . . . . .	14
1.3.1 L'aimantation rémanente visqueuse, ARV . . . . .	14
1.3.2 L'aimantation rémanente isotherme, ARI . . . . .	14
1.3.3 L'aimantation thermorémanente, ATR . . . . .	15
1.3.4 L'aimantation rémanente cristalline, ARC . . . . .	15
1.3.5 L'aimantation rémanente détritique, ARD . . . . .	15
1.4 La viscosité magnétique . . . . .	15
1.4.1 Définition . . . . .	15
1.4.2 Historique . . . . .	15
1.4.3 Rappel de la théorie . . . . .	16
1.5 Effet de la température sur le signal magnétique . . . . .	19
1.6 Les minéraux responsables du signal magnétique des sols . . . . .	21
1.6.1 Les oxydes de fer . . . . .	23
1.6.2 Les hydroxydes . . . . .	25
1.6.3 Les sulfures . . . . .	25

<b>2</b>	<b>État des connaissances en magnétisme des sols</b>	<b>27</b>
2.1	Introduction . . . . .	27
2.2	À l'origine du signal magnétique des sols : pédogenèse et chauffe des sols . . . . .	28
2.2.1	Les processus intervenant dans la pédogenèse . . . . .	28
2.2.2	Effet de la chauffe des matériaux sur le signal magnétique . . . . .	34
2.2.3	Synthèse . . . . .	37
2.3	État des connaissances sur le signal magnétique des sols naturels . . . . .	37
2.3.1	Mesures sur les séquences sédimentaires loess/paléosols . . . . .	37
2.4	État des connaissances sur le signal magnétique des sols anthropisés . . . . .	41
2.4.1	Sites archéologiques soumis à des feux . . . . .	42
2.4.2	Mise en valeur agricole : le cas des Terres Noires . . . . .	43
2.4.3	Sites métallurgiques . . . . .	43
2.4.4	Importance de la pédogenèse sur les sites archéologiques . . . . .	44
2.4.5	Bilan . . . . .	44
<b>3</b>	<b>Méthodes d'analyses et matériels</b>	<b>45</b>
3.1	Précautions pour le prélèvement et le traitement des échantillons . . . . .	45
3.2	Mesure de la susceptibilité magnétique dans le domaine fréquentiel . . . . .	46
3.2.1	Principe des mesures . . . . .	46
3.2.2	Mode opératoire . . . . .	47
3.2.3	Applications . . . . .	47
3.3	Mesure de la viscosité magnétique dans le domaine temporel . . . . .	48
3.3.1	Principe des mesures . . . . .	49
3.3.2	Mode opératoire . . . . .	50
3.4	Etude thermomagnétique . . . . .	50
3.4.1	Principe des mesures . . . . .	51
3.4.2	Mode opératoire . . . . .	51
3.5	Mesure des paramètres d'hystérésis et acquisition de l'aimantation rémanente isotherme (ARI) . . . . .	52
3.5.1	Principe des mesures . . . . .	52
3.5.2	Mode opératoire . . . . .	53
3.5.3	Applications . . . . .	53
3.6	Analyses chimiques . . . . .	53
3.7	Microanalyse électronique . . . . .	54
3.7.1	Principe physique de l'analyse chimique élémentaire : quantitative vs qualitative . . . . .	54
3.7.2	Microscope électronique à balayage (MEB) . . . . .	55
3.7.3	Microsonde électronique . . . . .	58
<b>4</b>	<b>Propriétés magnétiques des sites d'études</b>	<b>61</b>
4.1	Sites « pristines » . . . . .	61
4.1.1	L'alternance loess/paléosols de Saint-Pierre-lès-Elbeuf (Haute-Normandie, France) . . . . .	61
4.1.2	Les cendres volcaniques tardiglaciaires dans les massifs des Vosges et du Jura (France) . . . . .	87
4.2	Sites anthropisés . . . . .	104
4.2.1	Le site post-néolithique de Papferding (Bavière, Allemagne) . . . . .	104
4.2.2	Le site laténien de Levroux (Indre, France) . . . . .	151
4.2.3	Les Terres Noires post gallo-romaines de Metz (France) . . . . .	226

Conclusion	278
Références bibliographiques	295
Annexe I : Description des techniques utilisées pour le dosage des éléments chimiques	297
Annexe II : Chronostratigraphie et chronologie archéologique du Quaternaire	298
Annexe III : Courbes thermomagnétiques obtenues pour les horizons du profil 2 (Papferding, Bavière)	299
Annexe IV : Résultats du comptage des lames minces pour les secteurs 63, 61 et 71 de la ZAC-Amphithéâtre (Metz)	302
Lexique	315



# Table des figures

1.1	Illustration de la déviation des lignes de champ $H$ face à un matériau diamagnétique.	4
1.2	Influence conjointe du champ magnétique extérieur et de la température sur l'aimantation d'un matériau paramagnétique. . . . .	5
1.3	(a) Arrangement des moments magnétiques dans un matériau ferromagnétique « strict »; (b) Aimantation résultante. . . . .	5
1.4	(a) Arrangement des moments magnétiques dans un matériau antiferromagnétique strict (à gauche) et dévié (à droite); (b) Aimantations résultantes. . . . .	6
1.5	(a) Arrangement des moments magnétiques dans un matériau ferrimagnétique; (b) Aimantation résultante. . . . .	6
1.6	(a) Arrangement des domaines dans un échantillon polycristallin; (b) Rotation progressive des spins au niveau d'une paroi séparant deux domaines antiparallèles.	7
1.7	Schéma illustrant le comportement d'un grain polydomaine exposé à un champ magnétique extérieur $H$ . . . . .	8
1.8	Schéma d'un cycle d'hystérésis récapitulant les différentes étapes de l'aimantation d'un matériau constitué de grains para/diamagnétiques et ferromagnétiques initialement non aimantés soumis à un champ magnétique fort. . . . .	9
1.9	a. Cycle d'hystérésis d'un assemblage de grains monodomaines de magnétite; b. Cycle d'hystérésis pour de la magnétite polydomaine. La hauteur de ces deux cycles est la même puisque l'aimantation à saturation est indépendante de la taille des grains (Thompson et Oldfield, 1986). . . . .	10
1.10	Figure montrant la variation de (a) l'aimantation rémanente à saturation $J_{rs}$ , (b) la susceptibilité ( $\kappa$ ) et (c) de l'induction coercitive rémanente ( $(B_o)_{cr}$ (mT)) avec la taille des grains de magnétite. Les tiretés indiquent les changements apparaissant à la limite SPM/MD. SPM : superparamagnétique; MD : monodomaine; PMD : pseudo-monodomaine; PD : polydomaine (Thompson et Oldfield, 1986). . . . .	11
1.11	Diagrammes bilogarithmiques indiquant la relation entre $\kappa$ et $J_{rs}$ . A : Les fortes concentrations en magnétite se situent en haut à droite du diagramme et inversement. Les échantillons situés sous le nuage de points et à sa droite indiquent la présence d'hématite. Ceux montrant un faible $J_{rs}$ et un $\kappa$ moyen signent la présence de minéraux paramagnétiques. Les magnétites polydomaines et les assemblages contenant de fortes quantités de magnétites superparamagnétiques se situent dans la partie supérieure du diagramme; B : La grille principale est établie pour de la magnétite pure. Le petit diagramme en bas à droite indique la relation linéaire généralement observée dans les échantillons naturels entre la susceptibilité et la concentration en magnétite (Thompson et Oldfield, 1986). . . . .	11

1.12	Diagramme de Day (Day <i>et al.</i> , 1977) donnant une classification de la taille des grains de magnétite en fonction de leurs rapports d'aimantations et de coercitivités. Les grains monodomaines (MD) se situent en haut à gauche du diagramme, les grains polydomaines (PD) en bas à droite, tandis que les grains pseudo-monodomaines (PMD) se situent entre ces deux groupes. Les grains superparamagnétiques (SPM) se situent quant à eux en bas du diagramme. . . . .	12
1.13	Diagramme représentant le rapport $J_{rs}/\kappa$ en fonction de $H_{cr}$ . Les magnétites polydomaines (PD), pseudo-monodomaines (PMD) et monodomaines allongées (MDA) se répartissent dans la partie supérieure du diagramme, de la gauche vers le centre. L'hématite (H) se situe en haut à droite; des mélanges contenant des grains (super)paramagnétiques se situent plus en dessous (Thompson et Oldfield, 1986). . . . .	13
1.14	Illustration de l'importance du remaniement d'un milieu sur l'acquisition d'une aimantation rémanente macroscopique. . . . .	14
1.15	Courbe de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquise sous air pour l'horizon <i>Ap</i> (couche superficielle labourée) sur le site de Papferding (Bavière) (la susceptibilité mesurée $\kappa$ est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante $\kappa_0$ ). La courbe acquise en cours de chauffe est entièrement visible (points 1 à 4), tandis qu'une partie de celle acquise au cours du refroidissement est indiquée (point 5). 1 : augmentation de la susceptibilité liée à la déshydratation de lépidocrocite en maghémite à partir de 250°C; 2 : décroissance progressive de la susceptibilité liée à la transformation à partir de 300°C environ de la maghémite, fortement magnétique, en hématite, moins magnétique; 3 : forte augmentation de la susceptibilité qui peut être liée à une transformation minéralogique (formation de minéraux fortement magnétiques de type magnétite) ou au déblocage de grains de magnétite monodomaine entre leur température de blocage et leur température de Curie (effet Hopkinson); 4 : chute brutale de la susceptibilité liée au passage du point de Curie de la magnétite (570°C environ ici) et à son comportement paramagnétique au-dessus de cette température; 5 : partie de la courbe acquise au cours du refroidissement qui indique la néoformation de magnétite en cours de chauffe probablement liée à la réduction d'hématite à environ 500°C favorisée par la combustion de la matière organique. . . . .	20
1.16	Représentation semi-log du temps de relaxation $\tau$ d'un grain de magnétite monodomaine en fonction de la température. Les temps de relaxation importants sont indiqués ainsi que la température de blocage ( $T_B$ ) (flèche grise). Le grain monodomaine (MD) est superparamagnétique (SPM) ( $\tau < \tau_s=100$ s) à $T > T_B = 550^\circ\text{C}$ et « stable » ( $\tau > \tau_s=100$ s) pour $T < T_B$ (Butler, 1992). . . . .	21
1.17	Diagramme ternaire des oxydes de fer et de titane montrant les différentes solutions solides possibles (titanomagnétite, titanohématite ou titanomaghémite, pseudobrookite). . . . .	23
1.18	Cycle d'oxydo-réduction liant l'hématite, la magnétite et la maghémite. . . . .	24
2.1	Processus de formation du complexe d'altération (d'après Duchaufour, 2001). . .	29
2.2	Modèle synthétique des principaux processus pédogénétiques affectant la distribution de la susceptibilité magnétique dans les sols (Singer <i>et al.</i> , 1996). . . . .	34
2.3	Distribution globale des principaux dépôts de loess (en noir sur la figure) (d'après Evans et Heller, 2003). . . . .	38

3.1	Photographie du capteur MS2B (à gauche) couplé à l'unité d'acquisition MS2 (à droite) développés par la société Bartington Ltd. . . . .	46
3.2	Photographie de l'unité d'acquisition MVM1 (Magnetic Viscosity Meter) (à gauche), couplée au capteur MVM1B (à droite), développés par la société Pulsepower Developments Ltd. Sur la photographie sont aussi visibles les deux échantillons de sols servant à la calibration de l'appareil et fournis avec ce dernier. . . . .	49
3.3	Dispositif expérimental d'analyse thermomagnétique Kappabridge (Agico). 1 : susceptibilitémètre KLY-3S ; 2 : four CS-3 ; 3 : caisson contenant une bobine ; 4 : tube en quartz au fond duquel l'échantillon en poudre est placé ainsi que le thermomètre ; 5 : bidon d'eau. . . . .	51
3.4	Photographie de l'inductomètre à translation développé par Maxime Le Goff. 1 : porte-échantillon ; 2 : plateau faisant translater l'échantillon ; 3 : électro-aimant. . . . .	52
3.5	Principe de la microanalyse électronique. . . . .	54
3.6	Interaction électrons-matière : la poire d'excitation dépend de l'énergie du rayon incident et de la cible. En bas de la figure est représentée la résolution spatiale des différents signaux. . . . .	55
3.7	Analyse chimique élémentaire ponctuelle qualitative : principe de fonctionnement d'un microscopie électronique à balayage. . . . .	56
3.8	Photographie d'un microscope électronique à balayage Ultra 55 développé par la société Carl Zeiss SMT. . . . .	57
3.9	Analyse chimique élémentaire ponctuelle quantitative : principe de fonctionnement d'une microsonde électronique. . . . .	58
4.1	Localisation des séquences loessiques du Nord-Ouest de l'Europe (Antoine <i>et al.</i> , 1999). . . . .	62
4.2	(a) Stratigraphie ; Évolution de la susceptibilité magnétique : (b) massique ( $\chi_{bf}$ ) acquise par Antoine <i>et al.</i> (1999), (c) massique à basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ) acquise en laboratoire en 2008 ; (d) Évolution du taux de carbonates ; (e) Granulométrie ; (f) Taux de matière organique ; (g) Taux de fer total ; (h) et (i) Interprétation chronostratigraphique de la succession loess-paléosols de Saint-Pierre-lès-Elbeuf entre le Pléistocène Supérieur et aujourd'hui (modifié d'après Antoine <i>et al.</i> , 1999). MIS : Marine Isotope Stages. . . . .	67
4.3	Corrélation stratigraphique entre les séquences de Saint- Pierre-lès-Elbeuf et Saint Saufieu et l'interprétation chronostratigraphique générale. 1- Sol de surface (horizon humique et horizon <i>Bt</i> ) ; 2- Loess calcaire homogène ; 3- Loess calcaire lité avec petites craquelures liées au gel ; 4- Lentille de calcaire lité avec nodules de sol retravaillé (Saint Saufieu), et loess brun calcaire (St Pierre) ; 5- Ensemble de sols isohumiques steppiques (SS2 à SS3b) et loess éolien (LL) ; 6- Sol gris forestier avec ligne de cailloutis et horizon hydromorphique au sommet (SS1) ; 7- Horizon <i>Bt</i> de sol brun lessivé tronqué avec sol veineux, horizon hydromorphique et fine ligne de cailloutis à son sommet (sol de Rocourt/Elbeuf I) ; 8- Dépôts Saaliens (loess à Saint-Pierre-lès-Elbeuf, dépôts crayeux de pente à Saint Saufieu). MIS : Marine Isotope Stages (Antoine <i>et al.</i> , 1999). . . . .	71

4.4	Corrélation entre l'enregistrement pédosédimentaire synthétique du dernier cycle climatique dans le Nord-Ouest de la France et les enregistrements $\delta^{18}O$ marin et glaciaire. 1- Sol de surface (a : Hz <i>L</i> ; b : Hz <i>Bt</i> ; c : <i>Bt</i> en bandes, hz à doublets); 2- Loess calcaire; 3- Horizon à langues de Nagelbeek; 4- Loess calcaire lité à microfentes; 5- Gley de toundra cryoturbé; 6- Loess calcaire; 7- Horizon à langues/grandes fentes à coins de glace (Ice Wedges); 8- Complexe de sols de Saint-Acheul/Villiers-Adam (a - sol brun arctique; b- sol brun boréal); 9- Loess calcaire; 10- Colluvions litées à fentes de gel; 11- Loess brunâtre; 12- Ensemble de sols « isohumiques steppiques » (SS2 à SS3b) avec niveau de loess local non calcaire interstratifié (LL); 13- Sol gris forestier (SS1); 14- Colluvions argileuses; 15- Horizon <i>Bt</i> de sol brun lessivé tronqué (sol de Rocourt/Elbeuf I); 16- Loess non calcaire homogène Saalien. MIS : Marine Isotope Stages (Antoine <i>et al.</i> , 1999).	72
4.5	(a) Stratigraphie; Évolution de la susceptibilité magnétique : (b) massique ( $\chi_{bf}$ ) acquise par Antoine <i>et al.</i> (1999), (c) volumique ( $\kappa$ ) acquise sur le terrain en 2008, (d) massique à basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ) acquise en laboratoire en 2008; (d) Évolution de la dépendance fréquentielle de la susceptibilité ( $\chi_{fd}\%$ ); (e) Évolution du rapport $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$ (%) de la succession loess-paléosols de Saint-Pierre-lès-Elbeuf entre le Pléistocène Supérieur et aujourd'hui (modifié d'après Antoine <i>et al.</i> , 1999).	74
4.6	Figure illustrant la relation entre $\chi_{bf}$ et $\chi_{conv}$ pour des horizons de la coupe usine (Pléistocène supérieur) à Saint-Pierre-lès-Elbeuf. La pente et le coefficient de régression $R^2$ de la droite de régression correspondante sont indiqués. . . . .	76
4.7	Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air en cours de chauffe (figure du haut) et de refroidissement (figure du bas) pour les horizons 1, 2, Nagelbeek et 4 de la coupe usine à Saint-Pierre-lès-Elbeuf. La susceptibilité mesurée $\kappa$ est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante $\kappa_0$ . . . . .	78
4.8	Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air en cours de chauffe (figure du haut) et de refroidissement (figure du bas) pour les horizons 5, 6, 7, la limite 7/8 et 9a de la coupe usine (Pléistocène supérieur) de Saint-Pierre-lès-Elbeuf. La susceptibilité mesurée $\kappa$ est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante $\kappa_0$ . . . . .	79
4.9	Cycles d'hystérésis (non corrigés pour la contribution dia/paramagnétique) et courbes d'acquisition de l'aimantation rémanente isotherme pour l'horizon 2, la limite entre les horizons 6 et 7 et l'horizon 9a de la coupe usine (Pléistocène supérieur) de Saint-Pierre-lès-Elbeuf. . . . .	80
4.10	(a) Stratigraphie; Évolution de la susceptibilité magnétique : (b) massique ( $\chi_{bf}$ ) acquise par Antoine <i>et al.</i> (1999), (c) massique à basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ) acquise en laboratoire en 2008; (d) Aimantation à saturation ( $J_s$ ); (e) Aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ); (f) Champ coercitif ( $H_{cf}$ ); (g) Champ coercitif rémanent ( $H_{cr}$ ); (h) Rapport de l'aimantation rémanente à saturation sur la susceptibilité magnétique ( $J_{rs}/\chi$ ) des horizons de la coupe usine (Pléistocène supérieur) de de Saint-Pierre-lès-Elbeuf. . . . .	81
4.11	Diagramme de Day (Day <i>et al.</i> , 1977) indiquant la répartition des horizons de la coupe usine (Pléistocène supérieur) de Saint-Pierre-lès-Elbeuf en fonction des rapports $J_{rs}/J_s$ et $H_{cr}/H_{cf}$ . MD : monodomaine; PMD : pseudo-monodomaine; PD : polydomaine; SPM : superparamagnétique. . . . .	83

4.12	Diagramme de la représentation du rapport $J_{rs}/\kappa$ en fonction de $H_{cr}$ (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986) pour des horizons de la coupe usine (Pléistocène supérieur) à Saint-Pierre-lès-Elbeuf. Les magnétites polydomaines (MD pour « multidomain » en anglais), pseudo-monodomaines (PSD pour « pseudo single-domain » en anglais) et monodomaines allongées (ESD pour « elongated single-domain » en anglais) se situent dans la moitié gauche du diagramme. L'hématite (H) se situe en haut à droite du diagramme. Les mélanges contenant des grains (super)paramagnétiques se situent davantage dans la partie inférieure. . . . .	83
4.13	Diagramme bilogarithmique indiquant la relation entre susceptibilité magnétique volumique ( $\kappa$ ) et aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ) pour des horizons de la coupe usine (Pléistocène supérieur) à Saint-Pierre-lès-Elbeuf. La grille sur laquelle sont placés les points pour notre étude est établie pour de la magnétite pure. L'amplitude de $\kappa$ renseigne sur la concentration en magnétite tandis que le rapport $\kappa/J_{rs}$ renseigne sur la taille des grains (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986). . . . .	84
4.14	Figure illustrant l'évolution de la viscosité magnétique dans le domaine temporel de trois échantillons caractéristiques du pédocomplexe basal (coupe usine du Pléistocène supérieur à Saint-Pierre-lès-Elbeuf). L'équation des droites et le coefficient de régression sont indiqués pour les différents échantillons en haut à droite de la figure. . . . .	85
4.15	Localisation géographique du site du lac de Gerzensee sur le Plateau Suisse (Walter-Simonnet <i>et al.</i> , 2008). . . . .	88
4.16	Localisation géographique du site du lac de Sewen en France (Walter-Simonnet <i>et al.</i> , 2008). . . . .	89
4.17	Lithostratigraphie, susceptibilité magnétique et biozones (obtenues par les assemblages polliniques) des sédiments carottés dans le site du lac du Gerzensee (Walter-Simonnet <i>et al.</i> , 2008) (voir annexe II pour la chronostratigraphie complète du Quaternaire). . . . .	90
4.18	Lithostratigraphie, susceptibilité magnétique, âge radiocarbone, diagramme pollinique simplifié et biozones des sédiments carottés dans le site du lac de Sewen (Walter-Simonnet <i>et al.</i> , 2008)(voir annexe II pour la chronostratigraphie complète du Quaternaire). . . . .	91
4.19	Corrélation entre les sites du lac de Gerzensee et du lac de Sewen établie sur la base des pics de susceptibilité magnétique correspondant à la présence de téphras et des biozones (Walter-Simonnet <i>et al.</i> , 2008). . . . .	92
4.20	Photographies de phénocristaux et échardes de verre volcanique réalisées au microscope optique et au microscope électronique à balayage. A- Laacher See Tephra, a à f : échardes de verre volcanique ; B- Téphras Allerød anté-LST, a à c : verre volcanique très altéré, d : mica, e : plagioclase ; C- Téphras Dryas récent, a à f : échardes de verre volcanique (Walter-Simonnet <i>et al.</i> , 2008). . . . .	94
4.21	Représentation des limites connues des nuages de dispersion du Laacher See Tephra, du Vedde Ash et des téphras attribués au Puy de la Nugère. LLST : première phase d'éruption (Lower LST) ; MLST-A,-B,-C : deuxième phase d'éruption (Middle LST) avec A, B et C correspondant aux trois phases du MLST ; ULST : troisième phase d'éruption (Upper LST)(Walter-Simonnet <i>et al.</i> , 2008). . . . .	96

4.22	Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air en cours de chauffe (figure du haut) et de refroidissement (figure du bas) pour les échantillons de téphra GER1/LST et GER2 du site du lac de Gerzensee (Plateau Suisse) et SW2/LST du site du lac de Sewen (Vosges). La susceptibilité mesurée $\kappa$ est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante $\kappa_0$ .	98
4.23	Cycles d'hystérésis (non corrigés pour la contribution dia/paramagnétique) et courbes d'acquisition de l'aimantation rémanente isotherme pour les échantillons de téphra GER1/LST et GER2 du site du lac de Gerzensee (Plateau Suisse) et SW2/LST du site du lac de Sewen (Vosges).	99
4.24	Diagramme de Day (Day <i>et al.</i> , 1977) indiquant la répartition des échantillons de téphra GER1/LST et GER2 du site du lac de Gerzensee (Plateau Suisse) et SW2/LST du site du lac de Sewen (Vosges) en fonction des rapports $J_{rs}/J_s$ et $H_{cr}/H_{cf}$ . MD : monodomaine ; PMD : pseudo-monodomaine ; PD : polydomaine ; SPM : superparamagnétique.	100
4.25	Diagramme de la représentation du rapport $J_{rs}/\kappa$ en fonction de $H_{cr}$ (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986) pour les échantillons de téphra GER1/LST du site du lac de Gerzensee (Plateau Suisse) et SW2/LST du site du lac de Sewen (Vosges). Les magnétites polydomaines (MD pour « multidomain » en anglais), pseudo-monodomaines (PSD pour « pseudo single-domain » en anglais) et monodomaines allongées (ESD pour « elongated single-domain » en anglais) se situent dans la moitié gauche du diagramme. L'hématite (H) se situe en haut à droite du diagramme. Les mélanges contenant des grains (super)paramagnétiques se situent davantage dans la partie inférieure.	101
4.26	Diagramme bilogarithmique indiquant la relation entre susceptibilité magnétique volumique ( $\kappa$ ) et aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ) pour les échantillons de téphra GER1/LST du site du lac de Gerzensee (Plateau Suisse) et SW2/LST du site du lac de Sewen (Vosges). La grille sur laquelle sont placés les points pour notre étude est établie pour de la magnétite pure. L'amplitude de $\kappa$ renseigne sur la concentration en magnétite tandis que le rapport $\kappa/J_{rs}$ renseigne sur la taille des grains (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986).	102
4.27	Localisation géographique de la ville de Papferding (Bavière, Allemagne).	104
4.28	Carte établie dans les années 1950 précisant la topographie de la zone où se situe l'ancien enclos de Papferding à cette époque (Schwarz, 1959).	105
4.29	Photographie aérienne de l'ancien enclos celtique de Papferding prise par O. Braasch (1979) (tiré de Berghausen et Krause, 2006). L'enclos apparaît en blanc au centre de la photo.	105
4.30	(a) : Carte magnétique de la zone où se trouve l'ancien enclos celtique de Papferding (Berghausen et Krause, 2006). L'appareil utilisé est un magnétomètre à vapeur de césium Scintrex SM4G-Special ; (b) : Interprétation de la carte magnétique. 1 : fossé ; 2 : gravats ; 3-4 : anciennes limites parcellaires ; 5-7 : fours (?) ; 8-9 : zones chauffées (?) ; 10-14 : bâtiments (?) (Berghausen et Krause, 2006). La tranchée ouverte au cours de notre étude est représentée par le rectangle noir hachuré.	106
4.31	Photographie de l'ouverture de la tranchée dans la partie Nord de l'ancien enclos celtique de Papferding (cliché pris par Karin Berghausen, octobre 2007). Le profil situé le plus à l'Est est nommé profil 1 ; le profil situé le plus à l'Ouest, nommé profil 2, est celui que nous avons étudié en laboratoire.	107

4.32	(a) : Photographie du profil 1 (les points rouges correspondent à des étiquettes placées par l'archéologue sur le terrain pour identifier les différentes couches). L'effondrement de ce profil dans sa partie NNW est bien visible; (b) : Interprétation du profil 1. couche 1 : horizon <i>Ap</i> ; couche 2 : couche moderne remaniée pour l'irrigation; couche 3 : horizon <i>Ah</i> fossile (non naturel); couches 4 à 10 : remplissages du Bronze ancien; couches 11 à 13 : horizons naturels non anthropisés ( <i>ante</i> Bronze ancien); couches 14 à 19 : remplissages (médiévaux?) du fossé par le matériel du rempart. Aucune trace du rempart en place n'a été trouvée sur ce profil. . . . .	108
4.33	(a) : Photographie du profil 2 (les points rouges correspondent à des étiquettes placées par l'archéologue sur le terrain pour identifier les différentes couches). Les traits noirs en pointillés indiquent qu'il manque une zone de quelques centimètres; (b) : Interprétation du profil 2. couche 1 : horizon <i>Ap</i> ; couche 2 : couche moderne remaniée pour l'irrigation; couche 3 : reste du rempart datant du second Âge du Fer et ancien horizon <i>Ah</i> ; couche 4 : horizon <i>Ah</i> fossile (non naturel); couches 5 à 13 : remplissages du Bronze ancien; couches 15 à 16 : horizons naturels non anthropisés ( <i>ante</i> Bronze ancien); couches 17 à 22 : remplissages (médiévaux?) du fossé par le matériel du rempart; couches 23 à 24 : restes du fossé celtique?; couche 25 : couche naturelle (partie supérieure du sol morainique). Une description pédologique et archéologique plus détaillée est proposée dans les figures 4.6 et 4.7). Une zone chauffée datant du Bronze ancien a aussi été encadrée en noir et cinq de ses échantillons ont été étudiés. . . . .	109
4.34	Photographie de la zone chauffée située dans les couches 5 et 6 du profil 2 et localisation des cinq prélèvements effectués (F1 à F5). . . . .	110
4.35	Évolution environnementale de la zone de l'ancien enclos celtique de Papferding de 1814 à 2006. L'agriculture a commencé à se développer dans cette zone à partir de la moitié du <i>XIX<sup>ième</sup></i> siècle (Berghausen et Krause, 2006). . . . .	114
4.36	Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), le taux de conversion ( $\chi_{conv} = \chi_{bf}/\chi_{max}$ ), la dépendance fréquentielle de la susceptibilité ( $\chi_{fd}(\%)$ ) et le rapport $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$ pour les couches 1 à 16 du profil 2 (site de Papferding). . . . .	116
4.37	Figure illustrant la relation entre $\chi_{bf}$ et $\chi_{conv}$ pour les couches 1 à 16 du profil 2 (site de Papferding). La pente et le coefficient de régression $R^2$ de la droite de régression correspondante sont indiqués. . . . .	116
4.38	Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air en cours de chauffe (figure du haut) et de refroidissement (figure du bas) pour les couches 1, 4, 12, 14 et 16 du profil 2 (site de Papferding). La susceptibilité mesurée $\kappa$ est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante $\kappa_0$ . . . . .	119
4.39	Figure illustrant les principaux types de cycles d'hystérésis obtenus pour les couches 1 à 16 du profil 2 (site de Papferding). . . . .	120
4.40	Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), l'aimantation à saturation ( $J_s$ ), l'aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ), le champ coercitif ( $H_{cf}$ ), le champ coercitif rémanent ( $H_{cr}$ ) et le rapport de l'aimantation rémanente à saturation sur la susceptibilité magnétique ( $J_{rs}/\chi$ ) pour les couches 1 à 16 du profil 2 (site de Papferding). . . . .	121
4.41	Diagramme de Day (Day <i>et al.</i> , 1977) indiquant la répartition des couches 1, 3, 5, 8 et 12 du profil 2 (site de Papferding) en fonction des rapports $J_{rs}/J_s$ et $H_{cr}/H_{cf}$ . MD : monodomaine; PMD : pseudo-monodomaine; PD : polydomaine; SPM : superparamagnétique. . . . .	122

4.42	Diagramme de la représentation du rapport $J_{rs}/\kappa$ en fonction de $H_{cr}$ (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986) pour les couches 1, 3, 5, 8 et 12 du profil 2 (site de Papferding). Les magnétites polydomaines (MD pour « multidomain » en anglais), pseudo-monodomaines (PSD pour « pseudo single-domain » en anglais) et monodomaines allongées (ESD pour « elongated single-domain » en anglais) se situent dans la moitié gauche du diagramme. L'hématite (H) se situe en haut à droite du diagramme. Les mélanges contenant des grains (super)paramagnétiques se situent davantage dans la partie inférieure. . . . .	122
4.43	Diagramme bilogarithmique indiquant la relation entre susceptibilité magnétique volumique ( $\kappa$ ) et aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ) pour les couches 1, 3, 5, 8 et 12 (profil 2, Papferding). La grille sur laquelle sont placés les points pour notre étude est établie pour de la magnétite pure. L'amplitude de $\kappa$ renseigne sur la concentration en magnétite tandis que le rapport $\kappa/J_{rs}$ renseigne sur la taille des grains (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986). . . . .	123
4.44	Figure illustrant l'évolution de la susceptibilité magnétique massique à basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), du taux de carbone et de matière organiques, du taux de fer échangeable, non libre et total, ainsi que du taux de phosphore pour les couches 1 à 16 du profil 2 (site de Papferding). . . . .	124
4.45	Photographie d'un échantillon de la couche 5 (profil 2, site de Papferding) réalisée au MEB en mode rétrodiffusé. Sont présents majoritairement parmi les minéraux les plus brillants en AsB : ilménite, rutil et phosphates de terres rares. . . . .	125
4.46	Photographies d'un échantillon de la couche 5 (profil 2, site de Papferding) réalisées au MEB. L'image de gauche correspond au mode rétrodiffusé AsB tandis que l'image de droite correspond au mode SE2 (électrons secondaires). Au centre de ces images est visible de la silice perforée d'origine probablement organique. . . . .	125
4.47	Photographie d'un échantillon de la couche 8 (profil 2, site de Papferding) réalisée au MEB en mode rétrodiffusé. Sont présents majoritairement parmi les minéraux les plus brillants en AsB : ilménite et quelques oxydes de fer. . . . .	126
4.48	Photographie d'un échantillon de la couche 12 (profil 2, site de Papferding) réalisée au MEB en mode rétrodiffusé. De nombreuses ilménites d'environ 10 à 20 $\mu m$ sont présentes. Un oxyde de fer d'environ 10 $\mu m$ a aussi été repéré. . . . .	126
4.49	Photographie d'un agrégat de la couche 4 (profil 2, site de Papferding) réalisée à la loupe binoculaire. La partie la plus noire, entourée de tirets rouges, a une structure lamellaire de composition proche d'un mélange oxydes de fer/silicates. La matrice est riche en manganèse, fer, silicium et calcium. . . . .	127
4.50	Photographie d'agrégats sombres riches en composés ferromanganiques associés à des argiles (couche 4, profil 2, site de Papferding) réalisée à la loupe binoculaire. . . . .	128
4.51	Photographie réalisée à la loupe binoculaire d'une structure alvéolée noire de quelques millimètres de côté et entourée d'argiles. Dans cette structure ont été trouvés des oxydes de fer couplés à du manganèse ainsi que des ilménites dans une matrice riche en phosphore, calcium et fer (couche 5, profil 2, site de Papferding). . . . .	129
4.52	Photographie réalisée à la loupe binoculaire d'une grosse structure (millimétrique) associant argiles (zone marron) et partie plus cristallisée (en noir) dans laquelle quelques phosphates de terres rares sont présents (couche 5, profil 2, site de Papferding). . . . .	129

4.53	Photographie réalisée à la loupe binoculaire d'une structure alvéolée noire (cerclage du haut) et d'un agrégat sombre dans lequel quelques ilménites et oxydes de fer de type magnétite sont présents (couche 8, profil 2, site de Papferding). La composition chimique en poids d'oxydes des points A et B est précisée dans le tableau 4.11. . . . .	130
4.54	Photographie réalisée à la loupe binoculaire d'un agrégat millimétrique constitué d'ilménites et de phosphates de terres rares compris dans une matrice feldspathique (couche 11, profil 2, site de Papferding). . . . .	131
4.55	Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), le taux de conversion ( $\chi_{conv} = \chi_{bf}/\chi_{max}$ ), la dépendance fréquentielle de la susceptibilité ( $\chi_{fd}(\%)$ ) et le rapport $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$ pour les couches 17 à 25 du profil 2 (site de Papferding). . . . .	132
4.56	Figure illustrant la relation entre $\chi_{bf}$ et $\chi_{conv}$ pour les couches 17 à 25 du profil 2 (site de Papferding). La pente et le coefficient de régression $R^2$ de la droite de régression correspondante sont indiqués. . . . .	132
4.57	Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air en cours de chauffe (figure du haut) et de refroidissement (figure du bas) pour les couches 18, 20, 24 et 25 du profil 2 (site de Papferding). La susceptibilité mesurée $\kappa$ est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante $\kappa_0$ . . . . .	134
4.58	Figure illustrant les principaux types de cycles d'hystérésis obtenus pour les couches 17 à 25 du profil 2 (site de Papferding). . . . .	135
4.59	Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), l'aimantation à saturation ( $J_s$ ), l'aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ), le champ coercitif ( $H_{cf}$ ), le champ coercitif rémanent ( $H_{cr}$ ) et le rapport de l'aimantation rémanente à saturation sur la susceptibilité magnétique ( $J_{rs}/\chi$ ) pour les couches 17 à 25 du profil 2 (site de Papferding). . . . .	135
4.60	Diagramme de Day (Day <i>et al.</i> , 1977) indiquant la répartition des couches 17, 19 et 25 du profil 2 (site de Papferding) en fonction des rapports $J_{rs}/J_s$ et $H_{cr}/H_{cf}$ . MD : monodomaine ; PMD : pseudo-monodomaine ; PD : polydomaine ; SPM : superparamagnétique. . . . .	136
4.61	Diagramme de la représentation du rapport $J_{rs}/\kappa$ en fonction de $H_{cr}$ (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986) pour les couches 17, 19 et 25 du profil 2 (site de Papferding). Les magnétites polydomaines (MD pour « multidomain » en anglais), pseudo-monodomaines (PSD pour « pseudo single-domain » en anglais) et monodomaines allongées (ESD pour « elongated single-domain » en anglais) se situent dans la moitié gauche du diagramme. L'hématite (H) se situe en haut à droite du diagramme. Les mélanges contenant des grains (super)paramagnétiques se situent davantage dans la partie inférieure. . . . .	136
4.62	Diagramme bilogarithmique indiquant la relation entre susceptibilité magnétique volumique ( $\kappa$ ) et aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ) pour les couches 17, 19 et 25 (profil 2, Papferding). La grille sur laquelle sont placés les points pour notre étude est établie pour de la magnétite pure. L'amplitude de $\kappa$ renseigne sur la concentration en magnétite tandis que le rapport $\kappa/J_{rs}$ renseigne sur la taille des grains (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986). . . . .	137
4.63	Figure illustrant l'évolution de la susceptibilité magnétique massique à basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), du taux de carbone et de matière organiques, du taux de fer échangeable, non libre et total, ainsi que du taux de phosphore pour les couches 17 à 25 du profil 2 (site de papferding). . . . .	138

4.64	Photographie réalisée à la loupe binoculaire de nodules ferromanganiques (couche 25, profil 2, site de Papferding). Le point A indique la présence d'une ilménite dont la composition chimique est précisée dans le tableau 4.12. . . . .	139
4.65	Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), le taux de conversion ( $\chi_{conv} = \chi_{bf}/\chi_{max}$ ), la dépendance fréquentielle de la susceptibilité ( $\chi_{fd}(\%)$ ) et le rapport $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$ pour les cinq unités du profil 2 prélevées dans la zone chauffée (site de Papferding). . . . .	140
4.66	Figure illustrant la relation entre $\chi_{bf}$ et $\chi_{conv}$ pour les cinq unités du profil 2 prélevées dans la zone chauffée (site de Papferding). La pente et le coefficient de régression $R^2$ de la droite de régression correspondante sont indiqués. . . . .	140
4.67	Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air en cours de chauffe (figure du haut) et de refroidissement (figure du bas) pour les cinq unités du profil 2 prélevées dans la zone chauffée (site de Papferding). La susceptibilité mesurée $\kappa$ est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante $\kappa_0$ . . . . .	142
4.68	Cycles d'hystérésis (non corrigés pour la contribution dia/paramagnétique) et courbes d'acquisition de l'aimantation rémanente isotherme pour les unités F1 à F4 prélevées dans la zone chauffée du profil 2 (site de Papferding). . . . .	143
4.69	Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), l'aimantation à saturation ( $J_s$ ), l'aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ), le champ coercitif ( $H_{cf}$ ), le champ coercitif rémanent ( $H_{cr}$ ), le rapport de l'aimantation rémanente à saturation sur la susceptibilité magnétique ( $J_{rs}/\chi$ ) et le rapport de l'aimantation rémanente isotherme à 100 mT sur l'aimantation rémanente à saturation ( $ARI_{100mT}/J_{rs}$ ) pour les unités du profil 2 prélevées dans la zone chauffée (site de Papferding). . . . .	144
4.70	Diagramme de Day (Day <i>et al.</i> , 1977) indiquant la répartition des unités F1 à F4 prélevées dans la zone chauffée du profil 2 (site de Papferding) en fonction des rapports $J_{rs}/J_s$ et $H_{cr}/H_{cf}$ . MD : monodomaine; PMD : pseudo-monodomaine; PD : polydomaine; SPM : superparamagnétique. . . . .	145
4.71	Diagramme de la représentation du rapport $J_{rs}/\kappa$ en fonction de $H_{cr}$ (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986) pour les unités F1 à F4 prélevées dans la zone chauffée du profil 2 (site de Papferding). Les magnétites polydomaines (MD pour « multidomain » en anglais), pseudo-monodomaines (PSD pour « pseudo single-domain » en anglais) et monodomaines allongées (ESD pour « elongated single-domain » en anglais) se situent dans la moitié gauche du diagramme. L'hématite (H) se situe en haut à droite du diagramme. Les mélanges contenant des grains (super)paramagnétiques se situent davantage dans la partie inférieure. . . . .	145
4.72	Diagramme bilogarithmique indiquant la relation entre susceptibilité magnétique volumique ( $\kappa$ ) et aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ) pour les unités F1 à F4 de la zone chauffée (profil 2, site de Papferding). La grille sur laquelle sont placés les points pour notre étude est établie pour de la magnétite pure. L'amplitude de $\kappa$ renseigne sur la concentration en magnétite tandis que le rapport $\kappa/J_{rs}$ renseigne sur la taille des grains (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986). . . . .	146
4.73	Figure illustrant l'évolution de la viscosité magnétique dans le domaine temporel pour les unités F1 et F2 prélevées dans la zone chauffée du profil 2 (site de Papferding). L'équation des droites et le coefficient de régression sont indiqués pour les différents échantillons en haut à droite de la figure. . . . .	147

4.74	Figure illustrant l'évolution de la susceptibilité magnétique massique à basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), du taux de carbone et de matières organiques, du taux de fer échangeable, non libre et total, ainsi que du taux de phosphates pour les cinq unités prélevées dans la zone chauffée du profil 2 (site de Papferding). . . . .	147
4.75	Photographie d'un échantillon du four (zone chauffée, site de Papferding) réalisée au MEB en mode retroréfléchi. A : ilménite d'environ $50 \times 100 \mu m$ ; B et C : zircons d'environ $20 \times 40 \mu m$ . . . . .	148
4.76	Photographie d'un échantillon prélevé au-dessus du four (zone chauffée, site de Papferding) réalisée au MEB en mode retroréfléchi. A : ilménite d'environ $10 \times 20 \mu m$ ; B et C : rutiles d'environ $20 \times 40 \mu m$ et $20 \times 30 \mu m$ respectivement. . . . .	149
4.77	Localisation géographique du canton de Levroux au sein du département de l'Indre, région Centre. . . . .	151
4.78	Carte géologique du canton de Levroux (figure modifiée d'après Buchsenschutz <i>et al.</i> , 1988, 2000). . . . .	152
4.79	Schéma global du site de Levroux qui indique les déplacements de l'agglomération depuis le <i>II<sup>ème</sup></i> s. av. J.-C. (d'après Buchsenschutz <i>et al.</i> , 1993, 2000). . . . .	153
4.80	Plan général des fouilles et des prospections géophysiques effectuées dans la partie Ouest du quartier des Arènes entre 1971 et 1988. Les parcelles 304, 15 et 90 étudiées en 2008 dans le cadre de ce travail sont localisées en trait noir épais sur le cadastre actuel de la ville (figure modifiée d'après Buchsenschutz <i>et al.</i> , 1988, 1993). . . . .	155
4.81	Types de fosses au Nord de la parcelle 304 (d'après Buchsenschutz <i>et al.</i> , 1993, 2000). . . . .	156
4.82	Nombre de scories par structure au Nord de la parcelle 304 (d'après Buchsenschutz <i>et al.</i> , 2000). . . . .	157
4.83	Photographie montrant l'excavation d'une fosse, de trous de poteaux et de tranchées de palissade au Nord de la parcelle 304 en 1984 (modifié d'après Buchsenschutz <i>et al.</i> , 1993). . . . .	157
4.84	Magnétomètre à vapeur de césium G858 de Geometrics Ltd. . . . .	158
4.85	Le CS60 et son équipement de traction (chariot) et d'enregistrement des données (ordinateur portable de terrain) (cliché : A. Jrad). . . . .	159
4.86	Magnétomètre et CS60 couplés pour des mesures simultanées (cliché : F.X. Simon). . . . .	159
4.87	Le Viscosimètre Conductivimètre 100 (VC100). . . . .	160
4.88	Localisation de la zone fouillée dans les années 1980 sur la parcelle 304 ainsi que des zones prospectées en 2008 sur les parcelles 304 (zones L1 et L1'), 15 et 90 (zone L2). . . . .	161
4.89	Cartes obtenues pour la parcelle L1 en prospection magnétique. (A) : carte du gradient magnétique ; (A') : équivalent de la carte A sur laquelle nous avons tracé les principales anomalies (les anomalies compactes sont surlignées en rouge tandis que les anomalies linéaires sont en bleu) ; (B) : carte du champ total obtenu lors d'une prospection couplée G858 et CS60 ; (C) : carte correspondant à la transformation de la carte B en gradient magnétique vertical équivalent. . . . .	162
4.90	Cartes obtenues en prospection électromagnétique avec le CS60, couplé au G858, sur la parcelle L1. Ces cartes ont été obtenues simultanément aux cartes B et C de la figure 4.89. (D) : carte de la susceptibilité magnétique apparente ; (E) : carte de la résistivité électrique apparente. La notation utilisée pour localiser les anomalies compactes et linéaires est la même que celle utilisée sur la carte A' de la figure 4.89. . . . .	164

4.91	Cartes des anomalies magnétiques induites calculées à partir de la carte de susceptibilité magnétique obtenue avec le <i>CS60</i> . ( <i>F</i> ) : carte dont l'échelle des valeurs est la même que celle de la carte de champ total <i>B</i> ; ( <i>G</i> ) : carte dont l'échelle est amplifiée et adaptée aux valeurs minimales et maximales des anomalies. La notation utilisée pour localiser les anomalies compactes et linéaires est la même que celle utilisée sur la carte <i>A'</i> de la figure 4.89. . . . .	165
4.92	Carte ( <i>H</i> ) des anomalies magnétiques créées par les structures en place au-delà de 40 cm de profondeur. La notation utilisée pour localiser les anomalies compactes et linéaires est la même que celle utilisée sur la carte <i>A'</i> de la figure 4.89. . . . .	165
4.93	Carte ( <i>I</i> ) précisant la position de la parcelle L1' sur la carte du gradient magnétique vertical pour la parcelle L1. . . . .	166
4.94	Cartes de la viscosité magnétique apparente obtenues avec le <i>VC100</i> en position basse (à 10 cm de la surface du sol, soit une profondeur d'investigation d'environ 80 cm) pour quatre temps de mesure différents. ( <i>J</i> ) : mesure à 22,9 $\mu s$ ; ( <i>K</i> ) : mesure à 44,2 $\mu s$ ; ( <i>L</i> ) : mesure à 86,9 $\mu s$ ; ( <i>M</i> ) : mesure à 172 $\mu s$ . La notation utilisée pour localiser les anomalies compactes et linéaires est la même que celle utilisée sur la carte <i>A'</i> de la figure 4.89. . . . .	167
4.95	Cartes de la viscosité magnétique apparente obtenues avec le <i>VC100</i> en position haute (à 29 cm de la surface du sol, soit une profondeur d'investigation d'environ 60 cm) pour quatre temps de mesure différents. ( <i>N</i> ) : mesure à 22,9 $\mu s$ ; ( <i>O</i> ) : mesure à 44,2 $\mu s$ ; ( <i>P</i> ) : mesure à 86,9 $\mu s$ ; ( <i>Q</i> ) : mesure à 172 $\mu s$ . La notation utilisée pour localiser les anomalies compactes et linéaires est la même que celle utilisée sur la carte <i>A'</i> de la figure 4.89. . . . .	168
4.96	Carte ( <i>R</i> ) de la pente de la réponse observée avec le <i>VC100</i> . La notation utilisée pour localiser les anomalies compactes et linéaires est la même que celle utilisée sur la carte <i>A'</i> de la figure 4.89. . . . .	169
4.97	Carte ( <i>S</i> ) du rapport de l'aimantation visqueuse acquise sur 2 200 ans transformée en couche équivalente d'aimantation verticale à 60 cm de profondeur sur la couche équivalente d'aimantation verticale totale à 60 cm de profondeur déduite de l'anomalie magnétique créée par les structures en place au-delà de 40 cm de profondeur (carte <i>H</i> ). La notation utilisée pour localiser les anomalies compactes et linéaires est la même que celle utilisée sur la carte <i>A'</i> de la figure 4.89. . . . .	170
4.98	Cartes obtenues sur la parcelle L2 en prospection magnétique. ( <i>T</i> ) : carte du gradient magnétique vertical; ( <i>T'</i> ) : interprétation de la carte ( <i>T</i> ) (la plus grosse anomalie compacte de la parcelle L2 dont il est question dans le texte est entourée en rouge). . . . .	172
4.99	Cartes obtenues pour la parcelle L2 en prospection électromagnétique avec le <i>CS60</i> . ( <i>U</i> ) et ( <i>U'</i> ) : cartes de la susceptibilité magnétique apparente et de son interprétation; ( <i>V</i> ) et ( <i>V'</i> ) : cartes de la résistivité électrique apparente et de son interprétation. . . . .	173
4.100	Localisation des sondages effectués à la tarière, puis étudiés en laboratoire, sur les cartes du gradient magnétique vertical obtenues pour les parcelles L1 et L2. Le fossé <i>R271</i> et sa continuité dans la parcelle L1 sont soulignés en orange. . . . .	174
4.101	Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), le taux de conversion ( $\chi_{conv}$ ), la dépendance fréquentielle de la susceptibilité ( $\chi_{fd}(\%)$ ) et le rapport $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$ pour les sondages 1 et 4 effectués sur les parcelles L1 et L2 à Levroux. . .	176

4.102	Figure illustrant la relation entre $\chi_{bf}$ et $\chi_{conv}$ pour les sondages 1 et 4 effectués sur les parcelles L1 et L2 respectivement (Quartier des Arènes, Levroux). La droite de régression correspondante est tracée pour chacun des deux sondages. Leur pente et leur coefficient de régression $R^2$ sont indiqués. . . . .	176
4.103	Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air en cours de chauffe (figure du haut) et de refroidissement (figure du bas) pour deux échantillons du sondage 1 effectué sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux). La susceptibilité mesurée $\kappa$ est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante $\kappa_0$ . . . . .	178
4.104	Cycles d'hystérésis (non corrigés pour la contribution dia/paramagnétique) et courbes d'acquisition de l'aimantation rémanente isotherme pour les échantillons du sondage 1 prélevés à 2 cm et 20 cm de profondeur sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux). . . . .	179
4.105	Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), l'aimantation à saturation ( $J_s$ ), l'aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ), le champ coercitif ( $H_{cf}$ ), le champ coercitif rémanent ( $H_{cr}$ ), le rapport de l'aimantation rémanente à saturation sur la susceptibilité magnétique ( $J_{rs}/\chi$ ) et le rapport de l'aimantation rémanente isotherme à 100 mT sur l'aimantation rémanente à saturation ( $ARI_{100mT}/J_{rs}$ ) pour le sondage 1 effectué sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux). . . . .	180
4.106	Diagramme de Day (Day <i>et al.</i> , 1977) indiquant la répartition de cinq échantillons du sondage 1 effectué sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux) en fonction des rapports $J_{rs}/J_s$ et $H_{cr}/H_{cf}$ . MD : monodomaine ; PMD : pseudo-monodomaine ; PD : polydomaine ; SPM : superparamagnétique. . . . .	180
4.107	Diagramme de la représentation du rapport $J_{rs}/\kappa$ en fonction de $H_{cr}$ (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986) pour quelques échantillons du sondage 1 effectué sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux). Les magnétites polydomaines (MD pour « multidomain » en anglais), pseudo-monodomaines (PSD pour « pseudo single-domain » en anglais) et monodomaines allongées (ESD pour « elongated single-domain » en anglais) se situent dans la moitié gauche du diagramme. L'hématite (H) se situe en haut à droite du diagramme. Les mélanges contenant des grains (super)paramagnétiques se situent davantage dans la partie inférieure. . . . .	181
4.108	Diagramme bilogarithmique indiquant la relation entre susceptibilité magnétique volumique ( $\kappa$ ) et aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ) pour quelques échantillons du sondage 1 effectué sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux). La grille sur laquelle sont placés les points pour notre étude est établie pour de la magnétite pure. L'amplitude de $\kappa$ renseigne sur la concentration en magnétite tandis que le rapport $\kappa/J_{rs}$ renseigne sur la taille des grains (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986). . . . .	182
4.109	Figure illustrant l'évolution de la viscosité magnétique dans le domaine temporel de quatre échantillons du sondage 1 effectué sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux). L'équation des droites et le coefficient de corrélation sont indiqués pour les différents échantillons en haut à droite de la figure. . . . .	183
4.110	Figure illustrant l'évolution de la susceptibilité magnétique massique à basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), des teneurs en carbone et en matières organiques, en fer échangeable, non libre et total ainsi qu'en phosphore total pour l'échantillon situé à 23 cm de profondeur du sondage 1 effectué sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux). . . . .	183

4.111	Photographie d'un échantillon du sondage 1 (Quartier des Arènes, Levroux) réalisée au MEB en mode retrodiffusé. L'échantillon semble contenir peu de minéraux de type oxydes ou sulfures de fer. . . . .	184
4.112	Photographies de trois scories issues du remplissage de la fosse du sondage 2 (Quartier des Arènes, Levroux). . . . .	185
4.113	Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), le taux de conversion ( $\chi_{conv}$ ), la dépendance fréquentielle de la susceptibilité ( $\chi_{fd}(\%)$ ) et le rapport $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$ pour les sondages 2 et 3 effectués sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux). . . . .	186
4.114	Figure illustrant la relation entre $\chi_{bf}$ et $\chi_{conv}$ pour les sondages 2 et 3 effectués sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux). La droite de régression correspondante est tracée pour chacun des deux sondages. Leur pente et leur coefficient de régression $R^2$ sont indiqués. . . . .	186
4.115	Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air en cours de chauffe (figure du haut) et de refroidissement (figure du bas) pour six échantillons du sondage 2 (parcelle L1 du Quartier des Arènes, Levroux). La susceptibilité mesurée $\kappa$ est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante $\kappa_0$ . . . . .	188
4.116	Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air en cours de chauffe et de refroidissement pour une scorie prélevée dans la fosse du sondage 2 (parcelle L1 du Quartier des Arènes, Levroux). Les flèches indiquent la chauffe ou le refroidissement. La susceptibilité mesurée $\kappa$ est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante $\kappa_0$ . . . . .	189
4.117	Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air en cours de chauffe (figure du haut) et de refroidissement (figure du bas) pour six échantillons et une mélange de scories du sondage 3 (parcelle L1 du Quartier des Arènes, Levroux). La susceptibilité mesurée $\kappa$ est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante $\kappa_0$ . . . . .	191
4.118	Cycles d'hystérésis (non corrigés pour la contribution dia/paramagnétique) et courbes d'acquisition de l'aimantation rémanente isotherme pour les échantillons du sondage 2 prélevés à 7 cm, 41 cm et 52 cm de profondeur sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux). . . . .	192
4.119	Cycles d'hystérésis (non corrigés pour la contribution dia/paramagnétique) et courbes d'acquisition de l'aimantation rémanente isotherme pour les échantillons du sondage 3 prélevés à 20 cm, 34 cm et 63 cm de profondeur sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux). . . . .	192
4.120	Cycles d'hystérésis (non corrigés pour la contribution dia/paramagnétique) obtenus pour les échantillons de scories issus des sondages 2 et 3 effectués sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux). . . . .	193
4.121	Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), l'aimantation à saturation ( $J_s$ ), l'aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ), le champ coercitif ( $H_{cf}$ ), le champ coercitif rémanent ( $H_{cr}$ ), le rapport de l'aimantation rémanente à saturation sur la susceptibilité magnétique ( $J_{rs}/\chi$ ) et le rapport de l'aimantation rémanente isotherme à 100 mT sur l'aimantation rémanente à saturation ( $ARI_{100mT}/J_{rs}$ ) pour les sondages 2 et 3 effectués sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux). Ces paramètres sont aussi indiqués pour la scorie prélevée dans la fosse du sondage 2 (scorie 2) et celles échantillonnées dans la fosse du sondage 3 (scories 3). . . . .	193

- 4.122 Diagramme de Day (Day *et al.*, 1977) indiquant la répartition des échantillons du sondage 2 du Quartier des Arènes à Levroux, en fonction des rapports  $J_{rs}/J_s$  et  $H_{cr}/H_{cf}$ . Le point correspondant à une scorie est entouré en bleu, tandis que le reste des points est entouré en rouge. MD : monodomaine ; PMD : pseudo-monodomaine ; PD : polydomaine ; SPM : superparamagnétique. . . . . 195
- 4.123 Diagramme de la représentation du rapport  $J_{rs}/\kappa$  en fonction de  $H_{cr}$  (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986) pour quelques échantillons du sondage 2 effectué sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux). Les magnétites polydomaines (MD pour « multidomain » en anglais), pseudo-monodomaines (PSD pour « pseudo single-domain » en anglais) et monodomaines allongées (ESD pour « elongated single-domain » en anglais) se situent dans la moitié gauche du diagramme. L'hématite (H) se situe en haut à droite du diagramme. Les mélanges contenant des grains (super)paramagnétiques se situent davantage dans la partie inférieure. . . . . 195
- 4.124 Diagramme de Day (Day *et al.*, 1977) indiquant la répartition des échantillons du sondage 3 du Quartier des Arènes à Levroux, en fonction des rapports  $J_{rs}/J_s$  et  $H_{cr}/H_{cf}$ . Le point correspondant à un mélange de scories est entouré en bleu, tandis que le reste des points est entouré en rouge. MD : monodomaine ; PMD : pseudo-monodomaine ; PD : polydomaine ; SPM : superparamagnétique. . . . . 196
- 4.125 Diagramme de la représentation du rapport  $J_{rs}/\kappa$  en fonction de  $H_{cr}$  (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986) pour quelques échantillons du sondage 3 effectué sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux). Les magnétites polydomaines (MD pour « multidomain » en anglais), pseudo-monodomaines (PSD pour « pseudo single-domain » en anglais) et monodomaines allongées (ESD pour « elongated single-domain » en anglais) se situent dans la moitié gauche du diagramme. L'hématite (H) se situe en haut à droite du diagramme. Les mélanges contenant des grains (super)paramagnétiques se situent davantage dans la partie inférieure. . . . . 196
- 4.126 Diagrammes bilogarithmiques indiquant la relation entre susceptibilité magnétique volumique ( $\kappa$ ) et aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ) pour quelques échantillons du sondage 2 (diagramme du haut) et du sondage 3 (diagramme du bas), effectués sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux). La grille sur laquelle sont placés les points pour notre étude est établie pour de la magnétite pure. L'amplitude de  $\kappa$  renseigne sur la concentration en magnétite tandis que le rapport  $\kappa/J_{rs}$  renseigne sur la taille des grains (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986). . . . . 198
- 4.127 Figure illustrant l'évolution de la viscosité magnétique dans le domaine temporel pour des échantillons et des scories du sondage 2 (Quartier des Arènes, Levroux). L'équation des droites et le coefficient de régression sont indiqués pour les différents échantillons en haut à droite de la figure. . . . . 199
- 4.128 Figure illustrant l'évolution de la viscosité magnétique dans le domaine temporel pour des échantillons du sondage 3 (Quartier des Arènes, Levroux). L'équation des droites et le coefficient de régression sont indiqués pour les différents échantillons en haut à droite de la figure. . . . . 200
- 4.129 Figure illustrant l'évolution de la susceptibilité magnétique massique à basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), des teneurs en carbone et matière organiques, en fer échangeable, non libre et total ainsi qu'en phosphore total pour des échantillons des sondages 2 et 3 effectués sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux). . . . . 201

4.130	Photographie d'un échantillon de la fosse du sondage 2 (Quartier des Arènes, Levroux) réalisée au MEB en mode retrodiffusé. De nombreux minéraux brillants sont visibles, leur taille est de l'ordre de quelques dizaines de micromètres comme en témoigne l'oxyde de fer fibreux encadré en rouge. . . . .	202
4.131	Photographie d'un oxyde de fer issu de la fosse du sondage 2 (Quartier des Arènes, Levroux) réalisée au MEB en mode retrodiffusé à gauche et en électrons secondaires à droite, accompagnée d'une analyse chimique. Le minéral le plus brillant (points 1 et 2) correspond à un oxyde de fer de 20 $\mu m$ de côté environ. La baguette sur la droite (point 3) est moins riche en fer, mais davantage en silice, calcium et phosphore. . . . .	203
4.132	Photographie d'un échantillon du sondage 3 (Quartier des Arènes, Levroux) réalisée au MEB en mode retrodiffusé. Ce dernier contient de nombreux minéraux brillants de l'ordre de quelques dizaines de micromètres, comme pour le sondage 2. . . . .	204
4.134	Photographie d'un oxyde de fer issu de la fosse du sondage 3 (Quartier des Arènes, Levroux) réalisée au MEB en mode retrodiffusé. Sa taille est d'environ $10 \times 60 \mu m$ , sa structure est creuse et ses parois sont parsemées de petites sphérules. . . . .	204
4.133	Photographie réalisée au MEB (mode retrodiffusé) d'un oxyde de fer issu de la fosse du sondage 3 (Quartier des Arènes, Levroux) associé à des silicates et des carbonates. L'analyse chimique effectuée montre que le minéral le plus brillant (points 1 et 3) correspond à du fer pris dans une matrice riche en silicates (feldspaths, point 2; minéral plus riche en fer et moins en silice, point 4) et en carbonates (point 5). . . . .	205
4.135	Photographie d'un oxyde de fer en feuillets issu du sondage 3 (Quartier des Arènes, Levroux) réalisée au MEB en mode retrodiffusé. Ce oxyde montre la présence d'octaèdres très riches en fer d'environ 600 nm de côté. . . . .	206
4.136	Photographie d'une structure rouge (fosse du sondage 2, Quartier des Arènes, Levroux) réalisée à la loupe binoculaire. Point A : probablement magnétite; Point B : moins riche en fer, plus proche de la maghémite/hématite mélangé à des silicates. . . . .	206
4.137	Photographie réalisée à la loupe binoculaire de baguettes de magnétite trouvée dans l'échantillon prélevé à 52 cm dans la fosse du sondage 2 (Quartier des Arènes, Levroux). . . . .	207
4.138	Photographie réalisée à la loupe binoculaire d'une partie de l'échantillon prélevé à 70 cm de profondeur dans la fosse du sondage 3 (Quartier des Arènes, Levroux). . . . .	208
4.139	Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), le taux de conversion ( $\chi_{conv}$ ), la dépendance fréquentielle de la susceptibilité ( $\chi_{fd}(\%)$ ) et le rapport $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$ pour les sondages 5 et 6 effectués sur la parcelle L2 (Quartier des Arènes, Levroux). . . . .	210
4.140	Figure illustrant la relation entre $\chi_{bf}$ et $\chi_{conv}$ pour le sondage 5 effectué sur la parcelle L2 (Quartier des Arènes, Levroux). La pente et le coefficient de régression $R^2$ de la droite de régression correspondante sont indiqués. . . . .	211
4.141	Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air en cours de chauffe (figure du haut) et de refroidissement (figure du bas) pour cinq échantillons du sondage 5 (Quartier des Arènes, Levroux). La susceptibilité mesurée $\kappa$ est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante $\kappa_0$ . . . . .	212

4.142	Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air pour l'échantillon prélevé à 34 cm dans la fosse du sondage 5 (courbes du haut) et pour l'échantillon prélevé à 52 cm dans la même fosse (courbes du bas) (Quartier des Arènes, Levroux). Les flèches indiquent la chauffe et le refroidissement. La susceptibilité mesurée $\kappa$ est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante $\kappa_0$ . . . . .	213
4.143	Cycles d'hystérésis (non corrigés pour la contribution dia/paramagnétique) et courbes d'acquisition de l'aimantation rémanente isotherme pour les échantillons du sondage 5 prélevés à 7 cm, 29 cm, 34 cm et 56 cm de profondeur sur la parcelle L2 (Quartier des Arènes, Levroux). . . . .	214
4.144	Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), l'aimantation à saturation ( $J_s$ ), l'aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ), le champ coercitif ( $H_{cf}$ ), le champ coercitif rémanent ( $H_{cr}$ ), le rapport de l'aimantation rémanente à saturation sur la susceptibilité magnétique ( $J_{rs}/\chi$ ) et le rapport de l'aimantation rémanente isotherme à 100 mT sur l'aimantation rémanente à saturation ( $ARI_{100mT}/J_{rs}$ ) pour le sondage 5 effectué sur la parcelle L2 (Quartier des Arènes, Levroux). . . . .	215
4.145	Diagramme de Day (Day <i>et al.</i> , 1977) indiquant la répartition des échantillons du sondage 5 (Quartier des Arènes, Levroux) en fonction des rapports $J_{rs}/J_s$ et $H_{cr}/H_{cf}$ . MD : monodomaine ; PMD : pseudo-monodomaine ; PD : polydomaine ; SPM : superparamagnétique. . . . .	216
4.146	Diagramme de la représentation du rapport $J_{rs}/\kappa$ en fonction de $H_{cr}$ (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986) pour quelques échantillons du sondage 5 effectué sur la parcelle L2 (Quartier des Arènes, Levroux). Les magnétites polydomaines (MD pour « multidomain » en anglais), pseudo-monodomaines (PSD pour « pseudo single-domain » en anglais) et monodomaines allongées (ESD pour « elongated single-domain » en anglais) se situent dans la moitié gauche du diagramme. L'hématite (H) se situe en haut à droite du diagramme. Les mélanges contenant des grains (super)paramagnétiques se situent davantage dans la partie inférieure. . . . .	217
4.147	Diagramme bilogarithmique indiquant la relation entre susceptibilité magnétique volumique ( $\kappa$ ) et aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ) pour quelques échantillons du sondage 5 effectué sur la parcelle L2 (Quartier des Arènes, Levroux). La grille sur laquelle sont placés les points pour notre étude est établie pour de la magnétite pure. L'amplitude de $\kappa$ renseigne sur la concentration en magnétite tandis que le rapport $\kappa/J_{rs}$ renseigne sur la taille des grains (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986). . . . .	218
4.148	Figure illustrant l'évolution de la viscosité magnétique dans le domaine temporel pour sept échantillons du sondage 5 (Quartier des Arènes, Levroux). L'équation des droites et le coefficient de régression sont indiqués pour les différents échantillons en haut à droite de la figure. . . . .	219
4.149	Figure illustrant l'évolution de la susceptibilité magnétique massique à basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), des teneurs en carbone et matière organiques, en fer échangeable, non libre et total ainsi qu'en phosphore total pour des échantillons du sondage 5 effectué sur la parcelle L2 (Quartier des Arènes, Levroux). . . . .	219
4.150	Photographie d'un échantillon issu de la fosse du sondage 5 (Quartier des Arènes, Levroux) réalisée à la loupe binoculaire. Comme pour le sondage 1, peu de minéraux de type oxydes ou sulfures de fer sont visibles, probablement du fait de leur très petite taille. . . . .	220

4.151	Photographie d'une titanomagnétite (points 1 et 2) de 10 $\mu\text{m}$ de côté issue de la fosse du sondage 5 (Quartier des Arènes, Levroux) réalisée à la loupe binoculaire. Elle est associée à des silicates (feldspaths, points 3 et 7; quartz, points 4 et 5) et à des carbonates (point 6). . . . .	221
4.152	Photographie réalisée à la loupe binoculaire d'un gros oxyde de fer dans un échantillon prélevé à 29 cm de profondeur (fosse du sondage 5, Levroux). . . . .	222
4.153	Photographie réalisée à la loupe binoculaire d'une partie de l'échantillon prélevé à 29 cm de profondeur dans la fosse du sondage 5 (Quartier des Arènes, Levroux). Point B : petite baguette de composition proche de l'hématite/maghémite; Point C : structure de 10 $\mu\text{m}$ de diamètre également proche de la composition de l'hématite/maghémite. . . . .	223
4.154	Photographie réalisée à la loupe binoculaire d'une magnétite (point D) et d'un oxyde de fer plus riche en silice et aluminium (point E) pour un échantillon prélevé à 29 cm de profondeur dans la fosse du sondage 5 (Quartier des Arènes, Levroux). . . . .	223
4.155	Localisation de la ville de Metz au sein du département de la Moselle (région Lorraine). . . . .	226
4.156	Localisation de la ZAC du Quartier de l'Amphithéâtre dans la ville de Metz. . . . .	227
4.157	Résultats provisoires de l'opération archéologique « Zac-Amphithéâtre » à Metz datant d'octobre 2006 (croquis sans échelle; source : Inrap). . . . .	228
4.158(a)	: Photographie illustrant le premier décapage de la ZAC-Amphithéâtre de Metz. Les zones noires correspondent aux Terres Noires datant du $VI^{ieme} - XII^{ieme}$ siècle tandis que les zones orangées correspondent au substratum sous-jacent plus ancien ( <i>ante</i> gallo-romain); (b) : Photographie d'une coupe située sur la ZAC-Amphithéâtre. Les Terres Noires apparaissent très nettement entre deux couches plus claires (cliché : Q. Borderie). . . . .	229
4.159	Localisation des trois secteurs d'étude au sein de la ZAC-Amphithéâtre de Metz. . . . .	230
4.160(a)	: Positionnement des prélèvements effectués dans le secteur 63 sur la paroi Ouest (par Stéphane Alix). Le substratum alluvial se situe à la base de la séquence et est encadré en jaune; (b) : Positionnement altimétrique de tous les échantillons prélevés dans le secteur 63 (en vrac, pour les lames minces (carrés verts) et pour les analyses chimiques (en bleu)) (étude effectuée par Stéphane Alix) (Nicosia, 2008). La position du substratum alluvial est encadrée en jaune. . . . .	231
4.161	Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air en cours de chauffe (figure du haut) et de refroidissement (figure du bas) pour les deux échantillons du substratum alluvial (ZAC-Amphithéâtre, Metz). La susceptibilité mesurée $\kappa$ est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante $\kappa_0$ . . . . .	234
4.162	Cycle d'hystérésis (non corrigé pour la contribution dia/paramagnétique) et courbe d'acquisition de l'aimantation rémanente isotherme pour l'échantillon substratum 2 récolté dans la zone de la ZAC-Amphithéâtre (Metz). . . . .	235
4.163	Diagramme de Day (Day <i>et al.</i> , 1977) indiquant la répartition des deux échantillons du substratum alluvial en fonction des rapports $J_{rs}/J_s$ et $H_{cr}/H_{cf}$ . MD : monodomaine; PMD : pseudo-monodomaine; PD : polydomaine; SPM : superparamagnétique. . . . .	236

4.164	Diagramme de la représentation du rapport $J_{rs}/\kappa$ en fonction de $H_{cr}$ (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986) pour les deux échantillons du substratum alluvial récoltés dans la zone de la ZAC-Amphithéâtre (Metz). Les magnétites polydomaines (MD pour « multidomain » en anglais), pseudo-monodomaines (PSD pour « pseudo single-domain » en anglais) et monodomaines allongées (ESD pour « elongated single-domain » en anglais) se situent dans la moitié gauche du diagramme. L'hématite (H) se situe en haut à droite du diagramme. Les mélanges contenant des grains (super)paramagnétiques se situent davantage dans la partie inférieure. . . . .	237
4.165	Diagramme bilogarithmique indiquant la relation entre susceptibilité magnétique volumique ( $\kappa$ ) et aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ) pour les deux échantillons du substratum (ZAC-Amphithéâtre, Metz). La grille sur laquelle sont placés les points pour notre étude est établie pour de la magnétite pure. L'amplitude de $\kappa$ renseigne sur la concentration en magnétite tandis que le rapport $\kappa/J_{rs}$ renseigne sur la taille des grains (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986). . . . .	237
4.166	(a) et (b) : Positionnement des prélèvements effectués dans le secteur 63 sur les parois Nord et Ouest respectivement (par Stéphane Alix) ; (c) : Positionnement altimétrique de tous les échantillons prélevés dans le secteur 63 (en vrac, pour les lames minces (carrés verts) et pour les analyses chimiques (en bleu)) (Nicosia, 2008).	238
4.167	Figure illustrant les teneurs en carbone et matière organiques, en fer non libre ainsi qu'en phosphore total pour les échantillons de Terres Noires récoltés dans le secteur 63 de la ZAC-Amphithéâtre (Metz). . . . .	242
4.168	Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), le taux de conversion ( $\chi_{conv}$ ), la dépendance fréquentielle de la susceptibilité ( $\chi_{fd}(\%)$ ) et le rapport $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$ pour les échantillons de Terres Noires récoltés dans le secteur 63 de la ZAC-Amphithéâtre (Metz). . . . .	244
4.169	Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air en cours de chauffe (figure du haut) et de refroidissement (figure du bas) pour quelques unités du secteur 63 (ZAC-Amphithéâtre, Metz). La susceptibilité mesurée $\kappa$ est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante $\kappa_0$ .	245
4.170	Cycle d'hystérésis (non corrigé pour la contribution dia/paramagnétique) et courbe d'acquisition de l'aimantation rémanente isotherme pour l'unité 6032 du secteur 63 de la ZAC-Amphithéâtre (Metz). . . . .	246
4.171	Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), l'aimantation à saturation ( $J_s$ ), l'aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ), le champ coercitif ( $H_{cf}$ ), le champ coercitif rémanent ( $H_{cr}$ ) et le rapport de l'aimantation rémanente à saturation sur la susceptibilité magnétique ( $J_{rs}/\chi$ ) pour les échantillons de Terres Noires récoltés dans le secteur 63 de la ZAC-Amphithéâtre (Metz). . . . .	247
4.172	Diagramme de Day (Day <i>et al.</i> , 1977) indiquant la répartition des unités du secteur 63 en fonction des rapports $J_{rs}/J_s$ et $H_{cr}/H_{cf}$ . MD : monodomaine ; PMD : pseudo-monodomaine ; PD : polydomaine ; SPM : superparamagnétique. . . . .	248
4.173	Diagramme de la représentation du rapport $J_{rs}/\kappa$ en fonction de $H_{cr}$ (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986) pour les échantillons de Terres Noires récoltés dans le secteur 63 de la ZAC-Amphithéâtre (Metz). Les magnétites polydomaines (MD pour « multidomain » en anglais), pseudo-monodomaines (PSD pour « pseudo single-domain » en anglais) et monodomaines allongées (ESD pour « elongated single-domain » en anglais) se situent dans la moitié gauche du diagramme. L'hématite (H) se situe en haut à droite du diagramme. Les mélanges contenant des grains (super)paramagnétiques se situent davantage dans la partie inférieure. .	248

4.174	Diagramme bilogarithmique indiquant la relation entre susceptibilité magnétique volumique ( $\kappa$ ) et aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ) pour quelques unités du secteur 63 (ZAC-Amphithéâtre, Metz). La grille sur laquelle sont placés les points pour notre étude est établie pour de la magnétite pure. L'amplitude de $\kappa$ renseigne sur la concentration en magnétite tandis que le rapport $\kappa/J_{rs}$ renseigne sur la taille des grains (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986). . . . .	249
4.175	Figure illustrant la viscosité magnétique dans le domaine temporel de quelques unités du secteur 63. L'équation des droites et le coefficient de corrélation sont indiqués pour les différentes unités en haut à droite de la figure. . . . .	250
4.176(a)	: Positionnement des prélèvements effectués dans le secteur 61 ; (b) : Positionnement altimétrique des échantillons prélevés dans le secteur 61 (en vrac, pour les lames minces (carrés verts) et pour les analyses chimiques (en bleu)). Pour ce secteur, certains échantillons ont été regroupés par passes de deux ou trois dans le cadre des études de lames minces et des analyses chimiques (Nicosia, 2008). . .	251
4.177	Figure illustrant les teneurs en carbone et matière organiques, en fer non libre ainsi qu'en phosphore total pour les échantillons de terres noires récoltés dans le secteur 61 de la ZAC-Amphithéâtre (Metz). . . . .	255
4.178	Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), le taux de conversion ( $\chi_{conv}$ ), la dépendance fréquentielle de la susceptibilité ( $\chi_{fd}(\%)$ ) et le rapport $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$ pour les échantillons de Terres Noires récoltés dans le secteur 61 de la ZAC-Amphithéâtre (Metz). . . . .	256
4.179	Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air en cours de chauffe (figure du haut) et de refroidissement (figure du bas) pour quelques unités du secteur 61 (ZAC-Amphithéâtre, Metz). La susceptibilité mesurée $\kappa$ est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante $\kappa_0$ .	258
4.180	Cycle d'hystérésis (non corrigé pour la contribution dia/paramagnétique) et courbe d'acquisition de l'aimantation rémanente isotherme pour l'unité 6040 du secteur 61 de la ZAC-Amphithéâtre (Metz). . . . .	259
4.181	Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), l'aimantation à saturation ( $J_s$ ), l'aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ), le champ coercitif ( $H_{cf}$ ), le champ coercitif rémanent ( $H_{cr}$ ) et le rapport de l'aimantation rémanente à saturation sur la susceptibilité magnétique ( $J_{rs}/\chi$ ) pour les échantillons de Terres Noires récoltés dans le secteur 61 de la ZAC-Amphithéâtre (Metz). . . . .	260
4.182	Diagramme de Day (Day <i>et al.</i> , 1977) indiquant la répartition des unités du secteur 61 en fonction des rapports $J_{rs}/J_s$ et $H_{cr}/H_{cf}$ . MD : monodomaine ; PMD : pseudo-monodomaine ; PD : polydomaine ; SPM : superparamagnétique. . . . .	261
4.183	Diagramme de la représentation du rapport $J_{rs}/\kappa$ en fonction de $H_{cr}$ (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986) pour les échantillons de terres noires récoltés dans le secteur 61 de la ZAC-Amphithéâtre (Metz). Les magnétites polydomaines (MD pour « multidomain » en anglais), pseudo-monodomaines (PSD pour « pseudo single-domain » en anglais) et monodomaines allongées (ESD pour « elongated single-domain » en anglais) se situent dans la moitié gauche du diagramme. L'hématite (H) se situe en haut à droite du diagramme. Les mélanges contenant des grains (super)paramagnétiques se situent davantage dans la partie inférieure. .	261

4.184	Diagramme bilogarithmique indiquant la relation entre susceptibilité magnétique volumique ( $\kappa$ ) et aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ) pour les unités du secteur 61 (ZAC-Amphithéâtre, Metz). La grille sur laquelle sont placés les points pour notre étude est établie pour de la magnétite pure. L'amplitude de $\kappa$ renseigne sur la concentration en magnétite tandis que le rapport $\kappa/J_{rs}$ renseigne sur la taille des grains (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986). . . . .	262
4.185	Figure illustrant la viscosité magnétique dans le domaine temporel de quelques unités du secteur 61. L'équation des droites et le coefficient de corrélation sont indiqués pour les différentes unités en haut à droite de la figure. . . . .	263
4.186(a)	: Positionnement des prélèvements effectués dans le secteur 71 ; (b) : Positionnement altimétrique des échantillons prélevés dans le secteur 71 (en vrac, pour les lames minces (carrés verts) et pour les analyses chimiques (en bleu)). Pour ce secteur, certains échantillons ont été regroupés par passes de deux dans le cadre des études de lames minces et les analyses chimiques. . . . .	264
4.187	Figure illustrant les teneurs en carbone et matière organiques, en fer non libre ainsi qu'en phosphore total pour les échantillons de terres noires récoltés dans le secteur 71 de la ZAC-Amphithéâtre (Metz). . . . .	267
4.188	Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), le taux de conversion ( $\chi_{conv}$ ), la dépendance fréquentielle de la susceptibilité ( $\chi_{fd}(\%)$ ) et le rapport $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$ pour les échantillons de Terres Noires récoltés dans le secteur 71 de la ZAC-Amphithéâtre (Metz). . . . .	268
4.189	Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air en cours de chauffe (figure du haut) et de refroidissement (figure du bas) pour quelques unités du secteur 71 (ZAC-Amphithéâtre, Metz). La susceptibilité mesurée $\kappa$ est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante $\kappa_0$ .	270
4.190	Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), l'aimantation à saturation ( $J_s$ ), l'aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ), le champ coercitif ( $H_{cf}$ ), le champ coercitif rémanent ( $H_{cr}$ ) et le rapport de l'aimantation rémanente à saturation sur la susceptibilité magnétique ( $J_{rs}/\chi$ ) pour les échantillons de Terres Noires récoltés dans le secteur 71 de la ZAC-Amphithéâtre (Metz). . . . .	271
4.191	Diagramme de Day (Day <i>et al.</i> , 1977) indiquant la répartition des unités du secteur 71 en fonction des rapports $J_{rs}/J_s$ et $H_{cr}/H_{cf}$ . MD : monodomaine ; PMD : pseudo-monodomaine ; PD : polydomaine ; SPM : superparamagnétique. . . . .	272
4.192	Diagramme de la représentation du rapport $J_{rs}/\kappa$ en fonction de $H_{cr}$ (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986) pour les échantillons de Terres Noires récoltés dans le secteur 71 de la ZAC-Amphithéâtre (Metz). Les magnétites polydomaines (MD pour « multidomain » en anglais), pseudo-monodomaines (PSD pour « pseudo single-domain » en anglais) et monodomaines allongées (ESD pour « elongated single-domain » en anglais) se situent dans la moitié gauche du diagramme. L'hématite (H) se situe en haut à droite du diagramme. Les mélanges contenant des grains (super)paramagnétiques se situent davantage dans la partie inférieure. . . . .	272
4.193	Diagramme bilogarithmique indiquant la relation entre susceptibilité magnétique volumique ( $\kappa$ ) et aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ) pour les unités du secteur 71 (ZAC-Amphithéâtre, Metz). La grille sur laquelle sont placés les points pour notre étude est établie pour de la magnétite pure. L'amplitude de $\kappa$ renseigne sur la concentration en magnétite tandis que le rapport $\kappa/J_{rs}$ renseigne sur la taille des grains (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986). . . . .	273

4.194	Figure illustrant la viscosité magnétique dans le domaine temporel de quelques unités du secteur 71. L'équation des droites et le coefficient de corrélation sont indiqués pour les différentes unités en haut à droite de la figure. . . . .	274
4.195	Synthèse de l'interprétation micromorphologique concernant les échantillons récoltés dans les secteurs 63, 61 et 71 de la ZAC-Amphithéâtre à Metz (Nicosia, 2008). . .	275
4.196	Courbes K-T acquises sous air pour les échantillons des couches 1, 3, 5, 6, 7 et 8 du profil 2 prélevés sur le site de Papferding. La susceptibilité mesurée $\kappa$ est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante $\kappa_0$ . . . . .	299
4.197	Courbes K-T acquises sous air pour les échantillons des couches 9, 10, 11, 13, 15 et 16 du profil 2 prélevés sur le site de Papferding. La susceptibilité mesurée $\kappa$ est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante $\kappa_0$ . . . . .	300
4.198	Courbes K-T acquises sous air pour les échantillons des couches 18, 19, 20, 21, 22 et 25 du profil 2 prélevés sur le site de Papferding. La susceptibilité mesurée $\kappa$ est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante $\kappa_0$ . . . . .	301

# Liste des tableaux

1.1	Tableau du haut : récapitule quelques propriétés magnétiques des principaux oxydes, hydroxydes et sulfures de fer présents dans les roches et dans les sols; Tableau du bas : indique les valeurs de susceptibilité obtenues pour les principaux minéraux dia/paramagnétiques présents dans les roches et dans les sols (minéraux « blancs », minéraux ferromagnésiens et argiles) (Maher, 1986 ; Thompson et Oldfield, 1986). . . . .	22
3.1	Tableaux illustrant la relation de proportionnalité entre la durée de l'émission du champ, les temps de délai et ceux de réception avec le MVM1 (Pulsepower Developments Ltd). Deux exemples sont illustrés dans les tableaux : une mesure sur le calibre à 10 $\mu s$ et une autre à 50 $\mu s$ . Le délai correspond au temps pendant lequel il n'y a ni émission, ni réception. Le délai 1 sépare le temps d'émission du premier temps de réception et le délai 2 sépare le temps de réception 1 du temps de réception 2 (modifié d'après Foster, 2009). . . . .	49
3.2	Tableau récapitulatif de l'analyse chimique d'une magnétite et d'une hématite étalons. Trois analyses ont été réalisées pour chacun des deux oxydes, en trois points différents. . . . .	59
4.1	Tableau récapitulatif des données stratigraphiques et pédologiques des horizons d'âges Eémien à Holocène constituant la coupe usine de Saint-Pierre-lès-Elbeuf. MIS : Marine Isotope Stages. (*) La couleur des horizons est précisée avec le nuancier de Munsell dont la définition se trouve dans le lexique. . . . .	66
4.2	Composition chimique (en pourcentage de poids d'oxydes d'éléments majeurs) des verres volcaniques du Laacher See Tephra et du Vedde Ash observés dans les sites du lac de Gerzensee et du lac de Sewen. L'écart-type est indiqué entre parenthèses (Walter-Simonnet <i>et al.</i> , 2008). . . . .	95
4.3	Composition chimique des verres volcaniques et de certains phénocristaux caractéristiques du téphra LT2 Allerød anté-LST observé dans le site de l'étang du Lautrey. Le nombre de grains et d'échardes analysés (n) et l'écart-type sont indiqués entre parenthèses (Walter-Simonnet <i>et al.</i> , 2008). . . . .	95
4.4	Tableau récapitulatif de la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), sa dépendance fréquentielle ( $\chi_{fd}(\%)$ ) et le rapport $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$ pour les échantillons de téphra GER1/LST et GER2 du site du lac de Gerzensee (Plateau Suisse) et SW2/LST du site du lac de Sewen (Vosges). . . . .	97

4.5	Tableau récapitulant les valeurs de l'aimantation à saturation ( $J_s$ ), de l'aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ), du champ coercitif ( $H_{cf}$ ), du champ coercitif rémanent ( $H_{cr}$ ) et du rapport de l'aimantation rémanente à saturation sur la susceptibilité magnétique ( $J_{rs}/\chi$ ) pour les échantillons de téphra GER1/LST et GER2 du site du lac de Gerzensee (Plateau Suisse) et SW2/LST du site du lac de Sewen (Vosges). . . . .	100
4.6	Tableau des principales caractéristiques pédologiques et archéologiques des échantillons prélevés dans la partie SSE de la tranchée correspondant aux remplissages du Bronze ancien et aux traces de l'ancien rempart celtique (couches 1 à 16 du profil 2). . . . .	112
4.7	Tableau des principales caractéristiques pédologiques et archéologiques des échantillons prélevés dans la partie NNW de la tranchée correspondant au fossé partiellement rempli par le matériel du rempart celtique (couches 17 à 25 du profil 2). . . . .	113
4.8	Tableau des principales caractéristiques pédologiques et archéologiques des cinq échantillons prélevés dans la zone chauffée du profil 2. . . . .	114
4.9	Composition chimique en pourcentage de poids d'oxydes d'éléments majeurs d'une ilménite observée dans la lame mince de la couche 4 (profil 2, site de Papferding). . . . .	128
4.10	Composition chimique en pourcentage de poids d'oxydes d'éléments majeurs de quelques structures (ilménites, chlorite) observées dans la mince de la couche 5 (profil 2, site de Papferding). . . . .	130
4.11	Composition chimique en pourcentage de poids d'oxydes d'éléments majeurs d'une ilménite (E) et d'une magnétite (F) présentes dans un agrégat de la couche 8 (profil 2, site de Papferding). . . . .	131
4.12	Composition chimique en pourcentage de poids d'oxydes d'éléments majeurs d'une ilménite présente dans un nodule ferromanganique de la couche 25 (profil 2, site de Papferding). . . . .	139
4.13	Composition chimique (en pourcentage de poids d'oxydes d'éléments majeurs) de quelques structures présentes dans l'échantillon prélevé à 52 cm de profondeur dans la fosse du sondage 2. . . . .	207
4.14	Composition chimique (en pourcentage de poids d'oxydes d'éléments majeurs) de quelques structures présentes dans l'échantillon prélevé à 70 cm de profondeur dans la fosse du sondage 3. . . . .	208
4.15	Composition chimique (en pourcentage de poids d'oxydes d'éléments majeurs) de quelques structures présentes dans un échantillon prélevé à 29 cm de profondeur dans la fosse du sondage 5. . . . .	224
4.16	Tableau illustrant les teneurs en carbone et matière organiques, en fer non libre ainsi qu'en phosphore total pour le substratum alluvial échantillonné à la base de la paroi Ouest dans le secteur 63 de la ZAC-Amphithéâtre (Metz) (Nicosia, 2008). . . . .	232
4.17	Tableau récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), le taux de conversion ( $\chi_{conv} = \chi_{bf}/\chi_{max}$ ), la dépendance fréquentielle de la susceptibilité ( $\chi_{fd}(\%)$ ) et le rapport $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$ pour les deux échantillons du substratum alluvial récoltés dans la zone de la ZAC-Amphithéâtre (Metz). . . . .	233
4.18	Tableau récapitulant l'aimantation à saturation ( $J_s$ ), l'aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ), le champ coercitif ( $H_{cf}$ ), le champ coercitif rémanent ( $H_{cr}$ ) et le rapport de l'aimantation rémanente à saturation sur la susceptibilité magnétique ( $J_{rs}/\chi$ ) pour les deux échantillons du substratum alluvial récoltés dans la zone de la ZAC-Amphithéâtre (Metz). . . . .	236

4.19	Répartition chronologique des tessons trouvés dans les différentes unités du secteur 63 (Zac-Amphithéâtre, Metz). La période présentant le plus de tessons a été surlignée en jaune pour chaque unité (Nicosia, 2008). . . . .	239
4.20	Tableau récapitulatif de l'importance relative des inclusions anthropiques et biogéniques comptées dans les lames minces pour les échantillons des parois Nord et Ouest du secteur 63 (Nicosia, 2008). Signification des symboles : +++ = forte quantité; ++ = quantité moyenne; + = quantité faible; - = aucune quantité. Les quantités les plus importantes sont surlignées en jaune pour chaque type d'inclusion (voir l'annexe IV pour le détail des comptages). . . . .	241
4.21	Répartition chronologique des tessons trouvés dans les différentes unités du secteur 61. La période présentant le plus de tessons a été surlignée en jaune pour chaque unité (Nicosia, 2008). . . . .	252
4.22	Tableau récapitulatif de l'importance relative des inclusions anthropiques et biogéniques comptées dans les lames minces pour les échantillons du secteur 61 (Nicosia, 2008). Signification des symboles : +++ = forte quantité; ++ = quantité moyenne; + = quantité faible; - = aucune quantité. Les quantités les plus importantes sont surlignées en jaune pour chaque type d'inclusion (voir l'annexe IV pour le détail des comptages). . . . .	254
4.23	Répartition chronologique des tessons de céramiques trouvés dans les différentes unités du secteur 71 et classification selon la période historique concernée. La période présentant le plus de tessons a été surlignée en jaune pour chaque unité (Nicosia, 2008). . . . .	264
4.24	Tableau récapitulatif de l'importance relative des inclusions anthropiques et biogéniques comptées dans les lames minces pour les échantillons du secteur 71 (Nicosia, 2008). Signification des symboles : +++ = forte quantité; ++ = quantité moyenne; + = quantité faible; - = aucune quantité. Les quantités les plus importantes sont surlignées en jaune pour chaque type d'inclusion (voir l'annexe IV pour le détail des comptages). . . . .	266



# Introduction

La découverte du caractère original des propriétés magnétiques des sols est ancienne mais leur étude n'a véritablement commencé qu'avec les travaux de Le Borgne (1955 a, 1955b, 1960a) qui visaient à comprendre pourquoi l'augmentation de la susceptibilité magnétique de l'horizon superficiel du sol est nettement supérieure à celle des horizons inférieurs et à la roche-mère. Le Borgne proposa comme explication à ce phénomène la formation dans l'horizon superficiel d'oxydes de fer ferrimagnétiques de type magnétite ( $Fe_3O_4$ ) ou maghémite ( $\gamma Fe_2O_3$ ) à partir de formes moins magnétiques telles que l'hématite ( $\alpha Fe_2O_3$ ). Il montra que de telles transformations peuvent avoir lieu quand le sol est soumis à des feux, d'origine naturelle ou anthropique, mais qu'elles peuvent aussi être liées à des mécanismes de fermentation gouvernés par les cycles d'oxydo-réduction tels qu'il en existe lors de la pédogenèse<sup>\* 1</sup>.

À la même époque, l'application de la prospection magnétique en archéologie dans le but de détecter des structures chauffées en place porteuses d'aimantations thermorémanentes (Aitken *et al.*, 1958 ; Colani et Aitken, 1966) montra que de simples structures « en creux » étaient aussi détectées du fait de leur plus grande susceptibilité par rapport à l'encaissant. Cette observation est à l'origine d'une série d'études en laboratoire conduites dans les années 1960-1970 dans le but d'identifier les facteurs favorisant l'augmentation de la susceptibilité des sols sur un site donné (Colani et Aitken, 1966 ; Tite et Mullins, 1971 ; Tite, 1972 ; Longworth et Tite, 1977). Ces études ont confirmé l'importance du rôle du processus de chauffe dans l'augmentation de la susceptibilité magnétique sur les sites archéologiques (Tite et Mullins, 1971 ; Mullins, 1974), mais ont aussi montré une influence très forte du climat et de la pédogenèse.

Dans les années 1980, la susceptibilité magnétique des formations superficielles a été utilisée comme « proxy » pour mettre en évidence une pédogenèse et ainsi suivre les variations du climat. Ce fut en particulier le cas de l'étude des séquences loess/paléosols du Quaternaire (Heller et Tunsheng, 1984 ; Singer *et al.*, 1989). Le rôle de la pédogenèse dans l'augmentation de la susceptibilité des paléosols fut ainsi confirmé et plusieurs processus authigéniques\* et diagénétiques\* ont été identifiés. Il a ainsi été montré que de la magnétite (et/ou de la maghémite) et de la greigite, en grains de petite taille à la limite superparamagnétique/monodomaine (Özdemir et Banerjee, 1982 ; Maher et Taylor, 1988), peuvent être formées *in situ* via des processus pédogénétiques biotique (synthèse par des bactéries magnétotactiques ou réduction des oxydes de fer en milieu pauvre en oxygène) et abiotique (réactions chimiques à basse température) (Taylor et Schwertmann, 1974 ; Taylor *et al.*, 1987 ; Maher et Taylor, 1988 ; Schwertmann et Taylor, 1989 ; Fassbinder *et al.*, 1990 ; Maher et Thompson, 1991 ; Fassbinder et Stanjek, 1994). Ce type de minéraux, d'origine biologique, fut mis en évidence dans des sédiments archéologiques (Chang et Kirshvink, 1989 ; Fassbinder, 1990 ; Moskowitz *et al.*, 1993) suggérant ainsi que plusieurs processus peuvent intervenir dans les propriétés magnétiques du sol. Cependant, l'importance relative des processus biogéniques dans l'apparition de minéraux

---

1. Chaque terme du mémoire dont la première occurrence est marquée par un astérisque est référencé dans le lexique situé à la fin de ce travail.

magnétiques responsables du « signal magnétique » total ne peut être établie et n'a pas *a priori* de raison d'être identique partout.

Notre étude s'inscrit dans la continuité des travaux effectués depuis les années 1950 et a pour objectif de contribuer à la caractérisation des types d'occupation des sols sur les sites archéologiques à partir de leurs propriétés magnétiques. Si en effet, en climats tempérés, le temps de formation d'un sol est de l'ordre du millier d'années, cette durée est nettement plus courte que la période d'occupation et de mise en valeur agricole des sols (en Europe tempérée le Néolithique moyen commence il y a environ 6 000 ans). Les sols constituent donc un « objet culturel » dont la mise en place et l'évolution ont été très largement conditionnées par les activités humaines. Ils sont certes soumis aux processus naturels mais certaines de leurs propriétés, ici les propriétés magnétiques, peuvent avoir gardé des traits caractéristiques des modes de mise en valeur ou des types d'activités domestiques ou artisanales qui y ont été pratiquées. Pour une caractérisation correcte de l'impact de l'ensemble des processus culturels auquel un sol a pu être soumis, globalement qualifié d'anthropisation, il nous a paru nécessaire de commencer par une étude de sols « non anthropisés », dits « pristines », effectuée préalablement dans le Nord de la France. Nous avons travaillé pour cela sur la séquence loess/paléosol de Saint-Pierre-lès-Elbeuf en Normandie, ainsi que sur des niveaux de téphras récoltés dans les massifs des Vosges et du Jura (apports éoliens de minéraux magnétiques).

L'étude des propriétés magnétiques de sols archéologiques proprement dits a porté sur un ensemble de sites où il nous a été possible d'intervenir, trois d'entre eux sont présentés dans ce mémoire, ceux pour lesquels les informations archéologiques étaient les plus détaillées et les plus fiables et qui constituent un échantillon suffisamment diversifié : le site post-néolithique de Papferding (Bavière), le site laténien\* de Levroux (Indre) et le site urbain post gallo-romain de Metz. Les cadres chronologiques précis dont on dispose pour ces sites permettent de les situer par rapport à l'apparition de la métallurgie du fer.

L'étude en laboratoire des propriétés magnétiques des échantillons récoltés a été autant que possible complétée par des analyses chimiques et minéralogiques. Elle a porté à la fois sur des mesures transposables directement en prospection, mesure de la susceptibilité et de la viscosité magnétique (par dépendance fréquentielle ou dans le domaine temporel), et sur des mesures qui ne sont réalisables qu'en laboratoire : taux de conversion par rapport à une susceptibilité maximale réalisée par chauffe, courbes thermomagnétiques et cycle d'hystérésis (à température ordinaire). Les analyses chimiques effectuées comprennent la mesure du taux de carbone et de matière organiques, du taux de phosphates et de fer, ainsi que des observations au MEB et des analyses à la microsonde électronique. Le site de Levroux est le seul sur lequel il nous a été possible de coupler prospections géophysiques sur le terrain et analyses en laboratoire.

# Chapitre 1

## Rappels sur les propriétés magnétiques des sols

Nous rappelons dans ce chapitre les principales propriétés magnétiques des matériaux naturels constituant un sol et les paramètres d'études auxquelles elles sont associées.

### 1.1 Aimantation induite et susceptibilité magnétique

Lorsque l'on place un objet dans un champ magnétique  $H$  ( $A.m^{-1}$ ) de faible intensité, celui-ci acquiert une aimantation induite  $J$  ( $A.m^{-1}$ ) proportionnelle au champ appliqué. L'aimantation induite  $J$  correspond au rapport du moment magnétique  $M$  par unité de volume  $V$ , tel que  $J = dM/dV$ . Le facteur de proportionnalité noté  $\kappa$  est appelé susceptibilité magnétique.  $\kappa$ , qui correspond à la capacité d'un corps à s'aimanter dans un champ magnétique donné, s'écrit donc de la façon suivante :

$$\kappa = J/H \quad (1.1)$$

Au cours de ce travail, nous ferons la distinction entre la susceptibilité magnétique volumique, adimensionnelle, que nous noterons  $\kappa$  et la susceptibilité magnétique massique que nous noterons  $\chi$  et qui s'exprime en  $m^3.kg^{-1}$  (SI). Ainsi, pour passer de  $\chi$  à  $\kappa$ , il suffit de faire intervenir la masse volumique  $\rho$  telle que  $\kappa = \rho \times \chi$ .

La susceptibilité  $\kappa$  est aussi liée au champ d'induction magnétique ( $B$ ) par l'équation suivante :

$$B = \mu_0 (H + J) \quad (1.2)$$

où  $\mu_0$  correspond à la perméabilité magnétique du vide ( $4 \pi \times 10^{-7} H.m^{-1}$ ).

La susceptibilité magnétique est le premier paramètre physique à prendre en compte dans le magnétisme des sols du fait de son lien étroit avec la concentration, la nature et la taille des minéraux magnétiques qui les composent. De plus, ce paramètre a la particularité de prendre en compte la totalité des éléments du sol étudié, pour lesquels le comportement magnétique peut être varié.

### 1.2 Comportement magnétique des matériaux

Tout matériau, exposé à un champ magnétique, peut être classé dans l'un des trois groupes suivants selon la valeur de sa susceptibilité :

- Le diamagnétisme ;
- Le paramagnétisme ;
- Le ferromagnétisme au sens large.

### 1.2.1 Le diamagnétisme

C'est le cas le plus couramment rencontré. Il correspond à l'acquisition d'une faible aimantation induite négative ( $\kappa < 0$  et d'environ  $-1 \times 10^{-5}$  SI) par un matériau quand celui-ci est soumis à un champ magnétique (le vecteur aimantation induite est dans ce cas colinéaire au vecteur champ magnétique appliqué, mais en sens inverse) (Dunlop et Özdemir, 1997). Un corps diamagnétique parfait offre une grande résistance au passage du champ magnétique : les lignes de champ  $H$  ne pénètrent donc pas dans ce type de matériau, la perméabilité est donc quasi nulle (Figure 1.1). Ce phénomène est réversible, c'est-à-dire que toute aimantation disparaît quand le champ extérieur est annulé. Comme matériaux diamagnétiques, on peut citer entre autre l'eau et de nombreux minéraux (le quartz, la calcite et les feldspaths).

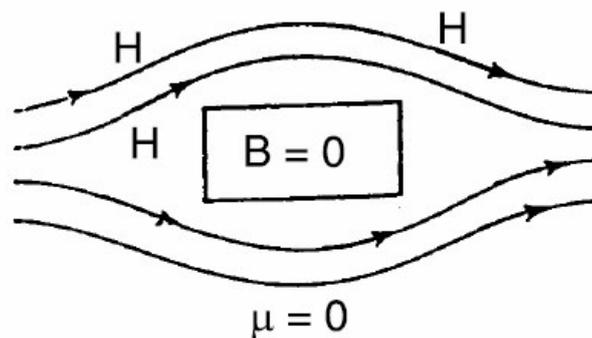


FIGURE 1.1 – Illustration de la déviation des lignes de champ  $H$  face à un matériau diamagnétique.

### 1.2.2 Le paramagnétisme

Les valeurs de susceptibilité des matériaux diamagnétiques étant très faibles et négatives, ce signal est très facilement masqué par des matériaux ayant des susceptibilités plus fortes et positives. C'est le cas de tous les atomes ou molécules comprenant des électrons non appariés. Leur spin (moment cinétique) n'est jamais compensé et ils vont donc, sous l'effet d'un champ magnétique, s'orienter dans la direction et le sens de celui-ci. Il s'agit du paramagnétisme qui n'existe que pour les corps contenant des éléments de transition ( $Mn, Fe, Co, Ni, Cu$ ) dont la couche électronique 3d est incomplète, des lanthanides (présents dans les roches magmatiques) ou  $Fe, Fe^{2+}, Fe^{3+}$  (Dunlop et Özdemir, 1997). L'aimantation induite acquise par ce phénomène reste relativement faible ( $\kappa$  varie de  $10^{-4}$  à  $10^{-3}$  SI), mais son intensité est nettement supérieure à celle acquise par le diamagnétisme et est réversible. Elle est également dépendante de l'énergie thermique. Ainsi la susceptibilité magnétique d'un matériau paramagnétique est inversement proportionnelle à la température et il n'existe pas d'aimantation rémanente (c'est-à-dire d'aimantation subsistant après coupure du champ magnétique appliqué) (Figure 1.2).

Parmi les matériaux paramagnétiques les plus courants, on trouve les minéraux tels que l'olivine, la biotite, les pyroxènes, mais aussi les métaux, les argiles et des sulfures tels que la pyrite et la chalcopryrite, ainsi que la sidérite.

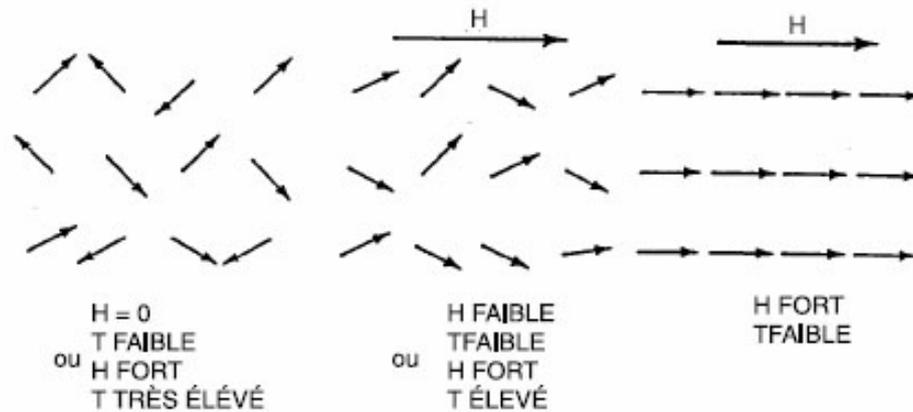


FIGURE 1.2 – Influence conjointe du champ magnétique extérieur et de la température sur l'aimantation d'un matériau paramagnétique.

### 1.2.3 Le ferromagnétisme

Lorsque des éléments de transition sont compris dans des minéraux à structure cristalline compacte, les spins libres vont conserver l'orientation acquise par un phénomène de couplage entre les atomes adjacents (Dunlop et Özdemir, 1997). Ces corps, dits ferromagnétiques au sens large, sont donc capables, même en l'absence d'un champ extérieur, de posséder une aimantation permanente dite rémanente. Leur susceptibilité est forte. Mais ce comportement n'existe qu'en-dessous d'une température seuil appelée température de Curie, notée  $T_c$  (cf parties 1.5 et 1.6). Sous  $T_c$ , l'énergie thermique est inférieure à celle créée par l'ensemble des moments élémentaires. Ces derniers ont donc tendance à se figer dans la direction du champ magnétique externe (Figure 1.3). Inversement, au-delà de  $T_c$ , l'agitation thermique domine et le matériau devient paramagnétique.

Le ferromagnétisme est caractéristique du fer à température ambiante, d'où cette appellation. Mais ce terme couramment utilisé regroupe aussi les matériaux antiferromagnétiques et ferrimagnétiques selon la structure cristallographique et l'élément de transition impliqué.

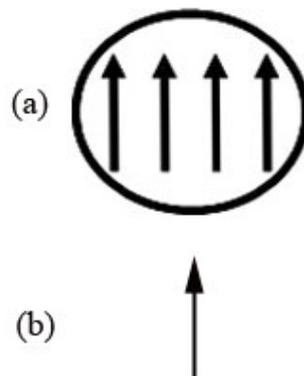


FIGURE 1.3 – (a) Arrangement des moments magnétiques dans un matériau ferromagnétique « strict »; (b) Aimantation résultante.

### 1.2.4 L'antiferromagnétisme

Le comportement antiferromagnétique est caractérisé par une alternance de l'orientation des spins. Dans le cas où la somme des moments magnétiques des sous-ensembles parallèles et anti-

parallèles d'un matériau est nulle, on parle d'antiferromagnétisme strict (Figure 1.4). Mais pour certains matériaux, la structure cristalline et l'agitation thermique entraînent une déviation de l'antiparallélisme (Dunlop et Özdemir, 1997). Dans ce cas, appelé antiferromagnétisme dévié, il n'y a plus de compensation des moments magnétiques et un moment macroscopique apparaît. La susceptibilité magnétique résultante est alors faible, de l'ordre de grandeur des matériaux paramagnétiques. Ce comportement est caractéristique de l'hématite ( $\alpha Fe_2O_3$ ) (Figure 1.4).

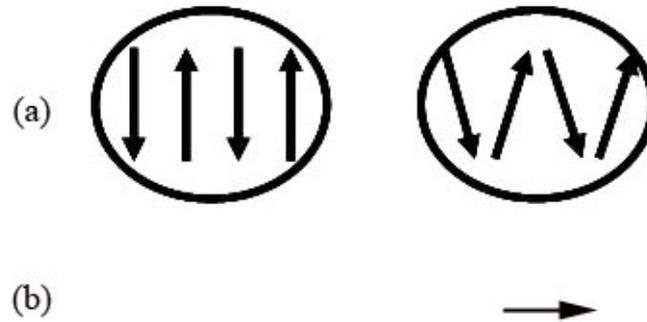


FIGURE 1.4 – (a) Arrangement des moments magnétiques dans un matériau antiferromagnétique strict (à gauche) et dévié (à droite); (b) Aimantations résultantes.

### 1.2.5 Le ferrimagnétisme

Les matériaux ferrimagnétiques, comme les matériaux antiferromagnétiques, sont proches du comportement ferromagnétique à la différence près qu'ils sont caractérisés par deux types d'atomes portant des moments magnétiques antiparallèles d'intensité différente (Figure 1.5) (Dunlop et Özdemir, 1997). Ainsi, ces matériaux peuvent acquérir une forte aimantation, tant induite que rémanente. Parmi ces minéraux qui tiennent une place prépondérante dans le magnétisme des sols, on trouve la magnétite ( $Fe_3O_4$ ), la maghémite ( $\gamma Fe_2O_3$ ) ou encore la greigite ( $Fe_3S_4$ ) pour lesquelles les principales propriétés magnétiques sont résumées dans la partie 1.6.

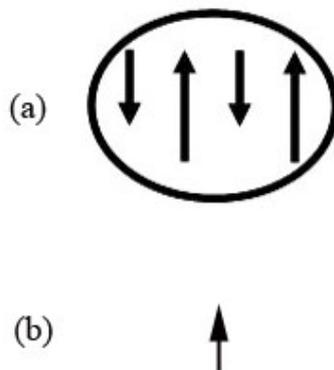


FIGURE 1.5 – (a) Arrangement des moments magnétiques dans un matériau ferrimagnétique; (b) Aimantation résultante.

### 1.2.6 Structure de l'aimantation et notion de domaines magnétiques

Les roches et les sols sont constitués de grains dont la plupart sont diamagnétiques. Seule une faible proportion ferromagnétique est responsable des propriétés magnétiques.

Dans un grain ferromagnétique, au sens large, aimanté, chacun des éléments responsables de l'aimantation possède un moment magnétique dipolaire. L'ensemble de ces moments dipolaires est équivalent à une certaine densité de charges à la surface du grain. L'énergie magnétostatique  $E_m$  est d'autant plus grande que l'aimantation est élevée. De cette présence de charges de surface naît un champ à l'extérieur du grain, et un champ interne qui s'oppose à l'aimantation du grain et qui est nommé champ démagnétisant,  $H_d$  (Butler, 1992).

Chaque grain tend à minimiser son énergie totale, dont l'énergie magnétostatique est une partie. Pour cela, l'aimantation sera privilégiée dans la direction de l'allongement du grain puisque dans ce cas la quantité de charges en surface est minimisée (Butler, 1992). Cette direction, orientée dans un sens ou dans l'autre, est appelée direction de facile aimantation et intervient dans le cas de grains dits monodomaines. L'aimantation des monodomaines est totalement différente de celle des gros grains et est beaucoup plus forte et plus stable que celle des polydomaines. Pour des grains sphériques, l'axe de facile aimantation suivra des directions cristallographiques privilégiées. L'application d'un champ suffisant pourra tourner le vecteur aimantation.

Pour des grains plus gros et pour minimiser encore l'énergie totale, la structure de l'aimantation peut changer : le cristal peut être divisé en domaines, appelés domaines de Weiss, dans lesquels la direction de l'aimantation pourra varier d'un domaine à l'autre. Chaque domaine sera limité par des parois, appelées parois de Bloch. À l'intérieur des parois, l'orientation des spins des éléments contigus passe progressivement de la direction de l'aimantation d'un domaine à celle de son voisin (Figure 1.6) (Dunlop et Özdemir, 1997).

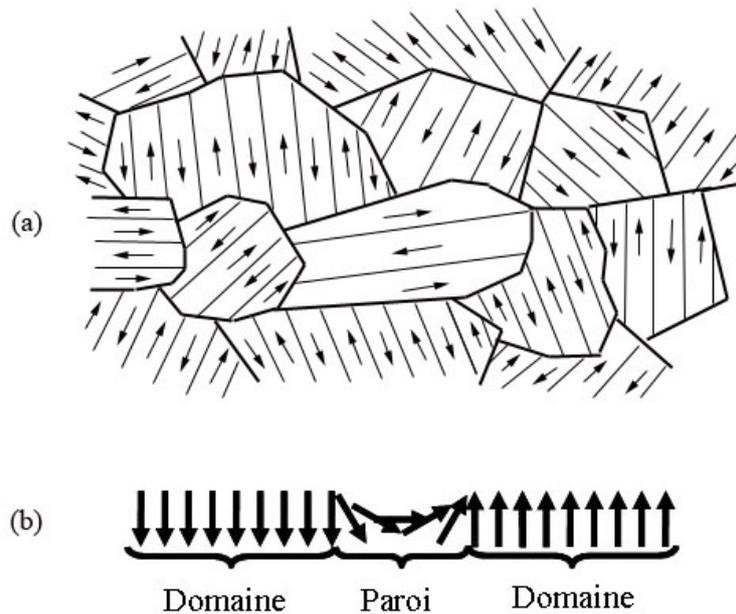


FIGURE 1.6 – (a) Arrangement des domaines dans un échantillon polycristallin; (b) Rotation progressive des spins au niveau d'une paroi séparant deux domaines antiparallèles.

Les gros grains ferromagnétiques ( $d > 15 \mu m$ ) au sens large sont divisés en plusieurs domaines dont le nombre décroît avec la taille des grains jusqu'à ce qu'il ne soit plus énergétiquement économique de créer des parois. Ces grains, appelés polydomaines, ont une forte aimantation à l'intérieur de chacun des domaines, mais montrent une aimantation totale faible en l'absence de champ (donc une faible aimantation rémanente) du fait de la compensation quasi totale de l'ensemble des moments des différents domaines (Dunlop et Özdemir, 1997). Sous l'effet d'un

champ extérieur, les domaines orientés dans le sens du champ appliqué verront leur volume croître grâce au déplacement de leurs parois pourtant gêné par les impuretés et les imperfections (Figure 1.7). On doit donc s'attendre à ce que la susceptibilité magnétique soit forte pour les petits monodomaines, plus faible pour les monodomaines plus gros, et qu'elle augmente à nouveau pour les polydomaines.

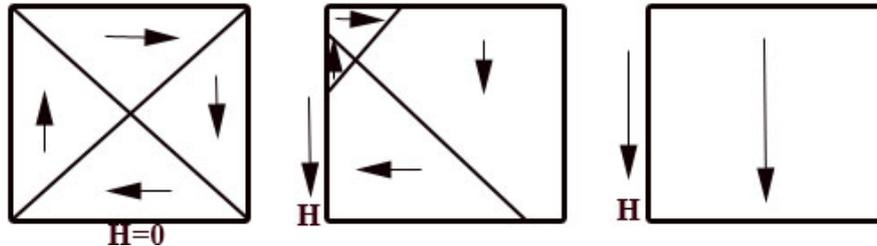


FIGURE 1.7 – Schéma illustrant le comportement d'un grain polydomaine exposé à un champ magnétique extérieur  $H$ .

Si l'on considère enfin des grains monodomaines très petits (de l'ordre de dix nanomètres), on se rapproche d'un comportement paramagnétique très sensible à l'agitation thermique. Ces grains, appelés grains superparamagnétiques, montrent une forte susceptibilité mais aucune aimantation rémanente (Thompson et Oldfield, 1986). Ils jouent un rôle important dans le magnétisme des sols.

La distinction entre ces différentes tailles de grain n'est pas toujours aisée et de nombreuses méthodes ont été mises en place. Parmi elles, l'application d'un champ magnétique fort, connue sous le terme d'hystérésis, est la plus classique.

### 1.2.7 Notion d'hystérésis

La variable champ magnétique est largement utilisée en laboratoire et l'application d'un champ fort n'a d'équivalent naturel que dans le foudroiement des roches.

Si l'on prend un échantillon naturel constitué de grains para/diamagnétiques et de grains ferromagnétiques non aimantés et qu'on lui applique un champ magnétique ( $H$ ), l'aimantation totale mesurée ( $J$ ) correspond à la somme de l'aimantation induite ( $J_i$ ) et de l'aimantation rémanente ( $J_r$ ) telle que :  $J = J_i + J_r = \kappa H + J_r$ . La représentation des mesures qui consistent à étudier l'évolution de l'aimantation d'un matériau en fonction de l'application d'un champ correspond à des cycles d'hystérésis dont voici le descriptif (Figure 1.8).

Dans le cas où le champ appliqué est très faible (domaine de Rayleigh), donc insuffisant pour obtenir une aimantation rémanente, l'aimantation totale mesurée ne correspond qu'à l'aimantation induite, laquelle est directement liée à la susceptibilité de l'ensemble des minéraux présents dans l'échantillon,  $\kappa_0$  (Figure 1.8).

Lorsque le champ croît, l'échantillon considéré acquiert une aimantation de plus en plus importante, jusqu'à ce qu'il y ait une saturation de l'aimantation. Dans ce cas, continuer à augmenter le champ n'aurait aucun effet sur l'aimantation de l'échantillon, cette dernière resterait constante. Dans le cas d'une saturation, on peut écrire :  $J_s = J_i + J_{rs} = \kappa H_s + J_r$ ,  $H_s$  étant le champ nécessaire pour obtenir la saturation,  $J_s$  étant l'aimantation à saturation,  $J_r$  l'aimantation rémanente et  $J_{rs}$  l'aimantation rémanente à saturation (Figure 1.8).

À partir de  $H_s$ , l'aimantation rémanente n'augmentant plus, l'éventuelle croissance de l'aimantation observée n'est liée qu'à la susceptibilité constante de la fraction dia/paramagnétique.

La pente de la droite de saturation nous donne donc  $\kappa_{dia/para}$ . Connaissant la susceptibilité totale  $\kappa_0$ , on peut donc déduire la susceptibilité magnétique liée uniquement aux ferromagnétiques au sens large.

Lorsque l'on supprime le champ appliqué, on remarque que la courbe obtenue pour l'échantillon considéré n'est pas réversible et on peut mesurer  $J_{rs}$  (Figure 1.8). Afin d'annuler l'aimantation créée, on applique un champ de même direction et de même intensité que le champ initial, mais de sens opposé. Dans le cas où le champ appliqué atteint la valeur  $-H_c$  ( $H_c$  étant le champ coercitif), l'aimantation rémanente est compensée par l'aimantation induite et donc l'aimantation totale apparente est nulle. Si on continue à augmenter l'intensité du champ extérieur, on peut réussir à annuler l'aimantation rémanente acquise initialement. Il s'agit d'appliquer le champ coercitif rémanent noté  $H_{cr}$ . Dans ce cas, l'aimantation totale apparente sera non nulle et égale à l'aimantation induite.

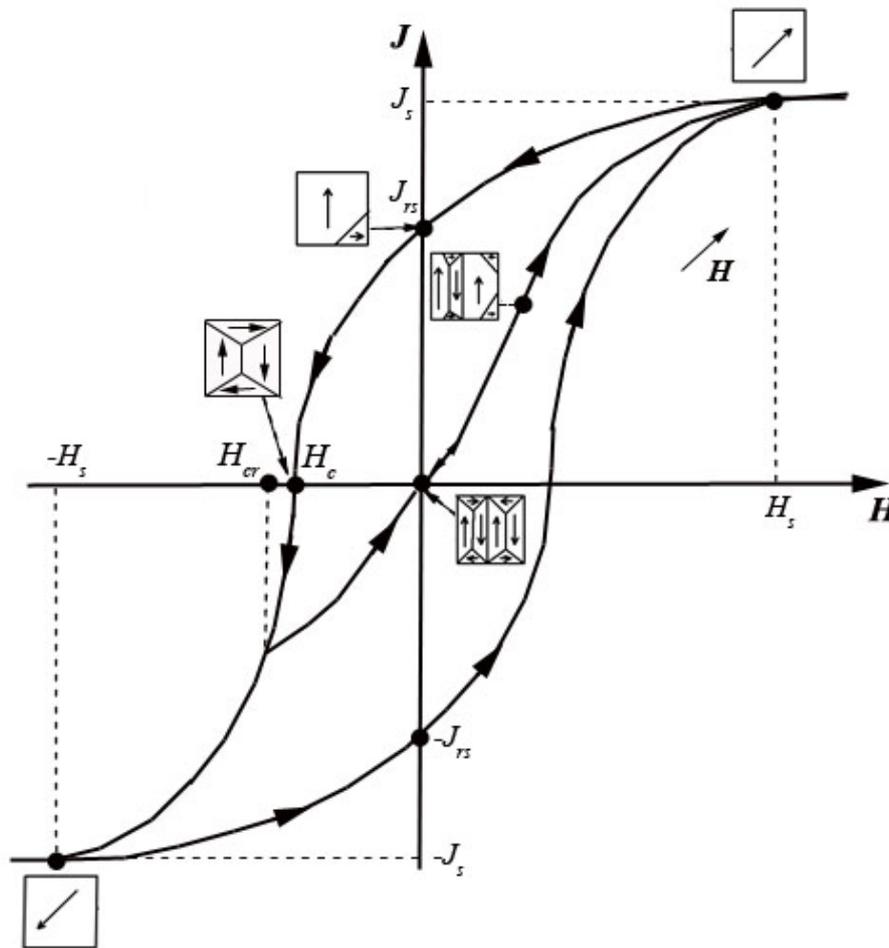


FIGURE 1.8 – Schéma d'un cycle d'hystérésis récapitulant les différentes étapes de l'aimantation d'un matériau constitué de grains para/diamagnétiques et ferromagnétiques initialement non aimantés soumis à un champ magnétique fort.

En général,  $J_{rs} < J_s$  et  $H_c < H_{cr}$  et les rapports  $J_{rs}/J_s$  et  $H_{cr}/H_c$  sont fonction de la taille des minéraux ferromagnétiques présents.

En effet, le cycle d'hystérésis de minéraux ferromagnétiques monodomaines est caractéristique du fait que leur rémanence est toujours dans l'axe de facile aimantation, et que seul le sens de la rémanence peut changer par retournement des spins. Leur cycle est donc plutôt large (Figure 1.9) (Thompson et Oldfield, 1986).

Le cycle d'hystérésis des polydomaines quant à lui est à relier avec la mobilité des parois et sera totalement réversible pour un polydomaine cristallographiquement parfait avec une rémanence à saturation faible ( $J_{rs} \sim 0,25 \text{ A.m}^2.\text{kg}^{-1}$  pour la magnétite, Özdemir *et al.*, 1995), est ouvert pour un polydomaine naturel avec une rémanence à saturation plus élevée (Thompson et Oldfield, 1986). Les paramètres d'hystérésis des assemblages polydomaines sont très différents de ceux des grains monodomaines, leur aimantation rémanente et leur champ coercitif étant plus faibles, leur susceptibilité sera plus élevée (Figure 1.10). Les cycles d'hystérésis des polydomaines sont donc plus étroits que ceux des monodomaines (Figure 1.9).

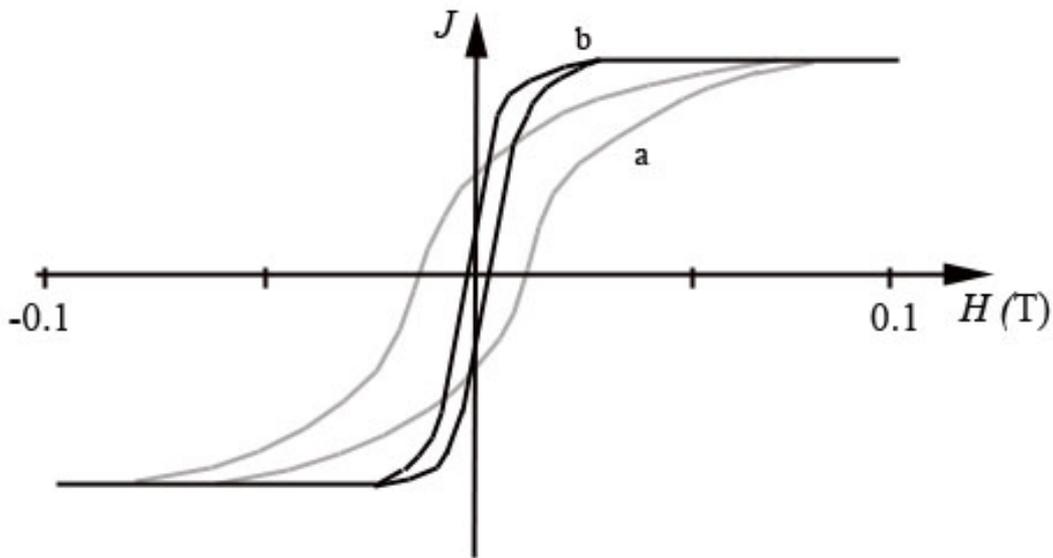


FIGURE 1.9 – a. Cycle d'hystérésis d'un assemblage de grains monodomaines de magnétite ; b. Cycle d'hystérésis pour de la magnétite polydomaine. La hauteur de ces deux cycles est la même puisque l'aimantation à saturation est indépendante de la taille des grains (Thompson et Oldfield, 1986).

### 1.2.8 Variations des paramètres des cycles d'hystérésis

La figure 1.10 illustre les variations de l'aimantation rémanente à saturation, de la susceptibilité volumique et de l'induction coercitive rémanente en fonction de la taille des particules. On remarque que l'aimantation rémanente à saturation et l'induction coercitive rémanente montrent la même tendance avec la taille des grains : les valeurs de ces paramètres sont les plus fortes pour les grains dont la taille se situe à la limite superparamagnétique/monodomaine et les plus basses pour les grains les plus gros (polydomaines). Cette tendance est l'inverse de celle de la susceptibilité magnétique (Thompson et Oldfield, 1986).

Thompson et Oldfield (1986) ont aussi démontré de façon expérimentale qu'il existe une relation entre la susceptibilité et l'aimantation rémanente à saturation (Figure 1.11 A) et qu'il est possible d'estimer la concentration et la taille de grains de magnétite à partir de ces deux paramètres (Figure 1.11 B). L'intensité de la susceptibilité magnétique donne la concentration en magnétite et le rapport  $J_{rs}/\kappa$  renseigne sur la taille des grains (Figure 1.11 B).

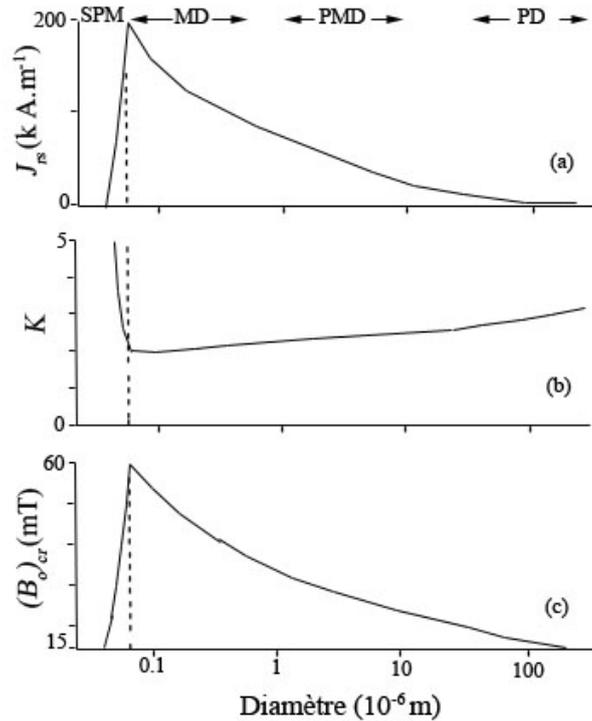


FIGURE 1.10 – Figure montrant la variation de (a) l'aimantation rémanente à saturation  $J_{rs}$ , (b) la susceptibilité ( $\kappa$ ) et (c) de l'induction coercitive rémanente ( $(B_o)_{cr}$  (mT)) avec la taille des grains de magnétite. Les tiretés indiquent les changements apparaissant à la limite SPM/MD. SPM : superparamagnétique ; MD : monodomaine ; PMD : pseudo-monodomaine ; PD : polydomaine (Thompson et Oldfield, 1986).

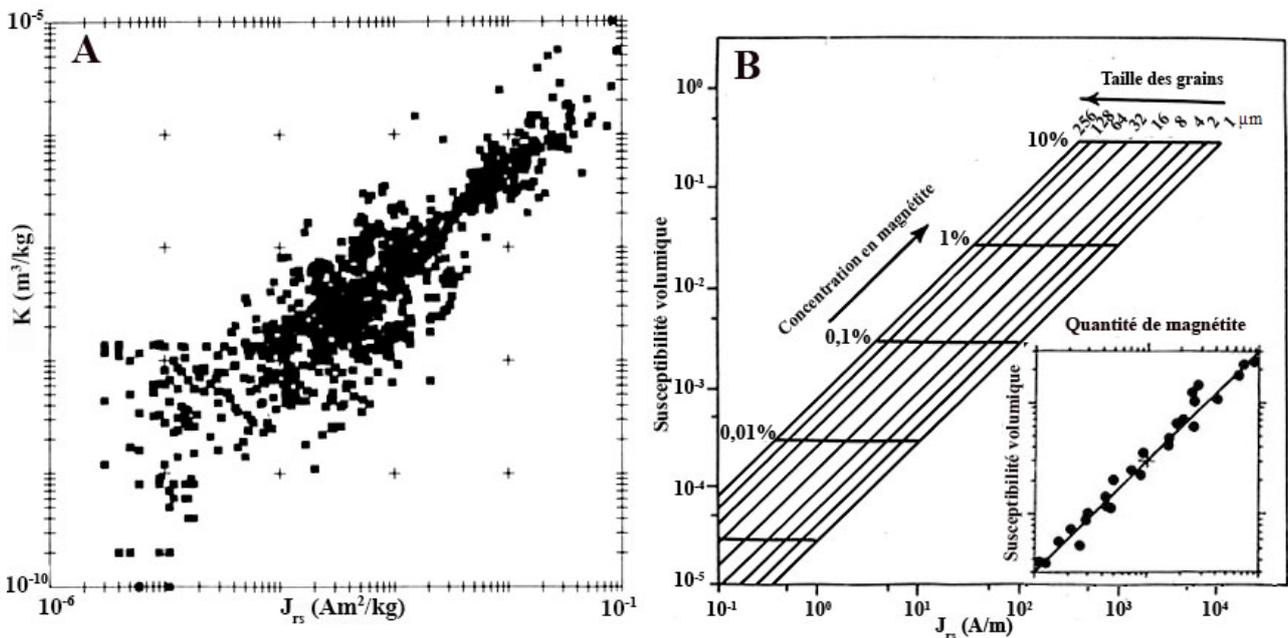


FIGURE 1.11 – Diagrammes bilogarithmiques indiquant la relation entre  $\kappa$  et  $J_{rs}$ . A : Les fortes concentrations en magnétite se situent en haut à droite du diagramme et inversement. Les échantillons situés sous le nuage de points et à sa droite indiquent la présence d'hématite. Ceux montrant un faible  $J_{rs}$  et un  $\kappa$  moyen signent la présence de minéraux paramagnétiques. Les magnétites polydomaines et les assemblages contenant de fortes quantités de magnétites superparamagnétiques se situent dans la partie supérieure du diagramme ; B : La grille principale est établie pour de la magnétite pure. Le petit diagramme en bas à droite indique la relation linéaire généralement observée dans les échantillons naturels entre la susceptibilité et la concentration en magnétite (Thompson et Oldfield, 1986).

Cependant, si l'on considère les propriétés magnétiques de grains superparamagnétiques, monodomaines et polydomaines, on se rend compte qu'il est difficile de distinguer un mélange de grains superparamagnétiques et monodomaines, couramment rencontré dans les sols, avec des grains polydomaines, puisqu'ils vont montrer un rapport  $J_{rs}/\kappa$  similaire. D'autres mesures sont donc nécessaires à une meilleure discrimination de la taille des grains.

Day *et al.* (1977) ont proposé un diagramme pour caractériser la taille des grains de magnétite à partir de données expérimentales (Figure 1.12). Ce diagramme utilise le rapport  $J_{rs}/J_s$  en fonction du rapport  $H_{cr}/H_c$ . L'aimantation rémanente à saturation,  $J_{rs}$  dépend de la taille des grains tandis que l'aimantation à saturation  $J_s$  est indépendante de la taille mais est sensible à la concentration en grains magnétiques. Le champ coercitif rémanent  $H_{cr}$  peut être utilisé dans la détermination de la minéralogie magnétique et de la taille des grains, et peut aider à caractériser des mélanges magnétiques. Pour une minéralogie donnée,  $H_{cr}$  est un indicateur de la taille des grains : il varie par exemple de moins de 10 mT pour de la magnétite polydomaine à près de 100 mT pour de petits grains monodomaines (Thompson et Oldfield, 1986). Le champ coercitif  $H_c$  dépend plus encore de la taille des grains que  $H_{cr}$ .

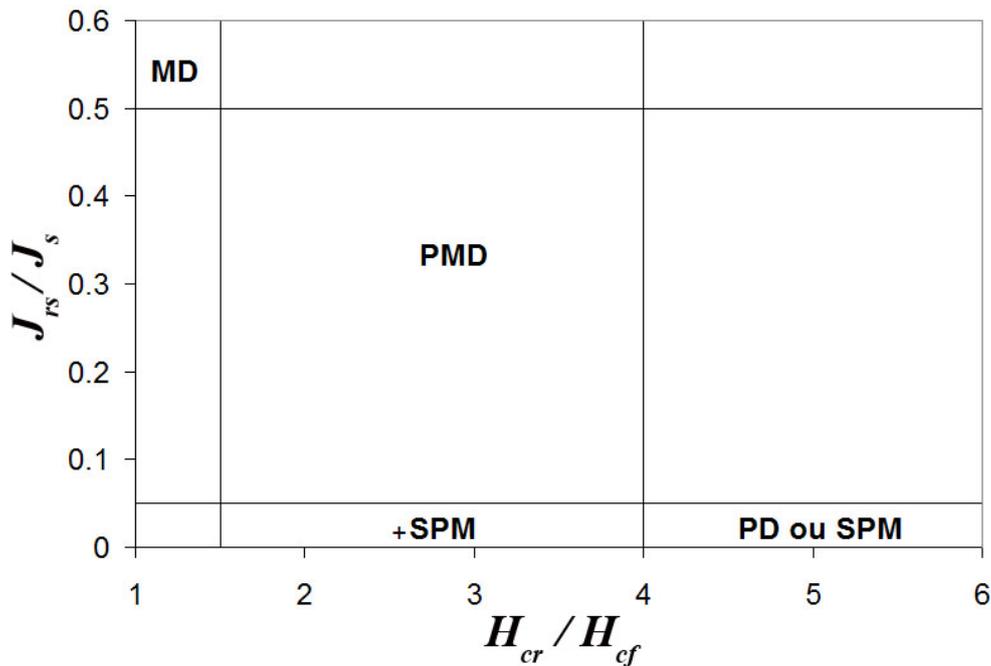


FIGURE 1.12 – Diagramme de Day (Day *et al.*, 1977) donnant une classification de la taille des grains de magnétite en fonction de leurs rapports d'aimantations et de coercitivités. Les grains monodomaines (MD) se situent en haut à gauche du diagramme, les grains polydomaines (PD) en bas à droite, tandis que les grains pseudo-monodomaines (PMD) se situent entre ces deux groupes. Les grains superparamagnétiques (SPM) se situent quant à eux en bas du diagramme.

Il faut noter que le rapport  $J_{rs}/J_s$  est plus significatif que le rapport  $H_{cr}/H_c$  dans la détermination de la taille des grains car ses variations sont plus importantes et les limites théoriques entre les tailles de grains mieux contraintes.  $J_{rs}$  et  $H_c$  diminuent avec la taille des grains donc  $J_{rs}/J_s$  et  $H_{cr}/H_c$  montrent une relation inverse. La théorie permet de délimiter des zones dans le diagramme de Day (1977) en fonction de la taille des grains :

- Pour  $J_{rs}/J_s > 0,5$  (Wohlfart, 1958; Joffe and Heuberger, 1974) et  $H_{cr}/H_c < 1 - 2$  (1,5 est souvent proposé de façon arbitraire, Day *et al.*, 1977), les minéraux correspondants sont des ferromagnétiques monodomaines.

- Pour  $J_{rs}/J_s < 0,05$  (Parry, 1965 ; Rahman *et al.*, 1973) et  $H_{cr}/H_c > 4$  (Day *et al.*, 1977), il s'agit de ferromagnétiques polydomaines. Les grains superparamagnétiques ont tendance à avoir un rapport  $H_{cr}/H_c$  bien plus élevé, supérieur à 10.
- Pour  $0,05 < J_{rs}/J_s < 0,5$  et  $1,5 < H_{cr}/H_c < 4$ , les grains mesurés sont des pseudo-monodomaines.

Cette relation entre paramètres d'hystérésis et structure des domaines magnétiques est couramment utilisée mais elle a été établie pour de la magnétite pure.

Une autre représentation basée sur l'étude du rapport  $J_{rs}/\kappa$  en fonction de  $H_{cr}$  (Figure 1.13) peut être utile pour distinguer des mélanges contenant des grains superparamagnétiques. En effet, ces grains ont une forte susceptibilité mais aucune aimantation rémanente, ce qui signifie qu'ils n'affectent pas le champ coercitif rémanent. Les échantillons comportant une grande quantité de grains superparamagnétiques se distinguent donc par un faible rapport  $J_{rs}/\kappa$  sur  $H_{cr}$ .

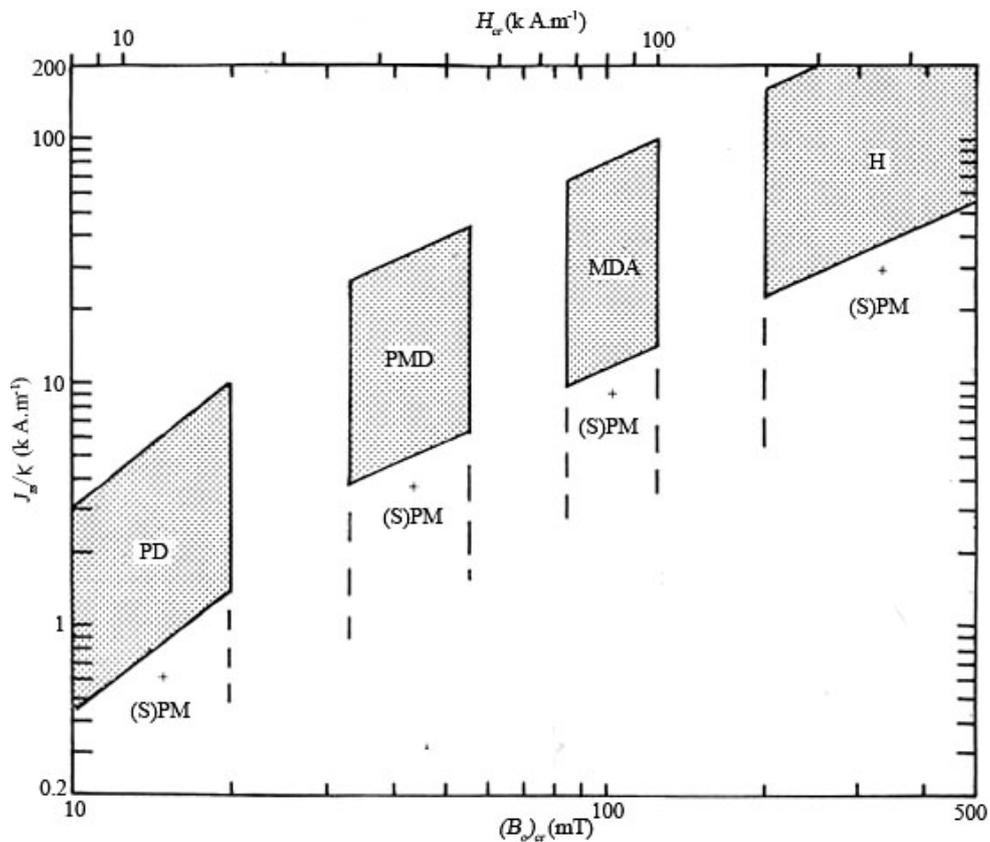


FIGURE 1.13 – Diagramme représentant le rapport  $J_{rs}/\kappa$  en fonction de  $H_{cr}$ . Les magnétites polydomaines (PD), pseudo-monodomaines (PMD) et monodomaines allongées (MDA) se répartissent dans la partie supérieure du diagramme, de la gauche vers le centre. L'hématite (H) se situe en haut à droite; des mélanges contenant des grains (super)paramagnétiques se situent plus en dessous (Thompson et Oldfield, 1986).

Enfin, un rapport intéressant est celui de l'aimantation rémanente isotherme obtenue à 100 mT sur l'aimantation rémanente à saturation ( $ARI_{100\text{mT}}/J_{rs}$ , souvent noté  $S$ ) car il renseigne sur la proportion relative d'hématite par rapport à celle de la magnétite. En effet, la plupart des minéraux ferrimagnétiques saturent dans des champs inférieurs à 100 mT. L'observation d'une saturation pour des champs plus forts indique la présence de minéraux antiferromagnétiques de type hématite ou goéthite (Thompson et Oldfield, 1986).

Comme pour l'ensemble des mesures magnétiques, les paramètres d'hystérésis sont bien déterminés pour des minéraux isolés ou des assemblages d'une seule espèce minéralogique, et la complexité vient du fait que les échantillons naturels sont un assemblage de minéraux d'espèce et de taille variables. La détermination des grains pseudo-monodomaines grâce au diagramme de Day (1977) est souvent à relier à la présence d'un mélange de grains monodomaines et polydomaines plutôt qu'à la présence réelle de grains pseudo-monodomaines. L'utilisation couplée de différentes méthodes permettra de mieux contraindre la composition minéralogique des échantillons à analyser.

### 1.3 L'aimantation rémanente

Nous avons vu précédemment que l'aimantation rémanente est celle qui persiste quand le champ magnétique devient nul, par opposition à l'aimantation induite. Il existe différents types d'aimantation rémanente classés selon leur mode d'acquisition. Les aimantations rémanentes ne persistent d'un point de vue macroscopique dans le sol que tant que celui-ci n'a pas été remanié (labour, bioturbation, remblaiement, ...). La présence d'une aimantation rémanente à l'échelle macroscopique est par conséquent une preuve d'immobilité du sol considéré. Inversement, son absence signe un remaniement des particules du sol (Figure 1.14). Les principaux mécanismes d'acquisition d'une aimantation rémanente pour les sols sont présentés brièvement ci-dessous.

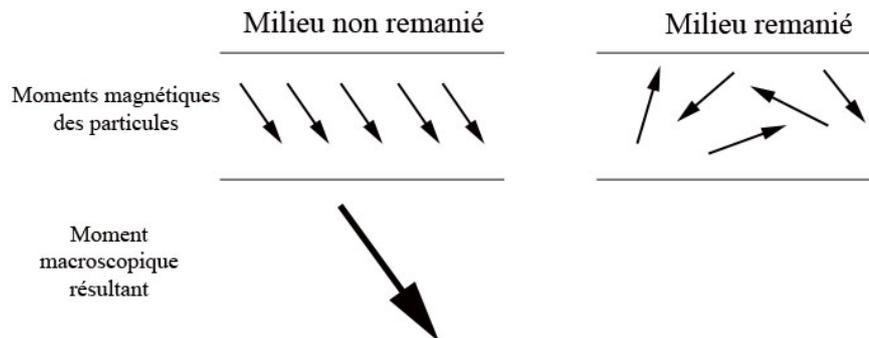


FIGURE 1.14 – Illustration de l'importance du remaniement d'un milieu sur l'acquisition d'une aimantation rémanente macroscopique.

#### 1.3.1 L'aimantation rémanente visqueuse, ARV

L'ARV est acquise lentement à température ordinaire en présence d'un champ magnétique de faible intensité (cas du champ magnétique terrestre par exemple). L'aimantation totale augmente avec le temps si le champ dans lequel est plongé l'objet considéré reste orienté de la même manière. En champ nul, l'ARV ne disparaît pas complètement et décroît lentement en fonction du logarithme du temps du fait de la viscosité magnétique. Elle est effacée par une chauffe modérée (100 à 150°C).

La description de la viscosité magnétique, sur laquelle porte une partie de notre étude, est développée dans la partie suivante (1.4).

#### 1.3.2 L'aimantation rémanente isotherme, ARI

L'ARI s'observe lorsque l'on applique un champ magnétique intense pendant un temps très court (quelques secondes) à température ordinaire. L'ARI n'est pas stable et décroît propor-

tionnellement au logarithme du temps. Dans la nature, on observe souvent des ARI liées à des foudroiements sur des affleurements rocheux.

### 1.3.3 L'aimantation thermorémanente, ATR

Tout matériau ferromagnétique au sens large chauffé au-dessus de sa température de Curie (ou de Néel) et refroidi dans un champ magnétique acquiert une ATR. En effet, au-dessus de  $T_c$ , un matériau ferromagnétique au sens large devient paramagnétique et perd son aimantation. S'il y a refroidissement sous  $T_c$ , le matériau garde la mémoire du champ au moment du passage de  $T_c$ . Cette aimantation est caractéristique des roches volcaniques dont la formation se fait à haute température. L'ATR est stable une fois acquise.

### 1.3.4 L'aimantation rémanente cristalline, ARC

L'ARC intervient lors de la cristallisation d'un matériau soumis à un champ magnétique au cours de laquelle les moments magnétiques des atomes s'orientent préférentiellement dans ce champ. L'ARC, une fois acquise, a les mêmes caractéristiques que l'ATR.

### 1.3.5 L'aimantation rémanente détritique, ARD

L'ARD intervient lors de la sédimentation d'un matériau soumis à un champ magnétique au cours de laquelle les particules de moment magnétique non nul s'alignent avec ce champ. Cette aimantation est acquise soit lors du dépôt des particules, soit après, mais avant consolidation. La rémanence est acquise une fois que le sédiment est consolidé (Thompson et Oldfield, 1986).

## 1.4 La viscosité magnétique

### 1.4.1 Définition

L'aimantation induite acquise ou perdue par les ferromagnétiques au sens large n'est pas instantanée. Ce délai plus ou moins long est connu sous le terme de viscosité (ou traînage) magnétique. La susceptibilité magnétique au sens large peut alors s'écrire comme une grandeur complexe telle que :

$$\kappa = \kappa_{ph} - i\kappa_{qu} \quad (1.3)$$

$\kappa_{ph}$  correspond à la susceptibilité en phase (partie du champ secondaire ni retardée, ni en avance, avec le champ primaire), tandis que  $\kappa_{qu}$  correspond à la susceptibilité en quadrature (partie du champ secondaire en retard d'un quart de période par rapport au champ primaire) et est associée à la viscosité magnétique.

### 1.4.2 Historique

La première étude concernant la viscosité magnétique a été réalisée par Le Borgne (Le Borgne, 1960b). Elle montre que pour les longues périodes ( $\tau > 10\,000$  s), la viscosité magnétique est importante et que l'aimantation varie en fonction du logarithme du temps. Ces observations viennent corroborer la théorie des grains monodomains dispersés dans une substance non magnétique antérieurement publiée par Néel (Néel, 1949). Les premiers tests d'appareil T.D.E.M (Time Domain ElectroMagnetism) en prospection archéologique (Colani et Aitken,

1966) ont montré des réponses magnétiques interprétées comme dues à la viscosité magnétique sur des constantes de temps beaucoup plus courtes, de l'ordre de 100  $\mu s$ . D'autres travaux ont confirmé le rôle de la viscosité magnétique dans les réponses aux appareils T.D.E.M (Tite et Mullins, 1969 ; Tabbagh, 1974). Les calculs de Mullins (Mullins, 1974) ont montré une bonne concordance entre la viscosité magnétique obtenue par les mesures T.D.E.M et la viscosité magnétique à long terme. Il a pu ainsi estimer que sur une période de 1 000 à 2 000 ans, l'aimantation visqueuse cumulée est d'une amplitude équivalente à l'aimantation induite. Les travaux ultérieurs (Heathcote, 1983 ; Dabas, 1989 ; Dabas *et al.*, 1992 ; Dabas et Skinner, 1993) ont confirmé la très forte corrélation entre la susceptibilité et la viscosité magnétiques dans les domaines fréquentiel et temporel, ainsi que la conformité avec la théorie de Néel.

### 1.4.3 Rappel de la théorie

Considérons un ensemble de grains monodomains identiques sans interactions caractérisés par un temps de relaxation  $\tau_0$ . Ces grains présentent une aimantation volumique de la forme (Dabas, 1989 ; Dabas *et al.*, 1992) :

$$J(t) = J_s (1 - e^{-\frac{t}{\tau_0}}) \quad (1.4)$$

où  $J_s$  est l'aimantation spécifique des grains (c'est-à-dire leur aimantation à saturation), donc une constante fonction du champ inducteur  $H$ .

La variation temporelle de l'aimantation est ici gouvernée par l'équation différentielle :

$$\tau_0 \frac{dJ}{dt} + J = J_s \quad (1.5)$$

Si l'on applique un champ  $H = H_0 \sin(\omega t)$ , alors  $J_s$  varie en  $\sin(\omega t)$  et  $J$  devient solution de :

$$\tau_0 \frac{dJ}{dt} + J = J_s(H_0) \sin(\omega t) \quad (1.6)$$

D'où :

$$J = J_s(H_0) \left\{ \frac{\sin(\omega t)}{1 + \omega^2 \tau_0^2} - \frac{\omega \tau_0 \cos(\omega t)}{1 + \omega^2 \tau_0^2} \right\} \quad (1.7)$$

La formule ci-dessus montre un premier terme en phase avec  $H$  et un second en quadrature. On peut alors définir les susceptibilités volumiques en phase  $\kappa_{ph}$  et en quadrature  $\kappa_{qu}$  telles que :

$$\begin{cases} \kappa_{ph} = \frac{J_s}{H_0} \frac{1}{1 + \omega^2 \tau_0^2} \\ \kappa_{qu} = \frac{J_s}{H_0} \frac{\omega \tau_0}{1 + \omega^2 \tau_0^2} \end{cases} \quad (1.8)$$

Si l'on considère une population de grains sans interactions entre eux et de constante de temps, donc d'énergie d'activation, variable entre deux limites  $E_{min}$  et  $E_{max}$ ,  $\kappa_{ph}$  peut s'écrire :

$$K_{ph} = \frac{1}{E_{max} - E_{min}} \int_{E_{min}}^{E_{max}} \frac{J_s(E)}{H_0} \frac{1}{1 + \omega^2 \tau^2} dE \quad (1.9)$$

On peut simplifier le calcul en posant l'hypothèse que  $J_s(E)$  est constante.

Le temps de relaxation caractéristique est quant à lui donné par :

$$\tau = \left(\frac{1}{C}\right) e^{\frac{KV}{kT}} \quad (1.10)$$

avec :

$C$  : facteur de fréquence ( $\sim 10^8 s^{-1}$ ). Il correspond selon Mullins (1974) à  $2f_0$ ,  $f_0$  étant la fréquence de basculement de l'aimantation ;

$K$  : l'anisotropie magnétique cristalline ;  $V$  : le volume des grains ;  $k$  : la constante de Boltzmann.

$KV$ , appelée énergie de blocage d'un grain, est l'énergie nécessaire pour retourner l'aimantation d'un grain, c'est-à-dire l'énergie qui empêche l'aimantation du grain de tourner.  $kT$  correspond à l'énergie thermique.

Étant donné que :

$$K = \frac{1}{2} J_s H_c \quad (1.11)$$

où  $J_s$  est l'aimantation spécifique des grains et  $H_c$  le champ coercitif des grains, l'expression de  $\tau$  peut aussi s'écrire :

$$\tau = \left(\frac{1}{C}\right) e^{\frac{J_s H_c V}{2kT}} \quad (1.12)$$

La formulation de  $\tau$  étant une exponentielle, le temps de relaxation varie très vite avec la température et le volume. Ainsi, le temps de relaxation d'un grain de magnétite de  $0,1 \mu m$  de longueur sur  $0,02 \mu m$  de large est de moins d'une microseconde à  $575^\circ C$ , mais est supérieur à l'âge de la Terre à  $510^\circ C$ . D'autre part, dans un champ constant, les grains ayant un temps de relaxation supérieur au temps de l'expérience ne seront pas affectés et inversement pour les grains ayant un temps de relaxation inférieur. Ceux qui auront un  $\tau$  très petit par rapport au temps de l'expérience donneront l'impression de changer leur aimantation instantanément : il s'agit des grains superparamagnétiques.

Si l'on choisit comme bornes de la gamme de constantes de temps considéré  $\tau_{min} \approx \frac{1}{f_0} = 10^{-8} s$  et  $\tau_{max} \rightarrow \infty$ , en appliquant  $dE = kT \frac{d\tau}{\tau}$  (Néel, 1949) à l'équation (1.10), on aura :

$$\kappa_{ph} = \frac{J_{se}}{H_0} \frac{kT}{kT \ln(\tau_{max} f_0)} \int_{\frac{1}{f_0}}^{\infty} \frac{1}{\tau(1 + \omega^2 \tau^2)} d\tau \quad (1.13)$$

En posant  $x = \omega\tau$  et  $c = \ln(\tau_{max} f_0)$ , on obtient finalement :

$$\kappa_{ph} = \frac{J_{se}}{H_0 c} \int_{\frac{1}{f_0}}^{\infty} \frac{dx}{x(1+x^2)} = -\frac{J_{se}}{H_0 c} \frac{\ln \frac{\omega}{f_0}}{\sqrt{1 + \frac{\omega^2}{f_0^2}}} \quad (1.14)$$

De même, pour la partie en quadrature, on obtient :

$$\kappa_{qu} = \frac{J_{se}}{H_0 c} \int_{\frac{1}{f_0}}^{\infty} \frac{\omega d\tau}{(1 + \omega^2 \tau^2)} = \frac{J_{se}}{H_0 c} \left( \frac{\pi}{2} - \text{Arctg}\left(\frac{\omega}{f_0}\right) \right) \quad (1.15)$$

Si on se place dans l'hypothèse où  $\omega \ll f_0$ , on a alors :

$$\begin{cases} \kappa_{ph} = -\frac{J_{se}}{H_0 c} \ln \frac{\omega}{f_0} \\ \kappa_{qu} = \frac{J_{se}}{H_0 c} \frac{\pi}{2} \end{cases} \quad (1.16)$$

On a de plus :

$$\kappa_{ph} = -\frac{J_{se}}{H_0 c} \ln \frac{2\pi}{t f_0} = \frac{J_{se}}{H_0 c} \ln \frac{2\pi t}{f_0} = \frac{J_{se}}{H_0 c} (\ln t + \ln C) = \frac{J_t}{H_0} \quad (1.17)$$

On peut alors déduire des expressions précédentes la relation entre la viscosité magnétique dans le domaine temporel et la susceptibilité magnétique dans le domaine fréquentiel :

$$\frac{1}{H_0} \frac{\partial J(t)}{\partial (\ln t)} = \frac{2}{\pi} \kappa_{qu} = -\frac{\partial \kappa_{ph}(\omega)}{\partial (\ln \omega)} = \frac{J_{se}}{H_0 c} \quad (1.18)$$

En utilisant un appareil (MS2B de Bartington Ltd, cf chapitre 3) fonctionnant à deux fréquences différentes (465 Hz à basse fréquence et 4 650 Hz à haute fréquence), il est à la fois possible de mesurer la composante en phase de la susceptibilité ( $\kappa_{ph}$ ) mais aussi de restituer la valeur de sa composante en quadrature ( $\kappa_{qu}$ ) en étudiant la variation fréquentielle de la susceptibilité notée  $\chi_{fd}(\%)$  (Dearing *et al.*, 1996).

Pour cela, on part de l'expression de la susceptibilité magnétique massique dépendant de la fréquence, notée  $\chi_{fd}(\%)$  et donnée par :

$$\chi_{fd}(\%) = \frac{\chi_{bf} - \chi_{hf}}{\chi_{bf}} \times 100 \quad (1.19)$$

et on a, d'après l'équation (1.18) :

$$\frac{2}{\pi} \kappa_{qu} = -\frac{\partial \kappa_{ph}}{\partial (\ln \omega)} \approx -\frac{\kappa_{ph}(\omega_1) - \kappa_{ph}(\omega_2)}{\ln(\omega_1) - \ln(\omega_2)} = -\frac{\Delta \kappa_{ph}}{\ln \frac{\omega_1}{\omega_2}} \quad (1.20)$$

Sachant que  $\Delta \kappa_{ph} = \Delta \chi \times \rho$ ,  $\rho$  étant la masse volumique sèche de l'échantillon exprimée en  $kg.m^{-3}$ , on peut écrire que :

$$\kappa_{qu} \approx -\frac{\pi}{2} \rho \chi_{bf} \frac{\chi_{fd}(\%)}{100 \ln(\frac{\omega_1}{\omega_2})} = 6,83.10^{-3} \rho \chi_{fd}(\%) \chi_{bf} \quad (1.21)$$

Étant donné que les valeurs de  $\kappa_{ph}$  et  $\kappa_{qu}$  sont d'abord liées à la quantité de grains magnétiques, ces deux paramètres ne sont pas significatifs en soi pour caractériser correctement l'état magnétique des sols. D'où l'idée d'étudier le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  qui nous donne une information sur les

grains responsables de la viscosité magnétique des sols (Dabas, 1989; Thiesson *et al.*, 2007). Dearing *et al.* (1996) ont ainsi montré que l'étude de la dépendance fréquentielle de la susceptibilité magnétique sur une décade de fréquence (entre 465 Hz et 4 650 Hz pour le MS2B de Bartington Ltd) permet d'estimer la contribution en grains de magnétite dont la taille se situe à la limite superparamagnétique/monodomaine (0,012-0,023  $\mu m$ ) :

- Un  $\chi_{fd}$ (%) supérieur à 2 % suggère que l'échantillon contient une quantité significative de grains superparamagnétiques de magnétite (0,012-0,023  $\mu m$ ) ;
- Un  $\chi_{fd}$ (%)  $\geq$  8 % suggère la présence de plus de 50 % de grains superparamagnétiques ;
- Un  $\chi_{fd}$ (%) de 15 % est considéré comme la limite supérieure pour les échantillons naturels.

## 1.5 Effet de la température sur le signal magnétique

Lorsque l'on chauffe progressivement une roche aimantée, la distance entre les atomes augmente avec le mouvement brownien, le couplage diminue donc, les spins des électrons non appariés ont une probabilité de basculement plus grande, et donc l'aimantation rémanente diminue. Nous l'avons déjà dit, la température à partir de laquelle le minéral devient paramagnétique correspond à la température de Curie ( $T_c$ ) pour les ferromagnétiques et à la température de Néel pour les antiferromagnétiques (le terme de température de Curie sera par la suite généralisé à ces deux cas). Or l'effet de la température dépend du minéral ferromagnétique considéré. Ainsi,  $T_c$  est une signature minéralogique largement utilisée pour la détermination de la nature des porteurs de l'aimantation dans un échantillon donné (Tableau du haut 1.1 de la partie 1.6).

Parmi les techniques utilisant le facteur température, les mesures dites thermomagnétiques permettent d'étudier l'évolution de la susceptibilité d'un échantillon sous un champ faible en fonction de la température. Les températures de Curie des minéraux magnétiques se traduisent par des chutes de la susceptibilité totale durant la chauffe ce qui facilite l'identification minéralogique. Les mesures sont réalisées en continu lors de la chauffe et du refroidissement. Ceci présente l'avantage de pouvoir étudier les transformations minéralogiques en cours de chauffe. Ainsi, une courbe totalement réversible impliquera qu'il n'y a pas eu de néoformation de minéraux en cours de chauffe. Par contre, une courbe de refroidissement différente de celle de chauffe indiquera une augmentation ou une diminution des porteurs de l'aimantation, ou la transformation des minéraux d'origine en des minéraux ayant une plus faible ou une plus forte susceptibilité.

Les principales transformations généralement observables dans les sols sont (Marmet *et al.*, 1999) :

- La réduction de l'hématite en magnétite (favorisée par la présence de matière organique) à environ 500°C, qui correspond à une brusque augmentation de la susceptibilité (point 5 sur la figure 1.15) ;
- La déshydratation de la lépidocrocite (hydroxyde de fer) en maghémite vers 260°C, qui correspond également à une importante augmentation de la susceptibilité (point 1 sur la figure 1.15) ;
- La transformation minéralogique progressive de la maghémite en hématite, qui correspond à la lente décroissance de la susceptibilité à partir de 300°C jusqu'à environ 400°C ou 650°C (point 2 sur la figure 1.15).

Dans une population de grains de nature donnée, certains vont perdre leur aimantation à une température inférieure à leur  $T_c$ . Cette température est dite température de déblocage (Figure 1.16). Le spectre des températures de déblocage donnera une décroissance progressive

de l'aimantation totale. Mais entre leur température de déblocage et leur température de Curie, les minéraux ferromagnétiques deviennent superparamagnétiques et ont une forte susceptibilité. La différence entre ces deux températures étant d'autant plus grande que les grains sont petits et inversement, les petits grains présenteront un pic avant leur température de Curie, appelé pic d'Hopkinson (1889) (point 4 sur la figure 1.15 : pic Hopkinson caractéristique de la magnétite monodomaine).

La température est donc un paramètre très important dans les propriétés magnétiques des roches et des sols puisqu'elle conditionne le comportement magnétique des minéraux en jouant sur la température de Curie et sur le temps de relaxation des grains (donc sur la viscosité magnétique). Nous verrons plus en détail dans le chapitre 2 l'effet du processus de chauffe sur le signal magnétique des sols.

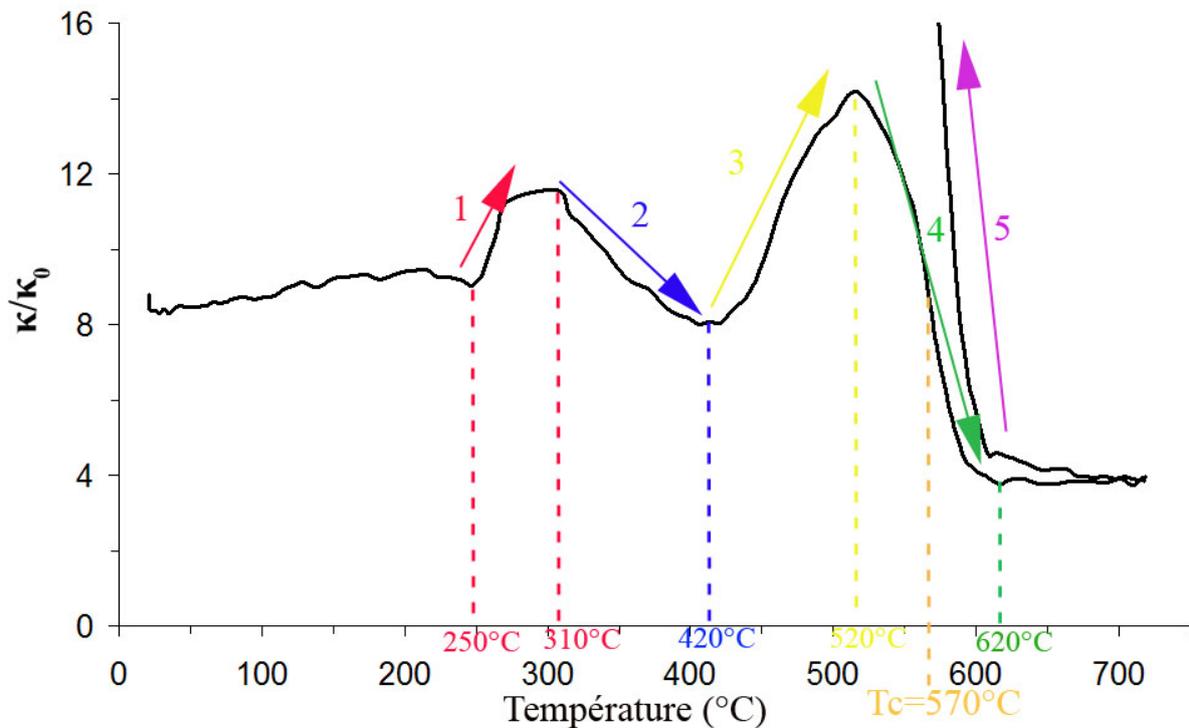


FIGURE 1.15 – Courbe de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquise sous air pour l'horizon *Ap* (couche superficielle labourée) sur le site de Papferding (Bavière) (la susceptibilité mesurée  $\kappa$  est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante  $\kappa_0$ ). La courbe acquise en cours de chauffe est entièrement visible (points 1 à 4), tandis qu'une partie de celle acquise au cours du refroidissement est indiquée (point 5). 1 : augmentation de la susceptibilité liée à la déshydratation de lépidocrocite en maghémite à partir de 250°C ; 2 : décroissance progressive de la susceptibilité liée à la transformation à partir de 300°C environ de la maghémite, fortement magnétique, en hématite, moins magnétique ; 3 : forte augmentation de la susceptibilité qui peut être liée à une transformation minéralogique (formation de minéraux fortement magnétiques de type magnétite) ou au déblocage de grains de magnétite monodomaine entre leur température de blocage et leur température de Curie (effet Hopkinson) ; 4 : chute brutale de la susceptibilité liée au passage du point de Curie de la magnétite (570°C environ ici) et à son comportement paramagnétique au-dessus de cette température ; 5 : partie de la courbe acquise au cours du refroidissement qui indique la néoformation de magnétite en cours de chauffe probablement liée à la réduction d'hématite à environ 500°C favorisée par la combustion de la matière organique.

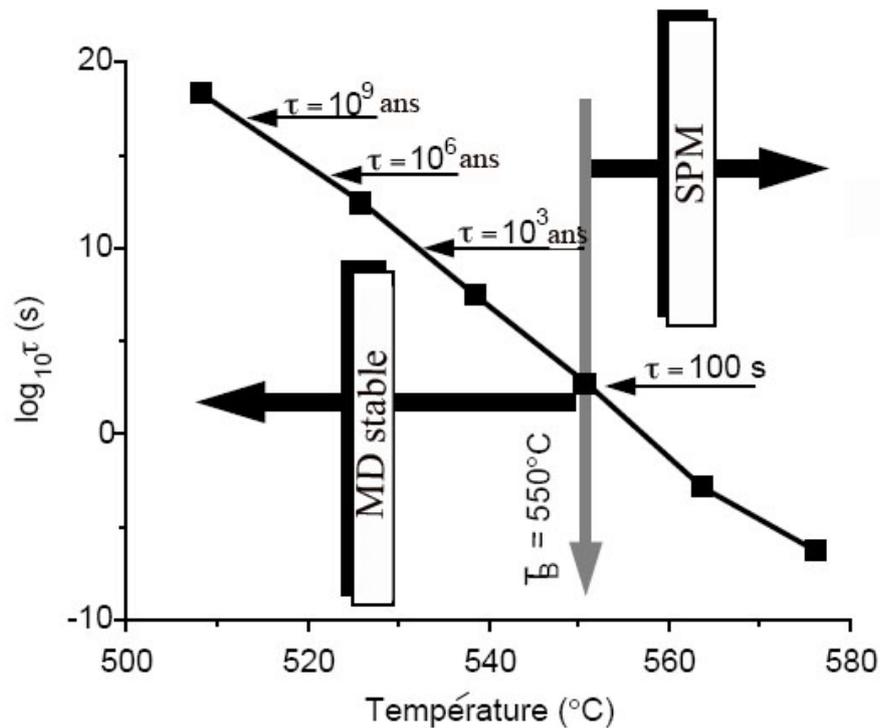


FIGURE 1.16 – Représentation semi-log du temps de relaxation  $\tau$  d'un grain de magnétite monodomaine en fonction de la température. Les temps de relaxation importants sont indiqués ainsi que la température de blocage ( $T_B$ ) (flèche grise). Le grain monodomaine (MD) est superparamagnétique (SPM) ( $\tau < \tau_s=100$  s) à  $T > T_B = 550^\circ\text{C}$  et « stable » ( $\tau > \tau_s=100$  s) pour  $T < T_B$  (Butler, 1992).

## 1.6 Les minéraux responsables du signal magnétique des sols

Les sols sont des formations superficielles résultant de l'altération sur place des roches par l'eau, l'air et les êtres vivants, et de leur mélange à une proportion variable de matière organique (Foucault et Raoult, 2001). Ils sont constitués d'un certain nombre de minéraux parmi lesquels certains sont peu magnétiques (« minéraux blancs », argiles) et d'autres le sont plus (minéraux ferromagnésiens), voire beaucoup plus ((hydr)oxydes et sulfures de fer qui sont responsables du signal magnétique des sols).

Quelques caractéristiques des principaux minéraux formant un sol sont indiquées dans les tableaux ci-après (1.1). Une description plus détaillée des (hydr)oxydes et sulfures de fer est présentée dans la partie qui suit.

Minéral	Formule chimique	Structure cristalline	Etat magnétique	$J_s$ (Am <sup>2</sup> /kg)	$\chi$ (10 <sup>-8</sup> m <sup>3</sup> /kg)	T <sub>c</sub> , T <sub>n</sub> (°C)
<i>Magnétite</i>	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	Cubique à faces centrées	Ferrimagnétique	92	5.10 <sup>4</sup>	580
<i>Ulvospinel</i>	FeTiO <sub>4</sub>	Cubique à faces centrées	Antiferromagnétique	-		-153
<i>Titano-magnétite</i>	xFe <sub>2</sub> TiO <sub>4</sub> , (1-x) Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	Cubique à faces centrées	Ferrimagnétique	x=0,1 : 82 x=0,56 : 29 x=0,68 : 15	2-3.10 <sup>4</sup>	x=0,2 : 450 x=0,6 : 200 x=0,8 : 20
<i>Maghémite</i>	γFe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Cubique centré	Ferrimagnétique	76	4.10 <sup>4</sup>	590-675
<i>Hématite</i>	αFe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Rhomboédrique	Antiferromagnétique dévié	0,4	60	678
<i>Ilménite</i>	FeTiO <sub>3</sub>	Rhomboédrique	Paramagnétique	-	~200	-218
<i>Goethite</i>	αFeOOH	Orthorhombique	Antiferromagnétique dévié	~1	70	120
<i>Lépidocrocite</i>	γFeOOH	Cubique centré	Paramagnétique	-	70	-196
<i>Pyrite</i>	FeS <sub>2</sub>	Cubique	Paramagnétique	6	30	-
<i>Pyrrhotite</i>	Fe <sub>7</sub> S <sub>8</sub>	Cubique	Ferrimagnétique	15	5.10 <sup>3</sup>	320
<i>Greigite</i>	Fe <sub>3</sub> S <sub>4</sub>	Cubique	Ferrimagnétique	20-30	17. 10 <sup>3</sup>	320
<i>Ferrihydrite</i>	5Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , 9H <sub>2</sub> O		Paramagnétique			
<i>Fer</i>	Fe	Cubique	Ferromagnétique	200	276.10 <sup>3</sup>	780

Type de minéraux	Minéral	Formule chimique	$\chi$ (10 <sup>-8</sup> m <sup>3</sup> /kg)
Minéraux « blancs »	<i>Eau</i>	H <sub>2</sub> O	0,9
	<i>Quartz</i>	SiO <sub>2</sub>	0,58
	<i>Calcite</i>	CaCO <sub>3</sub>	-0,48
	<i>Dolomite</i>	(Ca,Mg)CO <sub>3</sub>	1,1
	<i>Muscovite</i>	KAl <sub>2</sub> (Si <sub>3</sub> AlO <sub>10</sub> )(OH) <sub>2</sub>	1-15
Ferromagnésiens	<i>Biotite</i>	K(Mg,Fe) <sub>3</sub> (Si <sub>8</sub> O <sub>22</sub> )(OH) <sub>2</sub>	15-65
	<i>Amphibole</i>	(Mg,Fe) <sub>7</sub> (Si <sub>8</sub> O <sub>22</sub> )(OH) <sub>2</sub>	16-69
	<i>Pyroxène</i>	(Mg,Fe) <sub>2</sub> (SiO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	4-94
	<i>Epidote</i>	Ca <sub>2</sub> FeAl <sub>2</sub> (SiO <sub>4</sub> )(Si <sub>2</sub> O <sub>7</sub> ) O(OH)	25-31
Argiles	<i>Kaolinite</i>	Al <sub>4</sub> (Si <sub>4</sub> O <sub>10</sub> )(OH) <sub>8</sub>	-1,9
	<i>Montmorillonite</i>	(K,Na) <sub>2</sub> (Fe,Al,Mg) <sub>4</sub> [Si <sub>6</sub> (Si,Al) <sub>2</sub> O <sub>20</sub> ](OH) <sub>2</sub>	2,7
	<i>Vermiculite</i>		15,2
	<i>Illite</i>	KAl <sub>4</sub> (Si,Al) <sub>8</sub> O <sub>20</sub> (OH) <sub>4</sub>	15

TABLE 1.1 – Tableau du haut : récapitule quelques propriétés magnétiques des principaux oxydes, hydroxydes et sulfures de fer présents dans les roches et dans les sols ; Tableau du bas : indique les valeurs de susceptibilité obtenues pour les principaux minéraux dia/paramagnétiques présents dans les roches et dans les sols (minéraux « blancs », minéraux ferromagnésiens et argiles) (Maher, 1986 ; Thompson et Oldfield, 1986).

### 1.6.1 Les oxydes de fer

Ce sont les minéraux ferromagnétiques les plus importants.

- La **magnétite**, de composition chimique  $Fe^{2+}Fe_2^{3+}O_4$ , est de loin le minéral le plus commun. Elle est présente dans les roches continentales et océaniques, indépendamment du type de roches (sédimentaires, magmatiques ou métamorphiques), et peut, dans les roches sédimentaires, exister sous forme de minéral primaire ou secondaire (voir partie 2.2.1). La magnétite est caractérisée par une structure cubique de type spinelle et est un minéral ferrimagnétique à très forte aimantation spontanée. Sa structure lui confère des directions de facile aimantation dans les diagonales [111] du cube. La température de Curie de la magnétite est de  $580^\circ\text{C}$ , son aimantation à saturation  $J_s$  est de  $\sim 480 \times 10^{-3} \text{A.m}^{-1}$  (Dunlop et Özdemir, 1997) et sa coercitivité maximum est d'environ 300 mT.
- Les **titanomagnétites** sont des solutions solides entre la magnétite et l'ulvospinel (Figure 1.17). Leur température de Curie et leur aimantation à saturation chutent quand la teneur en titane augmente.

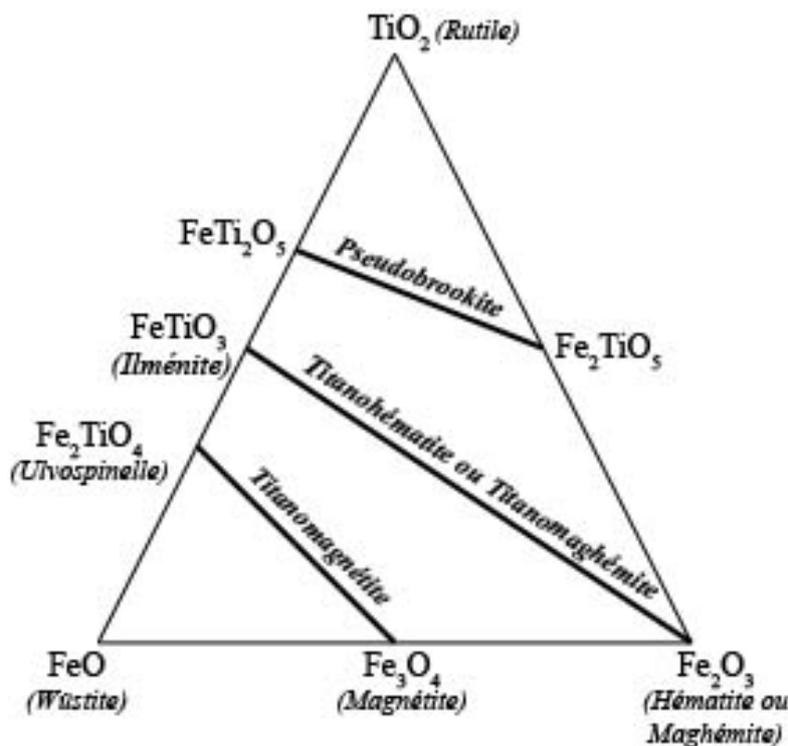


FIGURE 1.17 – Diagramme ternaire des oxydes de fer et de titane montrant les différentes solutions solides possibles (titanomagnétite, titanohématite ou titanomaghémite, pseudobrookite).

- La **maghémite**, de formule  $\gamma Fe_2O_3$  a une structure cristalline de type spinelle inverse, une maille cristallographique proche de celle de la magnétite mais certains sites restent vacants. La maghémite est un minéral secondaire issu de l'oxydation à basse température de la magnétite. Elle est fréquente dans les roches océaniques en contact avec l'eau de mer. Dans les roches sédimentaires, elle peut être détritique ou être l'un des produits de l'oxydation de la magnétite. Bien que répandue dans les sols tempérés, elle est plus

abondante dans les sols très altérés des régions tropicales et subtropicales. Instable thermiquement, elle est caractérisée par  $T_c$  moyenne =  $645^\circ\text{C}$  (Özdemir et Banerjee, 1984) et une aimantation à saturation de  $\sim 400 \times 10^{-3} \text{A.m}^{-1}$  (Dunlop et Özdemir, 1997). Elle se transforme en hématite à partir de  $300^\circ\text{C}$  (Moskowitz et Banerjee, 1981), d'où une certaine difficulté à l'identifier. Elle possède également une forte susceptibilité ( $\kappa \sim 5SI$ ).

- L'**hématite**, de formule  $\alpha\text{Fe}_2\text{O}_3$  et de couleur rouge, a une structure cristalline rhomboédrique. C'est un minéral commun des roches sédimentaires, magmatiques et métamorphiques. Sa formation est favorisée par les climats chauds, à saisons contrastées (saisons sèches). Elle résulte d'une cristallisation rapide, intervenant, en milieu non ou peu acide, en l'absence de matière organique complexante. Elle peut se former au cours de l'oxydation à haute température de la magnétite ou suite à une inversion de la maghémite. Cette inversion se fait sans changement de la composition chimique mais seulement par passage d'une structure cubique de type spinelle inverse à une structure rhomboédrique. L'hématite et la maghémite sont donc deux polymorphes. L'hématite a un comportement antiferromagnétique, mais cet antiferromagnétisme n'étant pas parfaitement colinéaire, elle présente toutefois un faible ferromagnétisme à température ordinaire. L'hématite a une température de Curie  $T_c = 680^\circ\text{C}$ , une aimantation à saturation de  $\sim 0,47 \text{A.m}^2.\text{kg}^{-1}$  soit 0,5 % de l'aimantation de la magnétite (Dunlop et Özdemir, 1997) et a une forte coercitivité (très variable, coercitivité maximum supérieure à  $500 \text{mT}$ ).
- L'ilménite de formule  $\text{FeTiO}_3$  est rhomboédrique comme l'hématite. Elle se forme essentiellement dans les roches métamorphiques et plutoniques basiques.

Les relations entre les trois oxydes de fer que l'on retrouve majoritairement dans les sols peuvent être résumées par la figure 1.18 :

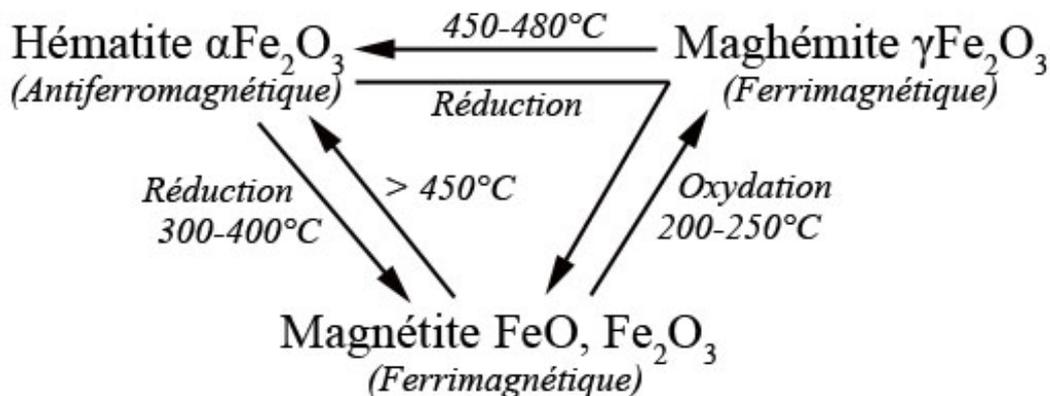


FIGURE 1.18 – Cycle d'oxydo-réduction liant l'hématite, la magnétite et la maghémite.

## 1.6.2 Les hydroxydes

Ces minéraux sont communs dans les roches sédimentaires et dans les roches magmatiques ou métamorphiques altérées.

- L'hydroxyde le plus important est la **goethite** de formule  $\alpha FeOOH$  et de couleur ocre. Forme stable dans les sols des régions humides, elle peut être issue dans les calcaires de l'altération des pyrites ( $FeS_2$ ), des magnétites ou des carbonates de fer, ou encore de l'hydratation de l'hématite. Elle se forme en conditions de pédoclimat peu contrastées, dans les milieux encore soumis à l'influence de la matière organique. L'acidité du milieu, les températures encore modérées, sont des facteurs favorables : la goethite résulte d'une cristallisation progressive, intervenant au fur et à mesure que la matière organique se biodégrade (Duchaufour, 2001). C'est un minéral orthorhombique et antiferromagnétique qui possède néanmoins naturellement un faible ferromagnétisme. Sa rémanence est d'origine chimique. Sa température de Curie est de  $127^\circ C$  mais elle peut baisser considérablement si le minéral contient des impuretés, son aimantation à saturation est plus faible que l'hématite et sa forte coercitivité est comparable à celle de cette dernière. La déshydratation de la goethite, naturellement ou par chauffe en laboratoire jusqu'à  $250-400^\circ C$ , produit de l'hématite. C'est un mécanisme important dans la formation des sédiments rouges. Dans ce cas, la structure de la goethite est conservée, mais chaque cristal contient plusieurs micro-cristaux d'hématite. Cette dernière, formée à partir de la goethite, est donc de très petite taille, en général superparamagnétique et ne porte pas de rémanence (Dunlop et Özdemir, 1997).
- La **lépidocrocite**, de formule chimique  $\gamma FeOOH$  et de couleur orangée est un hydroxyde de fer commun, issu de l'altération de silicates de fer. Elle résulte de la précipitation d'ions  $Fe^{2+}$  solubles dans la zone de battement de nappes phréatiques (horizon  $Go^*$  des gley\*). Elle possède une structure cristalline cubique et est caractérisée par une température de Curie de  $-196^\circ C$ . Elle est ainsi paramagnétique à température ambiante. Sa déshydratation à partir de  $250^\circ C$  produit de la maghémite.

## 1.6.3 Les sulfures

Les sulfures peuvent être décrits par la formule générale  $FeS_{1+x}$ , où  $x$  est compris entre 0 et 1, les deux pôles étant la pyrite ( $FeS_2$ ) pour  $x = 1$  et la troilite ( $FeS$ ) pour  $x = 0$ , minéral uniquement représenté dans les météorites.

- La **pyrite** ne porte aucun ferromagnétisme, elle est faiblement paramagnétique.
- La **pyrrhotite** est le sulfure de fer ferromagnétique le plus commun dans les roches magmatiques, métamorphiques comme dans les roches sédimentaires. C'est en réalité un ensemble de minéraux vérifiant la formule générale  $FeS_{1+x}$  avec  $0,10 \leq x \leq 0,14$ .  $Fe_7S_8$  est un minéral monoclinique ferrimagnétique,  $Fe_9S_{10}$  et  $Fe_{11}S_{12}$  sont hexagonaux et antiferromagnétiques. La pyrrhotite monoclinique  $Fe_7S_8$  a une  $T_c = 320^\circ C$  (Tarling et Hrouda, 1993) et une coercitivité intermédiaire  $< 1$  T. La pyrrhotite est thermiquement instable. Durant la désaimantation thermique des roches, elle se transforme au-dessus de  $500^\circ C$  généralement en magnétite et à plus haute température en hématite, soit directement soit par oxydation de la magnétite. Sa susceptibilité est forte, supérieure à 0,1 SI, donc supérieure à celle de l'hématite.
- La **greigite**, de formule chimique  $Fe_3S_4$  est un minéral courant dans les roches sédimentaires formées en milieu anoxique. Elle peut également être minéralisée par certaines bactéries

(Mann *et al.*, 1990 ; Fassbinder et Stanjek, 1994). Elle a la même structure cubique que la magnétite et est ferrimagnétique, mais son aimantation à saturation n'atteint que le quart de celle de la magnétite (Hoffmann, 1992).  $T_c \sim 350^\circ\text{C}$ . Toutefois la greigite s'altère à partir de  $200^\circ\text{C}$  pour donner principalement de la pyrite, puis à partir de  $400^\circ\text{C}$  en milieu anoxique de la magnétite et de la pyrrhotite. En milieu aérobie, de l'hématite sera formée à  $700^\circ\text{C}$ .

Les rappels concernant les principales propriétés magnétiques des matériaux naturels étant terminés, nous présentons dans le chapitre suivant un bilan de l'état des connaissances en magnétisme des sols depuis les années 1950 à aujourd'hui, en nous intéressant plus particulièrement aux différentes causes de l'augmentation du signal magnétique sur les sites naturels comme sur les sites anthropisés.

# Chapitre 2

## État des connaissances en magnétisme des sols

### 2.1 Introduction

Le sol constitue une interface entre l'atmosphère, l'hydrosphère, la biosphère et la géosphère. Il possède une histoire très rapide à l'échelle géologique et ses particules magnétiques, de part leur grandeur, peuvent être considérées comme des éléments traces. L'étude de ces particules apparaît donc comme un élément clé pour la compréhension de l'histoire d'un sol.

Eugène Le Borgne fut le premier à travailler sur les propriétés magnétiques des sols naturels dès 1955. Son étude pionnière concernant l'augmentation anormale de la susceptibilité magnétique du sol superficiel a été soulignée par plusieurs auteurs américains dont Cook et Carts (1962). Les relations entre le sol et la roche-mère ont été plus tard analysées dans un contexte archéologique par Colani et Aitken (1966), Tite et Mullins (1971), Tite (1972), Mullins (1974), Scollar et Graham (1976), Longworth et Tite (1977) et Tite et Linington (1986), comme l'avait fait Le Borgne dans un contexte général. Les études en laboratoire ont montré l'importance du processus de chauffe quant à l'augmentation de la susceptibilité magnétique sur les sites archéologiques et ont ainsi confirmé l'hypothèse de Le Borgne : la réduction, due au chauffage par le feu, de l'hématite en magnétite, suivie d'une éventuelle oxydation à basse température de cette dernière en maghémite serait à l'origine de l'augmentation du signal magnétique des horizons superficiels par rapport aux horizons sous-jacents et à la roche-mère.

Cette confirmation acquise, les travaux de prospection archéologique n'ont plus porté sur les propriétés magnétiques des sols puisque l'on disposait d'une explication satisfaisante pour l'interprétation des prospections magnétiques. Seuls ont continué des travaux portant sur le développement des mesures électromagnétiques (Tabbagh, 1986 ; Dabas *et al.*, 1992 ; Dabas et Skinner, 1993).

Mais il semble qu'un regain d'intérêt pour l'étude du magnétisme des sols soit apparu dès la fin des années 1980 dans de nombreux domaines des sciences dont la géologie, la pédologie, la glaciologie, la climatologie, l'archéologie . . .

En effet, la fin des années 1980 a vu un développement important des études pédologiques associées à celles des propriétés magnétiques des séquences loess/paléosols de Chine et de leurs implications climatologiques (Heller et Liu, 1984 ; Singer et Fine, 1989 ; Dearing *et al.*, 1996). Il a été montré que les variations de susceptibilité magnétique sont un marqueur très fiable des paléosols et sont *a priori* dépendantes de la nature du matériel parental (d'origine) mais également de la vélocité du vent lors de son dépôt. Le signal magnétique des paléosols dépendrait essentiellement de deux facteurs :

- Des conditions climatiques (humidité et température), le climat chaud et humide favorisant les transformations minéralogiques et donc l'augmentation de la susceptibilité magnétique (Maher et Thompson, 1995), perceptible surtout dans l'horizon  $B^*$  ;
- De la fréquence des feux naturels, qui augmentent considérablement les valeurs de susceptibilité magnétique dans les horizons superficiels (Kletetschka et Banerjee, 1995).

Les deux phénomènes sont d'ailleurs relativement liés puisque les feux de forêts semblent plus fréquents en période chaude et humide. Les feux dans les prairies se déclencheraient principalement par exposition au soleil (Kletetschka et Banerjee, 1995).

En même temps, l'identification de magnétite et de greigite biogéniques dans les sols naturels et sur sites archéologiques (Chang et Kirchvink, 1989 ; Fassbinder, 1990 ; Moskowitz *et al.*, 1993) a montré l'importance des processus biologiques (bactériens) lors de la pédogenèse.

De plus, les premières études sur la relation entre les propriétés magnétiques et la pollution des sols, en métaux lourds essentiellement, a mis en évidence l'impact anthropique contemporain sur le signal magnétique (Brilhante, 1990).

La relation entre anthropisation et propriétés magnétiques n'est donc plus si évidente qu'elle pouvait l'être il y a trente ans et il va nous falloir rendre compte d'une situation complexe, où plusieurs processus indépendants interviennent.

## 2.2 À l'origine du signal magnétique des sols : pédogenèse et chauffe des sols

### 2.2.1 Les processus intervenant dans la pédogenèse

Dans la pédogenèse, qui correspond à l'ensemble des processus bio-physico-chimiques intervenant dans la formation d'un sol, l'altération est le processus principal qui entraîne la mobilisation du fer et la modification des minéraux de la roche-mère et de son complexe d'altération.

La teneur en oxydes, hydroxydes et sulfures constitue, on l'a vu, l'un des principaux marqueurs de la pédogenèse. L'étude des concentrations et de la nature des minéraux concernés est donc importante pour identifier les processus pédologiques à l'oeuvre dans un sol. Inversement, la compréhension de ces processus permet de mieux comprendre les variations de la susceptibilité magnétique dans les différents types de sols.

#### 2.2.1.1 Les processus fondamentaux de l'altération

« Le sol est la formation naturelle de surface, à structure meuble et d'épaisseur variable, résultant de la transformation de la roche-mère sous-jacente sous l'influence de divers processus physiques, chimiques ou biologiques » (Demolon, 1948).

L'altération de la roche-mère est essentielle à la formation d'un sol, puisque le substrat constitue la réserve de matériel dont est issu. Les processus intervenant dans l'altération ont une origine physique (essentiellement microdivision de particules grossières) mais aussi chimique mettant en jeu un ou plusieurs agents d'altération, à savoir l'eau, l'oxygène, les acides minéraux ou organiques. On distingue ainsi l'hydrolyse, l'oxydation, la réduction, l'hydratation et la dissolution. À ceci il faut ajouter les contraintes physiques (vent, gel, racines, ...) et la température qui favorise les réactions chimiques en général (loi de Van t'Hoff).

Tout sol, formé à partir de l'altération de la roche-mère sous-jacente, contiendra en quantité

plus ou moins importante (Figure 2.1) :

- Des minéraux primaires (quartz, feldspaths, micas, ... si la roche-mère est du granite par exemple), dits hérités (plus abondants dans les fractions « grossières » ou « moyennes ») ;
- Des minéraux nouveaux dits secondaires (argiles, oxydes libres) qui constituent l'essentiel de la « fraction fine » (souvent grains monodomaines ou superparamagnétiques), et qui résultent de la transformation biochimique et géochimique de certains minéraux primaires. L'ensemble de ces minéraux secondaires forment le complexe d'altération dont l'étude est essentielle à la compréhension de la pédogenèse.

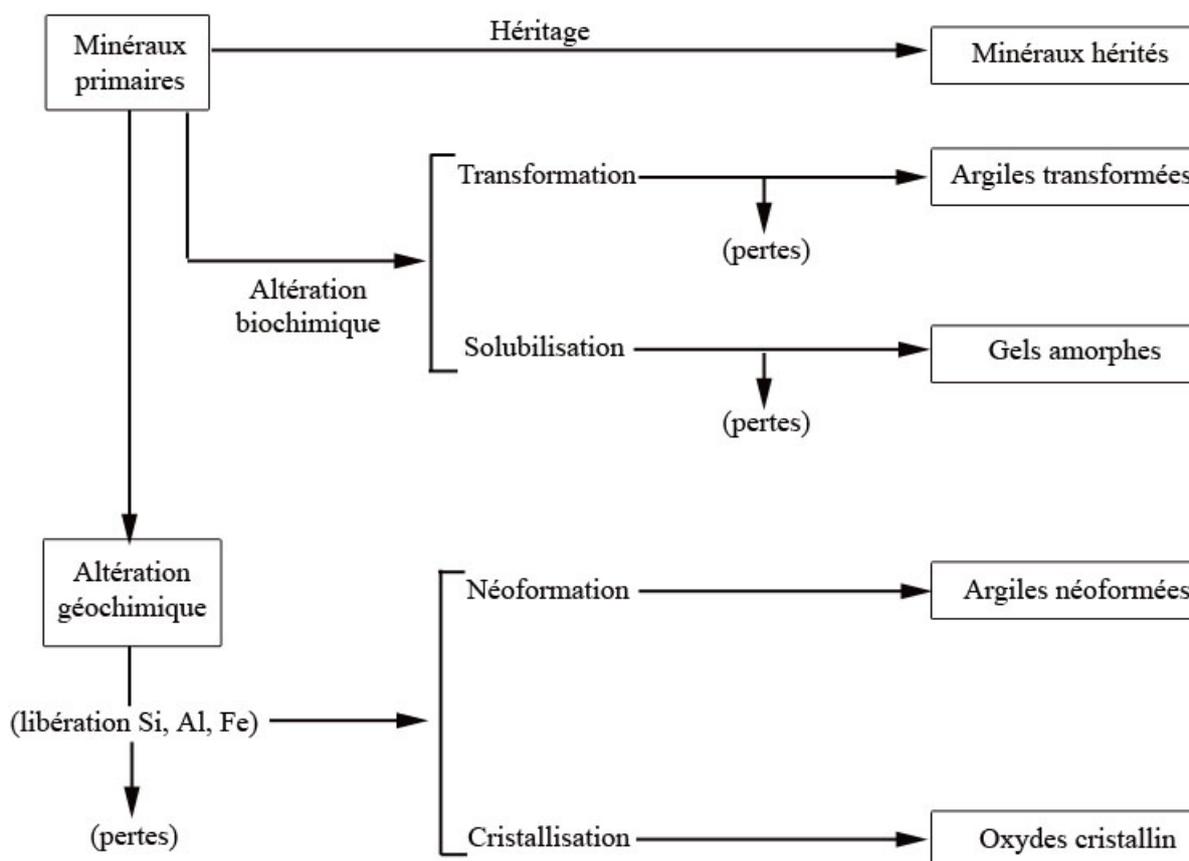


FIGURE 2.1 – Processus de formation du complexe d'altération (d'après Duchaufour, 2001).

Les trois propriétés qui interviennent dans l'altération et la pédogenèse sont :

- La composition minéralogique ;
- La granulométrie des particules (fine ou grossière) ;
- La dureté (certaines roches sont meubles ou friables, d'autres consolidées et parfois durcies).

La composition minéralogique d'une roche influe évidemment sur la valeur de la susceptibilité magnétique de celle-ci. Mais la nature des minéraux primaires va surtout déterminer la nature des produits d'altération (donc du complexe d'altération), en particulier celle des oxydes et hydroxydes de fer.

Parmi les minéraux primaires les plus courants, les minéraux ferromagnésiens tels que les biotites, pyroxènes et amphiboles ont la particularité d'être plus sensibles à l'altération que la plupart des autres minéraux. De plus, ces minéraux paramagnétiques présentent les valeurs de

susceptibilité magnétique les plus élevées après les oxydes et hydroxydes de fer. Leur susceptibilité est d'autant plus forte que la teneur en fer est importante, la dépendance étant relativement étroite avec le nombre d'ions fer et manganèse dans le matériel (Thompson et Oldfield, 1986).

Or les oxydes et hydroxydes de fer, qui nous intéressent tout particulièrement, résultent essentiellement de l'altération des minéraux ferromagnésiens. La transformation partielle de ces derniers en minéraux ferrimagnétiques donnerait essentiellement de la magnétite et de la magnétite catio-déficiente (compris entre le pôle magnétite et maghémite) (Banerjee, 1993). Cependant l'essentiel des produits d'altération riches en fer est sous la forme d'oxydes de fer hydratés, la ferrihydrite ( $5Fe_2O_3, 9H_2O$ ), et de colloïdes (Chang et Kirschvink, 1989).

Tout ceci entraîne une modification du signal magnétique dans l'horizon d'altération, les minéraux peu magnétiques étant plus stables que les minéraux ferromagnésiens plus magnétiques. Le profil d'un sol montre généralement des quantités significatives d'oxydes de fer primaires magnétiques (Maher, 1986). Ils sont représentés par la magnétite, minéral magnétique primaire par excellence, et dans certaines roches, de l'ilménite. Ces minéraux subsistent le plus souvent dans le sol en tant que gros grains, multidomains (Liu *et al.*, 1999). En effet, les grains de grosse taille résistent mieux aux effets de l'altération que ceux de petite taille (Le Borgne, 1965). De plus, la magnétite et l'ilménite résistent relativement bien à l'altération (Le Borgne, 1965). Il y aura donc augmentation de la concentration en  $Al_2O_3$  et en  $Fe_2O_3$  ainsi qu'en magnétite et ilménite dans les produits restés sur place.

Ci-dessous sont présentés deux exemples de l'influence de la nature de la roche-mère sur les minéraux secondaires formés par altération (Thompson et Oldfield, 1986) :

- Quand les sols sont issus de roches ignées riches en  $Fe^{2+}$  contenu dans de la magnétite et/ou des silicates, l'altération est dominée par des réactions d'hydrolyse et d'oxydation donnant naissance à de l'hématite et/ou de la goethite ;
- Pour des sols développés sur un substrat riche en hématite, les longues périodes de pédogenèse en régime froid et humide entraînent la formation de goethite ou plus localement de lépidrocrite.

En règle générale, la transformation de certains minéraux, dont les minéraux ferromagnésiens en argiles, se traduit comme nous l'avons vu par une perte de susceptibilité magnétique (Le Borgne, 1955). Par ailleurs, les conséquences de ces transformations sur la pédogenèse, et donc indirectement sur le signal magnétique, sont loin d'être négligeables, d'autant plus qu'un matériau argileux modifie fortement les conditions de drainage et donc les conditions physico-chimiques du sol.

### 2.2.1.2 Pédogenèse : évolution des sols avec le temps

Le contenu en fer et les formes qu'il prend dans le sol ont une grande importance sur le signal magnétique. Cependant, il convient de déterminer avec précision les différents processus pédologiques et leurs conséquences sur le signal magnétique.

#### 2.2.1.2.1 Migration et formation du fer dans le sol

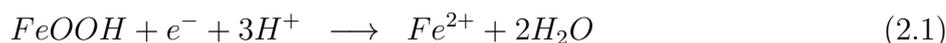
La mobilisation et la précipitation du fer dans le sol (cycle biologique du fer) dépendent de facteurs environnementaux tels que la température, le régime hydrique, le  $pH$ , le potentiel d'oxydoréduction  $Eh$  et l'activité biologique. C'est en fait l'aération du milieu qui est le facteur essentiel d'une stabilité, quelles que soient les autres conditions écologiques. En effet, la stabilité

des agrégats ne peut avoir lieu que si le fer est maintenu, en permanence, à l'état de fer ferrique insoluble (Duchaufour, 2001). L'activité biologique est donc elle aussi prépondérante puisqu'elle tempère voire contrarie les conditions physico-chimiques locales et en particulier les conditions redox. Cette activité est favorisée par la température du milieu, les températures optimales pour la décomposition de la matière organique étant comprises entre 25°C et 35°C.

Les conditions oxydantes du sol dépendent surtout du renouvellement de l'oxygène dans le sol, que le sol soit saturé ou non en eau. Cependant, la qualité du drainage est tout de même prépondérante, la déficience en oxygène pouvant être induite par une eau stagnante ou par une forte concentration en  $CO_2$  et/ou en  $CH_4$ .

#### 2.2.1.2.2 Mobilisation du fer

La mobilisation du fer ne peut se produire que si le fer ferrique  $Fe^{3+}$  est réduit à l'état ferreux  $Fe^{2+}$ . Cette réduction dans les sols est alors presque toujours sous la dépendance des micro-organismes qui favorisent la formation de fer ferreux grâce aux produits élaborés au cours de la fermentation des glucides.



Cette réaction a lieu quand (Schwertmann, 1985) :

- L'oxygène devient rare, du fait de son utilisation par des micro-organismes aérobies ou d'une saturation en eau ;
- Il existe une source de matière organique qui consomme l'oxygène ;
- Des conditions environnementales appropriées sont réunies pour faciliter le transfert d'électrons par les micro-organismes anaérobies.

En milieu réducteur,  $Fe^{2+}$  soluble ou échangeable sera présent en quantité d'autant plus grande que  $Eh$  est plus bas et le  $pH$  plus acide (Duchaufour, 2001).

Dans le cas de la saturation en eau du sol (zones humides), les conditions anaérobies favorisent la réduction du fer et la dissolution des oxydes de fer magnétiques. La susceptibilité magnétique de ce type de milieu sera alors faible (Le Borgne, 1955 ; Dearing *et al.*, 1996).

#### 2.2.1.2.3 Immobilisation du fer dans les sols

La précipitation du fer et son immobilisation se produisent lorsque l'édifice fer-complexant est détruit. Ce phénomène est essentiellement dû à une oxydation qui transforme le fer ferreux en fer ferrique. Le rôle des micro-organismes est là encore déterminant. Dans les milieux bien aérés et biologiquement actifs, le fer prend rapidement la forme d'oxyhydroxydes insolubles mais de façon différente suivant le milieu et le type d'humus. Ainsi, en présence de mull\*, l'insolubilisation est immédiate, l'hydrate ferrique  $Fe(OH)_3$  amorphe s'associe aux argiles jouant souvent le rôle de cation de liaison au sein des agrégats argile-fer-humus (brunification\*). Si l'humus est un moder ou mor\*, il y a formation de complexes mobiles qui migrent en profondeur : le fer s'accumule dans l'horizon  $B$  sous la forme de  $Fe(OH)_3$ , amorphe (podzolisation\*) (Duchaufour, 2001).

L'évolution des formes amorphes vers les formes cristallisées est sous la dépendance étroite de la quantité de matière organique présente dans le milieu, celle-ci jouant le rôle de frein à l'égard du processus de cristallisation. Ainsi, lorsque la matière organique est peu abondante, la

cristallisation des oxydes de fer amorphes est franche et rapide : elle est favorisée par des alternances d'humectation et de dessiccation et les températures élevées du pédoclimat (Duchaufour, 2001).

Le changement de l'état d'oxydation du fer, et donc de sa précipitation, se passe au contact de différents environnements (barrières « géochimiques ») caractérisés par des changements mécaniques, physico-chimiques ou biologiques. Les concrétions sont une de ces « barrières » dont le contenu en fer et la susceptibilité sont de bons marqueurs des principaux processus pédologiques.

Les minéraux secondaires riches en fer, essentiellement des oxydes et hydroxydes de fer, sont très dispersés et ont des tailles n'excédant pas en général 20-30 nm (Sokolov *et al.*, 1997).

### 2.2.1.3 L'évolution du fer dans les sols

Les variations des conditions d'oxydation et de réduction jouent un rôle important sur la distribution des minéraux magnétiques dans le sol. Aux variations saisonnières pressenties par Le Borgne en 1955, il faut ajouter des variations en profondeur des conditions redox, l'apport d'oxygène diminuant avec la profondeur. Le milieu devient alors plus réducteur, favorisant la présence de nouveaux minéraux magnétiques comme la greigite (Fassbinder et Stanjek, 1994).

Nous avons examiné jusqu'à présent les principaux processus de formation des oxydes et hydroxydes de fer dans les sols. Il convient maintenant de décrire l'évolution et la répartition de ces minéraux dans les horizons de différents types de sol.

Les expériences de Le Borgne (1955) ont montré la décroissance de la susceptibilité avec la profondeur dans la plupart des sols, mis à part ceux issus d'une roche-mère initialement fortement magnétique. Il a aussi été démontré que la plupart des sols montrent une diminution de la présence de magnétite et/ou maghémite ultrafine avec la profondeur (Fine *et al.*, 1989; Marmet *et al.*, 1999).

Cette répartition du signal magnétique en fonction de la profondeur traduit la prédominance de magnétite et/ou maghémite pédologique dans l'horizon superficiel et celle des minéraux primaires dans le matériel parental.

#### 2.2.1.3.1 Horizons humifères (de type A)

Ils montrent généralement la présence de magnétite monodomaine. Celle-ci serait le produit d'une synthèse bactérienne intracellulaire (Fassbinder, 1990) par des bactéries de la famille des *magnetotactica bacteria* (MTB) découvertes dans les sédiments marins et lacustres (Moskowitz *et al.*, 1993). Les MTB synthétisent de la magnétite à grains fins en milieu oxygène et de la greigite en milieu anoxygène (Moskowitz *et al.*, 1993; Fassbinder et Stanjek, 1994).

D'autres bactéries semblables aux *geobacta metallireducens*, les GS15, décrites par Moskowitz *et al.* (1993), seraient également responsables de la synthèse extracellulaire de cette magnétite. Au contraire, la magnétite superparamagnétique est le résultat de la chauffe et/ou de la précipitation chimique (Taylor et Schwertmann, 1974; Maher et Taylor, 1988). Elle pourrait théoriquement se former à partir de la ferrihydrite ( $5Fe_2O_3, 9H_2O$ ), par la déshydratation de ce minéral et par un excès de fer ferreux  $Fe^{2+}$  (Dearing *et al.*, 1996). Sans un contrôle organique sur la précipitation de ces magnétites, la taille ( $< 0,05\mu m$ ) de ces grains est déterminée par le taux d'oxydation, le  $pH$  et la concentration en fer (Taylor *et al.*, 1987).

Le fait que la susceptibilité soit généralement plus importante dans l'horizon superficiel met en évidence la corrélation entre activité biologique et susceptibilité magnétique.

#### 2.2.1.3.2 Horizons éluviaux (de type E)

Un horizon éluvial\* correspond à un horizon ayant subi un lessivage (Foucault et Raoult, 2001), c'est-à-dire une mobilisation et un transport gravitaire de particules. Le lessivage peut cependant concerner différents types de constituants qui sont transportés et accumulés plus bas dans des contextes fort différents. L'intérêt se portera donc sur le lessivage des produits contenant du fer et sur le lessivage modifiant de manière significative le signal magnétique.

L'individualisation d'horizons éluviaux est révélatrice d'une certaine « maturité » du sol, c'est-à-dire d'un stade relativement avancé de la pédogenèse. Par exemple, l'amplitude de l'effet Hopkinson lié à la magnétite monodomaine est généralement maximale dans la couche superficielle. Mais les importantes valeurs de susceptibilité observées dans certains horizons d'accumulation plus profonds sont probablement le résultat du lessivage de ces particules magnétiques vers le bas, comme ont pu le constater de nombreux auteurs (Le Borgne, 1955 ; Singer et Fine, 1989 ; Antoine *et al.*, 1999 ; Marmet *et al.*, 1999).

La migration d'argiles commence juste après la décarbonatation et les oxydes de fer lithogéniques sont disloqués quasiment dans le même temps. En supposant que les minéraux magnétiques subsistent, le lessivage entraîne une concentration en minéraux magnétiques et donc une augmentation de la susceptibilité (Eyre *et al.*, 1994). À ceci s'ajoute le phénomène plus général d'une augmentation de la masse volumique en profondeur qui tend ainsi à augmenter la susceptibilité volumique  $\kappa$ . Ainsi, sans variation du contenu magnétique dans le profil (susceptibilité massique  $\chi$  constante), la densité croissante avec la profondeur correspond à  $\kappa$  croissante.

Cependant, dans nombre de sols évolués, l'horizon éluvial est plutôt caractérisé par de plus faibles valeurs de susceptibilité, qui s'explique par le lessivage total du fer dans le sol.

#### 2.2.1.3.3 Horizons illuviaux\*

Dans les sols des régions tempérées, ces horizons ou horizons B correspondent le plus souvent à des horizons d'accumulation d'argiles mais également d'oxydes de fer, qui leur donnent leur couleur. On associe à ces horizons la goethite présente avec, en moindre proportion, la lépidocrocite. L'accumulation d'argiles expliquerait la présence de cette dernière qui devient quantitativement significative dans des conditions de mauvais drainage.

En conclusion, les processus de formation et d'accumulation des oxydes et hydroxydes de fer dans les horizons du sol sont relativement complexes (Figure 2.2). En général, il est à noter le rôle de catalyseur des bactéries. L'ampleur de chaque processus reste cependant difficile à déterminer.

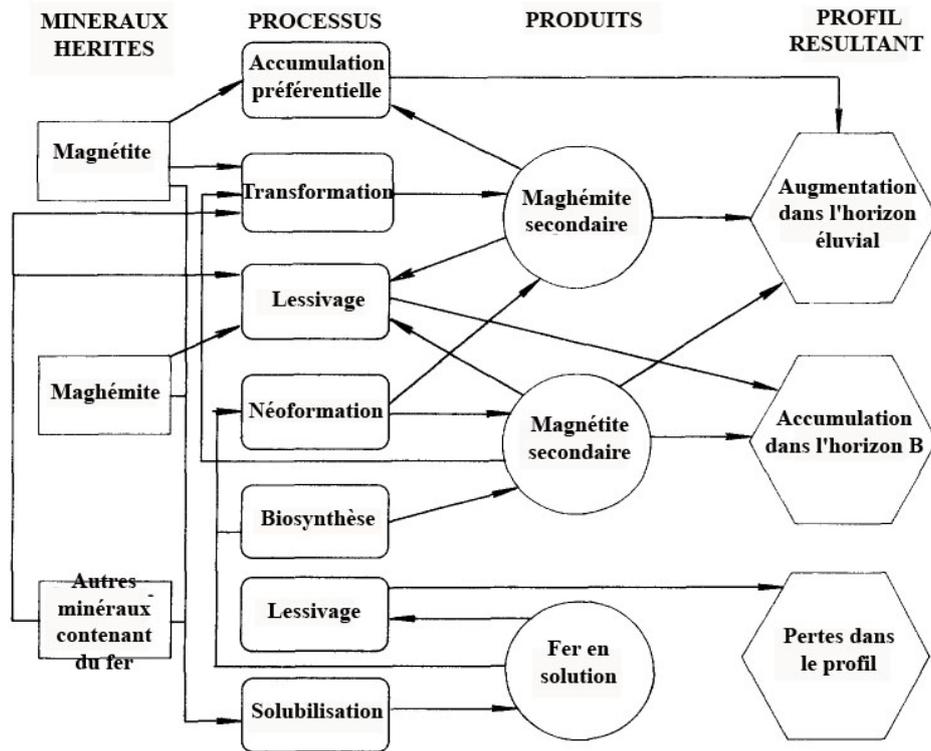


FIGURE 2.2 – Modèle synthétique des principaux processus pédogénétiques affectant la distribution de la susceptibilité magnétique dans les sols (Singer *et al.*, 1996).

## 2.2.2 Effet de la chauffe des matériaux sur le signal magnétique

Le Borgne (1955a, 1955b) a montré que la susceptibilité magnétique du sol superficiel est souvent plus importante que celle du matériel sous-jacent dont il est issu. Il attribua ce phénomène à la formation d'oxydes ferrimagnétiques secondaires (la maghémite de formule  $\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) fortement magnétiques situés dans la fraction fine du sol à partir de formes peu ou pas magnétiques.

Plus que les processus pédogénétiques (alternance des cycles d'oxydo-réduction et synthèse bactérienne), la chauffe des sols, naturelle ou artificielle, serait la première cause expliquant la forte augmentation de la susceptibilité magnétique des sols superficiels (Le Borgne, 1955; Mullins, 1977). Ce phénomène est d'autant plus intéressant car il est très souvent associé à l'homme et à ses activités.

L'augmentation du signal magnétique après chauffe est d'abord le résultat de la réduction de l'hématite en magnétite puis de l'oxydation de cette dernière en maghémite (Le Borgne, 1960a), mais la déshydratation de la lépidocrocite en maghémite peut intervenir également (Marmet *et al.*, 1999). Cependant, les conditions de chauffe d'un sédiment et sa nature sont très diverses et influent évidemment sur les modifications des minéraux magnétiques. Ainsi, les variations de la susceptibilité au cours de la chauffe dépendent des paramètres comme :

- La température de chauffe ;
- La durée de la chauffe et sa répétition ;
- Les conditions redox au cours de la chauffe et du refroidissement ;
- La nature du matériel parental.

### 2.2.2.1 Influence de la température de chauffe sur le signal magnétique

La température de chauffe est *a priori* la cause principale des variations de la susceptibilité. Cependant les transformations minéralogiques qui peuvent se produire suite à une élévation de température sont complexes et leurs conséquences sur le signal magnétique variées.

On remarque de façon générale que la susceptibilité à température ambiante augmente faiblement sur des échantillons chauffés jusqu'à 400°C, très fortement sur des échantillons chauffés jusqu'à 600°C et très fortement puis décroît de façon très importante si cette température a été dépassée. Ceci confirme que la réduction de l'hématite en magnétite au-dessus de 400°C (Le Borgne, 1960a; Marmet *et al.*, 1999) est la principale transformation responsable de l'augmentation de la susceptibilité dans un sol lors d'une chauffe.

L'importante baisse de la susceptibilité mesurée après refroidissement sur un échantillon chauffé à 600°C en conditions oxydantes contredit en partie l'idée commune d'une susceptibilité proportionnelle à la température de chauffe. Cette baisse est due à la transformation de magnétite ou maghémite en hématite.

### 2.2.2.2 Influence de la durée et de la répétition des chauffes sur le signal magnétique

On remarque généralement une augmentation presque linéaire de la susceptibilité pour une même température mais pour une durée de chauffe croissante.

Comme attendu, le phénomène est plus important pour des températures de chauffe favorables, notamment au-dessus de 400°C. Cependant l'augmentation devient peu importante à partir de 500°C et va stagner après un temps plus ou moins long au niveau de la valeur seuil  $\chi_p$  appelée susceptibilité magnétique potentielle (Tite et Mullins, 1971).

De même, la baisse de susceptibilité magnétique mesurée à température ambiante pour des chauffes supérieures à 600°C est d'autant plus forte que la durée de chauffe est importante, confirmant la transformation de la magnétite/maghémite en hématite en conditions oxydantes.

### 2.2.2.3 Influence des conditions redox sur le signal magnétique

Au cours de la chauffe, la plupart des transformations correspondent à des phénomènes redox. Les principales sont, rappelons le, la réduction de l'hématite en magnétite suivie de l'oxydation de la magnétite en maghémite et en hématite.

Les variations de ces conditions sont liées à la consommation d'oxygène dans le milieu ambiant et la production de monoxyde et dioxyde de carbone. Ces conditions sont essentiellement créées par la combustion de la matière organique et son dégazage. Cette matière organique est présente sous deux formes : le combustible du foyer ou les végétaux présents en surface en cas d'écobuage, et la matière organique contenue dans les sédiments. Cette dernière semble déterminante dans la transformation du matériel.

### 2.2.2.4 Influence de la nature du matériau parental sur le signal magnétique

Le matériau parental joue un rôle très important dans le potentiel d'augmentation de la susceptibilité magnétique. Les paramètres gouvernant cette augmentation sont :

- Les proportions relatives des différents types d'oxydes et d'hydroxydes de fer ;

- Les quantités absolues d’oxydes et d’hydroxydes de fer présents ;
- La quantité de matière organique.

#### **2.2.2.4.1 Les proportions relatives en oxydes et hydroxydes de fer**

La plupart des sols contiennent des oxydes et/ou hydroxydes de fer, surtout dans l’horizon superficiel. Comme nous l’avons vu, les matériaux réactifs à partir desquels peuvent se former des minéraux ferrimagnétiques sont l’hématite, la goethite, la ferrihydrite et la lépidocrocite. Les trois premiers, quelques soient leurs transformations intermédiaires, produisent tous par réduction de la magnétite et/ou de la maghémite au-delà de 400°C. La lépidocrocite, par contre, est transformée en maghémite quelques soient les conditions redox à partir de 260°C (Marmet *et al.*, 1999). Dans ce cas, la lépidocrocite joue un rôle important puisque selon son abondance elle permet une augmentation de susceptibilité significative dès 260°C, soit la température d’un foyer domestique.

#### **2.2.2.4.2 Les quantités d’oxydes et d’hydroxydes de fer présents**

Les réactifs sont dans notre cas les oxydes et hydroxydes de fer. Leur quantité est un paramètre important car il va déterminer la valeur de la susceptibilité magnétique. La transformation totale des oxydes et hydroxydes de fer peu magnétiques en oxydes de fer magnétiques (magnétite et maghémite) donne une valeur de susceptibilité qui ne peut être dépassée, notée  $\chi_p$  (Tite et Mullins, 1971). Cette valeur, comme nous l’avons vu, est atteinte vers 500°C en conditions réductrices.

Cependant, dans la plupart des cas cette valeur n’est pas atteinte car les conditions de chauffe sont très rarement totalement réductrices. Le refroidissement se passe le plus souvent en atmosphère oxydante, ce qui comme on l’a vu, abaisse fortement les valeurs de susceptibilité.

#### **2.2.2.4.3 La quantité de matière organique**

La matière organique est la principale responsable des conditions réductrices qui se créent en cours de chauffe. Sa présence au sein du matériel amplifie très largement les effets dus à la combustion dans le foyer même. Sa quantité est déterminante pour le maintien ou non des conditions réductrices. L’incidence de la matière organique sur les transformations minéralogiques du matériau peut être importante comme l’ont montré Campbell *et al.* (1997) sur la ferrihydrite.

#### **2.2.2.5 Bilan**

1. Nous avons vu que parmi les phénomènes responsables des modifications de la susceptibilité magnétique dans le cas d’une chauffe, la température est la condition première pour débiter une réaction. On peut distinguer trois seuils de température :

- À partir de 260°C, la déshydratation de la lépidocrocite en maghémite (augmentation de la susceptibilité) ;
- Dès 400°C, la réduction de l’hématite-goethite en magnétite (augmentation de la susceptibilité) ;
- Dès 300°C, l’oxydation de la magnétite en maghémite et la transformation de la maghémite en hématite (diminution de la susceptibilité).

2. La durée de la chauffe amplifie fortement ces réactions et ses effets peuvent être signifi-

catifs.

3. Les conditions redox sont prépondérantes. Elles permettent :

- Les réactions (réduction de l'hématite, oxydation des oxydes de fer magnétiques) ;
- De conserver un signal magnétique fort dans le cas de conditions réductrices et d'abaisser considérablement celui-ci dans le cas de conditions oxydantes pour  $T > 400^{\circ}\text{C}$ .

4. La nature du matériau chauffé détermine le potentiel de transformation en minéraux magnétiques selon son contenu en oxydes et hydroxydes de fer. De plus la teneur en matière organique influencera en grande partie les conditions de chauffe dans la matrice du sédiment (température, conditions redox). Les augmentations de susceptibilité sont donc très variables selon la nature du terrain, d'où la nécessité de bien connaître les types de matériaux étudiés.

### 2.2.3 Synthèse

Pour résumer les paragraphes précédents, plusieurs mécanismes issus de la pédogenèse et/ou de la chauffe des sols ont été avancés pour expliquer le signal magnétique des sols, à savoir :

1. La diminution, par dissolution, de matériaux diamagnétiques comme la calcite ou la silice entraînant un enrichissement en oxydes de fer moins solubles (Eyre *et al.*, 1994) ;
2. Le fractionnement mécanique de gros grains en grains plus petits ;
3. La cristallisation authigène d'oxydes de fer (Thompson et Oldfield, 1986) ;
4. La formation de maghémite ou magnétite microcristalline à partir d'oxydes et hydroxydes de fer peu magnétiques via les cycles d'oxydation-réduction intervenant dans la pédogenèse :
  - (a) La synthèse par des bactéries magnétotactiques de magnétite monodomaine en conditions aérobies ou de greigite en conditions anaérobies (Fassbinder, 1990 ; Fassbinder et Stanjek, 1994 ; Pan *et al.*, 1995) ;
  - (b) La réduction de l'hématite et des hydroxydes de fer par des bactéries réductrices (Fassbinder *et al.*, 1990).
5. La chauffe du sol, considérée comme un facteur prépondérant, qui entraîne la réduction de l'hématite en magnétite et la réoxydation éventuelle de celle-ci en maghémite (Le Borgne, 1960a) ;
6. La déshydratation de la lépidocrocite en maghémite qui a lieu entre  $275^{\circ}\text{C}$  et  $410^{\circ}\text{C}$  (Mullins, 1974).

## 2.3 État des connaissances sur le signal magnétique des sols naturels

Nous présentons dans cette partie les résultats d'études effectuées sur des sols pristines, et plus précisément sur des séquences loessiques, puisque une partie de notre étude présentée dans le chapitre 4 porte sur ce type de dépôts.

### 2.3.1 Mesures sur les séquences sédimentaires loess/paléosols

#### 2.3.1.1 Introduction

Au cours de la dernière glaciation, des changements dans la circulation atmosphérique entraînent l'expansion de régions arides et semi-arides ainsi que de profonds changements dans

la distribution globale des précipitations. Une conséquence importante de ces phénomènes fut l'augmentation de l'activité éolienne pendant cette période et la mise en place de dépôts particuliers sur de grandes surfaces telles que des dunes en Afrique, Inde, Australie, Amérique du Nord et dans une moindre mesure en Amérique du Sud, mais aussi de grosses épaisseurs de limons non stratifiés, connus sous le terme de loess, dans des régions de moyenne latitude (Dawson, 1992).

La plupart des sédiments loessiques travaillés par le vent seraient issus d'environnements périglaciaires (plaines glaciaires qui bordaient les glaciers des basses latitudes). Cependant, dans certaines régions, comme la Chine, les loess pourraient trouver leur origine dans les déserts du fait de la combinaison de l'altération liée au gel et au sel (Dawson, 1992).

De part leur importance dans l'enregistrement terrestre des changements climatiques passés, les loess, quelque fois développés sur des paléosols, ont été largement étudiés dès les années 1980, à commencer par les importantes séquences sédimentaires de Chine. À la vue de la répartition mondiale de ce type de dépôts (presque 10 % de la surface continentale terrestre) (Figure 2.3), de nombreuses études impliquant leurs caractéristiques pédologiques et climatiques ont par la suite été portées sur la Sibérie, l'Europe continentale (Bulgarie, France, République Tchèque), l'Amérique du Sud (Argentine) et les États-Unis (Alaska).



FIGURE 2.3 – Distribution globale des principaux dépôts de loess (en noir sur la figure) (d'après Evans et Heller, 2003).

Les propriétés magnétiques (susceptibilité magnétique et sa dépendance fréquentielle) sont de bons outils pour comprendre les séquences loess/paléosols de l'Hémisphère Nord d'un point de vue paléoclimatique et environnemental, tant à l'échelle régionale que globale. Cependant, il arrive que des séquences loess/paléosols au sein de ce même hémisphère montrent un comportement contraire, selon que l'on se place dans le modèle dit « pédogénétique » (plutôt caractéristique des moyennes à basses latitudes comme en Chine, Europe Centrale) ou dans le modèle privilégiant la vélocité du vent (plutôt caractéristique des hautes latitudes comme en Alaska et en Sibérie) (Liu *et al.*, 2005).

### 2.3.1.2 Modèle « pédogénétique »

Dans le modèle dit « pédogénétique », les processus biologiques et/ou chimiques mènent à

la néoformation de matériel magnétique : il s'en suit que les paléosols sont plus magnétiques que les loess parentaux. C'est typiquement le cas des nombreuses et importantes séquences loess/paléosols de Chine (épaisseur par endroits de 300 m) très largement étudiées ces trente dernières années, ainsi que celles de Bulgarie et de République Tchèque. Ces régions sont caractérisées par des dépôts de loess ayant subi peu d'altérations pédogénétiques en période froide et sèche, donc glaciaire. Par contre, en période chaude et humide, donc interglaciaire, les ajouts éoliens diminuent et les sols commencent à se développer via les processus pédogénétiques.

Les études menées entre autre sur les séquences sédimentaires de Chine ont montré que cette distinction entre loess et paléosols est visible tant dans leur aspect (couleur, texture, granulométrie, . . .) que dans leurs propriétés magnétiques.

En effet, les paléosols, de couleur marron, montrent une structure massive et des particules fines (argiles et fraction limoneuse plus grandes que dans les loess confirmant l'origine éolienne des paléosols ayant subi un processus pédogénétique in situ). Les loess, quant à eux, ont une couleur jaune-orangée, un aspect poreux et une granulométrie bimodale caractérisée par une importante fraction sableuse (altération post-dépositionnelle faible).

Les paléosols développés correctement ont aussi tendance à montrer une susceptibilité bien plus importante que celle des loess (de l'ordre de  $140 \times 10^{-8} m^3/kg$  contre 25 à  $35 \times 10^{-8} m^3/kg$ ), Wang *et al.*, 2006). Bien que la nature des minéraux porteurs du signal magnétique des loess et paléosols de Chine soit voisine (grains pseudo-monodomaines de magnétite/maghémite, magnétite oxydée et hématite), les paléosols montrent un enrichissement en grains ultrafins ( $< 0,1 \mu m$ ) de magnétite/maghémite d'origine pédogénétique qui se traduit d'ailleurs par un fort  $\chi_{fd}(\%)$  (4-11 % par exemple dans l'étude de Wang *et al.* (2006)). Au contraire, les loess montrent souvent un  $\chi_{fd}(\%)$  très faible et uniforme (0-3 % d'après l'étude de Wang *et al.* (2006)), traduisant l'absence ou quasi absence de grains superparamagnétiques et donc une augmentation négligeable de la susceptibilité par le biais de la pédogenèse. Mais ce n'est pas le cas de vieux horizons loessiques qui sont eux aussi influencés par des processus pédogénétiques secondaires entraînant de plus faibles coercitivités dues à la présence de grains de magnétite ultrafine pédogénétique (Jordanova *et al.*, 2007).

Les résultats précédents sont confirmés par l'étude des cycles d'hystérésis qui se ferment vers 300 mT pour les paléosols (traduisant la présence d'une phase ferrimagnétique dominante) et qui sont étroits. Les courbes thermomagnétiques montrent généralement une décroissance forte de  $\chi$  ente 280 et 400°C environ, traduisant la conversion de maghémite ultrafine issue de la pédogenèse en hématite. La néoformation de magnétite monodomaine (MD) commence au-delà de 400°C, la plupart des particules fines, superparamagnétiques + monodomaines (SPM + MD) nouvellement formées avec une taille d'environ 35 nm étant produite au-delà de 500°C. Les cycles d'hystérésis des loess sont larges et se ferment pour des champs plus grands, ce qui pourrait résulter des effets combinés de phases antiferromagnétiques (hématite et/ou goéthite) et de magnétite à gros grains oxydée à basse température (Liu *et al.*, 2004 ; Deng *et al.*, 2005 ; Wang *et al.*, 2006), mais pas de maghémite. Les loess montrent une taille de grains intermédiaire, pseudo-monodomaine (PMD), mais ils sont plus près des polydomaines (PD) que les paléosols car leur distribution est probablement liée à un mélange MD+PD ou MD+SPM.

L'oxydation basse température de la magnétite en maghémite est omniprésente dans les roches naturelles et les sédiments et elle a tendance à changer de façon plutôt significative les propriétés des magnétites dans les échantillons. Ces changements dans le degré d'oxydation des magnétites dans les loess/paléosols de Chine peuvent être directement reliés aux paléoclimats. D'ailleurs, les mesures de diffraction X (Liu *et al.*, 2004) ont montré que les paléosols ont tendance à être plus oxydés que les loess.

### 2.3.1.3 Modèle privilégiant la vitesse du vent

Le modèle privilégiant la vitesse du vent repose quant à lui sur le fait que les vents forts intervenant en période glaciaire entraînent de plus grandes quantités de particules magnétiques denses qu'en période interglaciaire. Ainsi, les loess glaciaires sont donc plus magnétiques que les paléosols interglaciaires et la pédogenèse joue dans ce cas un rôle mineur dans le contrôle de  $\chi$ . Des études réalisées en Sibérie (Chlachula *et al.*, 1998) et en Alaska viennent appuyer ce modèle (Oches et Banerjee, 1996 ; Zhu *et al.*, 2003). Les études menées à Kurtak en Sibérie montrent que les loess faiblement altérés sont représentatifs de la composante éolienne originale dont les propriétés magnétiques sont déterminées par leur provenance et la vitesse du vent. Ces loess, déposés en période glaciaire, montrent des maximum de susceptibilité (au plus  $310 \times 10^{-8} m^3/kg$  avec une moyenne de  $200 \times 10^{-8} m^3/kg$ ), par opposition aux horizons humifères des paléosols développés en période interglaciaire (maximum  $100 \times 10^{-8} m^3/kg$  avec une moyenne de  $50 \times 10^{-8} m^3/kg$ ). La dépendance fréquentielle de la susceptibilité sur les séquences étudiées est très basse (moyenne de 1 % environ) et presque uniforme : cela traduit le fait que les minéraux ferrimagnétiques dominants (essentiellement de la magnétite car un peu de maghémite et probablement de l'hématite) ne sont pas superparamagnétiques et que la pédogenèse a été très faible et bien différente de celle des loess de Chine par exemple. En plus de l'impact de la vitesse du vent, la forte susceptibilité des loess face à celle des paléosols et leur différence en minéralogie serait le reflet au moins en partie de l'altération du contenu ferrimagnétique par des processus post-dépositionnels associés au détrempeage des sols (Liu *et al.*, 2004). En effet, la situation géographique de la Sibérie fait que l'environnement est toujours humide. Ainsi, la saturation en période interglaciaire conduit à un environnement pédogénétique réducteur. Dans ces conditions, les minéraux ferrimagnétiques (magnétite, maghémite) disparaissent en se convertissant progressivement en hydrates et sulfures de fer, moins magnétiques. Ce même comportement a été observé en Alaska.

### 2.3.1.4 Hémisphère Sud vs Hémisphère Nord

Enfin, des résultats encore différents ont été obtenus dans l'Hémisphère Sud par opposition à l'Hémisphère Nord. L'étude de Bidegain *et al.* (2005) a montré des résultats en Argentine (El Cristo, Buenos Aires) à la fois plus proches du modèle privilégiant la vitesse du vent que le modèle pédogénétique pour  $\chi$  (loess plus susceptibles que les paléosols), mais aussi des valeurs intermédiaires du  $\chi_{fd}(\%)$  différentes de celles trouvées dans l'Hémisphère Nord par les deux modèles magnétoclimatiques cités précédemment. La magnétite est le minéral ferrimagnétique dominant de cette séquence.  $\chi_{bf}$  est compris entre  $15 \times 10^{-8} m^3/kg$  (pour les paléosols) et  $267 \times 10^{-8} m^3/kg$  avec une valeur médiane de  $117 \times 10^{-8} m^3/kg$  (pour les loess), tandis que  $\chi_{fd}(\%)$  est compris entre 0,5 (pour les paléosols) et 6,1 avec une valeur médiane de 3,5 (pour les loess). La glyfification entraîne par endroit des chutes de susceptibilité par dissolution des minéraux ferrimagnétiques. Cependant certains matériaux gleyeux\* ont un fort  $\chi_{fd}(\%)$  ( $> 5 \%$ ), ce qui pourrait être corrélé à un arrêt de la glyfification. La particularité de cette séquence d'El Cristo réside dans le fait que des cendres volcaniques seraient la source des argiles pampéennes. Malgré le fait que la susceptibilité magnétique des cendres soit essentiellement portée par des particules fines de limons et d'argiles ( $< 63 \mu m$ ), la dépendance fréquentielle est surtout portée par les fractions plus grosses (80-140  $\mu m$  avec  $\chi_{fd}(\%)$  à 3 % contre 1 %). Ce comportement serait attribué à la présence de petites inclusions de magnétite dans des pyroxènes. Cependant, les cendres étudiées ne permettent pas d'expliquer les valeurs intermédiaires de  $\chi_{fd}(\%)$  observées sur la séquence d'El Cristo (6 %) à laquelle il faut donc attribuer la création de magnétite ultrafine via la pédogenèse. Aucun des deux modèles

magnétoclimatiques proposés pour l'Hémisphère Nord ne peut réellement expliquer les résultats obtenus en Argentine.

### 2.3.1.5 Bilan

Les études menées sur les séquences loess/paléosols en divers points du globe permettent donc d'arriver à la conclusion suivante : bien que la vitesse du vent influence les propriétés magnétiques des dépôts éoliens, la **pédogenèse est le facteur prépondérant** une fois que le matériel a été déposé puisqu'elle détermine à la fois les variations minéralogiques ainsi que la susceptibilité. On peut remarquer cependant que la nature des minéraux magnétiques (magnétite, maghémite et hématite) est globalement la même sur l'ensemble des séquences loess/paléosols du globe. Ce sont donc la concentration et la taille des grains en liaison avec les processus pédogénétiques qui feront la différence d'une séquence à l'autre. Les nombreuses études publiées ont d'ailleurs montré que les particules d'origine pédogénétique, incluant à la fois des grains stables monodomaines (30-100 nm) et des particules visqueuses (SPM/MD), sont la cause principale de l'augmentation de la susceptibilité pour les sols pristines (Liu *et al.*, 2004, 2005). L'estimation du rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  pour les loess et paléosols des séquences sédimentaires de Chine, par exemple, vient confirmer les résultats précédents. En effet, en reprenant l'équation (1.19) du paragraphe 1.4.2, donnée par :

$$\kappa_{qu} \approx -\frac{\pi}{2} \rho \chi_{bf} \frac{\chi_{fd}(\%) }{100 \ln(\frac{\omega_1}{\omega_2})} = 6,83 \cdot 10^{-3} \rho \chi_{fd}(\%) \chi_{bf} \quad (2.2)$$

et en considérant que l'on a  $\chi_{bf} = 140 \times 10^{-8} m^3/kg$  et  $\chi_{fd}(\%) = 4 - 11\%$  en moyenne pour les paléosols, contre  $\chi_{bf} = 30 \times 10^{-8} m^3/kg$  et  $\chi_{fd}(\%) = 0 - 3\%$  en moyenne pour les loess, on obtient un rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  de 2,7 à 7,5 % pour les paléosols et de l'ordre de 0 à 2 % pour les loess (en ayant pris une masse volumique sèche  $\rho = 1\,300 kg/m^3$ ). Ces valeurs signifient donc que les paléosols, plus altérés et davantage soumis à la pédogenèse que les loess, contiennent davantage de grains responsables de la viscosité magnétique que ces derniers. Étant donné que les paléosols peuvent être considérés comme pristines, les résultats précédents signifient donc que le ou les processus qui génèrent les grains magnétiques responsables de la viscosité magnétique existent bien en conditions naturelles.

Des mesures effectuées par Mullins (1974) et Mullins et Tite (1973b) sur des sols cultivés développés sur des dépôts sédimentaires suggèrent aussi que les minéraux ferrimagnétiques secondaires formés sont un mélange de grains superparamagnétiques, visqueux et de grains monodomaines en proportions relativement constantes, avec une composante visqueuse comprise entre 5 et 10 %.

## 2.4 État des connaissances sur le signal magnétique des sols anthropisés

Nous présentons dans cette partie la synthèse de quelques études menées sur les propriétés magnétiques de sites archéologiques pour lesquels l'anthropisation est différente : processus de chauffe, mise en valeur agricole, sites métallurgiques et processus pédogénétiques. Cette courte synthèse nous servira de support pour l'interprétation des résultats que nous avons obtenus sur des sites analogues et qui sont présentés dans le chapitre 4.

### 2.4.1 Sites archéologiques soumis à des feux

Dans ses travaux, Le Borgne (1955a, 1960a) a montré que le sol superficiel était généralement plus susceptible que la roche-mère dont il est issu. Il expliqua que cette augmentation de la susceptibilité des sols superficiels était liée à la conversion d'oxydes de fer ferrimagnétiques peu magnétiques (hématite) en forme ferrimagnétique fortement magnétique (maghémite) rendue possible grâce au processus de chauffage, plus que par celui de la fermentation.

Dans les années 1970, de nombreuses études en laboratoire portant sur des sols issus de sites archéologiques (Colani et Aitken, 1966 ; Tite et Mullins, 1971 ; Tite, 1972 ; Longworth et Tite, 1977) sont venues appuyer les hypothèses de Le Borgne qu'il avait obtenues sur des sols naturels. En effet, il a été montré que le processus de chauffe serait lui aussi le principal facteur expliquant l'augmentation de la susceptibilité sur les sites archéologiques.

Tite et Mullins (1971) se sont intéressés aux facteurs responsables de l'augmentation de la susceptibilité magnétique sur quatorze sites archéologiques en Angleterre, en comparant les valeurs obtenues pour le substratum, le sol superficiel et les remplissages de trous et de fossés (respectivement de plus en plus susceptibles). Ils ont démontré que le chauffage des sols dans l'azote à plus de 450°C puis refroidit à l'air, comme cela est susceptible d'arriver sur des sites archéologiques soumis à des feux, est un mécanisme très efficace de l'augmentation de  $\kappa$ . D'autre part, ils ont aussi montré que les propriétés magnétiques des sols fortement susceptibles sur les sites archéologiques (typiquement les remplissages des trous et les fossés) sont conformes à l'augmentation engendrée par le chauffage. En se basant donc sur un processus de chauffe pour expliquer l'augmentation de  $\kappa$  sur les sites archéologiques, ils ont proposé d'interpréter la grande variation des valeurs observées sur les sites étudiés par :

- Le nombre de feux et leur étendue qui jouent sur la fraction d'oxydes de fer convertibles en maghémite ;
- Le pouvoir réducteur de l'atmosphère produite par la combustion de la matière organique durant la chauffe ;
- La concentration en oxyde de fer du sol.

Le nombre de feux dépend de l'importance de l'occupation sur les sites archéologiques, elle-même contrôlant la concentration en matière organique. Ainsi, la présence de fortes valeurs de susceptibilité a lieu sur des sites ayant été fortement occupés sur une longue période. D'autre part, la concentration initiale en oxydes de fer a un rôle important puisqu'elle peut engendrer le même type de valeurs sur un site fortement anthropisé et initialement pauvre en oxydes de fer qu'un site riche en oxydes de fer mais ayant été moins occupé.

Un étude menée par Jordanova (2001) sur des argiles chauffées d'origines différentes (sols chauffés, fours et briques) confirme les résultats de Tite et Mullins (1971) concernant les facteurs déterminant l'augmentation du signal magnétique de structures chauffées. Son étude portant sur soixante sites archéologiques de Bulgarie montre que les plus fortes susceptibilités magnétiques sont obtenues pour les briques et les plus faibles pour les sols chauffés, ce qui suggère que la température et la durée de chauffe sont des conditions importantes quant à l'augmentation du signal magnétique. Elle a également montré que le signal magnétique est en étroite relation avec l'origine géologique des matériaux et les conditions climatiques qui déterminent la concentration en fer initiale et la capacité d'échange cationique pendant la chauffe. Les différentes structures chauffées sur ce site indiquent également la présence systématique de magnétite/titanomagnétite pauvre en titane de tailles différentes et elles sont caractérisées par de fortes valeurs du  $\chi_{fd}(\%)$  indiquant la présence d'une quantité significative de grains superparamagnétiques de magnétite ( $d < 0,015 \mu m$ ).

### 2.4.2 Mise en valeur agricole : le cas des Terres Noires

Au début des années 1980, l'étude d'horizons sombres dénommés « Dark Earth » en anglais (« Terres Noires » en français) suscita un intérêt particulier dans la littérature anglaise (MacPhail, 1981, 1983; MacPhail et Courty, 1985) et italienne (MacPhail *et al.*, 2003). Pour expliquer la formation de ces dépôts largement répandus en Europe entre la fin de l'époque gallo-romaine et le début du Moyen Âge\*, MacPhail proposa un modèle (MacPhail, 1994; MacPhail *et al.*, 2003) basé sur l'étude micromorphologique de friches urbaines à Berlin issues des zones bombardées et abandonnées après la guerre (Sukopp *et al.*, 1979). Selon lui, les Terres Noires dériveraient de la transformation par des processus pédologiques de dépôts archéologiques initialement stratifiés : elles correspondraient soit à des périodes d'abandon et de pédogenèse (MacPhail, 1981 et 1994), soit à des périodes d'occupation plus ou moins intenses, pendant lesquelles ont lieu des activités liées à la mise en valeur agricole du sol (horticulture\*, maraîchage) et à la présence de rejets anthropiques (MacPhail *et al.*, 2003). Le résultat de ce processus résulte généralement en un sol brun calcaire dans lequel des nodules de mortier et de chaux sont présents.

En France, l'expression « Terres Noires » entra dans la littérature archéologique au début des années 1990 avec pour intérêt l'étude de la continuité ou de la discontinuité de l'occupation et les modalités d'usage du sol au Bas-Empire\* et au Haut Moyen Âge (MacPhail *et al.*, 2003; Galinié, 2004). Au milieu des années 1990, des études micromorphologiques associées à des analyses pédologiques sur des Terres Noires indiquèrent l'abondance de charbon finement pulvérisé, la présence de microstructures d'origine biologique et le caractère progressif de l'accumulation (Cammass, 1995, 2004; Gebhardt, 1997). D'autres auteurs (Berger, 2006) associèrent le développement des Terres Noires au Nord-Ouest de l'Europe à une longue période de stabilité géomorphologique entre le  $IX^{ième}$  et les  $XIV - XV^{ième}$  siècles et à la mise en place de pratiques agricoles de type « plaggen\* ».

Plus généralement, les Terres Noires sont présentes en contexte rural comme urbain au Moyen Âge et dérivent d'activités très diverses. Mais aucun travail de synthèse ni de référencement des mesures de susceptibilité effectuées sur ces dépôts selon les contextes d'observations n'existe à l'heure actuelle. Les valeurs obtenues par MacPhail varient selon les contextes de  $39 \times 10^{-8} m^3/kg$  pour des Terres Noires des  $II^{ième} - IV^{ième}$  siècles à Bishopsgate, Londres, jusqu'à  $302 \times 10^{-8} m^3/kg$  pour des Terres Noires du petit établissement urbain de Deansway, Worcester. De manière générale, excepté pour le site de Poultry à Londres, la susceptibilité magnétique est plus importante dans les dépôts de Terres Noires que dans les horizons sous ou sus-jacents (MacPhail *et al.*, 2004).

### 2.4.3 Sites métallurgiques

À la fin des années 1980, certaines études sur des sites métallurgiques (Dabas, 1989) montrèrent qu'il est possible de distinguer les sols métallurgiques des sols naturels via des études de la viscosité magnétique dans les domaines fréquentiel et temporel. En s'appuyant sur les travaux de Néel (1949) et de Mullins (1974) effectués sur un ensemble de grains monodomains dispersés (donc sans interaction), Dabas a montré que le comportement des sols de type métallurgique (présence de scories\* essentiellement) ne peut pas être expliqué par la théorie des monodomains. Il montra que les sites métallurgiques sont caractérisés par :

- $K_{ph}$  qui décroît d'abord légèrement puis la décroissance s'accélère, et  $K_{qu}$  qui croît dans la gamme de fréquence 100-10 000 Hz. Cela pourrait s'expliquer par la présence de polydomaines ou bien encore par l'existence d'une composante électrique liée à des courants

de Foucault ;

- Un rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  anormalement faible ( $< 2\%$ ) et d'autant plus faible que l'on opère à basse fréquence. Ceci est également observé pour les polydomaines, contrairement aux monodomaines de taille voisine de 150 à 200 Å caractérisés par un rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  proche de 8 % pour les sols naturels les plus visqueux ;
- Des réponses visqueuses plus rapides que les lois en  $1/t$  observées pour les monodomaines.

#### 2.4.4 Importance de la pédogenèse sur les sites archéologiques

À la fin des années 1990, certaines études ont montré que le processus de « fermentation » était aussi important que les feux de forêt et que l'augmentation de la susceptibilité magnétique via la pédogenèse est un phénomène répandu (Maher et Taylor, 1988) tant sur les sols pristines que sur les sols des sites archéologiques. Certaines études (Chang et Kirshvink, 1989 ; Fassbinder, 1990 ; Moskowitz *et al.*, 1993) ont en effet montré la présence de magnétite (et/ou de maghémite), et de greigite, en grains de petite taille à la limite SPM/MD d'origine biotique ou abiotique, dans des sédiments archéologiques.

L'exemple présenté ici fait référence à l'article de Marmet *et al.* (1999) dont le but était de caractériser différentes structures archéologiques (four, silo, cabane) via leurs propriétés magnétiques sur le site médiéval de Roissy-en-France (*VII<sup>ième</sup>* siècle). Leur étude a montré que les propriétés magnétiques des sédiments archéologiques montrent de plus grandes susceptibilités que l'horizon *Bt* et le substrat loessique, ainsi que des valeurs plus grandes du rapport  $\chi/J_s$ . Ces différences entre horizons « naturels » et horizons anthropisés seraient liées à la présence de maghémite ultrafine dans les sédiments archéologiques produite par la déshydratation de lépidocrocite entre 260 et 300°C.

#### 2.4.5 Bilan

L'ensemble de ces études montrent que le signal magnétique des sols sur sites archéologiques peut trouver son origine dans des processus variés tels que la pédogenèse, la chauffe des sols, ainsi que la présence de matériel d'origine métallurgique.

Afin de caractériser au mieux l'anthropisation d'un sol, de nombreuses méthodes de laboratoire ont été mises en place depuis les années 1950. Le chapitre suivant présente les techniques et le matériel associés utilisés dans notre étude.

# Chapitre 3

## Méthodes d'analyses et matériels

Ce chapitre indique dans un premier temps les précautions employées pour le prélèvement et le traitement des échantillons avant les analyses en laboratoire. Il précise ensuite l'ensemble des appareils et des techniques associées utilisés pour notre étude<sup>1</sup>.

### 3.1 Précautions pour le prélèvement et le traitement des échantillons

Les nombreuses études de susceptibilité menées sur les sols notamment par Le Borgne, Cook et Carls, Tite, Mullins, Linington ainsi que Graham et Scollar ont montré que deux conditions doivent être remplies dans l'étude des sols :

- Un champ faible de l'ordre du champ magnétique terrestre (46 000 nT) ;
- Un important volume de matière à analyser (au moins 100 cm<sup>3</sup>).

Afin de minimiser l'hétérogénéité plus ou moins grande des échantillons récoltés, ainsi que l'effet des volumes différents impliqués par les mesures électromagnétiques de terrain et celles de laboratoire, nous avons systématiquement prélevé le plus grand volume possible et analysé plusieurs échantillons pris au même endroit et leurs variations.

Dans le cas de notre étude, les échantillons ont été prélevés sur le terrain à l'aide d'objets si possible non métalliques. Cela n'a pas pu être le cas pour les sondages effectués à la tarière à main puisque celles dont nous disposons au laboratoire sont en fer. Dans ce cas, les échantillons servant à l'analyse en laboratoire ont été systématiquement prélevés au centre des carottes pour minimiser l'effet d'une éventuelle contamination. Quand il n'était pas possible de faire autrement, les échantillons ont été prélevés « en vrac » : le problème est que leur masse volumique *in situ* est perdue. Au contraire, deux sites ont pu être échantillonnés en partie à l'aide d'un carotier en laiton, mais nous nous sommes aperçus que même dans ce cas les échantillons se modifient forcément entre le moment de l'échantillonnage et le retour en laboratoire (les pertes dues à la dessiccation atteignent couramment des valeurs de 10 à 20 % (Dabas, 1989)). L'idéal serait donc de pouvoir calculer de façon précise sur le terrain la masse et le volume des échantillons juste après leur échantillonnage, mais cela paraît difficile voire impossible à préciser en partie à cause de la compaction du sol et du degré systématiquement variable d'humidité. En laboratoire, nos mesures sont donc toutes référencées par rapport à la masse sèche, plus simple et plus précise à calculer que le volume.

---

1. Les méthodes de prospection géophysique employées sur le terrain ne sont pas décrites dans ce chapitre, mais dans la partie consacrée à l'étude du site laténien de Levroux puisque c'est le seul que nous ayons pu prospecter en plus de la réalisation de mesures en laboratoire.

Tous les échantillons récoltés ont été séchés dans une étuve à 75°C pendant 24h, puis placés dans des tubes en plastique de taille standard compatible avec les appareils de laboratoire. Pour les échantillons prélevés « en vrac », nous avons pris le soin de remplir au maximum les tubes afin qu'il y ait le moins de vides possible. En effet, les appareils tels que le MS2B et le MVM1B (cf parties suivantes), donnent les résultats des mesures en volumique (calibrage sur 10 cm<sup>3</sup> généralement) qu'il est plus précis de convertir en massique. Maximiser le remplissage du tube permet de minimiser l'hétérogénéité dans la distribution de l'échantillon au sein du tube et cela est d'autant plus important que certains appareils tels que le MS2B ne travaillent pas en champ homogène.

## 3.2 Mesure de la susceptibilité magnétique dans le domaine fréquentiel

Tous les échantillons prélevés sur le terrain ont été étudiés à l'aide de l'instrument de mesure portable MS2, couplé au capteur MS2B, développés par la société Bartington (Ltd) (Figure 3.1).



FIGURE 3.1 – Photographie du capteur MS2B (à gauche) couplé à l'unité d'acquisition MS2 (à droite) développés par la société Bartington Ltd.

### 3.2.1 Principe des mesures

L'état magnétique d'un échantillon est généralement décrit par l'équation suivante :

$$B = \mu_0 (H + J) \quad (3.1)$$

où :

$B$  est la densité de flux de l'échantillon (ou encore le champ total) exprimée en Tesla (T).

$\mu_0$  est la perméabilité magnétique du vide. C'est une constante égale à  $4\pi \times 10^{-7} \text{ H.m}^{-1}$ .

$H$  est le champ appliqué et s'exprime en  $\text{A.m}^{-1}$ .

$J$  est l'aimantation de l'échantillon et s'exprime en Tesla.

En divisant par  $H$  l'équation ci-dessus, on obtient :

$$\mu_r = \mu_0 + \mu_0 \kappa \quad (3.2)$$

où :

$\mu_r$  est la perméabilité relative de l'échantillon (adimensionnelle).

$\kappa$  est la susceptibilité magnétique de l'échantillon (adimensionnelle).

En réécrivant l'équation ci-dessus, on a :

$$\mu_0 \kappa = \mu_r - \mu_0 \quad (3.3)$$

Le MS2 mesure la susceptibilité magnétique de la façon suivante : le capteur est un oscillateur d'une très grande stabilité thermique dont il est possible de déterminer la fréquence d'oscillation. La bobine contenue dans le MS2B, parcourue par un courant alternatif, émet un champ magnétique de faible intensité ( $\simeq 80 \text{ A} \cdot \text{m}^{-1}$ ). Quand la bobine contient seulement de l'air, la valeur de  $\mu_0$  détermine la fréquence d'oscillation. Quand l'inducteur est placé sous l'influence d'un échantillon afin qu'il soit mesuré, c'est la valeur de  $\mu_r$  qui détermine la fréquence d'oscillation (tout matériel placé sous l'influence d'un champ entraînera un changement dans la fréquence d'oscillation). L'appareil d'acquisition auquel le capteur est connecté numérise les valeurs de  $\mu_0$  et  $\mu_r$  avec une résolution meilleure que 1 ppm (l'information en fréquence est renvoyée sous forme d'impulsions à l'appareil de mesure) et la susceptibilité magnétique volumique est calculée et affichée.

Une fois la mesure effectuée, on convertit la valeur lue sur le MS2 en susceptibilité massique  $\chi$  car, comme nous l'avons vu dans la partie précédente, il est toujours possible de mesurer avec précision la masse sèche des échantillons en laboratoire ce qui n'est pas le cas de leur volume.

### 3.2.2 Mode opératoire

Avant toute mesure, on laisse l'appareil chauffer et on vérifie son étalonnage à l'aide d'un échantillon de ferrite calibré non visqueux (dépendance fréquentielle négligeable) dont on connaît les valeurs de susceptibilité à basse et haute fréquences, notées respectivement  $\chi_{bf}$  et  $\chi_{hf}$  (l'échantillon de ferrite utilisé est fourni avec l'appareil).

Le MS2B ne fonctionnant pas en champ homogène et les échantillons étant plus ou moins hétérogènes, nous avons décidé d'effectuer cinq mesures par échantillon, donc de faire une mesure tous les quart de tour. Dans ce cas, la première et la cinquième mesures se font pour une même position de l'échantillon afin de vérifier la répétition de la mesure.

Le laboratoire Sisyphé étant situé en ville, sans protection contre les perturbations électromagnétiques, il a fallu intégrer des mesures à vide dans notre protocole de mesure. Deux cas se présentent :

- Quand les valeurs ne dépassent pas vingt unités, le calibre le plus précis ( $\times 0,1$ ) est utilisé. Dans ce cas, nous faisons une mesure à vide ( $M_{1v}$ ), suivi d'une mesure avec échantillon ( $M_e$ ) puis d'une seconde mesure à vide ( $M_{2v}$ ). La valeur corrigée est donnée par  $M_e - (M_{1v} + M_{2v})/2$  ;
- Quand les valeurs dépassent vingt unités, c'est le calibre  $\times 1,0$  qui est privilégié. Dans ce cas, nous faisons un zéro, suivi d'une mesure avec échantillon. Aucune mesure à vide après n'est réalisée car le faible temps de mesure suggère que l'environnement du laboratoire est stable pendant la mesure.

### 3.2.3 Applications

En plus de la mesure de la susceptibilité magnétique à une fréquence donnée, qui est fonction de la concentration en minéraux magnétiques, de leur nature et de leur taille, le MS2B offre la possibilité de travailler à deux fréquences (respectivement  $0,465 \text{ kHz} \pm 1 \%$  et  $4,65 \text{ kHz} \pm$

1 %) et d'étudier ainsi la dépendance fréquentielle des échantillons récoltés. Cette dernière se note  $\chi_{fd}(\%)$  et est donnée par la relation :

$$\chi_{fd}(\%) = \frac{\chi_{bf} - \chi_{hf}}{\chi_{bf}} \times 100 \quad (3.4)$$

Comme nous l'avons vu dans le chapitre 1, cette mesure nous renseigne sur la proportion en grains fins dont la taille se situe à la limite superparamagnétique/monodomaine (Dearing *et al.*, 1996).

L'utilisation du MS2B s'est aussi révélée indispensable dans l'estimation de la susceptibilité magnétique potentielle ( $\chi_{max}$ ) de nos échantillons et donc du taux de conversion  $\chi_{conv}$  défini tel que  $\chi_{conv} = \chi_{bf}/\chi_{max}$ . La susceptibilité magnétique potentielle  $\chi_{max}$  a été déterminée au laboratoire de paléomagnétisme de l'IPGP sur le campus de Jussieu avec l'aide d'Hélène Bouquerel. Le principe est le suivant : les échantillons ont été chauffés jusqu'à 650°C en conditions réductrices (sous courant d'azote) pendant une heure et demi, suivi de conditions oxydantes (Crowther, 2003). Le taux de conversion  $\chi_{conv}$  fournit ainsi une mesure de l'augmentation relative de la susceptibilité magnétique.

Pour des raisons liées au temps de mesure, tous les échantillons dont nous disposons n'ont pas pu être étudiés par cette méthode. Afin d'établir une certaine représentativité de l'augmentation relative de la susceptibilité magnétique sur chaque site, dix à quinze échantillons de susceptibilités contrastées ont été sélectionnés pour chacun d'entre eux. Au total, 89 échantillons ont été étudiés tous sites confondus.

### 3.3 Mesure de la viscosité magnétique dans le domaine temporel

Tous les échantillons prélevés sur le terrain ont été étudiés à l'aide du MVM1, couplé à son capteur MVM1B, développés par la société Pulsepower Developments Ltd (Figure 3.2). Initialement, cet appareil (T.D.E.M. : Time Domain ElectroMagnetism), dont la fonction est la mesure de la viscosité magnétique dans le domaine temporel, a été développé pour la recherche de pépites d'or en Australie. C'est en voulant comparer les sols australiens aux autres sols du monde via les propriétés magnétiques que le MVM1 a vu son utilité s'accroître dans des domaines tels que la prospection archéologique, les sciences du sol, la géophysique ou encore le déminage humanitaire (Foster, 2009).



FIGURE 3.2 – Photographie de l'unité d'acquisition MVM1 (Magnetic Viscosity Meter) (à gauche), couplée au capteur MVM1B (à droite), développés par la société Pulsepower Developments Ltd. Sur la photographie sont aussi visibles les deux échantillons de sols servant à la calibration de l'appareil et fournis avec ce dernier.

### 3.3.1 Principe des mesures

Le MVM1 transmet une série d'impulsions magnétiques rectangulaires à l'aide d'une bobine (Foster, 2009). Après un court délai, on coupe les impulsions et la même bobine est utilisée pour recevoir le signal généré par la décroissance du flux du matériel considéré. Le temps entre la fin de l'émission et le début de la réception est défini par neuf positions correspondant aux instants suivants (en  $\mu s$ ) sur le calibre 1 : 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45 et 50. En se mettant sur le calibre 2, on multiplie par deux les temps précédents et on peut donc aussi faire des mesures à 60, 70, 80, 90 et 100  $\mu s$  (Foster, 2009). Le MVM1 est conçu de telle façon qu'il y a proportionnalité entre la durée de l'émission du champ, les temps de délai et ceux de réception (Tableau 3.1) (Foster, 2009). Ceci permet de s'affranchir des augmentations de pente pour les temps longs quand ce système n'est pas mis en place.

**Position sur le calibre 10  $\mu s$**

0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Emission			Délai 1	Réception 1	Délai 2				Réception 2
10	10	10	10	10	10	10	10	10	10

**Position sur le calibre 50  $\mu s$**

0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Emission			Délai 1	Réception 1	Délai 2				Réception 2
50	50	50	50	50	50	50	50	50	50

TABLE 3.1 – Tableaux illustrant la relation de proportionnalité entre la durée de l'émission du champ, les temps de délai et ceux de réception avec le MVM1 (Pulsepower Developments Ltd). Deux exemples sont illustrés dans les tableaux : une mesure sur le calibre à 10  $\mu s$  et une autre à 50  $\mu s$ . Le délai correspond au temps pendant lequel il n'y a ni émission, ni réception. Le délai 1 sépare le temps d'émission du premier temps de réception et le délai 2 sépare le temps de réception 1 du temps de réception 2 (modifié d'après Foster, 2009).

Le fait qu'il y ait également deux temps de réception permet au MVM1 d'afficher à l'écran la différence entre une mesure en temps court et une en temps long. Le MVM1 affiche donc directement l'équivalent du  $\chi_{fd}$  obtenu avec le MS2B en soustrayant une mesure acquise pour un temps court (haute fréquence) à une mesure acquise pour un temps long (basse fréquence).

### 3.3.2 Mode opératoire

Avant toute mesure, l'appareil doit être calibré. Etant donné qu'il existe une relation entre la dépendance fréquentielle de la susceptibilité ( $\chi_{fd}$ ) et l'intensité de la viscosité magnétique, et que le MVM1 fournit directement le  $\chi_{fd}$ , il est possible de calibrer le MVM1B à l'aide d'échantillons étalons ayant été préalablement mesurés avec le MS2B. Pour cela, deux échantillons de sols naturels différents, RH1 et CH1, sont fournis avec l'appareil. Ces deux échantillons de dix grammes chacun ont été préalablement tamisés, puis séchés dans un four à 150°C pendant vingt minutes (Foster, 2009). Leur sélection est liée à la différence de leurs propriétés magnétiques : RH1 est caractérisé par une susceptibilité normale et une forte dépendance fréquentielle, ce qui va faciliter la calibration du MVM; CH1 est caractérisé par une susceptibilité plus forte que RH1 mais une dépendance fréquentielle bien plus faible (Foster, 2009). La calibration s'effectue en plaçant RH1 (de plus forte viscosité) dans le MVM1B et en affichant à l'écran la valeur du  $\chi_{fd}$  donnée par le MS2B pour cet échantillon à l'aide des boutons de calibration. Pour cette opération, il est conseillé de se placer en position 1 sur le calibre 30  $\mu s$  donc au milieu de l'intervalle 10-50  $\mu s$  (Foster, 2009). Il s'agit ensuite de placer CH1 dans le MVM1B et de vérifier si sa dépendance fréquentielle obtenue avec le MS2B s'affiche directement pour le même calibre sans avoir à toucher aux boutons de calibration<sup>2</sup>. Si c'est le cas, l'appareil est bien étalonné et les mesures sur échantillons peuvent commencer.

Chaque échantillon est placé dans le MVM1B et une mesure est effectuée pour chacun des quatorze calibres disponibles. Le MVM1B se remet automatiquement à zéro quand l'échantillon est retiré. Il s'agit enfin de tracer les valeurs de  $\chi_{fd}$  lues en fonction du temps (déterminé par les différents calibres) sur un diagramme log-log. L'ordonnée à l'origine d'une droite tracée dans ce type de diagramme est liée à la quantité de grains visqueux, tandis que sa pente donne des informations sur la distribution en taille de grains responsables de la viscosité pour la gamme de temps considérée.

## 3.4 Etude thermomagnétique

Les mesures thermomagnétiques ont été réalisées au laboratoire de paléomagnétisme de Saint-Maur à l'aide d'un Kappabridge *KLY - 3S* (Agico) couplé à son four *CS - 3* (Figure 3.3). Étant donné le nombre d'échantillons à notre disposition (environ 1 000) et le temps de mesure (1h30 par échantillon en moyenne), une sélection a été effectuée. Au total, 144 échantillons ont été étudiés tous sites confondus.

---

2. Etant donné les très faibles valeurs de susceptibilité reconstruites sur certains sites, nous avons décidé d'effectuer nos mesures en calibration maximale. Un coefficient est alors calculé : il s'agit du rapport de la valeur lue sur le MVM1 à 30  $\mu s$  en calibration maximale sur le  $\chi_{fd}$  déduit de la mesure avec le MS2B. Les valeurs obtenues pour chaque calibre (de 10 à 100  $\mu s$ ) sont divisées par le coefficient calculé. Ainsi, une précision supérieure à celle de l'unité est possible ce qui n'est pas négligeable, surtout pour des échantillons de faible  $\chi_{fd}$ .



FIGURE 3.3 – Dispositif expérimental d'analyse thermomagnétique Kappabridge (Agico). 1 : susceptibilimètre KLY-3S; 2 : four CS-3; 3 : caisson contenant une bobine; 4 : tube en quartz au fond duquel l'échantillon en poudre est placé ainsi que le thermomètre; 5 : bidon d'eau.

### 3.4.1 Principe des mesures

Chaque échantillon est soumis à un champ magnétique créé par le passage d'un courant alternatif dans une bobine. La mesure de la variation de l'auto-induction de la bobine au cours de la chauffe et du refroidissement fournit l'évolution de la susceptibilité suivant la température. Le passage de la température de Curie<sup>3</sup> se traduit par une chute brutale de la susceptibilité. La détermination de la nature des minéraux présents initialement et/ou néoformés devient ainsi possible. Dans cette étude, les températures de Curie sont déterminées par la méthode de Prévot *et al.* (1983).

### 3.4.2 Mode opératoire

On introduit environ  $0,5 \text{ cm}^3$  de l'échantillon considéré, préalablement réduit en poudre, dans un tube en quartz. Ce dernier est lui-même placé au centre d'une bobine parcourue par un courant alternatif. Cet ensemble, le Kappabridge *KLY - 3S*, nous fournit l'évolution de la susceptibilité avec une précision allant jusqu'à  $10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$ . Le *KLY - 3S* est couplé à un four, le *CS - 3*, relié à un thermomètre dont l'extrémité est placée dans l'échantillon (Figure 3.3). Le *CS - 3* permet un contrôle de la température parallèlement à l'acquisition en continu des valeurs de susceptibilité magnétique assistée par logiciel.

3. Nous rappelons que la température de Curie notée  $T_c$  est la température qui annule l'aimantation à saturation. Chaque minéral ferromagnétique au sens large possède sa propre  $T_c$  (cf tableau 1.6, chapitre 1).

Dans ce travail, les échantillons ont été chauffés sous air et en champ faible depuis la température ambiante jusqu'à 700°C à vitesse constante (20°C/min), puis refroidis à la même vitesse. Un système d'arrivée d'eau est mis en place pour limiter l'échauffement de la bobine. Des retours sélectifs (refroidissements partiels) sont effectués à chaque fois que des pics de susceptibilité sont observés en cours de chauffe afin de vérifier s'il s'agit de transformations minéralogiques ou non.

### 3.5 Mesure des paramètres d'hystérésis et acquisition de l'aimantation rémanente isotherme (ARI)

La mesure des paramètres d'hystérésis et l'acquisition de l'aimantation rémanente isotherme (ARI) ont été réalisées à température ambiante à l'aide d'un inductomètre à translation en champs forts fabriqué par Maxime Le Goff au laboratoire de paléomagnétisme de Saint-Maur (Figure 3.4). Comme pour les mesures thermomagnétiques, une sélection d'échantillons a été effectuée. Au total, 182 échantillons ont été étudiés par cette méthode.

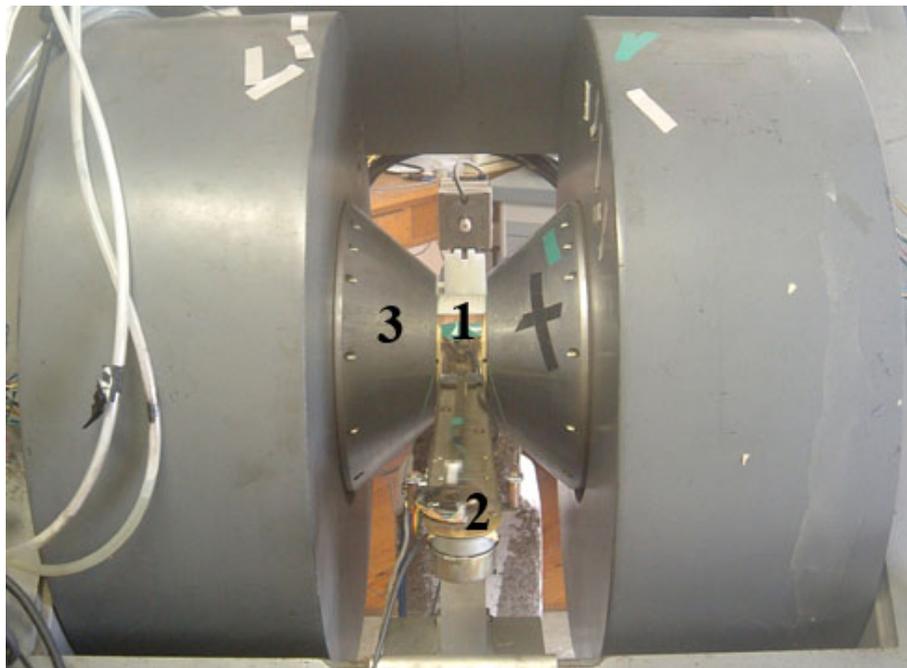


FIGURE 3.4 – Photographie de l'inductomètre à translation développé par Maxime Le Goff. 1 : porte-échantillon ; 2 : plateau faisant traduire l'échantillon ; 3 : électro-aimant.

#### 3.5.1 Principe des mesures

L'inductomètre utilisé est constitué d'un plateau sur lequel l'échantillon est placé. Le plateau, positionné dans l'entrefer d'un électro-aimant, effectue des mouvements de translation rapides de droite à gauche produisant ainsi une variation de flux dans les bobines et une force électromotrice (*f.e.m*) proportionnelle à l'aimantation axiale aux bornes de ces dernières. Pour déterminer les paramètres d'aimantation et de champ ( $J_s$ ,  $J_{rs}$ ,  $H_c$  et  $H_{cr}$ ) définissant un cycle d'hystérésis, un champ croissant est d'abord appliqué de 0 jusqu'à une valeur maximale définie, puis le même champ est appliqué en sens inverse. Pour déterminer l'aimantation rémanente isotherme, le champ est appliqué progressivement de 0 jusqu'à la même valeur maximale que

précédemment. La coupure régulière de ce champ fait apparaître la persistance d'une aimantation appelée aimantation rémanente isotherme. Un ordinateur interfacé au système récupère les paramètres d'aimantation et de champ dans un fichier.

### 3.5.2 Mode opératoire

On place environ  $1\text{ cm}^3$  de l'échantillon considéré dans du cellophane que l'on introduit dans un petit tube en plastique (le cellophane permet à l'échantillon d'être calé dans le tube). Le tout est ensuite placé sur le plateau de l'inductomètre à translation qui est couplé à un électro-aimant. Ce dernier possède un entrefer de 5 cm de long et un diamètre de 12 cm. Il peut émettre un champ magnétique jusqu'à 1,7 Tesla, mais nos mesures ont été effectuées jusqu'à 0,8 Tesla. Les mesures d'ARI sont les premières à avoir été effectuées pour chaque échantillon. Elles consistent en l'application d'un champ depuis 0 à -800 mT avec un pas de 40 mT. Les mesures d'hystérésis sont ensuite effectuées en appliquant un champ de 0 jusqu'à 800 mT avec un pas de 40 mT, puis on applique le même champ en sens inverse. L'ordre dans lequel sont faites les mesures d'ARI et d'hystérésis induisent la perte de la courbe de première aimantation pour les cycles d'hystérésis.

### 3.5.3 Applications

Les paramètres d'hystérésis renseignent sur la taille des grains magnétiques constituant nos échantillons (monodomaine (*MD*), pseudo-monodomaine (*PMD*), polydomaine (*PD*) ou superparamagnétique (*SPM*)) (Day *et al.*, 1977; Dunlop *et al.*, 2002).

Les mesures d'ARI renseignent sur l'état magnétique des minéraux. La mesure du rapport de l'ARI à 100 mT sur l'aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ) nous informe sur la proportion de minéraux de forte coercitivité sur ceux de basse coercitivité. Nous l'avons utilisée dans la discrimination de minéraux ferrimagnétiques (magnétite, maghémite) et antiferromagnétiques (hématite, goéthite), une valeur proche de 1 indiquant que des minéraux ferrimagnétiques sont majoritaires dans l'échantillon, et inversement.

## 3.6 Analyses chimiques

Les analyses chimiques ont été effectuées par le Laboratoire d'Analyse des Sols de l'INRA (LAS). Étant donné notre problématique, l'étude de la teneur en certains éléments chimiques, tels que les différentes formes de fer, la matière et le carbone organiques, ainsi que le phosphore, nous est apparue indispensable.

En effet, la connaissance de la teneur en fer est primordiale puisque cet élément est à l'origine des propriétés magnétiques des roches et des sols.

L'étude de la teneur en matière organique, couplée à celle du carbone organique, est également importante puisque le fer lui est souvent associé sous forme de colloïdes. Elle joue aussi un rôle dans le pouvoir réducteur de l'atmosphère dans laquelle un sol évolue, donc sur l'activité bactérienne qui comme nous l'avons vu influence fortement les propriétés magnétiques des sols. La teneur en matière organique joue en effet un rôle important sur la capacité de formes amorphes à se transformer en formes cristallisées (Duchaufour, 2001) : son importance dans l'étude des propriétés magnétiques des sols est donc évidente.

Enfin, l'analyse de la teneur en phosphore est importante puisque notre étude porte en grande partie sur des sols anthropisés. Le phosphore, dont l'origine est organique (déjections

animales, os, décomposition de végétaux morts), est en effet un bon marqueur de l'anthropisation.

La description complète des méthodes utilisées pour le dosage des éléments cités précédemment se trouve dans l'annexe I.

## 3.7 Microanalyse électronique

### 3.7.1 Principe physique de l'analyse chimique élémentaire : quantitative vs qualitative

La microanalyse électronique s'appuie sur le principe<sup>4</sup> qu'il existe une relation entre l'intensité du rayonnement X dégagé par un échantillon excité dans des conditions particulières et la composition chimique de ce dernier.

Il s'agit de soumettre une « cible », constituée de la matière à analyser, à un faisceau d'électrons accélérés (Figure 3.5). De l'interaction entre le faisceau d'électrons incident et la matière sont créés des rayonnements d'électrons et de photons. Des détecteurs d'électrons permettent de dresser une image de l'échantillon analysé et accessoirement d'obtenir une analyse chimique assez grossière. À l'inverse, les détecteurs de photons X permettent de quantifier la concentration en éléments chimiques présents au niveau de la cible et d'obtenir une image avec une résolution bien moins importante que celle obtenue avec les détecteurs à électrons.

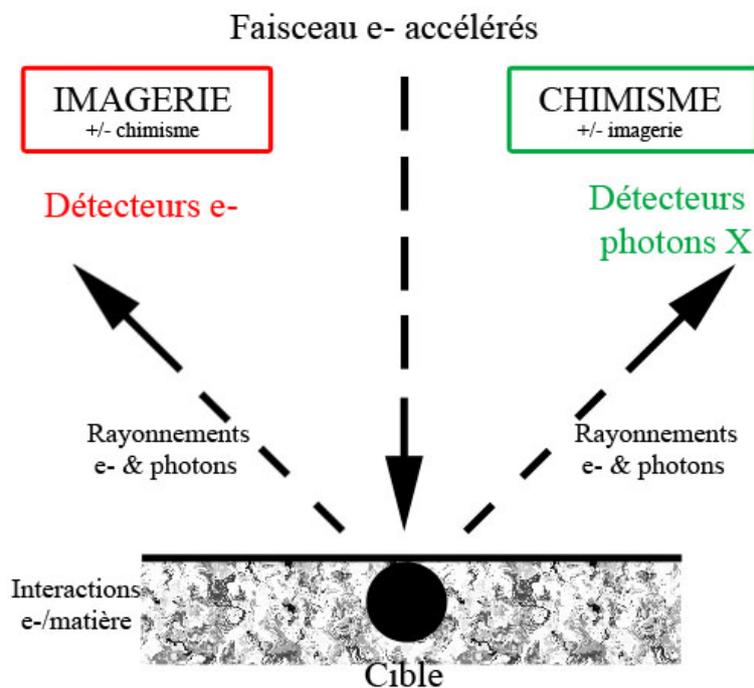


FIGURE 3.5 – Principe de la microanalyse électronique.

Ainsi, pour comprendre le principe de la microanalyse électronique, il est nécessaire de comprendre les interactions entre les électrons et la matière analysée.

4. Raimond Castaing, physicien français (1921-1998) a été le premier à établir les bases physiques de l'analyse quantitative en démontrant l'existence d'une relation entre intensité du rayonnement X et la concentration de l'élément correspondant.

### 3.7.1.1 Interactions électrons-matière

Lorsqu'un faisceau d'électrons bombarde une cible, il se produit dans la matière une diversité d'interactions entre les électrons et les atomes de la cible qui conduisent à l'émission de signaux caractéristiques, électroniques et électromagnétiques exploités entre autres en microanalyse X et en microscopie électronique à balayage. On admet généralement que le domaine d'interaction du faisceau avec la matière est un volume hémisphérique (Figure 3.6). Ce volume d'interaction (poire d'excitation) est la source d'émission électronique et électromagnétique : les électrons Auger, les électrons secondaires, les électrons rétrodiffusés, les rayons X et le rayonnement de fluorescence.

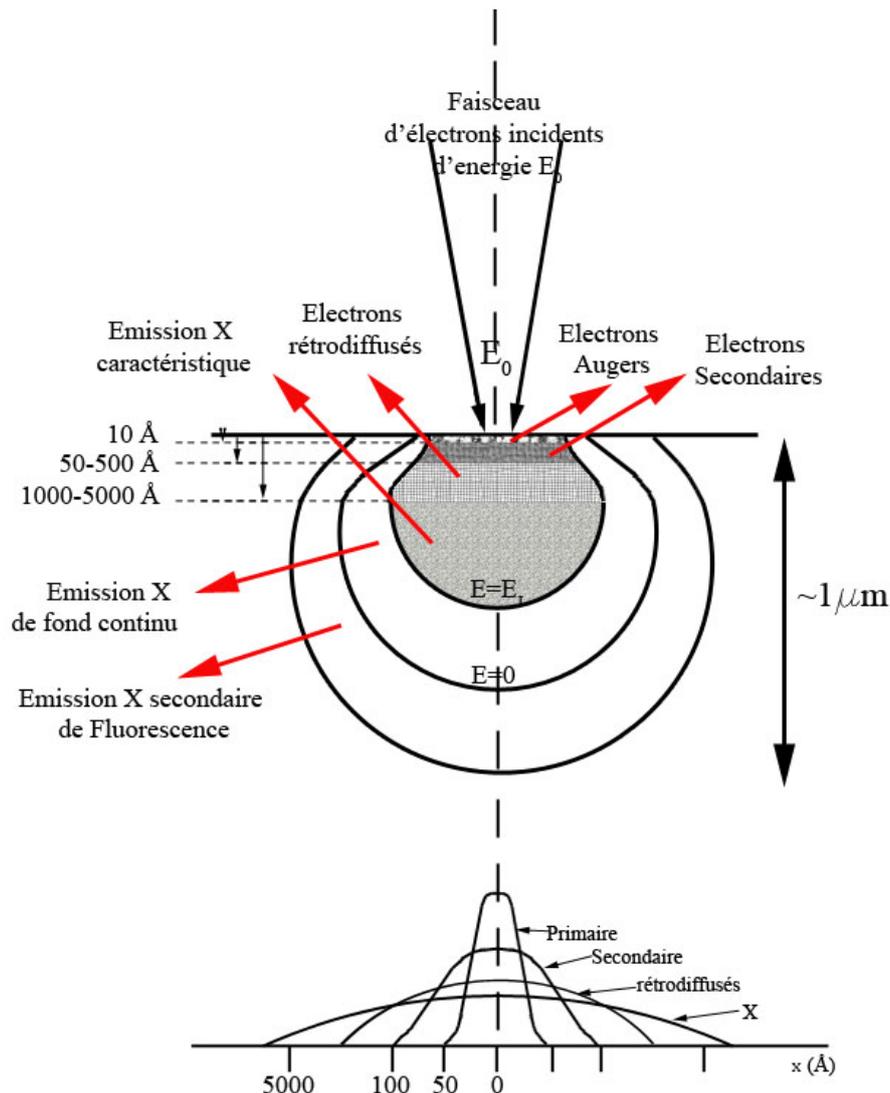


FIGURE 3.6 – Interaction électrons-matière : la poire d'excitation dépend de l'énergie du rayon incident et de la cible. En bas de la figure est représentée la résolution spatiale des différents signaux.

## 3.7.2 Microscopie électronique à balayage (MEB)

### 3.7.2.1 Principe de fonctionnement

La figure 4.20 illustre le schéma de principe d'un MEB : un faisceau d'électrons est projeté sur l'échantillon à analyser. L'interaction entre le faisceau et l'échantillon génère des électrons

secondaires, de basse énergie qui sont accélérés vers un détecteur d'électrons secondaires qui amplifie le signal. À chaque point d'impact correspond un signal électrique. L'intensité de ce signal électrique dépend à la fois de la nature de l'échantillon au point d'impact qui détermine le rendement en électrons secondaires et de la topographie de l'échantillon au point considéré. Il est ainsi possible, en balayant le faisceau sur l'échantillon, d'obtenir une cartographie de la zone balayée.

Les électrons rétrodiffusés peuvent être émis à une plus grande profondeur dans l'échantillon et ont une énergie relativement élevée, allant jusqu'à 30 KeV, et beaucoup plus importante que celle des électrons secondaires. La résolution atteinte avec les électrons rétrodiffusés sera donc relativement faible, de l'ordre du micromètre ou du dixième de micromètre. De plus, ces électrons sont sensibles au numéro atomique des atomes constituant l'échantillon. Les atomes les plus lourds réémettront plus d'électrons que les atomes plus légers et les zones formées par ce type d'atomes apparaîtront plus brillantes que les autres, c'est le contraste de phase. Cette méthode permet alors une mesure de l'homogénéité chimique d'un échantillon ainsi qu'une analyse qualitative.

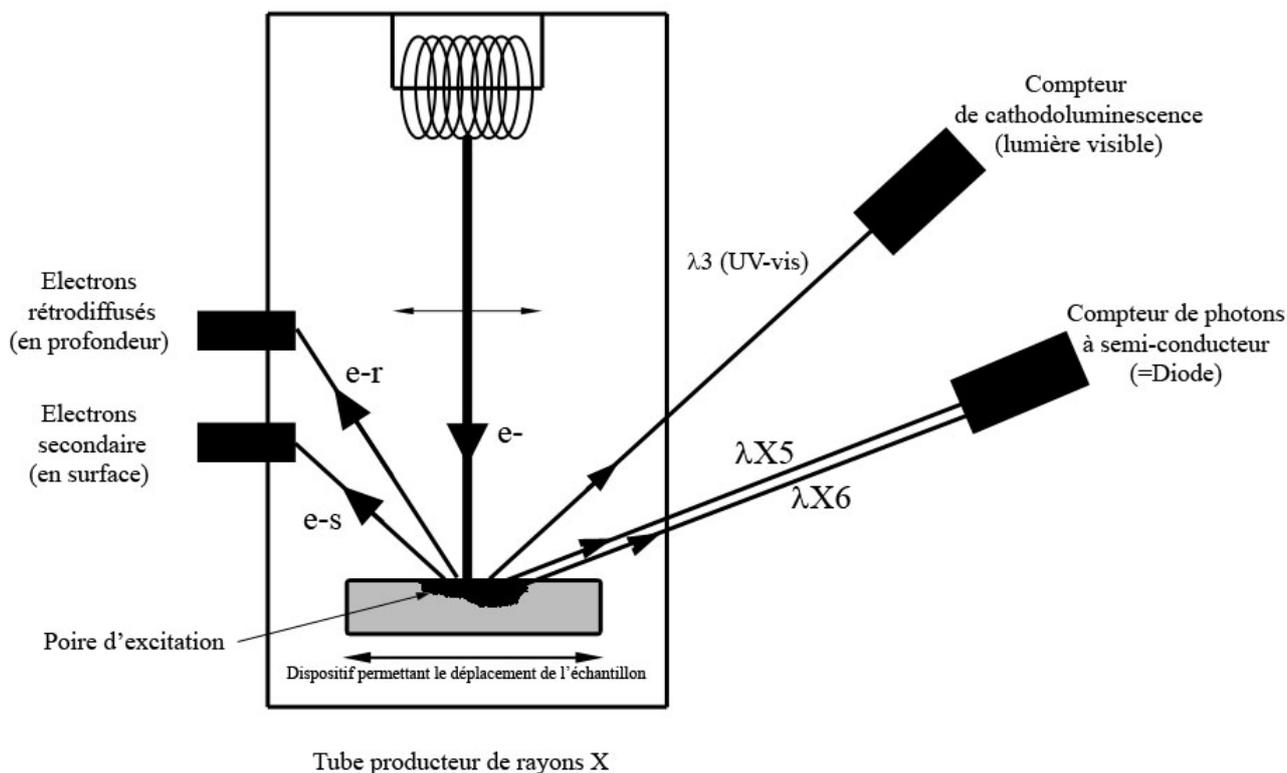


FIGURE 3.7 – Analyse chimique élémentaire ponctuelle qualitative : principe de fonctionnement d'un microscopie électronique à balayage.

### 3.7.2.2 Mode opératoire

L'étude au microscope électronique à balayage s'est effectuée en partie à l'IMPMC (campus de Boucicaut) avec l'aide d'Agnès Elmaleh, mais surtout au laboratoire de géologie des systèmes volcaniques de l'IPGP avec l'aide d'Omar Boudouma. Dans les deux cas, l'appareil que nous avons utilisé est un MEB Ultra 55 de la société Carl Zeiss SMT (Figure 3.8).

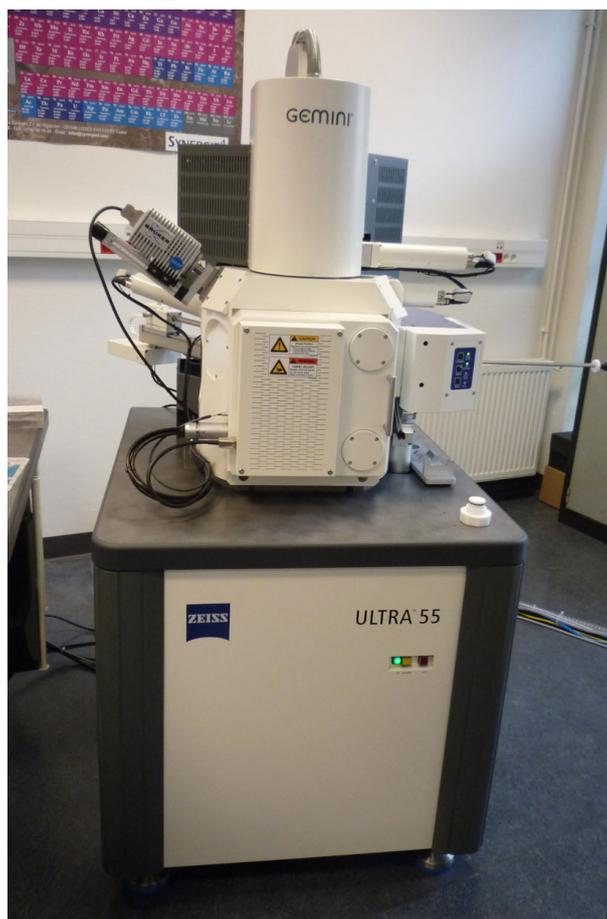


FIGURE 3.8 – Photographie d'un microscope électronique à balayage Ultra 55 développé par la société Carl Zeiss SMT.

Ce MEB apporte des informations jusqu'à l'échelle nanométrique concernant la topographie, la composition et l'orientation cristalline grâce à trois systèmes de détection intégrés à la colonne principale :

- Un détecteur In-Lens SE (SE = Secondary Electron) utilisé pour apporter des informations sur la surface (topographie) ;
- Un détecteur EsB (Energy selective Backscattered electron) utilisé pour une haute résolution des contrastes entre les matériaux ;
- Un détecteur annulaire AsB (Angle selective Backscattered electron) utilisé pour imager la composition et l'orientation cristalline grâce aux électrons rétrodiffusés.

Notre étude a reposé essentiellement sur des observations en mode AsB puisqu'il permet de distinguer facilement les minéraux lourds, tels que les (hydr)oxydes et sulfures de fer sur laquelle notre étude porte, des minéraux communs tels que les carbonates et les silicates. Cependant, d'autres minéraux souvent présents dans nos échantillons, tels que le rutile ou le zircon, possèdent aussi un numéro atomique important. Afin de préciser la minéralogie et de pouvoir distinguer par exemple une ilménite d'une titanomagnétite grâce à sa teneur en titane, une analyse chimique ponctuelle a été quelques fois réalisée à l'aide d'un détecteur servant à la microanalyse X. Le mode In-Lens SE a aussi été couplé au mode AsB pour préciser la topographie des minéraux observés.

La préparation des échantillons observés au MEB s'est faite de la façon suivante :

1. Une séparation des agrégats et une dispersion des grains est effectuée pour chaque échantillon à l'aide d'une sonde à ultrasons ;
2. Une fois que la dispersion est jugée satisfaisante, un prélèvement à la pipette est effectué et une ou deux gouttes sont déposées sur un scotch carbone, lui-même fixé sur une lame mince en verre de taille standard ;
3. Chaque échantillon est enfin numéroté et les lames sont métallisées à l'aide de graphite.

Une fois la préparation des échantillons effectuée, on place une ou plusieurs lames de verre dans la « chambre » du MEB où le vide est fait. Après quelques réglages, l'observation des échantillons commence. Pour chacun d'entre eux, une image a été prise au même grossissement ( $\times 160$ ), en modes AsB et SE2 : ces images permettent de comparer de façon quantitative les différents échantillons quant au nombre, à la taille et à la forme des minéraux présents.

### 3.7.3 Microsonde électronique

#### 3.7.3.1 Principe de fonctionnement

La technique EPMA (Electron Probe Micro Analyser) permet de détecter tous les éléments à partir du béryllium dans un volume de l'ordre du micromètre cube avec une sensibilité d'environ 100 ppm.

La microsonde électronique analyse l'émission X produite par l'interaction entre des électrons incidents et les éléments constituant le matériau à analyser. D'autres produits de cette interaction peuvent être également exploités dans le même appareil (Figure 3.9).

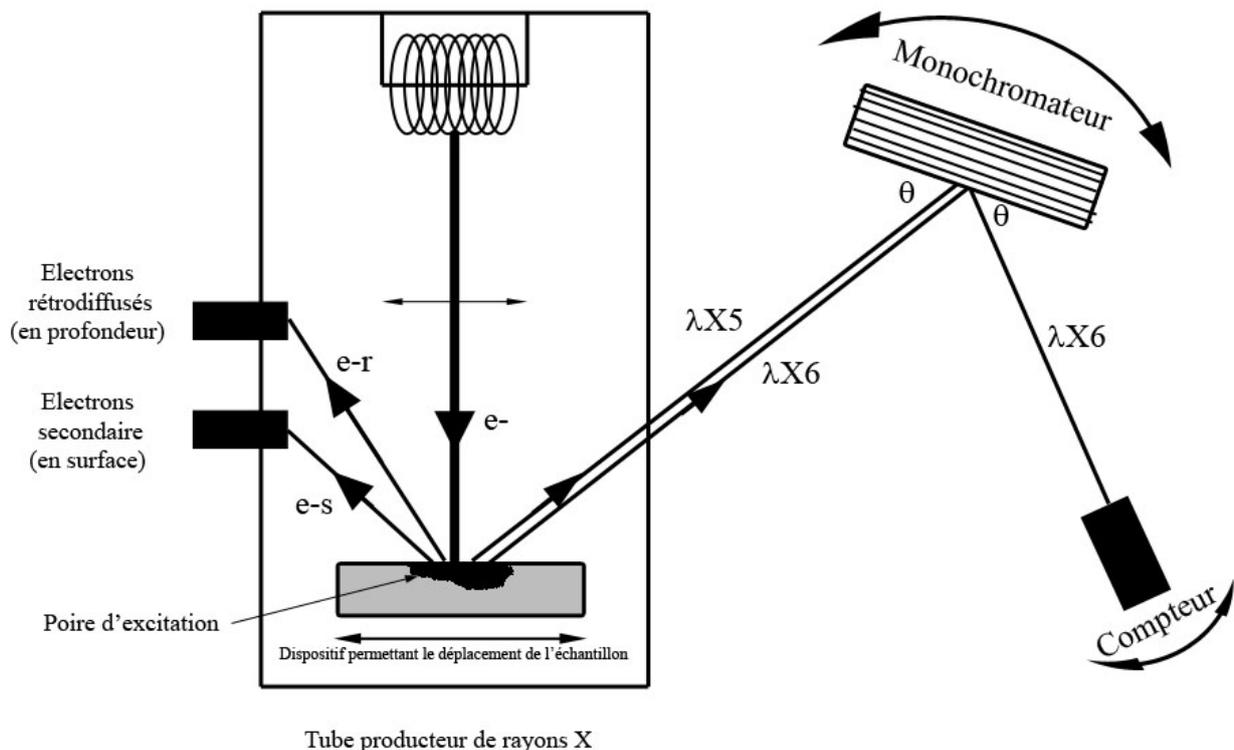


FIGURE 3.9 – Analyse chimique élémentaire ponctuelle quantitative : principe de fonctionnement d'une microsonde électronique.

### 3.7.3.2 Mode opératoire

Les analyses chimiques ont été réalisées grâce à la microsonde électronique Camebax SX50 du centre de microanalyse CAMPARIS de l'Université Paris 6 avec l'aide de Michel Fialin.

Contrairement aux observations avec le MEB<sup>5</sup>, les mesures à la microsonde ont été effectuées sur des sections polies d'échantillons préalablement sélectionnés. Pour des raisons de temps et de coût, il n'a été possible de réaliser des sections polies que pour les échantillons les plus représentatifs, soit pour trente échantillons au total. La préparation des sections polies a été réalisée par Jean-Claude Begin, lithopréparateur à l'ENSAIA-INPL de Nancy. Les échantillons sélectionnés ont d'abord été séchés à l'air libre, puis imprégnés dans une résine pendant un mois et demi, avant d'être amincis à 30  $\mu\text{m}$  puis polis. Avant l'analyse à la microsonde, une observation de toutes les sections polies a été effectuée à la loupe binoculaire dans le but de repérer les zones à analyser. Des photographies ont été prises parallèlement aux observations.

L'analyse effectuée à la microsonde électronique, postérieure aux observations au MEB, a eu pour but de compléter les résultats obtenus avec la première méthode et de préciser la nature des minéraux magnétiques grâce à leur composition chimique. Le choix des éléments à analyser a été guidé par l'intérêt que nous portons aux minéraux magnétiques tels que les (hydr)oxydes et sulfures de fer pour notre étude. C'est pourquoi nous avons étudié les teneurs en fer, mais aussi en titane pour déceler la présence d'éventuelles solutions solides fer-titane, sans oublier les éléments communs tels que la silice, l'aluminium, le magnésium et le manganèse.

Afin de pouvoir interpréter au mieux les mesures réalisées sur nos échantillons, une analyse préalable a été effectuée sur un échantillon étalon de magnétite mais aussi d'hématite. Le tableau 3.2 montre que la magnétite est plus riche en fer que l'hématite avec une teneur pondérale en FeO supérieure à 90 % contre moins de 90 %. L'idéal aurait été de faire des mesures sur des étalons d'autres minéraux magnétiques, mais nous n'en avons pas à disposition.

	Hématite	Hématite	Hématite	Magnétite	Magnétite	Magnétite
	31	32	33	34	35	36
MgO	0.002	0.028	0	0.172	0.187	0.201
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.013	0	0.028	0.342	0.293	0.31
TiO <sub>2</sub>	0.018	0	0.027	0.123	0.147	0.198
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0	0	0.004	0.023	0.031	0.009
MnO	0	0.014	0.026	0.112	0.084	0.058
<b>FeO</b>	<b>89.154</b>	<b>88.928</b>	<b>88.484</b>	<b>92.071</b>	<b>90.914</b>	<b>91.31</b>
SiO <sub>2</sub>	0	0.019	0.006	0.028	0	0.017
Total	89.188	88.99	88.576	92.872	91.656	92.103

TABLE 3.2 – Tableau récapitulatif de l'analyse chimique d'une magnétite et d'une hématite étalons. Trois analyses ont été réalisées pour chacun des deux oxydes, en trois points différents.

L'ensemble des techniques et des appareils utilisés en laboratoire pour notre travail ayant été défini, nous pouvons commencer la présentation des sites pristines et archéologiques sur lesquels porte notre étude.

5. Les observations au MEB ont été faites alors que nous ne disposons pas encore des sections polies, c'est pourquoi les analyses au MEB et à la microsonde ne portent pas exactement sur les mêmes échantillons pour un site donné.



# Chapitre 4

## Propriétés magnétiques des sites d'études

Afin de répondre à notre problématique concernant la caractérisation du types d'occupation des sols, plus particulièrement sur sites archéologiques, à partir des propriétés magnétiques, le choix des sites d'étude a été guidé par deux considérations.

En premier lieu, il est apparu évident que la caractérisation du type d'anthropisation d'un sol ne peut se faire que par comparaison avec l'étude de sols naturels, dits « pristines ». Pour cela, nous avons étudié les propriétés magnétiques de la séquence loess/paléosols de Saint-Pierre-lès-Elbeuf située en Haute-Normandie (France) ainsi que des échantillons de téphras provenant des Vosges et du Jura.

En second lieu, nous avons focalisé notre étude sur plusieurs sites archéologiques plutôt que sur un seul afin de travailler sur des périodes différentes et donc sur des occupations les plus diversifiées possibles. Ce dernier point est particulièrement important pour notre problématique si l'on considère entre autre l'apparition de l'usage du fer par l'homme. En effet, les propriétés magnétiques étant particulièrement sensibles à la présence de fer, on doit distinguer les sites antérieurs aux âges des métaux, et les sites postérieurs, *a fortiori* ceux de l'Âge du Fer.

### 4.1 Sites « pristines »

#### 4.1.1 L'alternance loess/paléosols de Saint-Pierre-lès-Elbeuf (Haute-Normandie, France)

Comme nous l'avons vu au chapitre 2, les successions loessiques les plus étudiées sont celles d'Asie (Liu *et al.*, 2004 ; Deng *et al.*, 2005 ; Wang *et al.*, 2006), d'Europe Centrale (Jordanova *et al.*, 2007), d'Alaska (Oches et Banerjee, 1996 ; Zhu *et al.*, 2003) et d'Argentine (Bidegain *et al.*, 2005). Ces séquences, fortement développées, ont généralement enregistré l'histoire climatique complète du Quaternaire. Cependant, des successions loessiques d'Europe de l'Ouest ont elles aussi fourni une information paléoclimatique fondamentale. C'est le cas notamment de la séquence loessique de Saint-Pierre-lès-Elbeuf sur laquelle porte une partie de notre étude.

#### 4.1.1.1 La séquence de Saint-Pierre-lès-Elbeuf au sein de la ceinture loessique Eurasienne

La séquence loessique de Saint-Pierre-lès-Elbeuf, située dans le département de la Seine-Maritime (Haute-Normandie, France), appartient à la marge ouest de la ceinture loessique Eurasienne constituée de séquences localisées dans la vallée du Rhin, la Belgique, le Nord de la France et la Normandie (Figure 4.1). La succession de Saint-Pierre-lès-Elbeuf correspond au stratotype du Pléistocène moyen (cf Annexe 2 pour une chronostratigraphie complète du Quaternaire). Elle présente quatre cycles superposés répartis sur trois coupes essentiellement composés de pédocomplexes recouverts par des loess (Lautridou, 1985 ; Lautridou *et al.*, 1986). Située à la confluence de la Seine et d'une petite rivière nommée l'Oison, elle recouvre une terrasse fluviale dont la partie supérieure montre la présence d'une malacofaune\* terrestre particulière datée par les isotopes marins (MIS 11) (Rousseau *et al.*, 1992). L'épaisseur importante (environ 20 m) de cette séquence s'explique d'ailleurs par la présence d'une falaise fossile élevée, associée à la terrasse moyenne dite de 30 m, qui a protégé le limon de l'érosion.

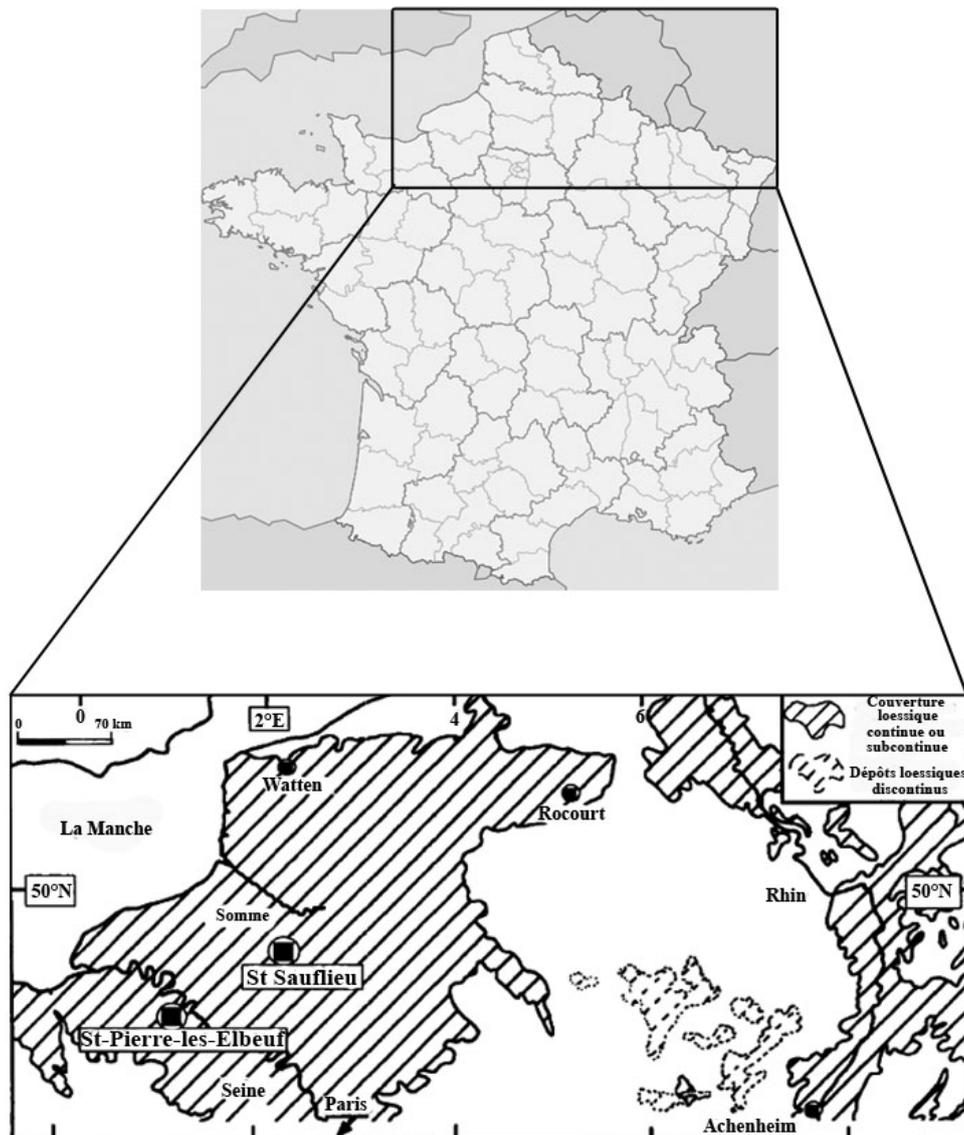


FIGURE 4.1 – Localisation des séquences loessiques du Nord-Ouest de l'Europe (Antoine *et al.*, 1999).

Les plus grands quaternaristes de la première moitié du  $XX^{ième}$  siècle sont venus à Saint-Pierre-lès-Elbeuf, mais le levé précis de la séquence n'a jamais été effectué du fait de sa hauteur, de son absence de base (sous la nappe alluviale) et de sa répartition sur trois coupes distinctes. Ce n'est qu'en 1968, après l'acquisition par l'État de la plus grande carrière, qu'ont été dégagés les crédits nécessaires au nettoyage de la falaise sur toute sa longueur et au creusement de deux fosses (coupes 1 et 2), permettant ainsi d'apercevoir le début de la séquence. En 2004, le site a de nouveau été nettoyé et examiné dans le cadre d'une opération soutenue par le S.R.A de Haute Normandie (Service Régional d'Archéologie) intitulée : « Les premiers hommes en Normandie » (Cliquet *et al.*, 2005).

#### 4.1.1.2 Matériel et méthodes

Nous avons réalisé des mesures sur les trois coupes (coupe usine, coupe 1 et 2) tous les 15 cm à l'aide du capteur MS2D (Bartington Ltd). Des prélèvements ont aussi été réalisés tous les 5 cm sur chacune de ces coupes et ramenés en laboratoire pour une étude de leurs propriétés magnétiques (susceptibilité magnétique et sa dépendance fréquentielle, taux de conversion par rapport à une susceptibilité maximale réalisée par chauffe<sup>1</sup>, cycles d'hystérésis et mesure d'ARI, courbes thermomagnétiques, viscosité magnétique dans le domaine temporel) ainsi que des analyses chimiques.<sup>2</sup>

Étant donné l'homogénéité des propriétés magnétiques des loess et des paléosols sur les trois coupes et la publication d'un article détaillant la pédostratigraphie et la sédimentologie de la séquence loessique du dernier cycle glaciaire-interglaciaire à Saint-Pierre-lès-Elbeuf couplée à des mesures de la susceptibilité magnétique (Antoine *et al.*, 1999), nous avons décidé de ne présenter dans cette étude que les résultats obtenus pour cette séquence, à savoir ceux de la coupe usine.

#### 4.1.1.3 Étude de la séquence loessique du dernier cycle glaciaire-interglaciaire à Saint-Pierre-lès-Elbeuf

Bien qu'une grande attention ait été apportée à l'observation de l'ensemble de la succession loess/paléosols de Saint-Pierre-lès-Elbeuf, un intérêt particulier a été porté à la période du dernier cycle glaciaire-interglaciaire (Pléistocène supérieur à aujourd'hui) (Lautridou, 1985; Antoine *et al.*, 1999) qui est représentée par la coupe de la figure 4.2. Les résultats obtenus pour cette coupe ont d'ailleurs été comparés aux successions de référence pédosédimentaires à Saint Sauffieu (bassin de la Somme) (Antoine *et al.*, 1994, 1998; Englemann et Frechen, 1998) et Achenheim (vallée du Rhin) (Rousseau *et al.*, 1994, 1998), ainsi qu'avec la séquence pédosédimentaire synthétique du Nord-Ouest de la France, construite par la corrélation de tous les profils pédosédimentaires étudiés dans cette région (Antoine, 1990, 1991; Antoine *et al.*, 1994, 1998).

Nous présentons d'abord les données pédosédimentaires et stratigraphiques des horizons de

---

1. Nous rappelons que la susceptibilité magnétique potentielle correspond à la susceptibilité magnétique maximale qu'un matériau peut acquérir. Elle est notée  $\chi_p$  par Tite et Mullins (1971) (cf chapitre 2) ou  $\chi_{max}$  par Crowther *et al.* (2003). Nous utiliserons la notation  $\chi_{max}$  dans ce travail.  $\chi_{max}$  a été obtenue en chauffant les échantillons en conditions réductrices (sous azote) à 650°C pendant une heure, suivi de conditions oxydantes (sous air) pendant 45 minutes (Crowther *et al.*, 2003). Nous avons ainsi pu calculer le taux de conversion  $\chi_{conv} = \chi_{bf} / \chi_{max}$ .

2. Les mesures granulométriques, ainsi que la mesure du taux de carbonates, de fer total et de matière organique, ont été réalisées par Antoine *et al.* (1999).

la coupe usine, puis leurs propriétés magnétiques. Nous finissons par une synthèse de l'ensemble des résultats dans laquelle nous précisons l'origine de la signature magnétique de cette séquence.

#### 4.1.1.3.1 Stratigraphie et sédimentologie

La coupe datant du Pléistocène supérieur regroupe les couches les plus récentes de la séquence de Saint-Pierre-lès-Elbeuf. Son accès a été délicat étant donné qu'elle se trouve au sein de l'usine de produits chimiques IFRACHEM. Cette coupe, appelée par conséquent « coupe usine », part du paléosol I, nommé Elbeuf I, à sa base (Pléistocène supérieur) et se termine au niveau de l'horizon humique supérieur *A* contemporain.

La stratigraphie du Pléistocène supérieur est composée de deux unités majeures (Figure 4.2) :

- À la base, on trouve un pédocomplexe contenant un sol développé en période interglaciaire (horizon *Bt* tronqué) au-dessus duquel se trouve un limon gris montrant une ligne de petits gravillons dans sa partie supérieure. Ces unités sont surmontées d'un sol noir, d'un limon brun maculé, d'un second sol noir et d'un niveau bioturbé ;
- Au-dessus de ce pédocomplexe se trouvent les unités loessiques, qui commencent par un loess argileux de couleur marron avec des pseudomycelliums à sa base. Il finit par un horizon (vers 2 m) qui peut être corrélé à l'horizon de Nagelbeek (Haesaerts *et al.*, 1981 ; Juvigné *et al.*, 1996) que l'on trouve largement en Europe de l'Ouest (Sommé *et al.*, 1986). Au-dessus de ce marqueur périglaciaire se trouve un loess calcaire de couleur gris-jaune. Cette unité loessique se termine par un sol brun lessivé (horizon *Bt*) surmonté de l'horizon humifère actuel.

La figure 4.2 et le tableau 4.1 récapitulent les données stratigraphiques et sédimentaires recueillies sur le terrain mais aussi tirées de la publication d'Antoine *et al.* (1999) pour la coupe usine. Nous décrivons la coupe de la couche la plus récente à la plus ancienne. Cependant, il faut préciser que nous n'avons pas pu commencer nos prélèvements tout en haut de la séquence, mais à 50 cm sous la surface, c'est pourquoi l'horizon humifère actuel n'a pas pu être étudié. De même, nous n'avons pu descendre que jusqu'à 5m45 et non jusqu'à 6 m comme dans l'article d'Antoine *et al.* (1999), c'est pourquoi il ne nous a pas été possible d'échantillonner sur la totalité du paléosol Elbeuf I, ni dans le loess Saalien sous-jacent.

Les deux grands ensembles stratigraphiques énoncés précédemment se distinguent très nettement par les données pédosédimentaires résumées dans la figure 4.2 et dans le tableau 4.1.

En effet, un premier paramètre discriminant est le taux de  $CaCO_3$ . Celui-ci est très faible, voire nul, pour les horizons du pédocomplexe basal (couches 5 à 9a) et l'horizon *Bt* actuel (couche 1), et il est de l'ordre de 8 à 12 % pour les horizons loessiques supérieurs probablement du fait d'apports éoliens en période froide (MIS 2 et 3) (Figure 4.2). La progression du taux de  $CaCO_3$  depuis la base de l'horizon 5 jusqu'à son sommet semble indiquer un apport éolien croissant (Figure 4.2 et tableau 4.1).

Les données granulométriques (Figure 4.2) confirment les grandes tendances de la séquence. Elles traduisent d'abord l'effet des apports éoliens. Celui-ci est visible pour les horizons loessiques 2 et 3 qui contiennent moins d'argile totale mais plus de limons grossiers que les autres horizons. L'apport en matériel éolien plus grossier est également visible pour la couche 6 qui contient moins de limons grossiers que les horizons 2 et 3 mais plus de sable grossier.

Les données granulométriques traduisent aussi les effets liés à la pédogenèse. C'est le cas de la

partie supérieure de l'horizon *Bt* datant du Eémien (couche 9a) qui se détache des autres couches par son fort taux d'argiles fines lié au lessivage de l'horizon supérieur (couche 8) (Tableau 4.1) et donc à la migration d'agrégats argileux auxquels le fer semble associé puisque son taux atteint sa valeur maximale dans cet horizon.

Les teneurs en fer et en matière organique suivent globalement la même tendance depuis l'horizon 7 jusqu'à la surface actuelle (Figure 4.2) : les teneurs en ces éléments croissent progressivement depuis la base de l'horizon 7 jusqu'à l'horizon de Nagelbeek, pour décroître au niveau des couches 2 et 3, et réaugmenter dans la couche 1. Cependant si l'on regarde plus en détail, le taux de matière organique varie plus en dents de scie que le taux de fer, notamment pour les horizons du pédocomplexe basal. Seul l'horizon *Bt* de la couche 9 montre des taux en fer et en matière organique totalement opposés, avec un pic de fer mais une chute dans la teneur en matière organique. Par contre, l'évolution de la teneur en fer est la même que celle de la teneur en argile totale sur toute la séquence : le fer s'associe donc probablement aux argiles en jouant le rôle de cation de liaison (comme c'est souvent le cas au sein des agrégats argile-fer-humus : processus de brunification) (Duchaufour, 2001). La corrélation fer-argiles est également intéressante puisqu'elle confirme les observations de Le Borgne (1955a, 1965) en montrant que le signal magnétique est essentiellement porté par les particules les plus fines, donc par les argiles.

Des données sédimentologiques supplémentaires ont aussi été apportées par Lautridou *et al.* (2006) concernant l'origine des loess récents à Saint-Pierre-lès-Elbeuf. L'épidote, l'amphibole et le grenat prédominent dans les loess datant du Weichsélien pléniglaciaire. Le stock à grenat est attribué à une source armoricaine alimentant, à l'Eémien et pendant les interstades, des paléo-estuariens en particulier lors d'un positionnement de la ligne de rivage à - 30 m ou - 40 m vers 35-40 Ka (phase instable du Pléniglaciaire moyen) avec des vents dominants de Nord-Ouest. La phase essentielle de sédimentation éolienne aurait eu lieu surtout après 35 Ka (Antoine *et al.*, 1998).

<i>Horizon</i>	<i>Prof. (cm)</i>	<i>Couleur*</i>	<i>Texture</i>	<i>Période</i>	<i>Observations</i>	
<b>1- Horizon Bt</b>	0-100	Brune (7,5 YR 5/6)	Limono-argileux	Pléniglaciaire Supérieur à Holocène (MIS 1)	Structure prismatique*, nombreux biopores et traces de racines	
<b>2- Loess calcaire homogène</b>	100-160	Grise-jaune	Limoneux	Pléniglaciaire Supérieur (MIS 2)	Linéaments gris-bruns	
<b>3- Loess calcaire lité</b>	160-190	Brune claire à jaune	Limoneux	Pléniglaciaire Supérieur (MIS 2)	Linéaments fins gris-bruns	
<b>Horizon à langues (Nagelbeek)</b>	190-200	Grisâtre	Limono-argileux	Limite Pléniglaciaire Moyen et Supérieur (MIS 2/3)	Issu de l'altération d'un horizon gleyeux* en haut de la couche 4 par des processus de gélifluxion*	
<b>4- Loess brun calcaire</b>	200-345	Marron-jaune (10 YR 5/6)	Argileux	Début Glaciaire à Pléniglaciaire Moyen (MIS 3)	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Pseudomycéliums*</li> <li>- Nombreux nodules Fe/Mn</li> <li>- Plus compacte et sableuse qu'unités 2 et 3</li> <li>- Structure granulaire* à foliée (alternance de phases gel-dégel et développement du permafrost)</li> </ul>	
<b>5- Second sol isohumique steppique</b>	345-400	Marron-grise (10 YR 5/4)	Limono-argileux	Début Glaciaire (MIS 4, interstade à 65 Ka)	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Sol humique homogène, fortement bioturbé à sa base (tâches liées à la dégradation de la matière organique)</li> <li>- Peu calcaire sauf dans la partie supérieure car apports éoliens</li> </ul>	
<b>6- Loess éolien</b>	400-435	Marron claire à jaune (10 YR 6/4)	Argilo-sableux	Début Glaciaire (MIS 4)	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Pseudomycéliums</li> <li>- Origine éolienne et locale</li> </ul>	
<b>7- Premier sol isohumique steppique</b>	435-480	Grise foncée (10 YR 5/3 à 5/4)	Limono-sableux	Début Glaciaire (MIS 4, interstade à 72 Ka)	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Fortement bioturbé, sans agrégats argileux, développé sur des colluvions*</li> <li>- Structure faiblement lamellaire avec fins niveaux limoneux blancs</li> <li>- Ligne de petits silex (SL3)</li> </ul>	
<b>8- Sol forestier</b>	480-525	Grise-marron (10 YR 5/3)	Sablo-limoneux	Début Glaciaire (MIS 5a à 5d)	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Nombreux nodules bruns argileux retravaillés depuis l'horizon 9</li> <li>- Structure polyédrique* et traces de linéaments blancs (phases de gel)</li> <li>- Zone hydromorphique* et ligne de cailloutis de silex (SL2)</li> </ul>	
<b>9- Horizon Bt (Paléosol Elbeuf I)</b>	<b>9a</b>	525-550	Marron (7,5 YR 5/6)	Argileux	Eémien (MIS 5e)	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Revêtements argileux brun-noirs issus de l'horizon 8</li> <li>- Nombreux biopores et biogalleries</li> <li>- Ligne de petits silex (SL1), zone hydromorphique et veines dans le sol (contraction thermique)</li> </ul>
	<b>9b</b>	550-590	Marron-orangée (7,5 YR 4/4)	Limono-argileux	Eémien (MIS 5e)	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Plus compact que 9a</li> <li>- Tâches brunes</li> <li>- Structure polyédrique à aplatie (gel profond)</li> <li>- Nombreux nodules Fe/Mn</li> </ul>

TABLE 4.1 – Tableau récapitulatif des données stratigraphiques et pédologiques des horizons d'âges Eémien à Holocène constituant la coupe usine de Saint-Pierre-lès-Elbeuf. MIS : Marine Isotope Stages. (\*) La couleur des horizons est précisée avec le nuancier de Munsell dont la définition se trouve dans le lexique.

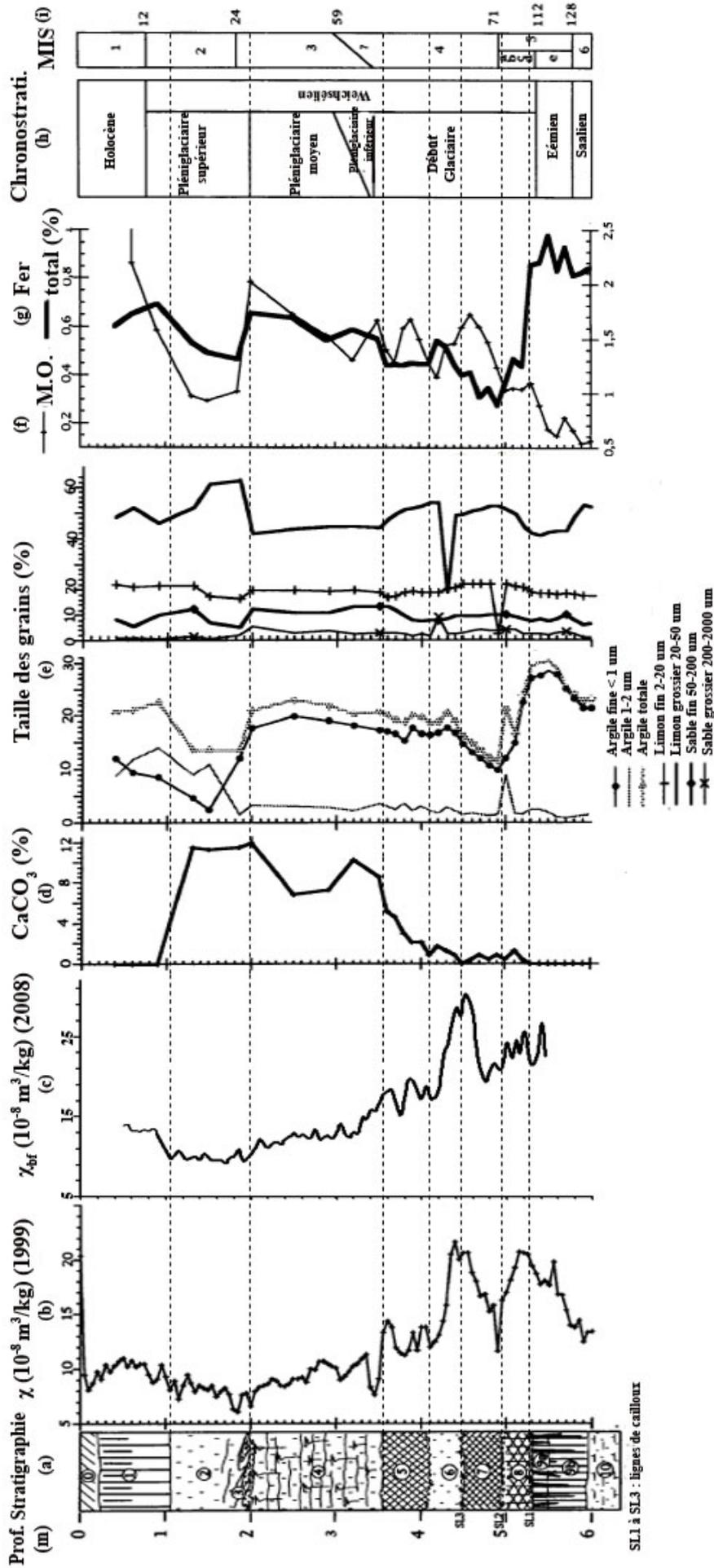


FIGURE 4.2 – (a) Stratigraphie; Évolution de la susceptibilité magnétique : (b) massique ( $\chi_{bf}$ ) acquise par Antoine *et al.* (1999), (c) massique à basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ) acquise en laboratoire en 2008; (d) Évolution du taux de carbonates; (e) Granulométrie; (f) Taux de matière organique; (g) Taux de fer total; (h) et (i) Interprétation chronostratigraphique de la succession loess-paléosols de Saint-Pierre-lès-Elbeuf entre le Pléistocène Supérieur et aujourd’hui (modifié d’après Antoine *et al.*, 1999). MIS : Marine Isotope Stages.

#### 4.1.1.3.2 Évolution pédosédimentaire, corrélations et interprétation climatique

À partir des données stratigraphiques et sédimentologiques présentées précédemment, Antoine *et al.* (1999) ont reconstitué l'évolution pédosédimentaire des différents horizons et leur interprétation climatique, dont voici un résumé par horizon :

- L'**unité 9 (9a et 9b)**, interprétée comme l'**horizon *Bt* d'un sol brun lessivé**, montre les mêmes caractéristiques que le sol de Rocourt (stratigraphie du Nord de la France et de la Belgique) et est généralement considéré comme l'équivalent de l'interglaciaire Eémien (équivalent du sol SR du complexe de Saint Sauflieu de la figure 4.3 et du sol SR, unité 15, de la figure 4.4). Cependant ce sol pourrait être en fait un **horizon *Bt* polygénique** s'étant développé pendant les sous-étages isotopiques marins 5a à 5e (Figure 4.2), essentiellement en position de plateau où il n'y a pas de sédimentation colluviale pendant les phases MIS 5d à 5a (Antoine *et al.*, 1998). À Saint-Pierre-lès-Elbeuf, la base du pédocomplexe (unités 9 à 8) résulterait de la succession des événements pédosédimentaires suivants (Figures 4.2 et 4.5) :
  1. Développement d'un sol brun lessivé (couche 9) dans le loess Saalien sous-jacent (unité caractérisée par un taux élevé en fer total et argiles  $< 1 \mu m$ ) ;
  2. Phase hydromorphique caractérisée par des zones grises et des concrétions ferromanganiques dans la partie supérieure de l'horizon 9 (début de la différenciation de la sub-unité 9a) ;
  3. Érosion, suivie d'une première phase profonde de gel associée à l'ouverture de veines dans le sol en haut de la sub-unité 9a pendant le stade froid Herning ;
  4. Sédimentation colluviale de terre argilo-sableuse issue de l'érosion des sols de l'unité 9 sur une pente (matériel pour la future unité 8) ;
  5. Développement d'un **sol gris forestier (couche 8)**, bioturbation et migration des agrégats riches en matière organique et argiles dans l'horizon 9a (fin de la différenciation pédologique de 9a) : d'où les faibles valeurs en matière organique, fer total et argiles (15-20 %), et carbonates (1 %) de la couche 8 ;
  6. Première phase de remobilisation du sol gris forestier (érosion et remobilisation par le gel) ;
  7. Phase majeure de gel profond saisonnier avec développement d'une structure fortement polyédrique à lamellaire dans les unités 8 à 9b (profondeur minimum de 1 m).

Le caractère polyphasé des couches 9a et 9b serait la conséquence de la superposition de la pédogenèse du sol gris forestier sur l'horizon *Bt* préalablement tronqué.

D'après ses caractéristiques, l'unité 8 peut être corrélée à l'unité SS1 de l'enregistrement pédosédimentaire synthétique du dernier cycle climatique du Nord-Ouest de la France dont fait partie le complexe de Saint Sauflieu dans la vallée de la Somme. Cette unité se serait développée au début de la période glaciaire du Weichsélien (MIS 5a à d) (unité 13 de la figure 4.4, figure 4.3) (Antoine, 1989, 1990 ; Antoine *et al.*, 1994).

- La **couche 7**, considérée comme un **sol isohumique steppique** développé sur des colluvions sablo-limoneux issus de l'érosion des horizons sous-jacents, montre une augmentation progressive des taux d'argiles (10-17 %), de fer et de matière organique (par rapport aux valeurs de l'horizon *Bt*, couche 9). Ce sol a subi un gel saisonnier moins développé que celui ayant eu lieu en haut de l'unité 8.

D'après ses caractéristiques, l'unité 7 peut être corrélée à l'unité SS2 de l'enregistrement pédosédimentaire synthétique du dernier cycle climatique du Nord-Ouest de la France. Cette unité se serait développée pendant le Début Glaciaire du Weichsélien (MIS 4) (Figures 4.4 et 4.3) (Antoine, 1989, 1990; Antoine *et al.*, 1994).

- La **couche 6**, apparentée à un **loess**, montre une baisse du taux de matière organique, mais une augmentation du taux de carbonates et d'éléments grossiers (pic de sables grossiers). Ceci est caractéristique de l'arrivée progressive de matériel éolien. Cette couche se serait développée au Début Glaciaire du Weichsélien et pourrait être corrélée au marqueur II de la stratigraphie Européenne Centrale localisée à la limite MIS 5/4 (Figure 4.4). Elle correspondrait à l'unité LL (niveau de poussière daté à environ 65 Ka BP à Achenheim) de l'enregistrement pédosédimentaire synthétique du dernier cycle climatique du Nord-Ouest de la France (Figures 4.4 et 4.3).
- La **couche 5** correspond au **second sol isohumique steppique**. Elle se caractérise par une augmentation du taux de carbonates depuis la base jusqu'à son sommet, liée à une probable augmentation en apports éoliens. Cette unité pourrait être corrélée au sol SS3b de l'enregistrement pédosédimentaire synthétique du dernier cycle climatique du Nord-Ouest de la France. Cette unité se serait développée à la fin du Début Glaciaire pendant le stade isotopique marin 4 (Figures 4.4 et 4.3).

Pour résumer, les couches 5 et 7 sont interprétées comme correspondant à la phase steppique du Début Glaciaire. Elles seraient liées à des oscillations climatiques continentales en période sèche à la fin du Début Glaciaire Weichsélien. Cette succession de sols steppiques serait apparue à la transition entre MIS 5a et MIS 4 (Antoine *et al.*, 1994). D'après les enregistrements climatiques de haute résolution des carottes de glace du Groenland (GRIP), ces petites oscillations climatiques pourraient correspondre à la réponse aux interstades 19 et 20 datés à 68 et 72 Ka BP (Dansgaard *et al.*, 1993; GRIP, 1993) (Figure 4.4). Les deux sols isohumiques steppiques de Saint-Pierre-lès-Elbeuf se seraient donc développés pendant une phase plus chaude (interstade) au sein d'une période glaciaire (Début Glaciaire du Weichsélien), tandis que le loess éolien de la couche 6 se serait mis en place en période plus froide, entre les interstades 19 et 20. Par conséquent, la succession des unités 9b à 5 correspond à un enregistrement complet des stades isotopiques marins du 5 au début du 4 en contexte géomorphologique particulier de pente.

- Le **loess argileux** de la **couche 4** montre un taux d'argiles ainsi qu'un taux en fer et matière organique du même ordre de grandeur que ceux obtenus pour la partie supérieure du pédocomplexe. Le loess argileux de Saint-Pierre-lès-Elbeuf serait l'équivalent du loess brun hétérogène du Bassin de la Somme (Pléniglaciaire Weichsélien Moyen, MIS 3) (Figure 4.3). Cette unité correspondrait à l'accumulation de plusieurs phases de dépôt de loess séparées par de brefs épisodes de pédogenèse associés aux différentes variations climatiques qui ont eu lieu pendant le MIS 3 (sols boréal à arctique, 8b et 8a de la figure 4.4).
- Le **toit de la couche 4** serait issu de l'altération d'un **horizon gleyeux solifluxé**. Cette zone, ponctuée de grandes fentes à coins de glace, marque le début du Pléniglaciaire Supérieur dans les successions de loess Weichsélien du Nord de la France (Figure 4.4) (Antoine, 1990, 1991, 1998). En Belgique, cet horizon s'appelle l'**horizon de Nagelbeek** (Haesaerts *et al.*, 1981). Il est interprété comme étant la limite MIS 3/2. À Saint-Pierre-lès-Elbeuf, cet horizon plus riche en fer, en matière organique et en argiles fines que les couches 3 et 4 est probablement polyphasé et pourrait représenter à la fois le premier

niveau de référence (gley solifluxé) et l'horizon de Nagelbeek (unités 7 et 3 de la figure 4.4).

- La présence d'un **loess calcaire lité (couche 3)** est caractérisée par une chute marquée de la matière organique et du fer, mais aussi par une forte augmentation du taux de carbonates. Ces résultats sont liés à des apports de matériel non-altérés allochtones, caractéristiques des loess calcaires du Pléniglaciaire Supérieur (Haeserts, 1985 ; Lautridou, 1985 ; Antoine, 1990). Mais l'augmentation rapide des taux de fer et de matière organique observée depuis le milieu de la couche est liée à la contamination de sa partie supérieure par la diffusion de ces éléments depuis la surface (couche 2). Cette migration est facilitée par la présence de nombreuses traces de racines et des craquelures profondes induites par la structure fortement prismatique de l'horizon *Bt* actuel (couche 1). La couche 2 se serait mise en place dans une phase de fort taux de poussière comme l'ont enregistré les carottes de glace du Groenland (Dansgaard *et al.*, 1993).
- L'**horizon *Bt* actuel (couche 1)** montre une augmentation progressive des valeurs des taux de fer, de matière organique et d'argiles fines, couplée à une chute du taux de carbonates. Le taux de matière organique atteint son maximum près de la surface, du fait de l'enrichissement de l'horizon humifère 0 en composés organiques (Antoine *et al.*, 1999).

D'après leurs caractéristiques, les couches 1 et 0 peuvent être corrélées respectivement aux unités 1b et 1a de l'enregistrement pédosédimentaire synthétique du dernier cycle climatique du Nord-Ouest de la France (Figure 4.4). Elles se seraient développées pendant l'interglaciaire Holocène et le stade isotopique marin 1 (Figures 4.4 et 4.3).

Même si la succession de Saint-Pierre-lès-Elbeuf est plus condensée que celles du Nord de l'Europe de l'Ouest, elle montre de très fortes similarités avec la stratigraphie du Pléistocène Supérieur décrite à Achenheim et à Saint Sauflieu (Rousseau *et al.*, 1998 a, b). Les trois successions montrent que la première phase de dépôt de loess a commencé à la moitié du MIS 4 et non pas à son début, donc pendant les pics majeurs de poussière datés d'environ 65 000 ans BP au Groenland (Dansgaard, 1993 ; GRIP, 1993 ; Rousseau *et al.*, 1998). La principale phase de sédimentation éolienne commence après la mise en place du pédocomplexe et finit avec le sol brun lessivé le plus récent.

Ces données stratigraphiques et sédimentologiques ont été couplées à l'étude des propriétés magnétiques des différents horizons de la coupe usine dans le but de déterminer l'origine du signal magnétique enregistré durant le Pléistocène supérieur par cette séquence.

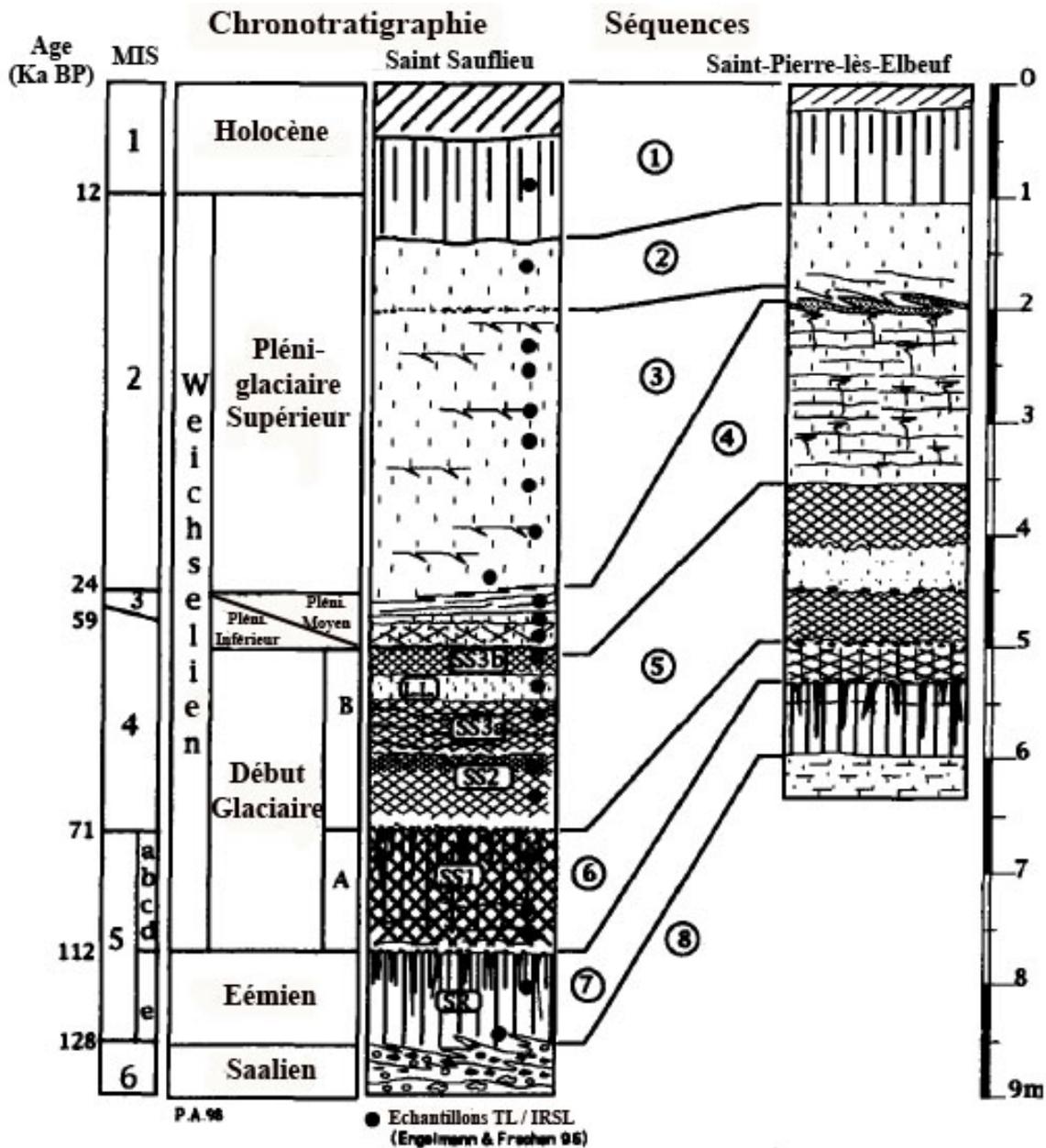


FIGURE 4.3 – Corrélation stratigraphique entre les séquences de Saint-Pierre-lès-Elbeuf et Saint-Sauflieu et l'interprétation chronostratigraphique générale. 1- Sol de surface (horizon humique et horizon *Bt*); 2- Loess calcaire homogène; 3- Loess calcaire lité avec petites craquelures liées au gel; 4- Lentille de calcaire lité avec nodules de sol retravaillé (Saint-Sauflieu), et loess brun calcaire (St Pierre); 5- Ensemble de sols isohumiques steppiques (SS2 à SS3b) et loess éolien (LL); 6- Sol gris forestier avec ligne de cailloutis et horizon hydromorphique au sommet (SS1); 7- Horizon *Bt* de sol brun lessivé tronqué avec sol veineux, horizon hydromorphique et fine ligne de cailloutis à son sommet (sol de Rocourt/Elbeuf I); 8- Dépôts Saaliens (loess à Saint-Pierre-lès-Elbeuf, dépôts crayeux de pente à Saint-Sauflieu). MIS : Marine Isotope Stages (Antoine *et al.*, 1999).

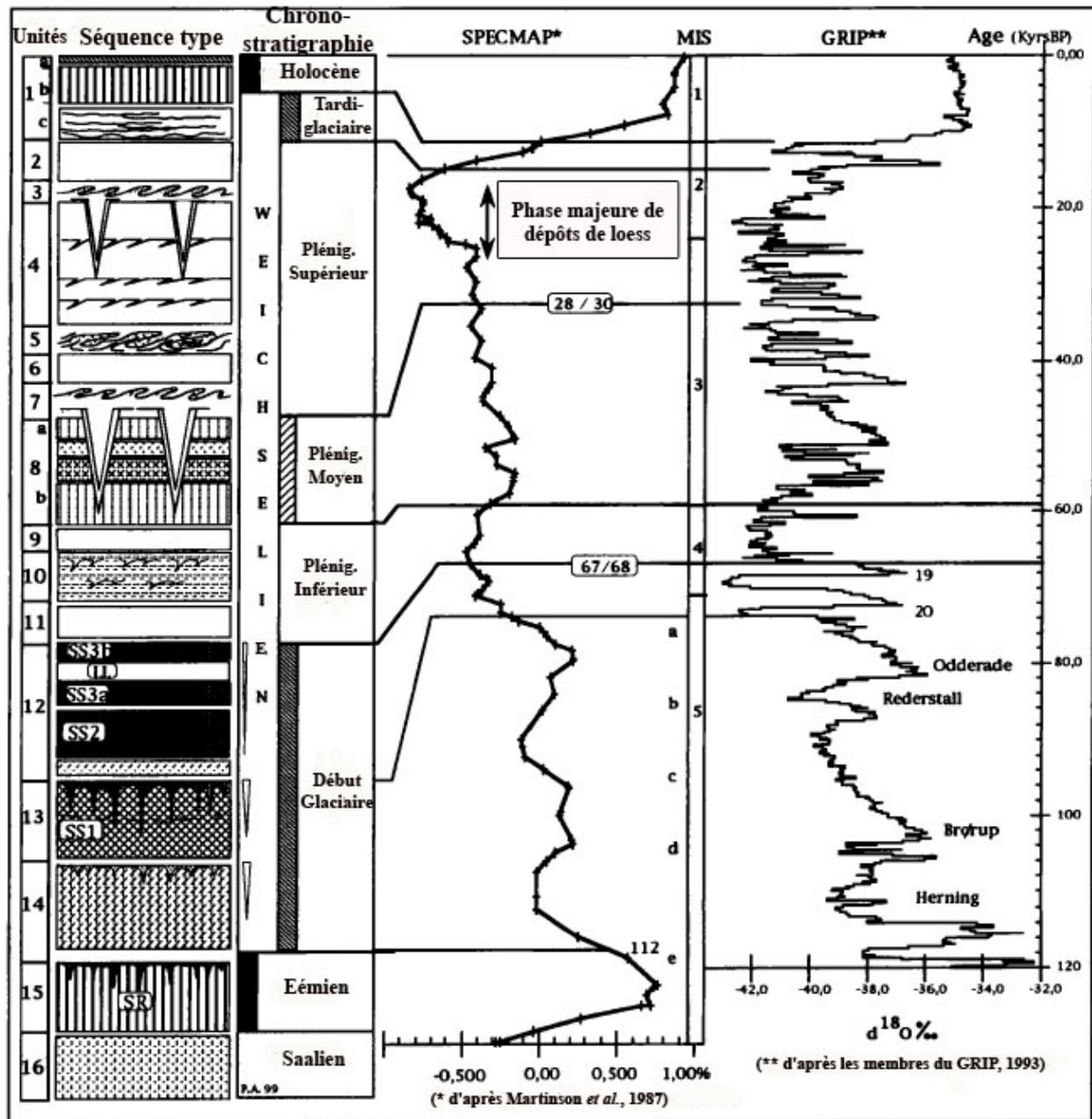


FIGURE 4.4 – Corrélation entre l'enregistrement pédosédimentaire synthétique du dernier cycle climatique dans le Nord-Ouest de la France et les enregistrements  $\delta^{18}O$  marin et glaciaire. 1- Sol de surface (a : Hz L; b : Hz Bt; c : Bt en bandes, hz à doublets); 2- Loess calcaire; 3- Horizon à langues de Nagelbeek; 4- Loess calcaire lité à microfentes; 5- Gley de toundra cryoturqué; 6- Loess calcaire; 7- Horizon à langues/grandes fentes à coins de glace (Ice Wedges); 8- Complexe de sols de Saint-Acheul/Villiers-Adam (a - sol brun arctique; b- sol brun boréal); 9- Loess calcaire; 10- Colluvions litées à fentes de gel; 11- Loess brunâtre; 12- Ensemble de sols « isohumiques steppiques » (SS2 à SS3b) avec niveau de loess local non calcaire interstratifié (LL); 13- Sol gris forestier (SS1); 14- Colluvions argileuses; 15- Horizon Bt de sol brun lessivé tronqué (sol de Rocourt/Elbeuf I); 16- Loess non calcaire homogène Saalien. MIS : Marine Isotope Stages (Antoine *et al.*, 1999).

### 4.1.1.3.3 Étude des propriétés magnétiques

Dans leur étude de 1999, Antoine *et al.* ont fait des mesures de susceptibilité magnétique, en plus des études stratigraphiques et pédosédimentaires. Dans notre travail, nous avons d'une part vérifié ces données, en faisant des mesures de susceptibilité magnétique en laboratoire comme sur le terrain, et nous les avons d'autre part complétées par diverses méthodes en laboratoire.

#### 4.1.1.3.3.1. *Mesures de la susceptibilité magnétique et de sa dépendance fréquentielle*

En laboratoire, les valeurs mesurées de la susceptibilité magnétique massique varient de 9 à  $29 \times 10^{-8} m^3/kg$  (de 2 à  $17 \times 10^{-5} SI$  en susceptibilité magnétique volumique sur le terrain). On remarque sur la figure 4.5 une très grande similitude des courbes de susceptibilité obtenues en 1999 par Antoine *et al.* avec nos mesures tant en laboratoire que sur le terrain. Cette très forte similitude, qui est tout à fait logique puisque notre étude et celle de 1999 ont porté sur la même coupe, nous a permis de repositionner nos points et d'avoir les mêmes références que dans l'étude de 1999 pour une meilleure comparaison des différents résultats.

Les résultats de la figure 4.2 montrent que les valeurs de la susceptibilité magnétique à basse fréquence obtenues tant en 1999 qu'au cours de notre étude sont relativement faibles par rapport aux résultats obtenus sur d'autres séquences (cf partie 2.3.1 du chapitre 2).

Les plus fortes valeurs relatives de  $\chi_{bf}$  apparaissent dans le pédocomplexe basal regroupant le paléosol Elbeuf I, le sol gris forestier et les sols noirs (Figure 4.5). Elles sont également enregistrées dans l'horizon humique du sol superficiel actuel comme le montrent les mesures effectuées par Antoine *et al.* (1999), ainsi que nos mesures de terrain effectuées avec le MS2D. Pour l'ensemble de ces horizons, les valeurs de  $\chi_{bf}$  sont de l'ordre de  $25 \times 10^{-8} m^3/kg$  pour notre étude contre environ  $20 \times 10^{-8} m^3/kg$  pour l'étude datant de 1999.

Les plus faibles valeurs relatives de  $\chi_{bf}$  apparaissent dans les unités loessiques déposées postérieurement au pédocomplexe basal et ne dépassent pas  $9 \times 10^{-8} m^3/kg$  pour les couches 2 et 3 (Figure 4.5). De fortes diminutions relatives de la susceptibilité magnétique sont aussi observées dans le pédocomplexe basal à la limite des couches 7 et 8 et dans la partie supérieure du loess éolien de la couche 6. Le deuxième sol isohumique (couche 5) montre des valeurs intermédiaires (environ  $17 \times 10^{-8} m^3/kg$ ).

Les variations du  $\chi_{fd}(\%)$  et du rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  se distinguent aussi d'un horizon à l'autre et suivent les tendances de la susceptibilité basse fréquence. Leurs valeurs varient entre 0 et 11 % environ pour le  $\chi_{fd}(\%)$  et entre 0 et 7 % pour le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  (Figure 4.5). On remarque que les deux unités majeures de cette coupe se distinguent nettement. En effet, le pédocomplexe situé à la base de la séquence (couches 9 à 5) montre un  $\chi_{fd}(\%)$  et un rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  dont les moyennes sont élevées, de l'ordre de 9 à 11 % et de 5 à 8 %, tandis que les couches loessiques mises en place pendant les périodes les plus froides (couches 2 et 3 notamment) montrent un  $\chi_{fd}(\%)$  et un rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  bien plus faibles compris entre 2 et 4 %, et entre 1 et 2 % respectivement. Ces résultats signifieraient que les horizons du pédocomplexe basal contiennent au moins 50 % de grains responsables de la viscosité magnétique (Dearing *et al.*, 1996), contrairement aux horizons loessiques pour lesquels les résultats suggèrent seulement une contribution significative de ces grains.

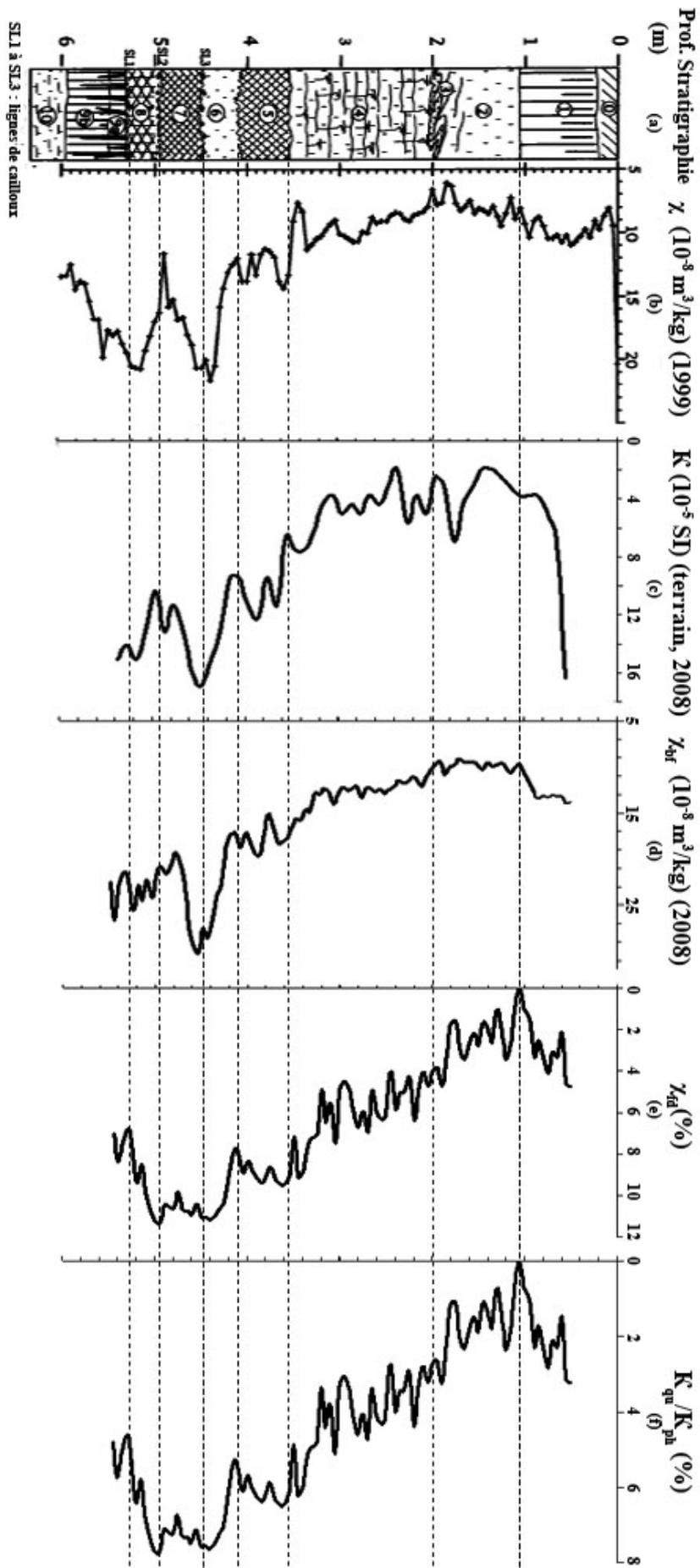


FIGURE 4.5 – (a) Stratigraphie; Évolution de la susceptibilité magnétique : (b) massique ( $\chi_{bf}$ ) acquise par Antoine *et al.* (1999), (c) volumique ( $\chi_v$ ) acquise sur le terrain en 2008, (d) massique à basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ) acquise en laboratoire en 2008; (e) Évolution de la dépendance fréquentielle de la susceptibilité ( $\chi_{bf}/\chi_{v}$ ); (f) Évolution du rapport  $K^{qu}/K^{pb}$  (%) de la succession loess-paléosols de Saint-Pierre-lès-Elbeuf entre le Pléistocène Supérieur et aujourd'hui (modifié d'après Antoine *et al.*, 1999).

La répartition des valeurs de susceptibilité et de viscosité magnétiques pour cette séquence, corrélée aux données pédosédimentaires et aux interprétations climatiques indiquées dans la partie précédente (Figure 4.2 et tableau 4.1), suggère que la séquence loess/paléosols datant du Pléistocène supérieur à Saint-Pierre-lès-Elbeuf suit le modèle dit « pédogénétique » (cf partie 2.3.1 du chapitre 2).

On constate en effet que les horizons développés en période interglaciaire (paléosol Elbeuf I, couche 9, et horizon humifère supérieur *A* actuel) ou interstadiaire (sol isohumique de la couche 7) montrent les plus fortes susceptibilités et viscosités, et sont associées au taux les plus faibles de  $CaCO_3$ , contrairement aux horizons mis en place en période froide (couches 2, 3 et 6) (Figures 4.2, 4.5 et tableau 4.1).

D'après l'évolution pédosédimentaire établie par Antoine *et al.* (1999) pour les différents horizons de la coupe usine et nos résultats, les tendances observées pour la susceptibilité et la viscosité des horizons 9 et 8 sont probablement liées à l'apparition d'une pédogenèse polyphasée dans la partie supérieure de la sub-unité 9a et de la combinaison entre pédogenèse et processus de pente dans l'unité 8. La présence de phases de gel et d'hydromorphie (dissolution des minéraux magnétiques par réduction du fer ferrique immobile en fer ferreux mobile) dans la partie supérieure de la couche 8 expliquerait ses faibles valeurs de susceptibilité et de viscosité. Les valeurs relativement importantes de la susceptibilité et de sa dépendance fréquentielle pour les unités 5 et 7 semblent liées au fait que ces deux horizons se sont développés pendant des périodes plus chaudes en période glaciaire (interstades), favorisant l'activité bactérienne.

Les faibles valeurs de susceptibilité et de viscosité magnétiques observées pour les horizons loessiques développés en période exclusivement froide (couches 6 et surtout 2 et 3), associés à des niveaux de poussière et à de fortes teneurs en  $CaCO_3$  (Figure 4.2), semblent traduire au contraire une absence ou une très faible activité pédogénétique.

Les valeurs intermédiaires de susceptibilité et de viscosité enregistrées pour la couche loessique argileuse 4, corrélées à l'alternance de phases plus chaudes ou plus froides, ainsi que pour la couche 5, corrélées à un interstade mais aussi à des apports éoliens à son sommet, confirment l'importance des processus pédogénétiques dans le signal magnétique de ces dépôts en relation avec le climat.

Les mesures du taux de conversion effectuées sur chaque horizon de la coupe usine renforcent ces hypothèses. La figure 4.6 traduit la relation entre  $\chi_{bf}$  et  $\chi_{conv}$ . Les taux de conversion sont globalement très faibles et varient autour de 2 % pour les horizons 1 à 4 contre 4 à 8 % environ pour les horizons du pédocomplexe basal. Les faibles valeurs du  $\chi_{conv}$  suggèrent qu'aucun des horizons n'a été transformé par un processus de type chauffe et qu'*a priori* les plus fortes valeurs des horizons 5 à 9a sont liées à l'activité bactérienne.

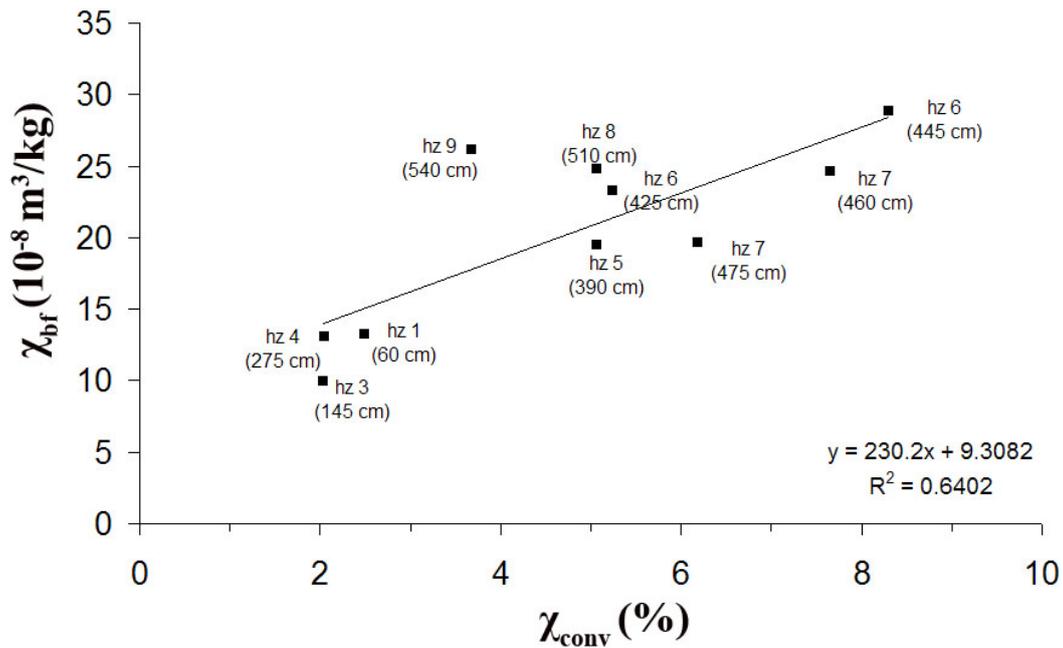


FIGURE 4.6 – Figure illustrant la relation entre  $\chi_{bf}$  et  $\chi_{conv}$  pour des horizons de la coupe usine (Pléistocène supérieur) à Saint-Pierre-lès-Elbeuf. La pente et le coefficient de régression  $R^2$  de la droite de régression correspondante sont indiqués.

#### 4.1.1.3.3.2 Mesures thermomagnétiques

Les mesures thermomagnétiques, réalisées sous air depuis la température ambiante jusqu'à 700°C puis refroidis, ont mis en évidence deux types de comportement comme le montrent les figures 4.7 et 4.8<sup>3</sup> (cf chapitre 3 pour le mode opératoire).

Cependant, on peut remarquer que toutes les courbes obtenues en cours de chauffe commencent de la même façon, depuis la température ambiante à 400°C environ. En effet, on note pour toutes les courbes une légère augmentation de la susceptibilité depuis la température ambiante jusqu'à environ 250°C. Cette tendance peut être attribuée au déblocage progressif de particules ferrimagnétiques de petite taille (à la limite superparamagnétique/monodomaine) lié à l'augmentation de la température et donc de l'agitation thermique (Deng *et al.*, 2005). On observe ensuite une augmentation plus importante de la susceptibilité de 250 à 300°C environ, correspondant probablement à la déshydratation de l'épidote en maghémite, suivie d'une décroissance de la susceptibilité jusqu'à 400°C, qui peut être interprétée comme la transformation de maghémite (forme ferrimagnétique métastable de type  $\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) en hématite (forme antiferromagnétique moins magnétique du type  $\alpha\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) (cf parties 1.5 et 1.6 du chapitre 1).

Mais la principale différence entre les horizons de cette coupe réside dans la présence ou l'absence d'un pic entre 500°C et 550°C, suivi d'une chute brutale de la susceptibilité traduisant la présence de magnétite. Des refroidissements partiels ont été effectués pour tous les échantillons concernés. On note systématiquement une non-réversibilité des courbes : cela traduit l'absence

3. Pour plus de lisibilité, nous avons séparé les courbes  $\kappa - T$  obtenues pour les horizons du pédocomplexe basal de celles obtenues pour les horizons supérieurs dans deux figures différentes. Pour la même raison, la majorité des courbes  $\kappa - T$  de ce travail sont dissociées selon qu'il s'agit des courbes de chauffe ou de refroidissement ; dans le cas où un seul échantillon est étudié, les courbes de chauffe et de refroidissement sont placées sur la même figure.

de pic d'Hopkinson (qui serait caractérisé par une réversibilité des courbes) mais la présence de transformations minéralogiques en cours de chauffe. Cependant, la présence de magnétite monodomaine d'origine pédogénétique (production bactérienne) dans les échantillons présentant ce pic est à considérer du fait de l'hétérogénéité et de la nature des échantillons étudiés. On remarque que les horizons développés en période interglaciaire et interstadiaire montrent la présence d'un pic prononcé autour de 500-550°C : c'est le cas des couches 1, 5, 7 et 9a. La couche 4, mise en place pendant une alternance de phases froides et de phases plus chaudes, montre un pic également important, contrairement à l'horizon à langue (Nagelbeek) qui se trouve dans sa partie supérieure.

Les horizons loessiques mis en place en période froide tels que le loess éolien de la couche 6 ne montrent pas de pic dans la gamme de température 500-550°C, contrairement à la couche 2 caractérisée par un léger pic. Si l'on se base sur l'hypothèse qu'un pic à 500-550°C traduit au moins en partie la production de magnétite monodomaine par des bactéries, la couche 2, mise en place pendant le stade le plus froid (MIS2), ne devrait normalement pas montrer de pic. L'observation faite sur les courbes  $\kappa - T$  pour cette couche pourrait être liée à la contamination de la partie supérieure de cet horizon par le lessivage de la partie basale de la couche 1 comme l'indiquent les études pédosédimentaires (Antoine *et al.*, 1999). L'absence de pic entre 500-550°C à la limite entre les horizons 7 et 8 pourrait s'expliquer par la présence d'une phase d'hydromorphie et de gel comme en témoigne la ligne de silex (SL2).

En couplant ces résultats avec les analyses pédosédimentaires (Figure 4.2 et tableau 4.1), on s'aperçoit aussi que la présence de pics de susceptibilité à 500-550°C est corrélée à la présence de taux relativement importants de matière organique. Ceci pourrait venir appuyer l'hypothèse faite précédemment quand à une production de magnétite monodomaine au moins en partie liée à une activité bactérienne, cette dernière étant favorisée dans les milieux riches en composés organiques.

Au final, les courbes  $\kappa - T$  des unités de la séquence loess/paléosols de Saint-Pierre-lès-Elbeuf se distinguent relativement bien selon qu'elles se sont développées en période chaude (pics à 550°C bien développés) ou en période froide (pics à 550°C moins développés ou absents). Le signal magnétique des horizons de la coupe usine serait donc essentiellement lié à la pédogenèse, en relation avec le climat.

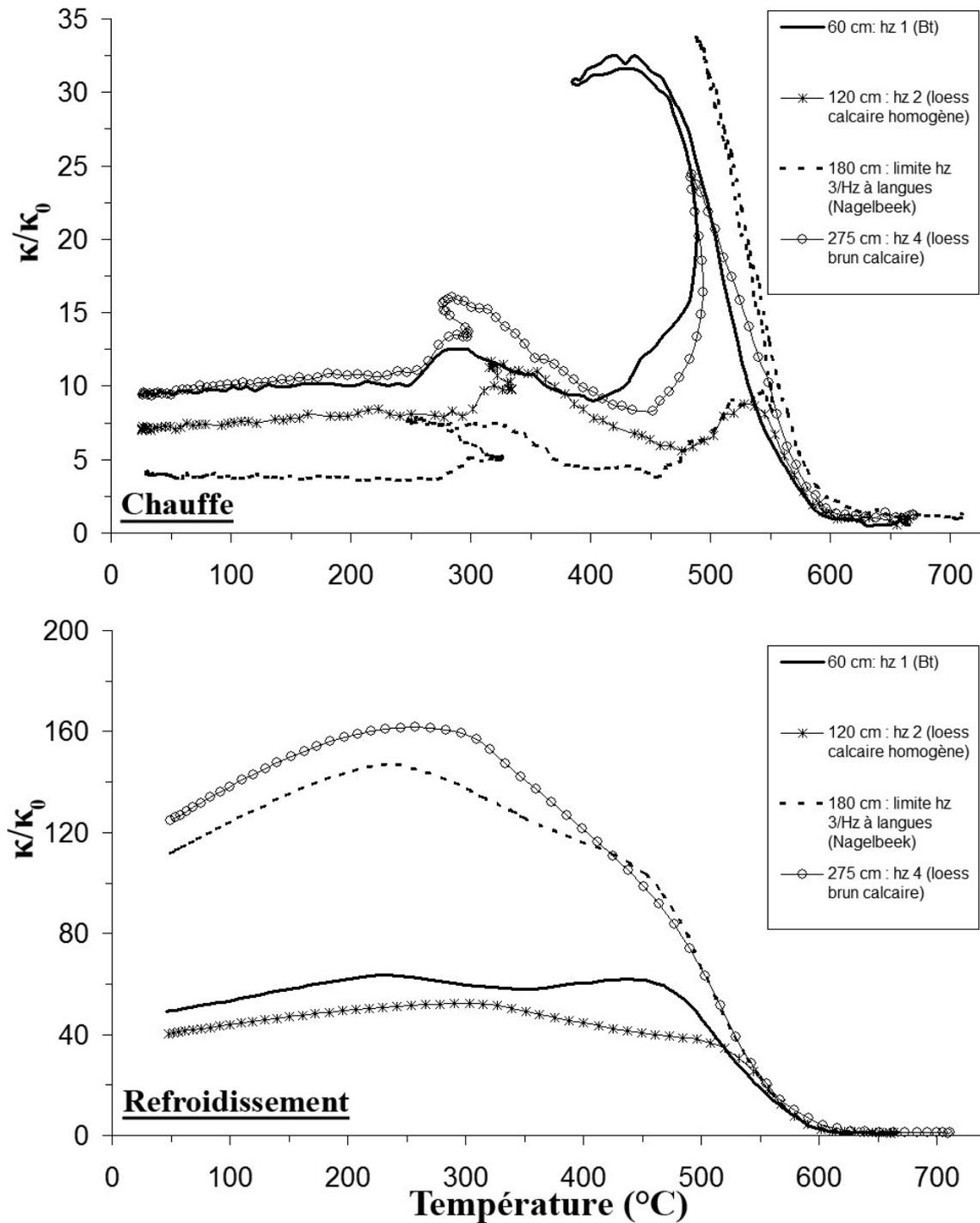


FIGURE 4.7 – Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air en cours de chauffe (figure du haut) et de refroidissement (figure du bas) pour les horizons 1, 2, Nagelbeek et 4 de la coupe usine à Saint-Pierre-lès-Elbeuf. La susceptibilité mesurée  $\kappa$  est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante  $\kappa_0$ .

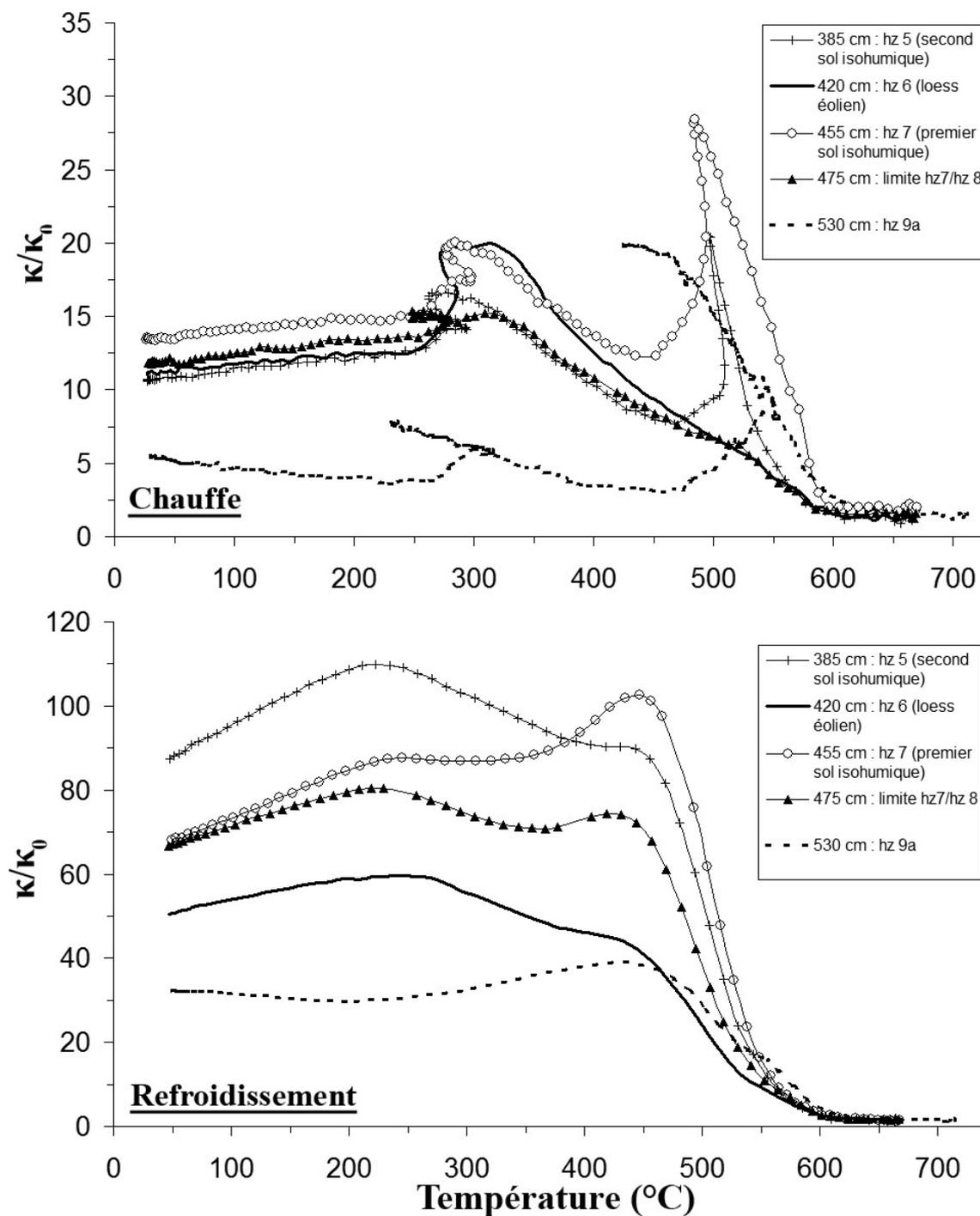


FIGURE 4.8 – Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air en cours de chauffe (figure du haut) et de refroidissement (figure du bas) pour les horizons 5, 6, 7, la limite 7/8 et 9a de la coupe usine (Pléistocène supérieur) de Saint-Pierre-lès-Elbeuf. La susceptibilité mesurée  $\kappa$  est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante  $\kappa_0$ .

#### 4.1.1.3.3 Mesures d'hystérésis et d'aimantation rémanente isotherme (ARI)

Les cycles d'hystérésis étant relativement homogènes selon que l'on se situe dans le pédocomplexe basal ou dans les horizons supérieurs loessiques, nous avons choisi de présenter dans la figure 4.9 un cycle d'hystérésis pour chacune des deux grandes unités de la séquence de la coupe usine (horizons 3 et 9a), ainsi que le cycle d'un échantillon situé à la limite entre les horizons 6 et 7 puisque cette zone montre les plus fortes propriétés magnétiques de la séquence. Les paramètres d'hystérésis obtenus sont indiqués dans la figure 4.10 parallèlement à l'évolution de la susceptibilité magnétique.

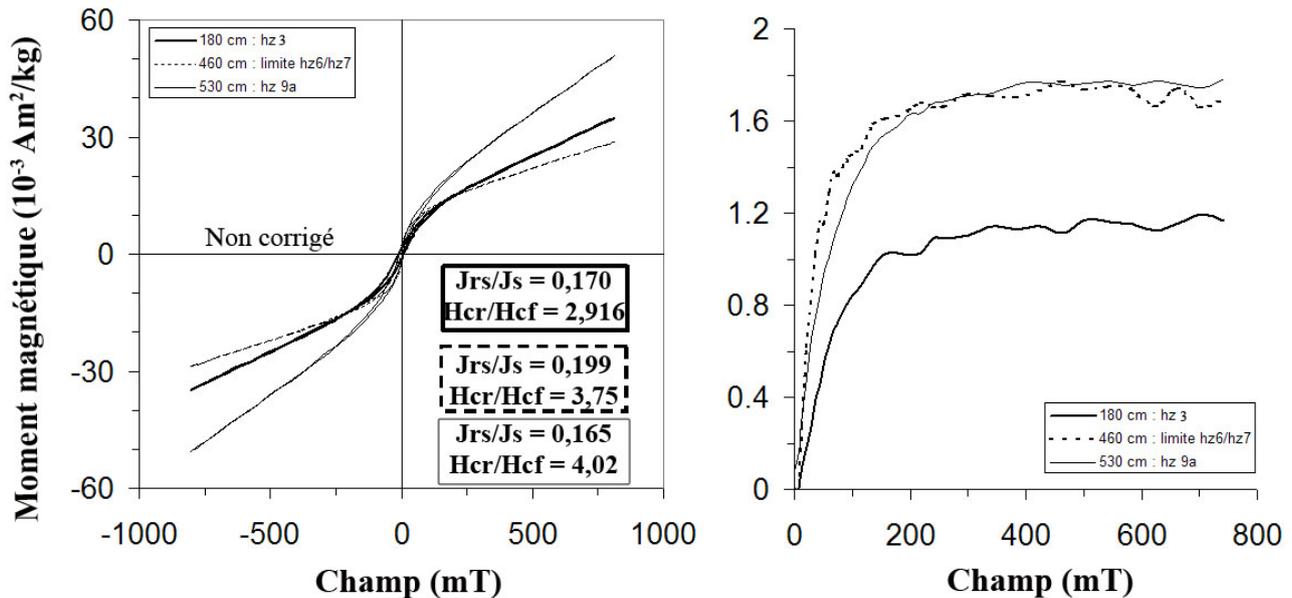


FIGURE 4.9 – Cycles d'hystérésis (non corrigés pour la contribution dia/paramagnétique) et courbes d'acquisition de l'aimantation rémanente isotherme pour l'horizon 2, la limite entre les horizons 6 et 7 et l'horizon 9a de la coupe usine (Pléistocène supérieur) de Saint-Pierre-lès-Elbeuf.

Les cycles d'hystérésis obtenus pour la séquence de la coupe usine sont globalement fermés, mais on remarque que les horizons du pédocomplexe basal le sont plus que les couches supérieures et que leurs cycles sont plus haut (Figure 4.9) : ils contiennent donc davantage de minéraux de coercitivités plus faibles.

Ces observations sont confirmées par les valeurs des paramètres d'hystérésis déduits des cycles (Figure 4.10).

Les paramètres d'aimantation  $J_s$  et  $J_{rs}$  suivent les tendances de la susceptibilité magnétique : les valeurs les plus fortes sont enregistrées pour les horizons du pédocomplexe basal, avec un pic pour la limite des couches 6 et 7, et pour l'horizon *Bt* le plus récent (couche 1).

Les paramètres  $H_{cf}$  et  $H_{cr}$  traduisent la tendance inverse : les horizons du pédocomplexe basal montrent les plus faibles valeurs de champs coercitifs, la valeur la plus faible pour  $H_{cf}$  étant enregistrée pour la limite entre les horizons 6 et 7.

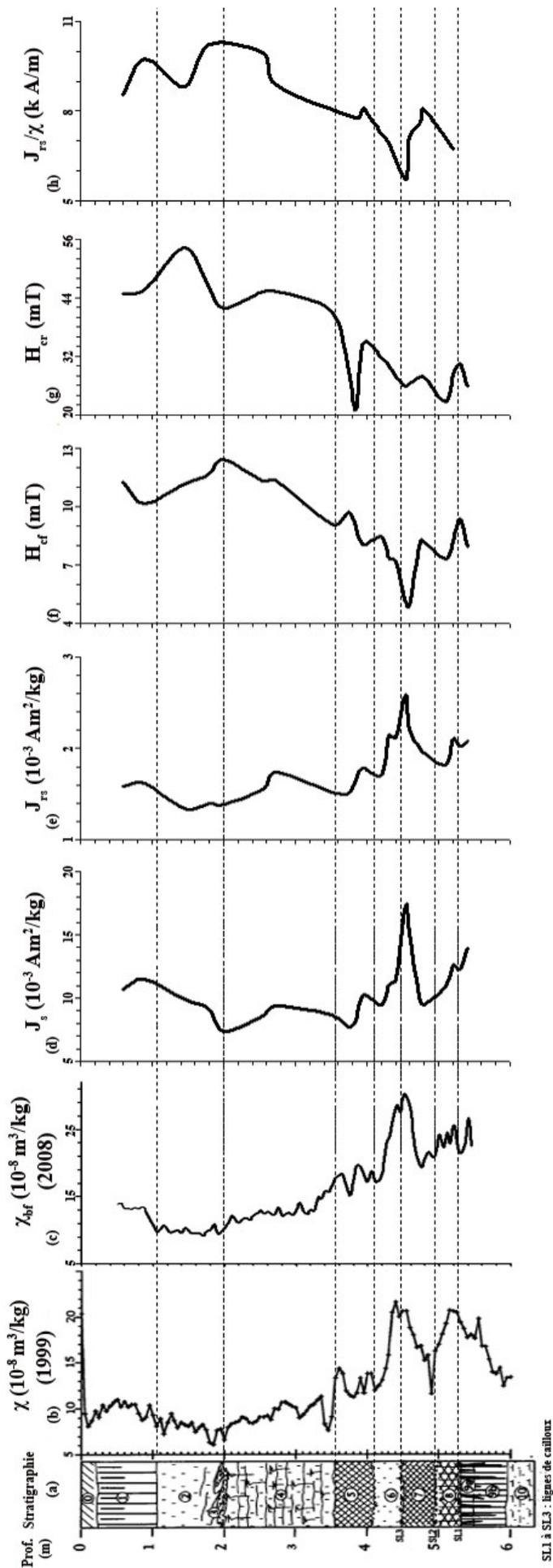


FIGURE 4.10 – (a) Stratigraphie ; Évolution de la susceptibilité magnétique : (b) massive ( $\chi_{bf}$ ) acquise par Antoine *et al.* (1999), (c) massive à basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ) acquise en laboratoire en 2008; (d) Aimantation à saturation ( $J_s$ ); (e) Aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ); (f) Champ coercitif rémanent ( $H_{cf}$ ); (g) Rapport de l'aimantation rémanente à saturation sur la susceptibilité magnétique ( $J_{rs}/\chi$ ) des horizons de la coupe usine (Pléistocène supérieur) de de Saint-Pierre-lès-Elbeuf.

SL1 à SL3 : lignes de cailloux

La gamme de valeurs obtenue pour  $H_{cr}$  pour les horizons 5 à 9a (entre 20 et 30 mT) est compatible avec la présence de minéraux ferrimagnétiques : il s'agit probablement de magnétite monodomaine (Hunt *et al.* (1995), Roberts (1995) et Maher (1988) ont trouvé des valeurs de  $H_{cr}$  comprises entre 18 et 29,5 pour des grains de magnétite dont la taille se situe entre 0,031 et 0,036  $\mu m$ ). Ces résultats sont en accord avec les courbes d'aimantation rémanente isotherme obtenues pour les échantillons des horizons 9a et de la limite entre l'horizon 6 et l'horizon 7 qui montrent une saturation pour des champs de l'ordre de 300 mT (Figure 4.9).

Les valeurs de  $H_{cr}$  d'environ 44 mT pour les horizons 2 à 4 traduisent la présence davantage de grains de plus forte coercitivité, tels que l'hématite par exemple qui est généralement observée dans les loess (Liu *et al.*, 2005 ; Wang *et al.*, 2006 ; Jordanova *et al.*, 2007). Cela se traduit sur les courbes d'ARI (horizon 2 sur la figure 4.9) par une saturation pas tout à fait atteinte. Ceci est très probablement lié aux apports éoliens caractéristiques des périodes froides : l'augmentation brutale de  $H_{cr}$  depuis le milieu de la couche 5 jusqu'à son sommet en est la preuve puisque les études pédosédimentaires montrent que le sommet de cet horizon est plus calcaire du fait d'apports éoliens (Figure 4.2). L'augmentation croissante de  $H_{cr}$  depuis la base du loess éolien de la couche 6 jusqu'à son sommet renforce encore cette hypothèse, tout comme le pic à 55 mT pour le milieu de la couche 2 puisque celle-ci s'est mise en place à l'époque où le plus fort taux de poussière a été enregistré (MIS2) (Dansgaard *et al.*, 1993).

Les valeurs du rapport  $J_{rs}/\chi$  montrent la même tendance que les paramètres de champs coercitifs et confirment les interprétations précédentes. Elles corroborent également les valeurs de viscosité magnétique obtenues pour le  $\chi_{fd}(\%)$  et le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  dans le domaine fréquentiel puisque les couches ayant les plus faibles viscosités ont les rapports  $J_{rs}/\chi$  les plus forts. Inversement, la plus faible valeur de ce rapport enregistrée à la limite des couches 6 et 7 correspond à l'une des valeurs les plus fortes de  $\chi_{fd}(\%)$  et du rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$ , ce qui paraît logique puisque les grains superparamagnétiques (SPM) responsables de la viscosité ne possèdent pas d'aimantation rémanente mais une forte susceptibilité.

Les rapports  $J_{rs}/J_s$  et  $H_{cr}/H_{cf}$  obtenus pour les horizons de la coupe usine ont été placés dans un diagramme de Day (Day *et al.*, 1977) (Figure 4.11). Les points se répartissent surtout suivant le rapport  $H_{cr}/H_{cf}$  avec des valeurs comprises entre 3 et 5. Il semblerait que les horizons loessiques du haut de la séquence rentrent dans la catégorie PMD, même s'ils ne sont pas centrés au sein de cette zone, tandis que les horizons du pédocomplexe ont tendance à se diriger davantage vers la catégorie des PD/SPM avec un rapport  $H_{cr}/H_{cf}$  généralement supérieur à 4. Ceci est probablement lié au fait que ces couches sont plus riches en grains responsables de la viscosité que les horizons loessiques, comme cela a été montré précédemment. Ces résultats sont également confirmés par la figure 4.12 qui montre un décalage des horizons 5 à 9a vers la catégorie PD et SPM pour de la magnétite contrairement aux autres horizons.

La figure 4.13 montre une évolution tant dans la concentration que dans la taille des grains de magnétite des différents horizons de la coupe usine. Les horizons loessiques montrent les plus faibles concentrations en magnétite, contrairement aux horizons du pédocomplexe basal. L'échantillon situé à la limite des horizons 6 et 7 s'éloigne un peu du reste du groupe et indique la présence de grains de magnétite de plus grosse taille (entre 16 et 32  $\mu m$ ), tandis que pour les autres horizons du pédocomplexe basal, la taille de ces grains serait inférieure à 16  $\mu m$  et qu'elle serait d'environ 8  $\mu m$  pour les horizons loessiques déposés en période froide. Étant donné les résultats obtenus précédemment, l'apparente augmentation de la taille des grains de magnétite pour les horizons 5 à 9a est en fait probablement liée à la présence de plus de grains SPM que dans les autres horizons, puisque un mélange de grains SPM et MD a tendance à avoir le même comportement que des polydomaines (PD) pour un même minéral (Thompson et Oldfield, 1986).

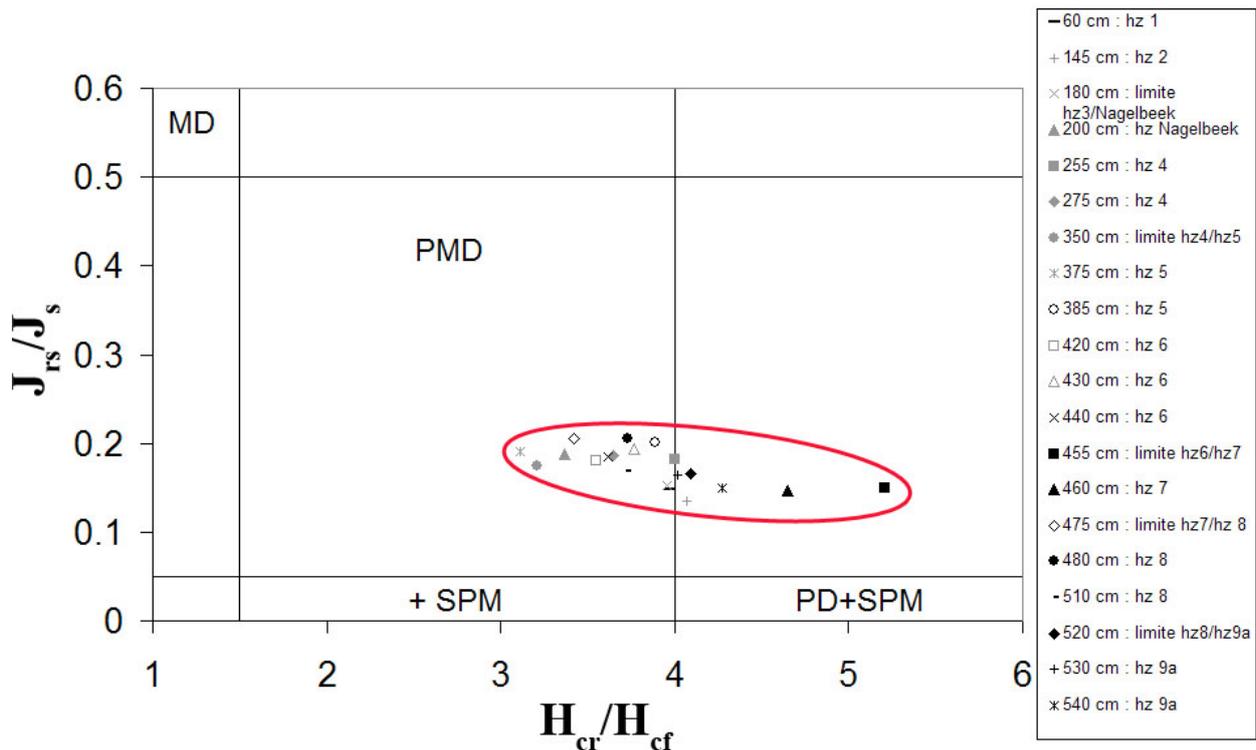


FIGURE 4.11 – Diagramme de Day (Day *et al.*, 1977) indiquant la répartition des horizons de la coupe usine (Pléistocène supérieur) de Saint-Pierre-lès-Elbeuf en fonction des rapports  $J_{rs}/J_s$  et  $H_{cr}/H_{cf}$ . MD : monodomaine ; PMD : pseudo-monodomaine ; PD : polydomaine ; SPM : superparamagnétique.

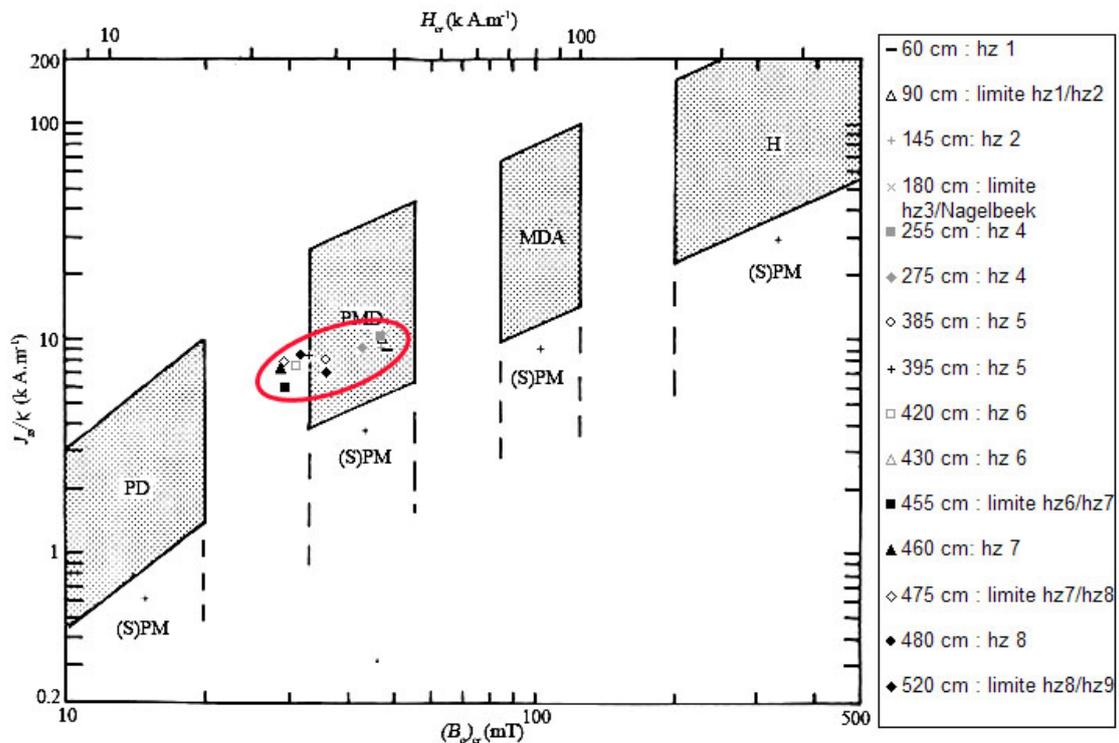


FIGURE 4.12 – Diagramme de la représentation du rapport  $J_{rs}/\kappa$  en fonction de  $H_{cr}$  (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986) pour des horizons de la coupe usine (Pléistocène supérieur) à Saint-Pierre-lès-Elbeuf. Les magnétites polydomaines (MD pour « multidomain » en anglais), pseudo-monodomaines (PSD pour « pseudo single-domain » en anglais) et monodomaines allongées (ESD pour « elongated single-domain » en anglais) se situent dans la moitié gauche du diagramme. L'hématite (H) se situe en haut à droite du diagramme. Les mélanges contenant des grains (super)paramagnétiques se situent davantage dans la partie inférieure.

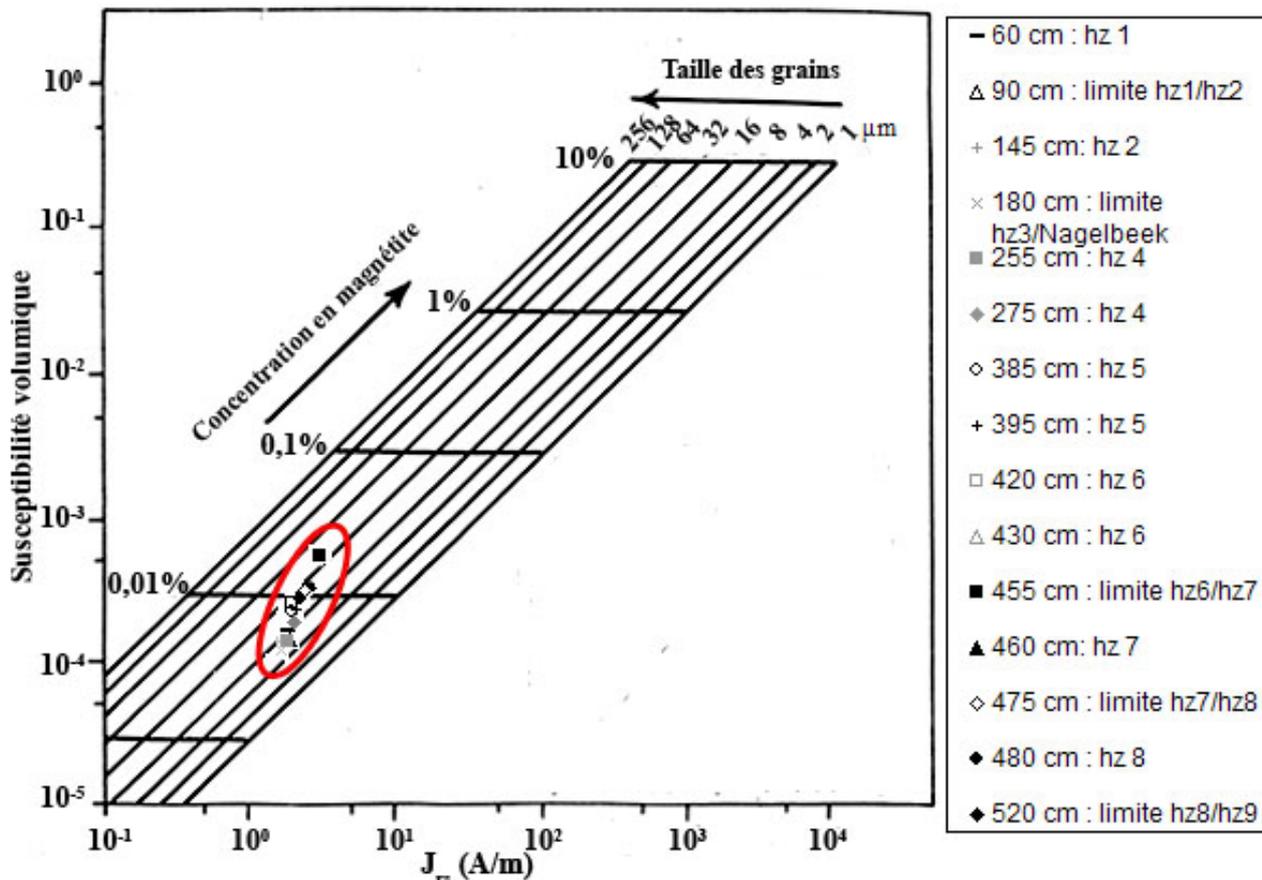


FIGURE 4.13 – Diagramme bilogarithmique indiquant la relation entre susceptibilité magnétique volumique ( $\kappa$ ) et aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ) pour des horizons de la coupe usine (Pléistocène supérieur) à Saint-Pierre-lès-Elbeuf. La grille sur laquelle sont placés les points pour notre étude est établie pour de la magnétite pure. L'amplitude de  $\kappa$  renseigne sur la concentration en magnétite tandis que le rapport  $\kappa/J_{rs}$  renseigne sur la taille des grains (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986).

#### 4.1.1.3.3.4 Mesures de la viscosité magnétique dans le domaine temporel

Des mesures de la viscosité magnétique dans le domaine temporel ont été réalisées sur des échantillons de la coupe 1 à l'aide d'un MVM (cf chapitre 3 pour le mode opératoire). Ces mesures n'ont pas été possibles pour les horizons loessiques du haut de la séquence car le signal était trop faible, contrairement aux horizons du pédocomplexe basal dont nous présentons les résultats pour trois échantillons caractéristiques.

Les résultats obtenus montrent des droites dont la pente est proche de  $t^{-1,1}$  (Figure 4.14). L'uniformité de la décroissance de l'aimantation rémanente visqueuse pour ces trois horizons traduit l'uniformité de la fonction de répartition des particules intervenant dans le phénomène de viscosité pour la gamme de temps considérée.

L'ordonnée à l'origine des droites dépend de la quantité de grains responsables de la viscosité pour la gamme de temps considérée. Les résultats rejoignent ce qui a déjà été observé pour le paramètre  $\chi_{fd}(\%)$  et le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  de ces horizons (Figure 4.5).

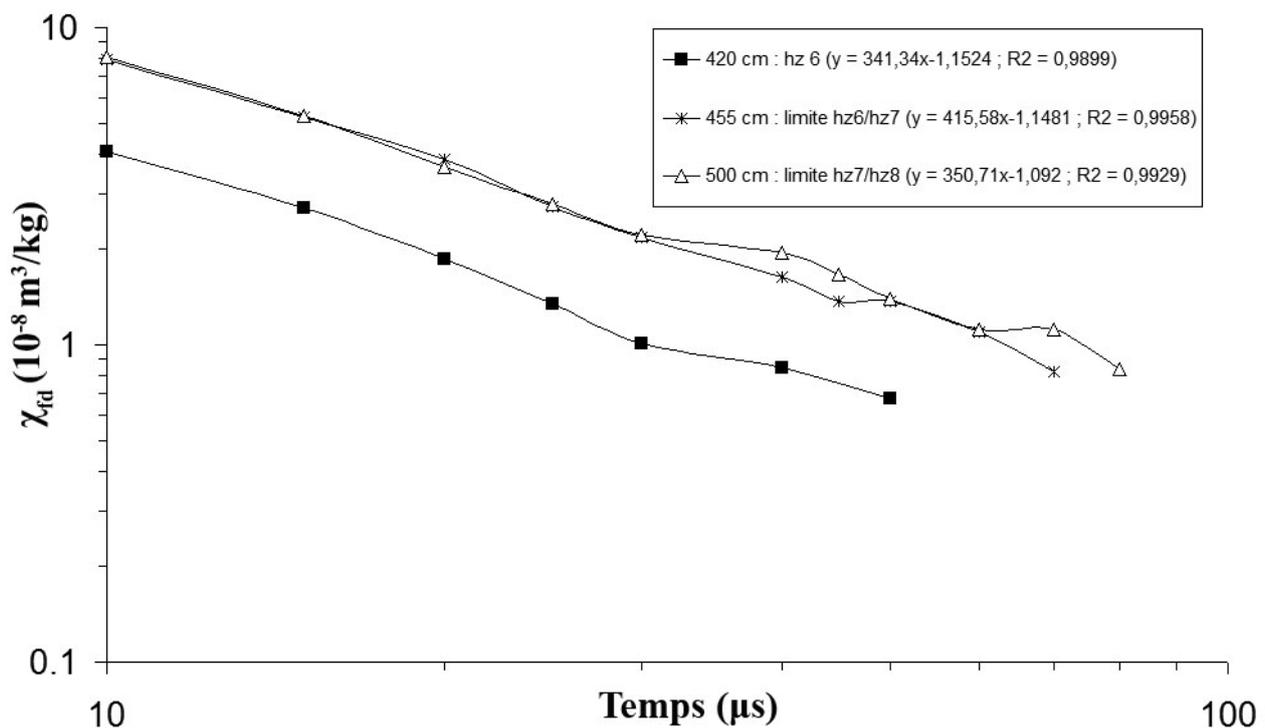


FIGURE 4.14 – Figure illustrant l'évolution de la viscosité magnétique dans le domaine temporel de trois échantillons caractéristiques du pédocomplexe basal (coupe usine du Pléistocène supérieur à Saint-Pierre-lès-Elbeuf). L'équation des droites et le coefficient de régression sont indiqués pour les différents échantillons en haut à droite de la figure.

#### 4.1.1.3.4 Bilan : origine du signal magnétique de la séquence loess/paléosol de Saint-Pierre-lès-Elbeuf

Les relations entre les variations des propriétés magnétiques et les processus pédosédimentaires dans le pédocomplexe du Eémien/Weichsélien et dans les loess Weichsélien de la séquence de Saint-Pierre-lès-Elbeuf, comparées à celles des séquences d'Achenheim et de Saint Sauffieu, nous ont conduits aux remarques suivantes :

- Les horizons *Bt* les plus érodés ont les plus faibles propriétés magnétiques.
- Les propriétés magnétiques sont souvent maximales dans la partie supérieure des horizons *Bt* et des sols gris forestiers, surtout quand ces parties montrent la superposition d'agrégats riches en matière organique et en argiles auxquels viennent se fixer le fer. Ce n'est pas le cas pour le sol gris présent à Saint-Pierre-lès-Elbeuf du fait de la dissolution des minéraux par les processus d'hydromorphie favorisés par les phases de gel-dégel. Mais cela est vrai pour les deux horizons *Bt* de la séquence qui montrent parmi les plus fortes susceptibilités, viscosités et quantités de magnétite monodomaine issue de l'activité bactérienne.
- Mais les résultats acquis pour les successions du Nord de la France montrent que la susceptibilité magnétique des pédocomplexes datant du Eémien/début du Weichsélien n'est pas directement la conséquence du climat. Dans l'hypothèse d'une origine biologique des minéraux magnétiques, la susceptibilité est liée au taux de carbone organique qui a deux origines : la matière organique liée aux argiles dans les sols gris forestiers (agrégats riches en matière organique et argiles) ou les microagrégats organiques que l'on

retrouve dans les horizons isohumiques steppiques. Or dans les horizons étudiés, les plus fortes valeurs de susceptibilité ne sont pas liées à des conditions pleinement interglaciaires mais à des périodes plus chaudes (interstades) au sein du Début Glaciaire Weichsélien. Il est aussi généralement observé en Europe du Nord-Ouest que les minéraux magnétiques sont généralement produits dans l'horizon humifère des sols bruns lessivés des périodes interglaciaires, et que seul un faible pourcentage s'infiltré dans l'horizon *Bt* sous-jacent. Malgré une certaine difficulté à utiliser directement le pédocomplexe basal datant du Eémien/Début du Weichsélien du Nord-Ouest de la France en tant que proxy direct pour les climats passés, on remarque que les plus fortes susceptibilités, viscosités et quantités de magnétite monodomaine issue de l'activité bactérienne se trouvent toujours dans les unités développées dans les périodes les plus chaudes (phase interglaciaire ou interstades en période glaciaire), ce qui confirme l'origine pédogénétique du signal magnétique plus fort enregistré dans les unités du type des horizons humifères supérieurs *A*.

- Au contraire, pendant le Pléniglaciaire Weichsélien, la relation entre propriétés magnétiques et climat semble plus directe. En effet, les valeurs les plus faibles sont liées aux périodes les plus froides et à l'absence de magnétite monodomaine d'origine bactérienne. À Saint-Pierre-lès-Elbeuf, les horizons concernés (principalement loess 2 et 6 typiquement calcaires) correspondent à des phases de pics de poussière : les apports éoliens constitués de matériel grossier plus riche en minéraux de forte coercitivité dominant.

On trouve aussi de faibles propriétés magnétiques dans les horizons hydromorphiques qui enregistrent des périodes froides comme en haut de l'horizon *Bt* (Elbeuf I) ou du sol gris forestier ou dans les gleys : ceci est lié à la dissolution des minéraux magnétiques lors de phases de saturation en eau.

## 4.1.2 Les cendres volcaniques tardiglaciaires dans les massifs des Vosges et du Jura (France)

### 4.1.2.1 Introduction

Les éruptions volcaniques explosives ont généralement un caractère acide et relâchent dans l'atmosphère des cendres volcaniques fines (téphras) et des aérosols sulfurés. La hauteur du panache de cendres ne dépend pas seulement de l'intensité de l'éruption mais aussi de la vitesse d'écoulement du magma depuis le cratère. Dans le cas où une éruption rejette des cendres dans la troposphère (cas du Mont St Helens en 1980), la plupart des cendres retombe avec les précipitations. Mais dans le cas où les cendres traversent la troposphère et atteignent la stratosphère, l'éruption volcanique est accompagnée d'un voile de poussières stratosphérique.

L'effet des éruptions volcaniques explosives dépend aussi de la latitude : une éruption ayant lieu aux hautes latitudes a tendance à produire un voile de poussières stratosphérique seulement dans l'hémisphère dans lequel l'éruption a eu lieu, mais engendre un refroidissement de la troposphère. Au contraire, une éruption aux basses latitudes créera un nuage stratosphérique dans les deux hémisphères.

Dans tous les cas, les dépôts de téphras serviront de marqueurs chrono-stratigraphiques qui permettront d'établir une corrélation entre les séquences sédimentaires marines et continentales. Étant donné leur grande surface de dépôt, les niveaux individualisés de téphras fournissent des informations primordiales quant aux changements environnementaux de la fin du Quaternaire. Ils ont par exemple permis de dater les changements passés de la température des océans avec une très grande précision et sont repérables dans les carottes de glace.

Notre travail ne s'inscrit pas dans une étude paléoenvironnementale, mais dans la caractérisation des propriétés magnétiques de ce type de dépôts pulvérulents naturels qui peuvent être une source possible d'enrichissement des sols en composants magnétiques et dont l'extension spatiale peut être très importante.

Cette étude porte sur des niveaux de téphras et de « cryptotéphras » déposés pendant le Tardiglaciaire et l'Holocène et prélevés dans des remplissages de lacs situés dans les massifs du Jura, des Vosges et sur le Plateau Suisse (Walter-Simonnet *et al.*, 2008). Étant donné que certains de ces niveaux, nommés « cryptotéphras », sont invisibles à l'oeil nu, leur détection a été rendue possible grâce à l'emploi de la mesure de la susceptibilité magnétique à un pas de 5 mm.

### 4.1.2.2 Événements volcaniques tardiglaciaires en Europe de l'Ouest

Au cours du Tardiglaciaire et de l'Holocène, différentes provinces volcaniques étaient actives en Europe dont le massif de l'Eifel (Allemagne), le Massif Central (France), l'Islande, l'Italie, les Pyrénées, la Grèce et la Turquie. Plusieurs massifs ont une grande importance dans les éruptions du Quaternaire en Europe de l'Ouest :

- Le complexe volcanique islandais se divise en deux groupes de volcans. L'un d'eux est caractérisé par les édifices volcaniques Hekla et Katla situés au Sud-Est de l'île, dont les émissions sont de type basaltes alcalins\*, basaltes à olivine et rhyolites\* (Jakobsson, 1979 dans Davies *et al.*, 2002). Un des téphras les plus connus et dispersés provenant de ce complexe est le Vedde Ash. Daté à 12 200-11 900 ans (Birks *et al.*, 1996), il se positionne stratigraphiquement dans le Dryas récent et est caractérisé par une composition bimodale :

certaines échantillons volcaniques sont rhyolitiques, d'autres basaltiques. La dispersion de ce téphra s'étend du Groenland à la Scandinavie, au Nord de l'Allemagne et de la Pologne, à l'Écosse et à l'Atlantique Nord (Dugmore *et al.*, 1995; Birks *et al.*, 1996; Wastergård, 2005).

- Le complexe volcanique de l'Eifel, situé au Sud-Ouest de Bonn, est constitué de 240 cônes\* de scories, maars\* et petits stratovolcans\*. Les deux téphras principaux originaires de ce complexe sont le Laacher See Tephra (LST) et le Ulmener Maar Tephra (UMT). Le LST est le plus dispersé en Europe Centrale (van den Bogaard et Schmincke, 1985; Bossuet *et al.*, 1997; Vannièrre *et al.*, 2004). Les dépôts du LST sont datés à  $11\,230 \pm 40$   $^{14}\text{C}$  ans BP (Hadjas *et al.*, 1995), c'est-à-dire  $12\,880 \pm 1$  % années varves et  $12\,900 \pm 130$  ans BP par datation  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ . Récemment une nouvelle estimation de son âge a été faite à 13 160 ans. Ce téphra a une composition phonolitique\* et est associé à une série d'éruptions pliniennes\* et phréatomagmatiques.\*
- Le Massif Central français a connu un volcanisme très actif durant le Tardiglaciaire, après une inactivité volcanique de 15 000 ans environ. Les dépôts de cendres montrent une évolution depuis des basaltes et trachy-basaltes\* jusqu'à des trachytes\* (Maury *et al.*, 1980). Les principaux téphras distaux tardiglaciaires sont la retombée de la Cellule (trachy-andésite, Dryas ancien), le complexe téphrique CF1a/CF1b (âge moyen situé entre 13 000 et 14 000 ans, évolution depuis des trachy-andésites\* basaltiques jusqu'à des trachy-andésites) et la retombée de la Moutade (trachy-andésite basaltique, Allerød). Le Puys de la Nugère est le volcan source proposé pour ces trois téphras. L'activité volcanique de la Chaîne des Puys se poursuit durant l'Holocène jusqu'au milieu du Sub-boréal.

#### 4.1.2.3 Sites d'étude

Les sites étudiés se répartissent sur le plateau Suisse (lac Gerzensee, Suisse) et dans le massif des Vosges (lac de Sewen, France) (Figures 4.15 et 4.16).

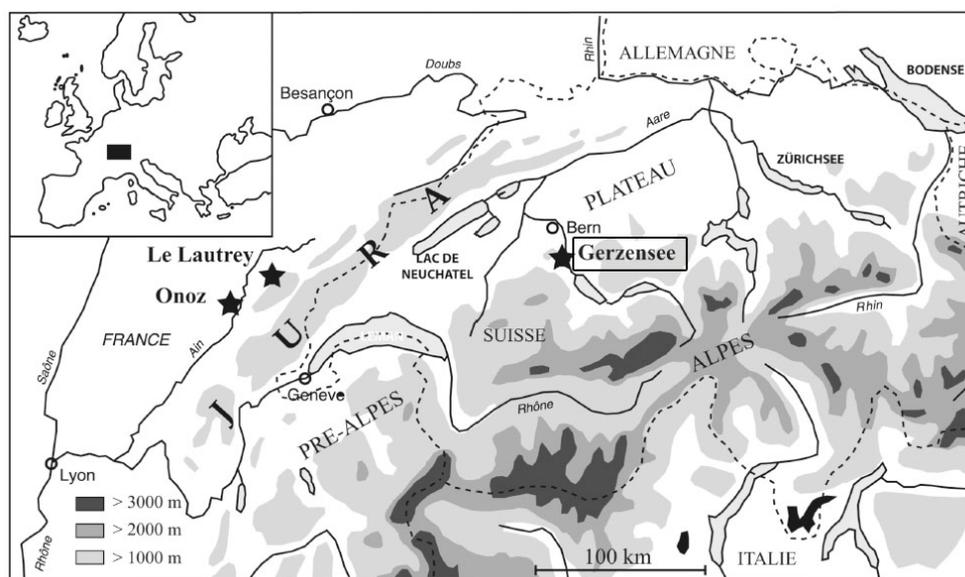


FIGURE 4.15 – Localisation géographique du site du lac de Gerzensee sur le Plateau Suisse (Walter-Simonnet *et al.*, 2008).

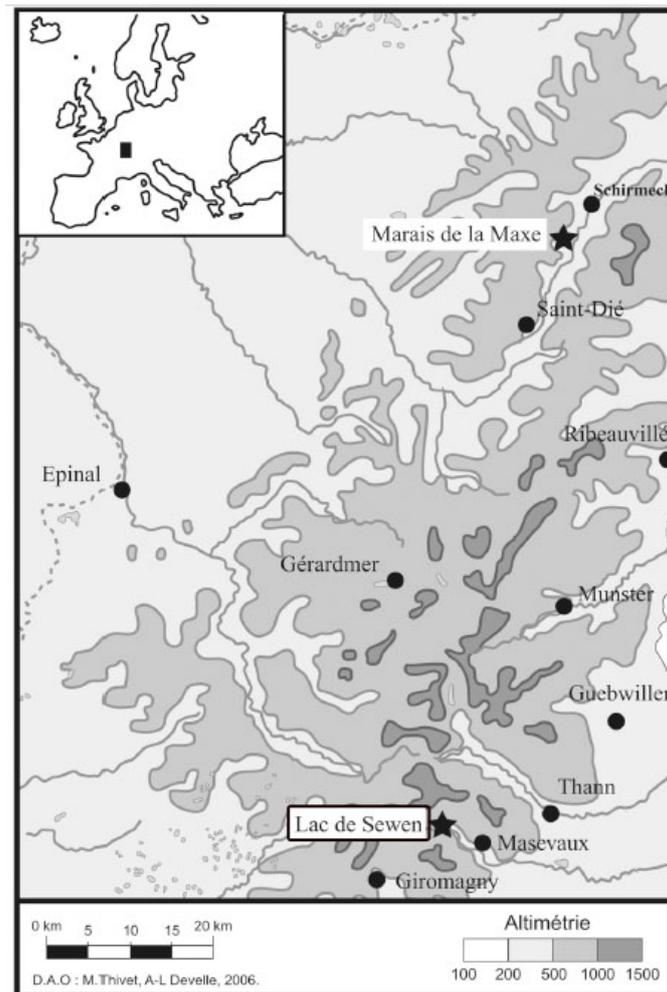


FIGURE 4.16 – Localisation géographique du site du lac de Sewen en France (Walter-Simonnet *et al.*, 2008).

#### 4.1.2.3.1 Le Plateau Suisse

Le lac du Gerzensee se situe dans le canton de Berne,  $46^{\circ}49'51''$  N,  $7^{\circ}32'48''$  E et plus précisément sur le Plateau Suisse à la frontière des Alpes, à 603 m d'altitude. Il a une profondeur maximale de 10 m, une longueur maximale de 1 100 m pour une largeur maximale de 300 m, et une surface de  $0,25 \text{ km}^2$ . Le lac repose sur un substrat formé de sédiments marins clastiques\* du Miocène et fut formé à la fin de la dernière glaciation. Des études paléoenvironnementales ont conduit à la mise en évidence d'une oscillation climatique rapide (Oscillation du Gerzensee) dont l'impact est à l'échelle de tout le continent Nord Européen. La stratigraphie montre la présence d'argiles grises foncées à vertes et grises à la base, puis une alternance de dépôts de craie lacustre plus ou moins argileuse et organique, de niveaux tourbeux et du LST (Laacher See Tephra). La susceptibilité magnétique est maximale pour les niveaux de téphras identifiés GER1/LST et GER2 (Figure 4.17).

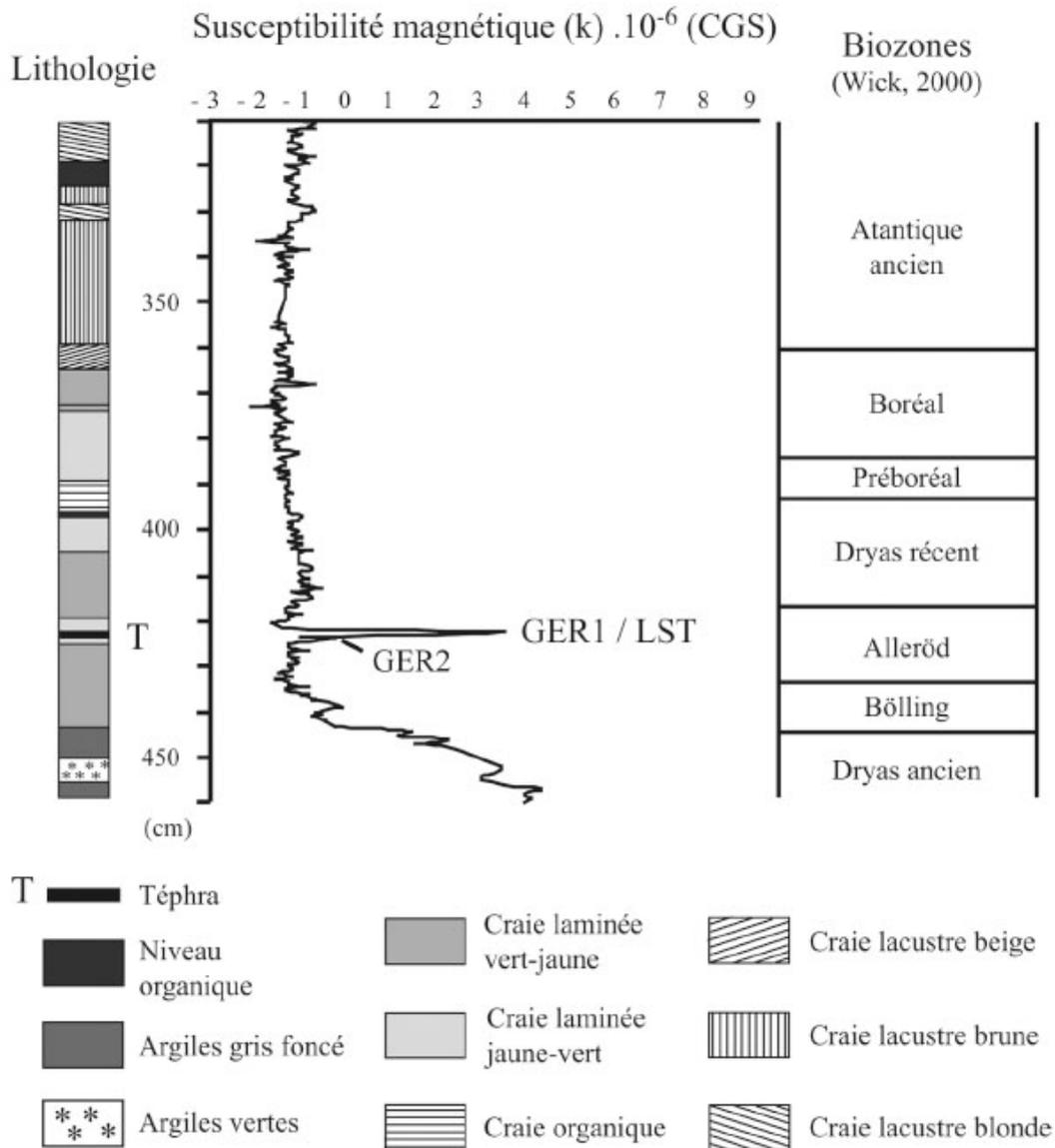


FIGURE 4.17 – Lithostratigraphie, susceptibilité magnétique et biozones (obtenues par les assemblages polliniques) des sédiments carottés dans le site du lac du Gerzensee (Walter-Simonnet *et al.*, 2008) (voir annexe II pour la chronostratigraphie complète du Quaternaire).

#### 4.1.2.3.2 Le Massif des Vosges

Le lac de Sewen (47°48'42" N, 6°53'50" E) se situe à 500 m d'altitude dans le fond de la vallée glaciaire de Masevaux, au Nord de Belfort (Vosges cristallines). Formé après la dernière glaciation, il repose sur un substratum constitué de granite (« granite fondamental ») et de brèches\*, tufs et roches volcaniques datés du Viséen. Il est entouré d'une tourbière et s'insère dans des dépôts glaciaires et fluvioglaciaires du Würm. Sa stratigraphie montre des argiles grises et roses laminées à la base, puis des argiles verdâtres et grises recouvertes par des argiles brunes à beiges surmontées de gyttja\* et de tourbes\* (Figure 4.18). Plusieurs niveaux de téphras ont été identifiés (SW1, SW2/LST et SW3) et montrent, comme pour les dépôts du lac de Gerzensee, les susceptibilités les plus fortes de la séquence.

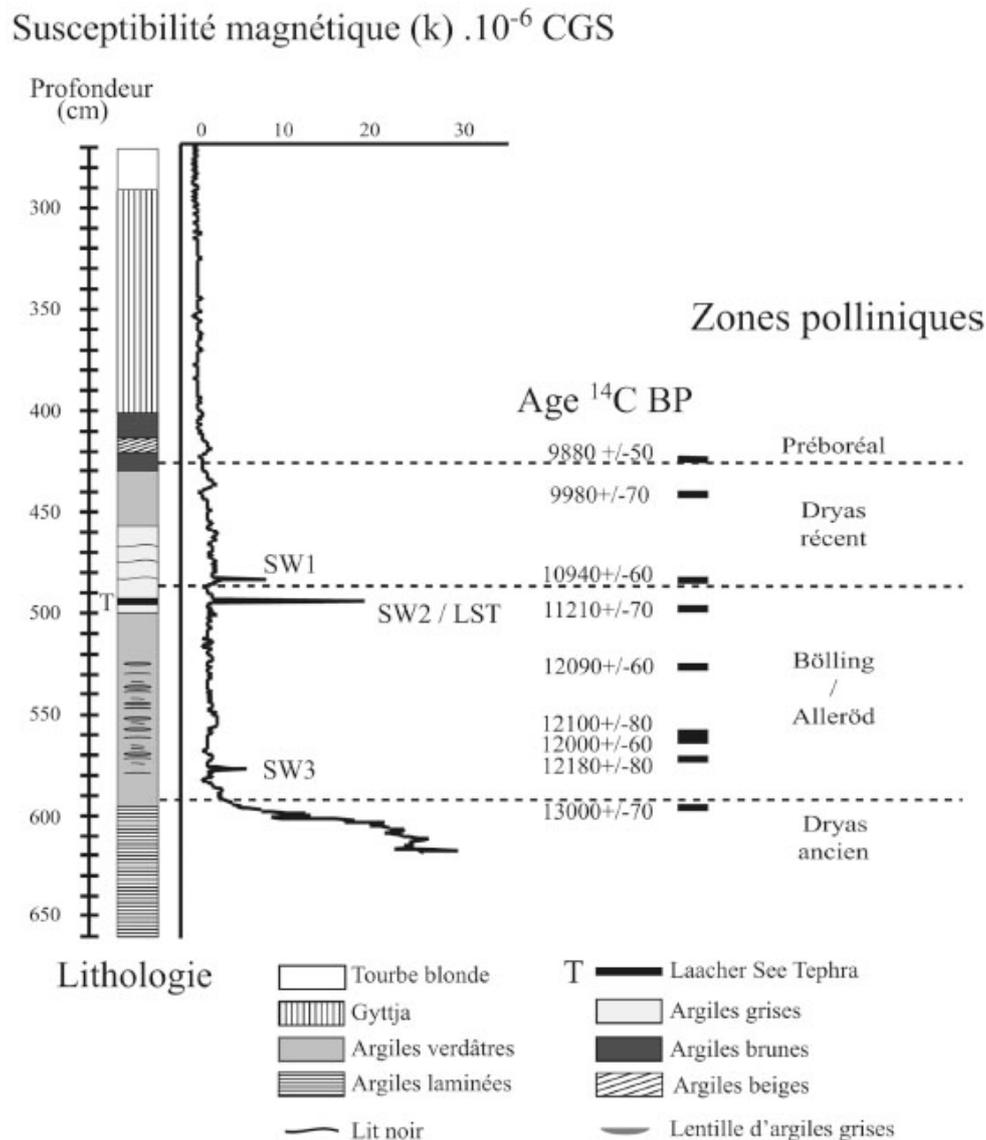


FIGURE 4.18 – Lithostratigraphie, susceptibilité magnétique, âge radiocarbone, diagramme pollinique simplifié et biozones des sédiments carottés dans le site du lac de Sewen (Walter-Simonnet *et al.*, 2008)(voir annexe II pour la chronostratigraphie complète du Quaternaire).

#### 4.1.2.3.3 Corrélations inter-sites

La figure 4.19 présente une corrélation entre les sites du lac de Gerzensee et du lac de Sewen construite sur la base de la présence du Laacher See Tephra détecté par les fortes variations de la susceptibilité magnétique, des palynozones et des dates radiocarbone.

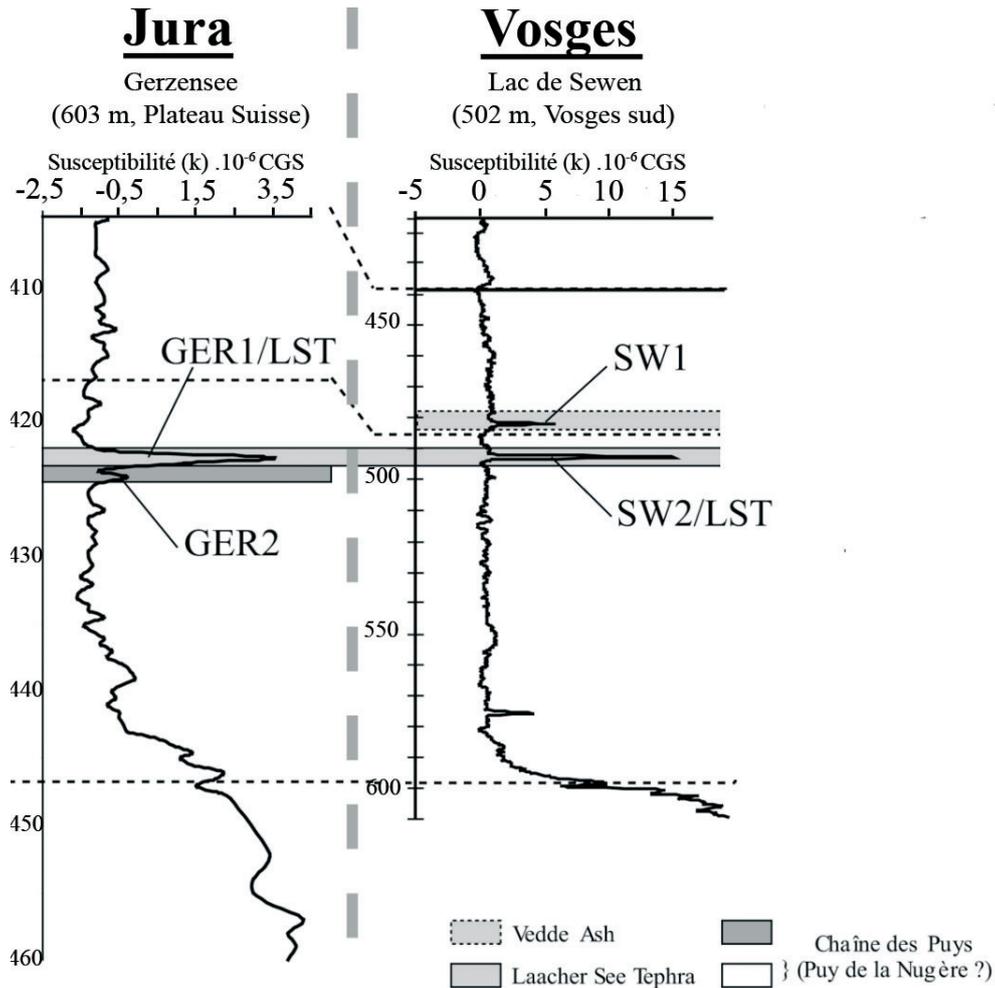


FIGURE 4.19 – Corrélation entre les sites du lac de Gerzensee et du lac de Sewen établie sur la base des pics de susceptibilité magnétique correspondant à la présence de téphras et des biozones (Walter-Simonnet *et al.*, 2008).

#### 4.1.2.4 Analyses chimiques et extension spatiale des dépôts de téphra

Comme nous l'avons déjà précisé, la mesure de la susceptibilité magnétique montre une forte variation relative engendrée par la présence de niveaux de téphras et notamment ceux originaires du LST. D'autres pics de susceptibilité, plus modestes sont observés. L'observation des pics en frottis montre que seuls certains d'entre eux sont liés à la présence de niveaux de cendres volcaniques; les autres semblent être liés à l'augmentation ponctuelle de la présence d'oxydes de fer.

Dans cette étude, nous nous sommes intéressés aux analyses minéralogiques et géochimiques menées sur trois niveaux de téphras dont les échantillons nous ont été confiés (Walter-Simonnet *et al.*, 2008) : le Laacher See Tephra (pics GER1/LST, SW2/LST), les téphras déposés durant l'Allerød et antérieurs au LST (pic GER2). Les téphras déposés durant le Dryas récent (pic SW1 par exemple) ne nous ont pas été fournis mais nous présentons tout de même leur caractéristiques à titre de comparaison. Les résultats de ces analyses chimiques, couplés à l'étude des propriétés magnétiques des téphras présentée dans la dernière partie, devraient nous permettre de préciser leurs caractéristiques par rapport à d'autres dépôts d'origine naturelle.

#### 4.1.2.4.1 Le Laacher See Tephra

Le LST est observé dans les deux sites de cette étude et y présente les mêmes caractéristiques minéralogiques (GER1/LST et SW2/LST). Son cortège minéral est typique de celui d'une phonolite (Tableau 4.2) avec des phénocristaux de sanidine\*, plagioclase, hainyane\* et sphène\*, et la présence de jadéite\*. Les teneurs en FeO sont de l'ordre de 2,3 % et 2,12 % pour les téphras GER1/LST et GER2/LST respectivement. Les échardes de verre volcanique sont soit incolores, soit brunes et contiennent de grosses ou de petites vacuoles (Figure 4.20). Les analyses montrent que les niveaux du LST appartiennent aux phases phréatomagmatiques intermédiaire et ultime des éruptions du complexe volcanique de l'Eifel.

#### 4.1.2.4.2 Les téphras Allerød antérieurs au Laacher See Tephra

Dans le site du Plateau Suisse, le LST est précédé par un niveau discret au niveau du lac de Gerzensee (GER2). Ce niveau est constitué d'échardes de verre volcanique contenant des bulles et il est si altéré que sa composition chimique d'origine ne peut être identifiée (Figure 4.20). Cependant, l'étude d'autres téphras anté-Allerød identifiés dans des lacs du Jura (étang du Lautrey par exemple) a permis d'identifier les cortèges minéraux : ceux-ci montrent des phénocristaux très propres de plagioclase associés à de l'augite\*, de l'orthose, de l'albite, du sphène, du spinelle\*, des micas blancs et de l'olivine magnésienne (Tableau 4.3). Le téphra LT2, issu de la même phase volcanique que le téphra GR2, montre une teneur en FeO moins importante que celle observée pour les téphras du LST (1,7 % contre 2,2 % en moyenne pour les verres. Les plagioclases du téphra LT2 montrent une teneur en oxyde de fer encore plus basse d'environ 0,8 %). À l'exception des plagioclases, les compositions chimiques de la plupart de ces minéraux semblent modifiées par un début d'altération. L'âge Allerød des téphras LT2 et GER2 serait compatible avec celui du complexe CF1a/CF1b et de la retombée de la Moutade émis par le Puys de la Nugère. Cette éruption très complexe a débuté par une phase phréatomagmatique très puissante dont les produits se sont largement dispersés vers l'Est.

#### 4.1.2.4.3 Les téphras Dryas récent

Dans le site du lac de Sewen (Vosges), un petit pic de susceptibilité localisé au début du Dryas récent correspond à la présence d'échardes de verre volcanique non altéré présentant souvent des formes dites en ailes de papillon (Figure 4.20) accompagnés de feldspaths aux bords très anguleux. Ces verres ont une composition rhyolitique (Tableau 4.2) identique à celle du Vedde Ash, provenant du volcan Katla (Islande), très distincte de celles des autres téphras rhyolitiques déposés durant le Tardiglaciaire et l'Holocène. La teneur en FeO est plus importante pour les téphras Dryas récent que pour les téphras plus anciens.

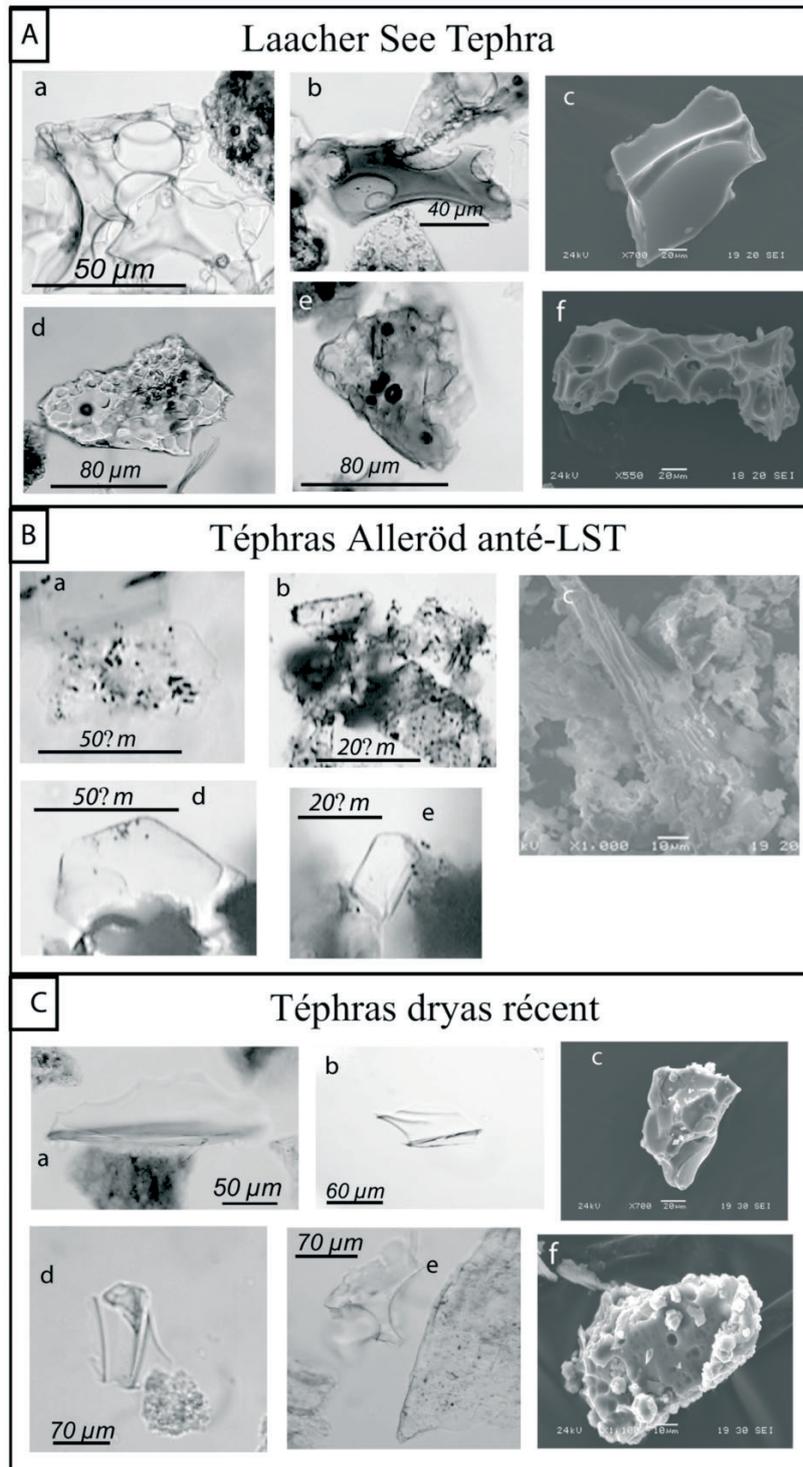


FIGURE 4.20 – Photographies de phénocristaux et échantillons de verre volcanique réalisées au microscope optique et au microscope électronique à balayage. A- Laacher See Tephra, a à f : échantillons de verre volcanique ; B- Téphras Allerød anté-LST, a à c : verre volcanique très altéré, d : mica, e : plagioclase ; C- Téphras Dryas récent, a à f : échantillons de verre volcanique (Walter-Simonnet *et al.*, 2008).

	Laacher See Tephra		Vedde Ash
	Gerzensee	Lac de Sewen	Lac de Sewen
Echantillon	GER1 / LST	SW2 / LST	SW1
SiO <sub>2</sub>	58,35 (0,88)	58,57 (1,07)	70,09 (1,32)
TiO <sub>2</sub>	0,51 (0,2)	0,52 (0,04)	0,15 (0,06)
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	19,78 (0,53)	19,74 (0,52)	13,36 (0,17)
FeO	2,3 (0,21)	2,12 (0,13)	3,72 (0,20)
MnO	0,19 (0,12)	0,13 (0,08)	0,16 (0,10)
MgO	0,27 (0,08)	0,26 (0,04)	0,21 (0,04)
CaO	1,74 (0,37)	1,53 (0,11)	1,26 (0,09)
Na <sub>2</sub> O	6,62 (0,51)	6,53 (0,86)	4,40 (0,23)
K <sub>2</sub> O	7,12 (0,73)	6,96 (0,45)	3,40 (0,15)
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,08 (0,03)	n.a.	0,06 (0,03)
Cl	0,29 (0,08)	0,22 (0,02)	0,16 (0,05)
F	0,16 (0,15)	n.a.	0,18 (0,08)
Total	97,41 (1,3)	97,05 (2,21)	97,07 (1,75)
Nb d'échardes analysées	16	10	7

TABLE 4.2 – Composition chimique (en pourcentage de poids d'oxydes d'éléments majeurs) des verres volcaniques du Laacher See Tephra et du Vedde Ash observés dans les sites du lac de Gerzensee et du lac de Sewen. L'écart-type est indiqué entre parenthèses (Walter-Simonnet *et al.*, 2008).

	SiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	FeO	MnO	MgO	CaO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Total
Etang du Lautrey											
LT2											
Verre (n=4)	51,61 (4,58)	0,23 (0,11)	20,70 (0,41)	1,70 (0,81)	0,06 (0,07)	0,48 (0,28)	6,78 (0,56)	5,25 (0,39)	1,23 (0,64)	0,23 (0,17)	88,26 (7,14)
Plagioclase (n=7)	56,48 (0,14)	0,24 (0,05)	26,04 (0,5)	0,83 (0,07)	0,02 (0,01)	0,12 (0,02)	9,51 (0,36)	5,5 (0,1)	0,59 (0,01)	0,08 (0,02)	99,41 (1)
Téphra La Nugère											
Etlicher <i>et al.</i> , 1987	54,99	2,29	16,04	7	0,23	2,44	5,47	4,45	3,8	-	97,24
Maury <i>et al.</i> , 1980	57,1	1,12	17,89	6,83	0,19	1,94	4,53	5,42	3,4	0,31	98,73

TABLE 4.3 – Composition chimique des verres volcaniques et de certains phénocristaux caractéristiques du téphra LT2 Allerød anté-LST observé dans le site de l'étang du Lautrey. Le nombre de grains et d'échardes analysés (n) et l'écart-type sont indiqués entre parenthèses (Walter-Simonnet *et al.*, 2008).

#### 4.1.2.4.4 Extension spatiale des dépôts de téphra

À partir des mesures de susceptibilité, des analyses chimiques et des datations radiocarbone, il a été possible de reconstituer l'extension spatiale des dépôts de téphra étudiés dans ce travail. La situation géographique des Vosges et du Jura, centrale par rapport à trois des principaux centres éruptifs actifs pendant le Tardiglaciaire, place ces deux massifs à l'intersection des nuages de dispersion du Laacher See Tephra, du Vedde Ash et de téphras provenant de la Chaîne des Puys. La figure 4.21 montre que ces téphras peuvent se disperser sur de très grandes surfaces, proportionnellement au type d'éruption donc à sa puissance et à sa fréquence.

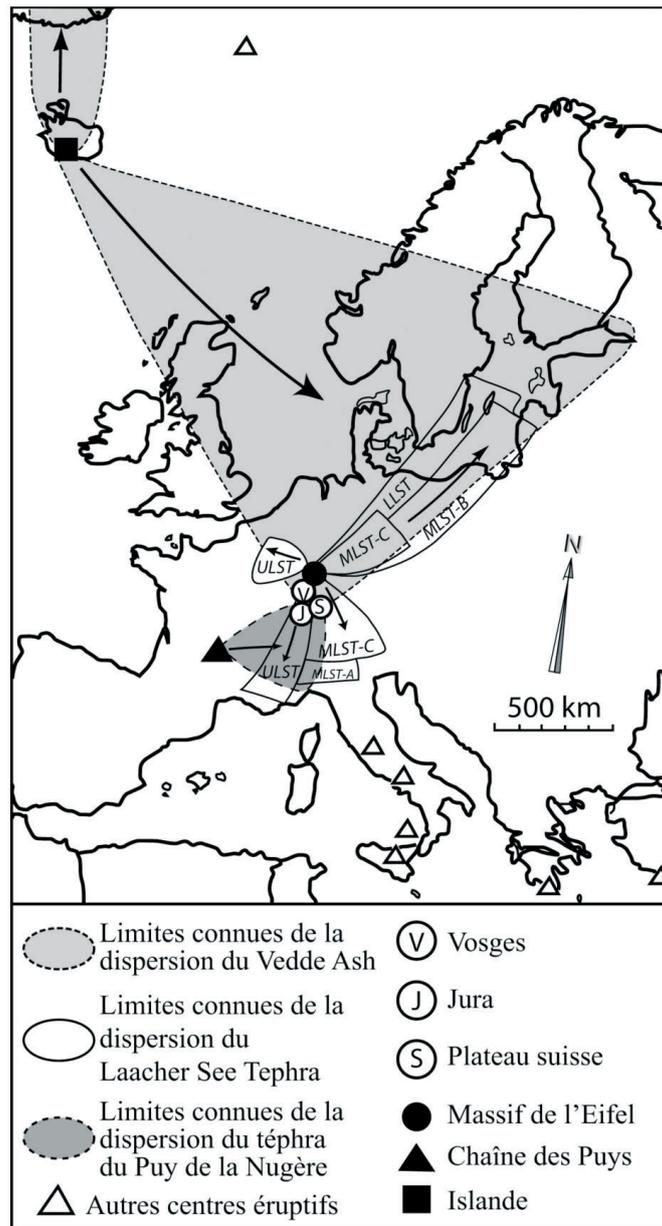


FIGURE 4.21 – Représentation des limites connues des nuages de dispersion du Laacher See Tephra, du Vedde Ash et des téphras attribués au Puy de la Nugère. LLST : première phase d'éruption (Lower LST); MLST-A,-B,-C : deuxième phase d'éruption (Middle LST) avec A, B et C correspondant aux trois phases du MLST; ULST : troisième phase d'éruption (Upper LST)(Walter-Simonnet *et al.*, 2008).

#### 4.1.2.5 Étude des propriétés magnétiques

L'étude des propriétés magnétiques des téphras issus du site du lac de Gerzensee et du lac de Sewen s'est axée autour de la mesure de leur susceptibilité magnétique et de sa dépendance fréquentielle ainsi que des mesures thermomagnétiques, d'hystérésis et d'ARI. Dans le cas présent, les mesures de la viscosité magnétique dans le domaine temporel n'ont pas été possibles car le signal était trop faible.

#### 4.1.2.5.1 Mesures de la susceptibilité magnétique et de sa dépendance fréquentielle

Les valeurs de la susceptibilité magnétique et de sa dépendance fréquentielle sont présentées dans la figure ci-dessous pour les trois échantillons de téphra sur lesquels porte cette étude (Tableau 4.4) (cf chapitre 3 pour le mode opératoire).

Le tableau 4.4 confirme les résultats obtenus par Walter-Simonnet *et al.* (2008), à savoir que GER2 montre la plus faible valeur de susceptibilité parmi les trois téphras étudiés. Les téphras GER1/LST et SW2/LST issus du Laacher See Tephra montrent des susceptibilités relatives beaucoup plus fortes, mais le téphra GER1/LST est trois fois moins susceptible que l'échantillon SW2/LST provenant du lac de Sewen.

Les paramètres  $\chi_{fd}(\%)$  et  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  suivent ces mêmes tendances. L'échantillon GER2 montre une dépendance fréquentielle nulle, tandis que les échantillons originaires du LST contiendraient une quantité non négligeable de grains responsables de la viscosité magnétique.

<i>Echantillon</i>	$\chi_{bf} (10^{-8} m^3/kg)$	$\chi_{fd}(\%)$	$\kappa_{qu}/\kappa_{ph}(\%)$
<b>GER1 / LST</b>	8	2,9	1,95
<b>GER2</b>	-2,4	0	0
<b>SW2 / LST</b>	23,7	4,1	2,8

TABLE 4.4 – Tableau récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), sa dépendance fréquentielle ( $\chi_{fd}(\%)$ ) et le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  pour les échantillons de téphra GER1/LST et GER2 du site du lac de Gerzensee (Plateau Suisse) et SW2/LST du site du lac de Sewen (Vosges).

#### 4.1.2.5.2 Mesures thermomagnétiques

Les courbes  $\kappa - T$  des échantillons de téphra sur lesquels porte cette étude sont illustrées par la figure 4.22 (cf chapitre 3 pour le mode opératoire).

Les courbes  $\kappa - T$  obtenues en cours de chauffe pour les trois téphras de cette étude montrent seulement une chute de la susceptibilité magnétique entre 500°C et 600°C (aucun pic de susceptibilité à 500-550°C n'est observé, contrairement à la séquence loess/paléosols de Saint-Pierre-lès-Elbeuf). La détermination des températures de Curie indiquent la présence dans les trois cas de magnétite, cette phase étant probablement substituée pour les échantillons du lac de Gerzensee ( $T_c \sim 550^\circ\text{C}$ , présence de titanomagnétites pauvres en titane?), contrairement à l'échantillon du lac de Sewen qui montre une température de Curie de l'ordre de 580°C. Il semblerait aussi que les trois téphras montrent la présence d'un peu d'hématite, surtout GER2.

Les courbes  $\kappa - T$  obtenues au cours du refroidissement (Figure 4.22 en bas) indiquent la néoformation probable d'un peu de magnétite plus ou moins substituée.

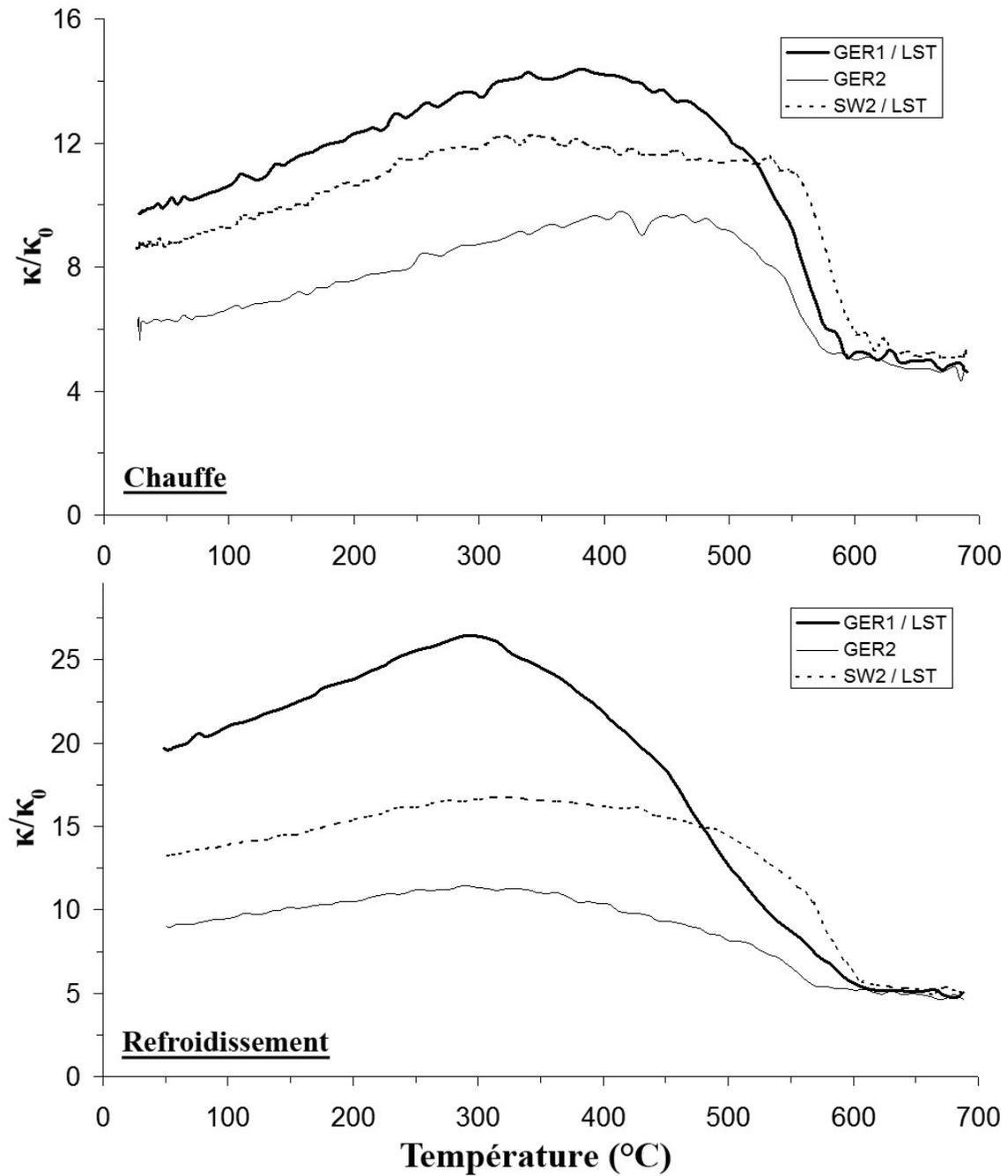


FIGURE 4.22 – Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air en cours de chauffe (figure du haut) et de refroidissement (figure du bas) pour les échantillons de téphra GER1/LST et GER2 du site du lac de Gerzensee (Plateau Suisse) et SW2/LST du site du lac de Sewen (Vosges). La susceptibilité mesurée  $\kappa$  est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante  $\kappa_0$ .

### 4.1.2.5.3 Mesures d'hystérésis et de l'aimantation rémanente isotherme (ARI)

La figure 4.23 et le tableau 4.5 illustrent respectivement les cycles d'hystérésis et les courbes d'ARI obtenus pour les trois téphras étudiés, ainsi que les paramètres déduits de ces mesures (cf chapitre 3 pour le mode opératoire).

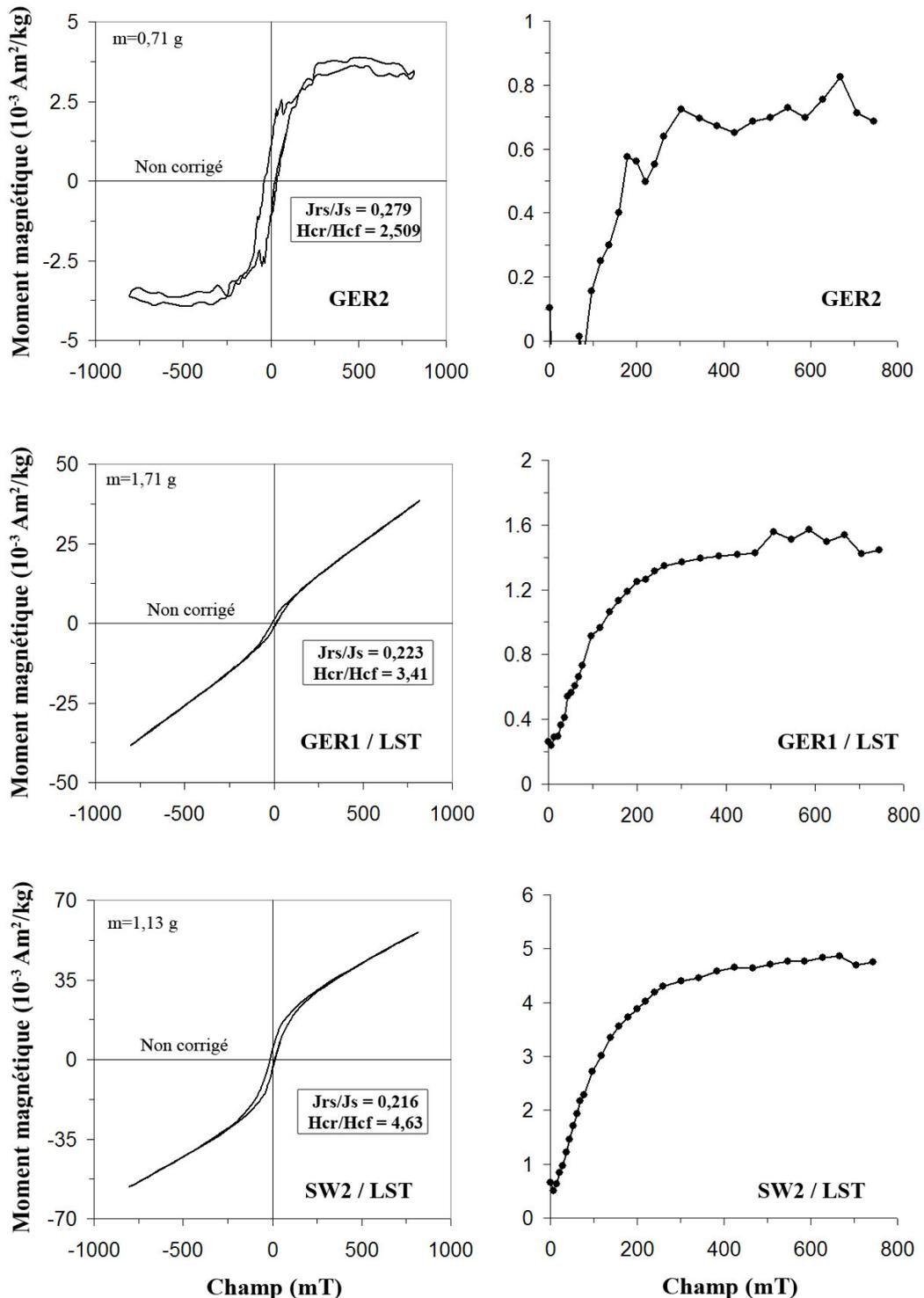


FIGURE 4.23 – Cycles d'hystérésis (non corrigés pour la contribution dia/paramagnétique) et courbes d'acquisition de l'aimantation rémanente isotherme pour les échantillons de téphra GER1/LST et GER2 du site du lac de Gerzensee (Plateau Suisse) et SW2/LST du site du lac de Sewen (Vosges).

Echantillon	$J_s$ ( $10^{-3}$ $Am^2/kg$ )	$J_{rs}$ ( $10^{-3}$ $Am^2/kg$ )	$H_{cf}$ (mT)	$H_{cr}$ (mT)	$J_{rs}/\chi$ ( $10^3 A/m$ )	$ARI_{100mT}/J_{rs}$
<b>GER1 / LST</b>	5,36	1,2	18,26	62,3	14,9	0,76
<b>GER2</b>	3,98	1,11	30,8	77,3	-46,4	0,14
<b>SW2 / LST</b>	21,11	4,57	15,42	71,4	19,3	0,59

TABLE 4.5 – Tableau récapitulant les valeurs de l'aimantation à saturation ( $J_s$ ), de l'aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ), du champ coercitif ( $H_{cf}$ ), du champ coercitif rémanent ( $H_{cr}$ ) et du rapport de l'aimantation rémanente à saturation sur la susceptibilité magnétique ( $J_{rs}/\chi$ ) pour les échantillons de téphra GER1/LST et GER2 du site du lac de Gerzensee (Plateau Suisse) et SW2/LST du site du lac de Sewen (Vosges).

Les téphras originaires du LST se distinguent nettement du téphra Allerød qui leur est antérieur. Ils montrent en effet des cycles un peu plus étroits avec des champs coercitifs deux fois plus petits (Tableau 4.5) et leurs paramètres  $J_s$  et  $J_{rs}$  sont plus élevés, surtout pour l'échantillon du lac de Sewen. L'acquisition d'une ARI est difficile pour l'échantillon GER2 pour lequel la saturation n'est pas atteinte, contrairement aux deux autres téphras. Cependant, la saturation ne semble pas tout à fait acquise même pour ces deux échantillons : la présence d'un peu d'hématite couplée à celle de la magnétite pourrait en être la raison. Mais l'absence d'effet dit « taille de guêpe » indique que cette contribution de minéraux de rémanence plus forte doit être relativement faible, mais suffisante pour doubler les valeurs de  $H_{cr}$  généralement obtenues pour de la magnétite monodomaine (Hunt *et al.*, 1995 ; Roberts, 1995 ; Maher, 1988).

Les rapports  $J_{rs}/J_s$  et  $H_{cr}/H_{cf}$  calculés pour les trois téphras ont été positionnés dans un diagramme de Day (Figure 4.24).

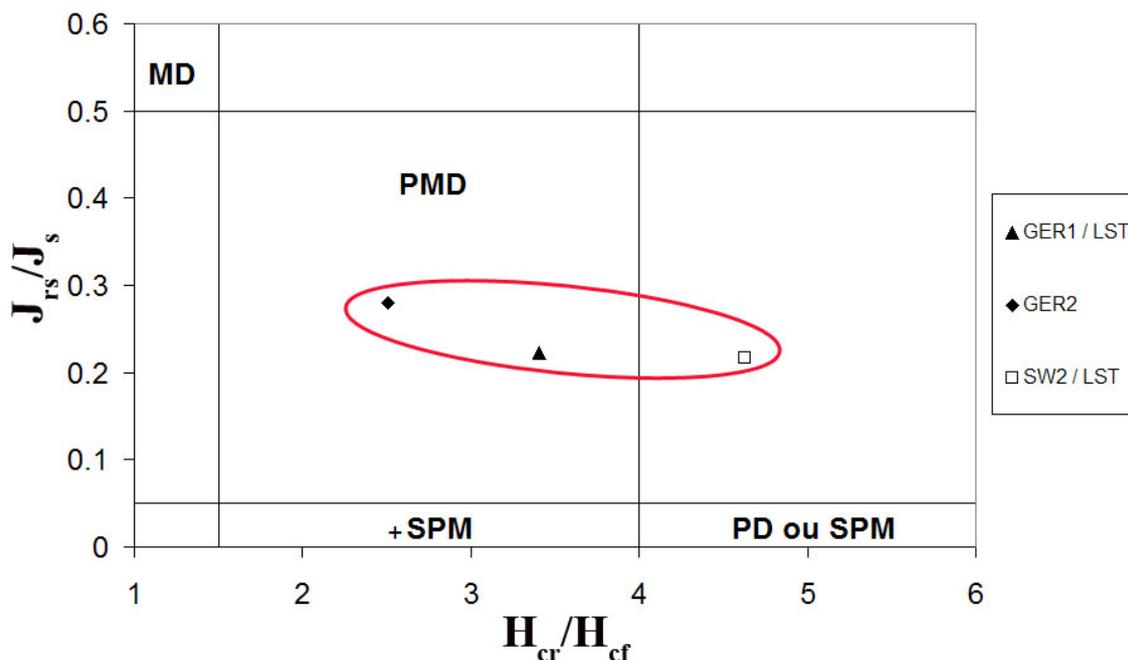


FIGURE 4.24 – Diagramme de Day (Day *et al.*, 1977) indiquant la répartition des échantillons de téphra GER1/LST et GER2 du site du lac de Gerzensee (Plateau Suisse) et SW2/LST du site du lac de Sewen (Vosges) en fonction des rapports  $J_{rs}/J_s$  et  $H_{cr}/H_{cf}$ . MD : monodomaine ; PMD : pseudo-monodomaine ; PD : polydomaine ; SPM : superparamagnétique.

Contrairement à ce que l'on peut observer pour les sols étudiés dans l'ensemble de ce travail, les échantillons de téphra ne sont pas groupés au sein du diagramme de Day et montrent un étalement des valeurs de champs coercitifs : l'échantillon GER2 fait partie de la catégorie PMD mais se rapproche de la catégorie MD (d'où son cycle d'hystérésis plus large), tandis que le téphra GER1/LST situé lui aussi dans la catégorie PMD se rapproche des PD/SPM (cycle d'hystérésis plus étroit). Le téphra originaire du lac de Sewen dépasse quant à lui la catégorie PMD et semble plus proche encore de la catégorie PD/SPM.

La position des téphras dans le diagramme de la figure 4.25 indique qu'ils se situent entre la catégorie PMD et MD pour de la magnétite et qu'ils se rapprochent de la zone de l'hématite. La position de ces échantillons n'est pas la même que celle généralement observée pour les sols. Le téphra GER2 ayant un rapport  $J_{rs}/\kappa$  négatif n'apparaît pas dans le diagramme.

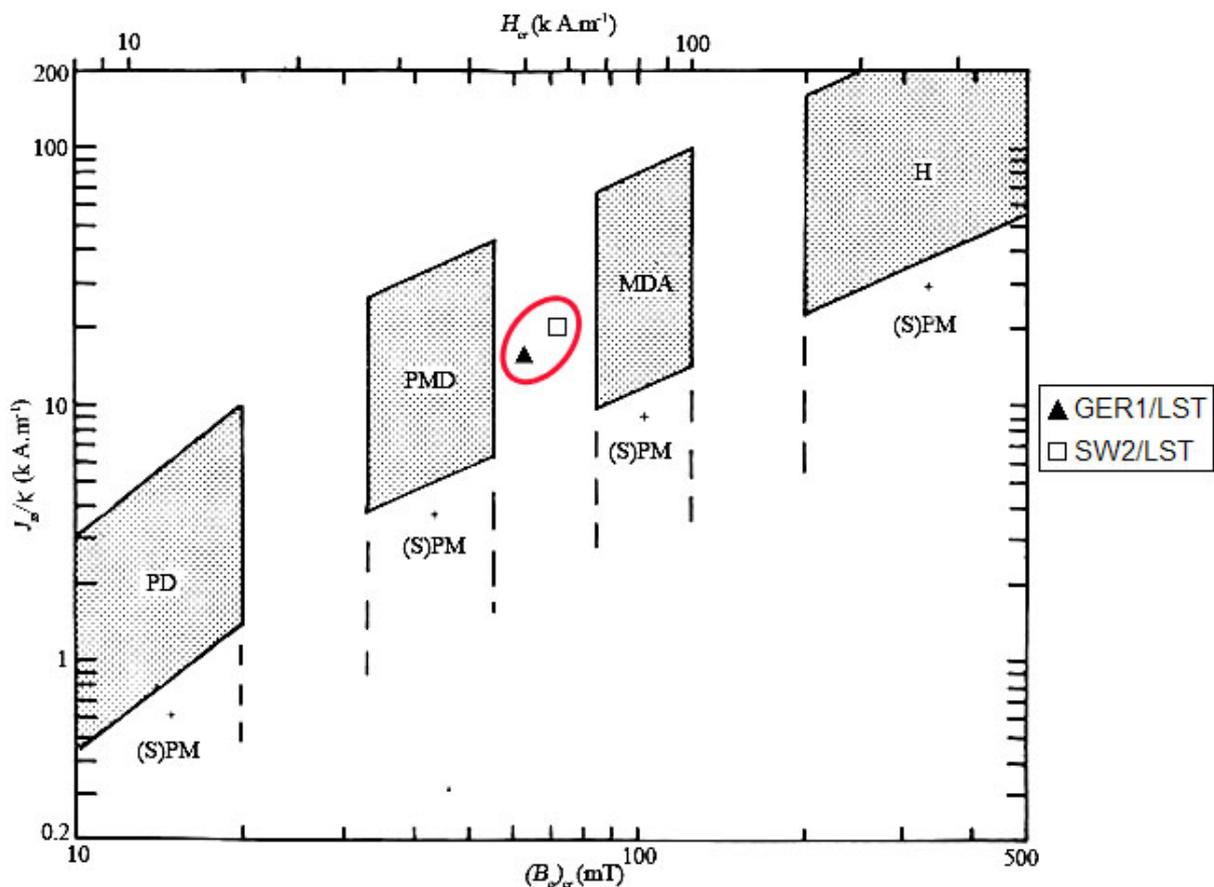


FIGURE 4.25 – Diagramme de la représentation du rapport  $J_{rs}/\kappa$  en fonction de  $H_{cr}$  (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986) pour les échantillons de téphra GER1/LST du site du lac de Gerzensee (Plateau Suisse) et SW2/LST du site du lac de Sewen (Vosges). Les magnétites polydomaines (MD pour « multidomain » en anglais), pseudo-monodomaines (PSD pour « pseudo single-domain » en anglais) et monodomaines allongées (ESD pour « elongated single-domain » en anglais) se situent dans la moitié gauche du diagramme. L'hématite (H) se situe en haut à droite du diagramme. Les mélanges contenant des grains (super)paramagnétiques se situent davantage dans la partie inférieure.

La figure 4.26 confirme les résultats précédents en indiquant que SW2/LST est plus riche en grains de magnétite que GER1/LST, et que SW2/LST serait composé de grains de magnétite deux fois plus petits (2 à 4  $\mu\text{m}$  contre 4 à 6  $\mu\text{m}$ ) que GER1/LST.

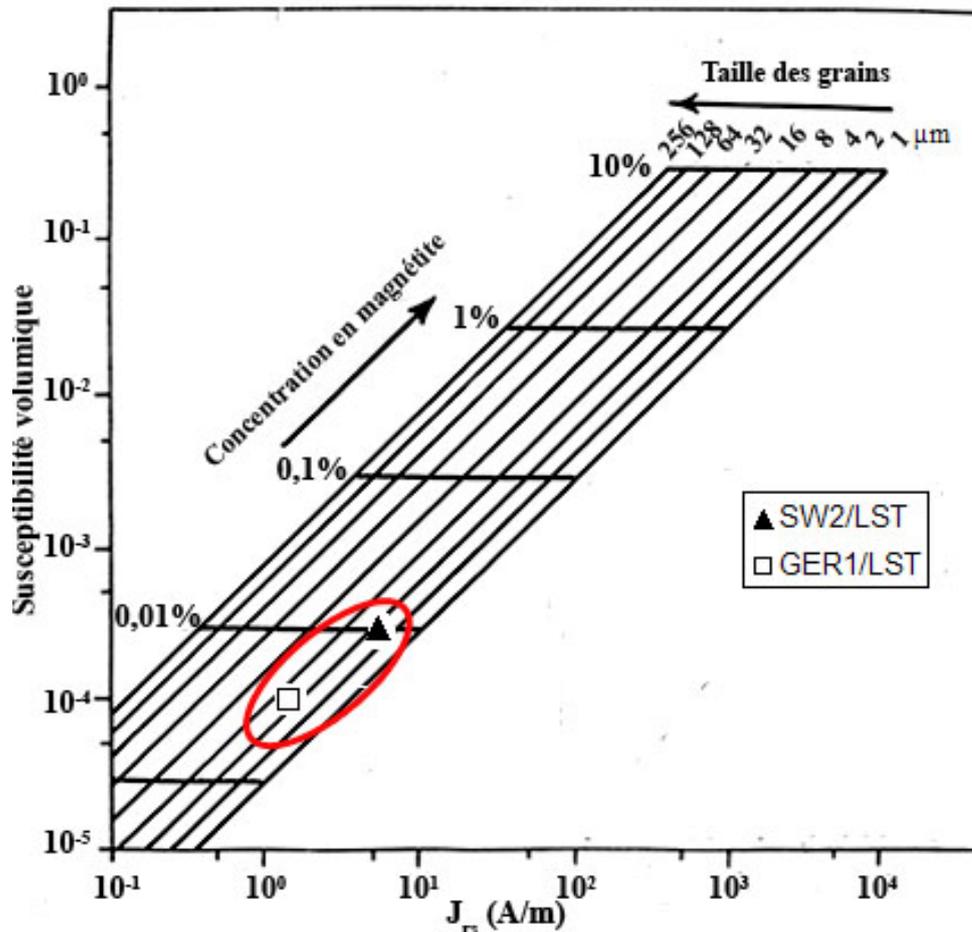


FIGURE 4.26 – Diagramme bilogarithmique indiquant la relation entre susceptibilité magnétique volumique ( $\kappa$ ) et aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ) pour les échantillons de téphra GER1/LST du site du lac de Gerzensee (Plateau Suisse) et SW2/LST du site du lac de Senwen (Vosges). La grille sur laquelle sont placés les points pour notre étude est établie pour de la magnétite pure. L'amplitude de  $\kappa$  renseigne sur la concentration en magnétite tandis que le rapport  $\kappa/J_{rs}$  renseigne sur la taille des grains (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986).

#### 4.1.2.6 Synthèse concernant les téphras tardiglaciaires des massifs des Vosges et du Jura

Les résultats acquis concernant l'étude de certains dépôts de téphra tardiglaciaires des massifs des Vosges et du Jura indiquent que ces dépôts, même invisibles à l'oeil nu (« cryptotéphras »), se distinguent par de plus fortes susceptibilités magnétiques que les niveaux tourbeux ou crayeux généralement rencontrés dans les sédiments lacustres.

Cette étude a montré que les téphras du Laacher See Tephra, de composition phonolitique, montrent de plus fortes propriétés magnétiques (susceptibilité, dépendance fréquentielle, aimantation à saturation) que les téphras originaires du Puy de la Nugère de composition trachy-andésitique. L'analyse chimique montre effectivement une teneur en fer plus importante dans les téphras du LST que dans ceux du Puy de la Nugère. Cependant, l'altération du cortège minéral de ces derniers pourrait expliquer leurs plus faibles propriétés magnétiques.

De façon générale, les téphras se distinguent des sols par l'absence de pic autour de 500°C, donc *a priori* de magnétite monodomaine d'origine bactérienne, ainsi que par un étalement des

valeurs des champs coercitifs. La viscosité magnétique peut être nulle.

L'extension des nuages de dispersion varie selon le type d'éruption volcanique, donc de sa puissance, ainsi que de la fréquence d'éruption. La spatialisation des retombées de cendres volcaniques peut être très grande comme cela a été prouvé pour le Laacher See Tephra et le Vedde Ash, et la contribution de ces dépôts dans le signal magnétique d'un horizon donné peut ne pas être négligeable.

## 4.2 Sites anthropisés

### 4.2.1 Le site post-néolithique de Papferding (Bavière, Allemagne)

#### 4.2.1.1 Présentation du site

Papferding est une commune située au Sud de l'Allemagne, en Bavière, à une vingtaine de kilomètres au Nord-Est de Munich (Figure 4.27). Ce site a la particularité d'avoir été occupé au Bronze ancien (2 000-1 500 av. J.-C.), puis au second Âge du Fer, avec à cette période la construction d'un enclos (200-300 av. J.-C. jusqu'à 50 av. J.-C.).



FIGURE 4.27 – Localisation géographique de la ville de Papferding (Bavière, Allemagne).

#### 4.2.1.2 Contexte archéologique

##### 4.2.1.2.1 Localisation de l'enclos

Plusieurs études menées à Papferding ont permis de localiser l'ancien enclos datant du second Âge du Fer.

Dans les années 1950, une étude altimétrique de la zone a révélé des différences de hauteur d'environ deux mètres sur la parcelle, confirmant les traces du rempart et du fossé de l'ancien enclos (Figure 4.28).

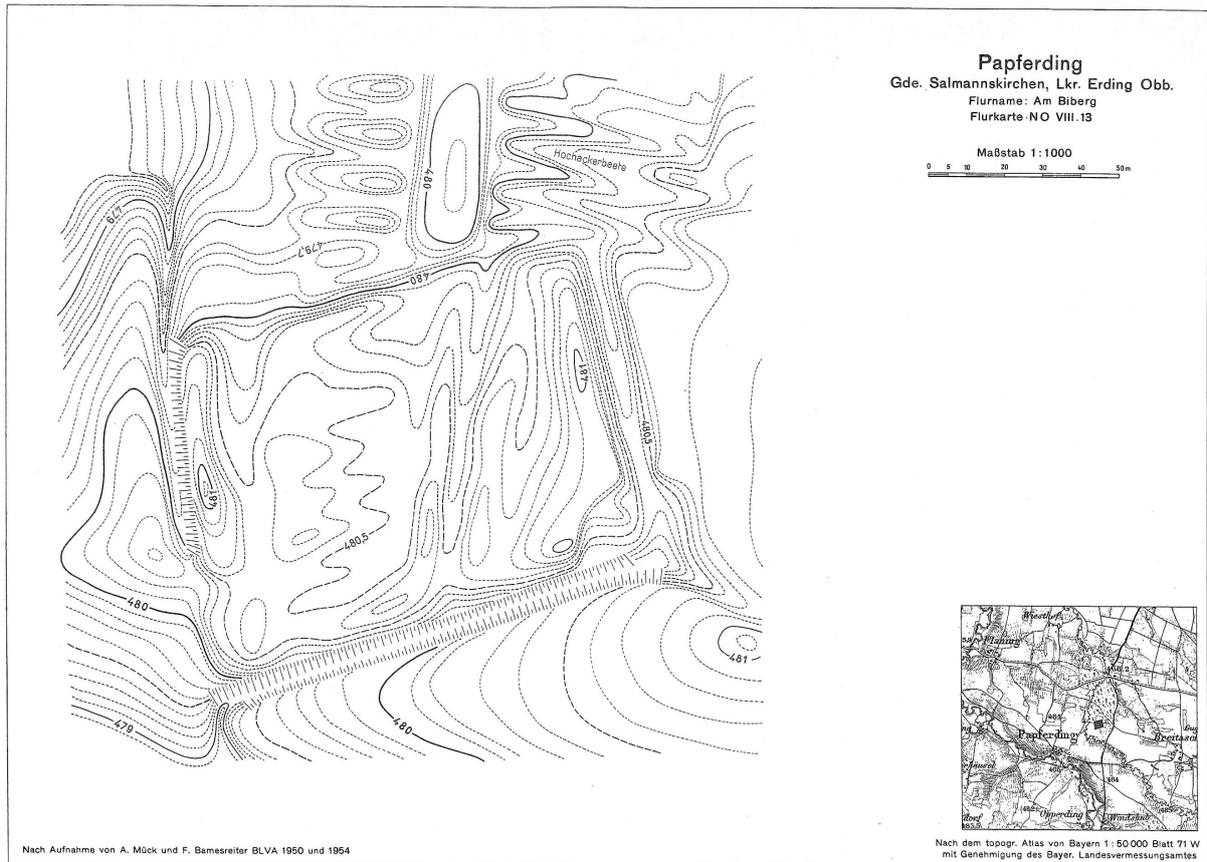


FIGURE 4.28 – Carte établie dans les années 1950 précisant la topographie de la zone où se situe l’ancien enclos de Papferding à cette époque (Schwarz, 1959).

L’enclos a également été mis en évidence en 1979 par photographie aérienne comme cela est visible sur la figure 4.29).



FIGURE 4.29 – Photographie aérienne de l’ancien enclos celtique de Papferding prise par O. Braasch (1979) (tiré de Berghausen et Krause, 2006). L’enclos apparaît en blanc au centre de la photo.

Plus récemment, une prospection magnétique<sup>4</sup> a été effectuée par Karin Berghausen pour préciser la localisation de l'ancien enclos (Berghausen et Krause, 2006). La carte magnétique permet de délimiter les contours de l'ancien enclos et indique la présence de gravats dans la partie Est, mais peu d'informations ont été récoltées concernant le fossé (anomalie 1, figure 4.30). Les anomalies compactes 5 à 7 montrent une polarité normale (frange négative au Nord, positive au Sud) et pourraient correspondre à des fours étant donné leur forte amplitude. Les anomalies 8 à 9 pourraient également correspondre à des zones ayant été chauffées (Figure 4.30). Les anomalies de plus faible intensité 10 à 14, de forme carrée ou rectangulaire, pourraient correspondre à des bâtiments dont les seules traces visibles en prospection magnétique sont celles de probables trous de poteau plus magnétiques que l'encaissant. L'anomalie 14 pourrait être le bâtiment principal du fait de sa plus grande taille. Mais il est important de noter que ces hypothèses n'ont pas été vérifiées et qu'une fouille archéologique devra être réalisée.

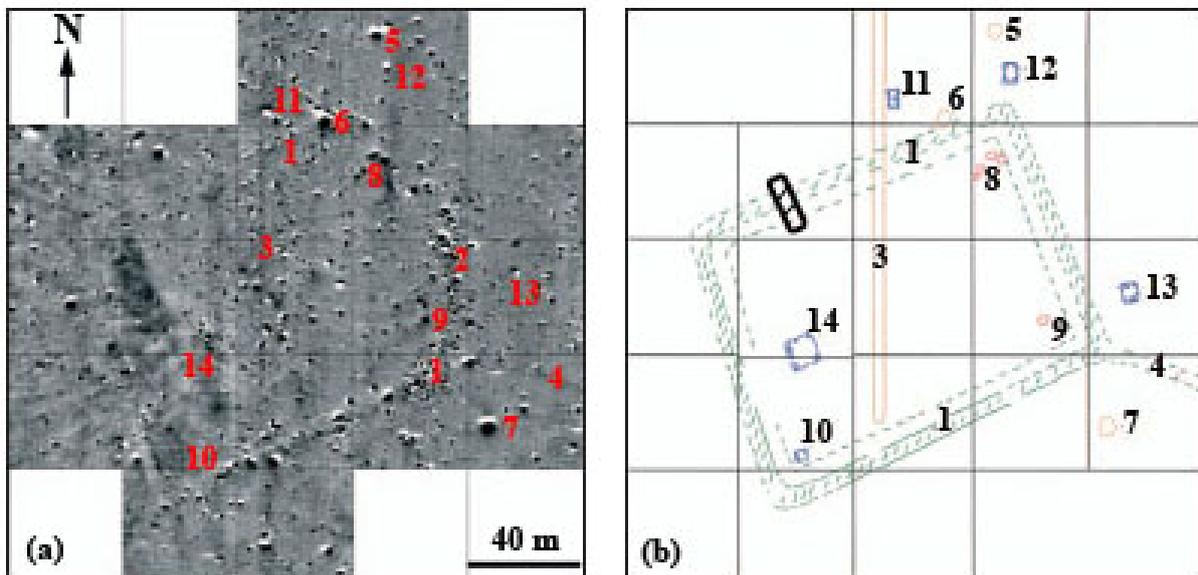


FIGURE 4.30 – (a) : Carte magnétique de la zone où se trouve l'ancien enclos celtique de Papferding (Berghausen et Krause, 2006). L'appareil utilisé est un magnétomètre à vapeur de césium Scintrex SM4G-Special; (b) : Interprétation de la carte magnétique. 1 : fossé; 2 : gravats; 3-4 : anciennes limites parcellaires; 5-7 : fours (?); 8-9 : zones chauffées (?); 10-14 : bâtiments (?) (Berghausen et Krause, 2006). La tranchée ouverte au cours de notre étude est représentée par le rectangle noir hachuré.

#### 4.2.1.2.2 Ouverture du site

À la suite de la prospection magnétique menée par Karin Berghausen, une tranchée a été ouverte sur une dizaine de mètres de long et deux mètres de haut environ en octobre 2007 (Figure 4.31), dans le but d'étudier plus précisément la zone. L'excavation a été réalisée dans la partie Nord de l'ancien enclos, perpendiculairement au fossé détecté par la prospection magnétique (Figure 4.30).

4. Pour plus de détails concernant le principe de la prospection magnétique, se référer à la partie 4.2.2.3.1 du chapitre 4.



FIGURE 4.31 – Photographie de l'ouverture de la tranchée dans la partie Nord de l'ancien enclos celtique de Papferding (cliché pris par Karin Berghausen, octobre 2007). Le profil situé le plus à l'Est est nommé profil 1 ; le profil situé le plus à l'Ouest, nommé profil 2, est celui que nous avons étudié en laboratoire.

Deux profils verticaux sont visibles sur la figure 4.31 : le profil 1 est situé le plus à l'Est et le profil 2 le plus à l'Ouest. Ils sont illustrés plus en détail par les figures 4.32 et 4.33, et montrent la présence de nombreuses couches plus ou moins superposées. Au total, dix-neuf niveaux ont été identifiés pour le profil 1, contre vingt-cinq pour le profil 2.

Parmi ces nombreuses couches, deux zones distinctes ont été mises en évidence sur les deux profils (Figures 4.32 et 4.33) :

- Dans la partie Sud de la tranchée se trouve l'ancien rempart (ou mur) surmontant des remplissages datant du Bronze ancien (sur environ 11 m de long) ;
- Dans sa partie Nord se trouve l'ancien fossé duquel a été extrait le matériel pour ériger le rempart (sur environ 6 m de long).

Une zone chauffée datant du Bronze ancien a aussi été identifiée dans les couches 5 et 6 du profil 2 et cinq échantillons ont été prélevés et analysés dans cette zone (Figures 4.33 et 4.34).

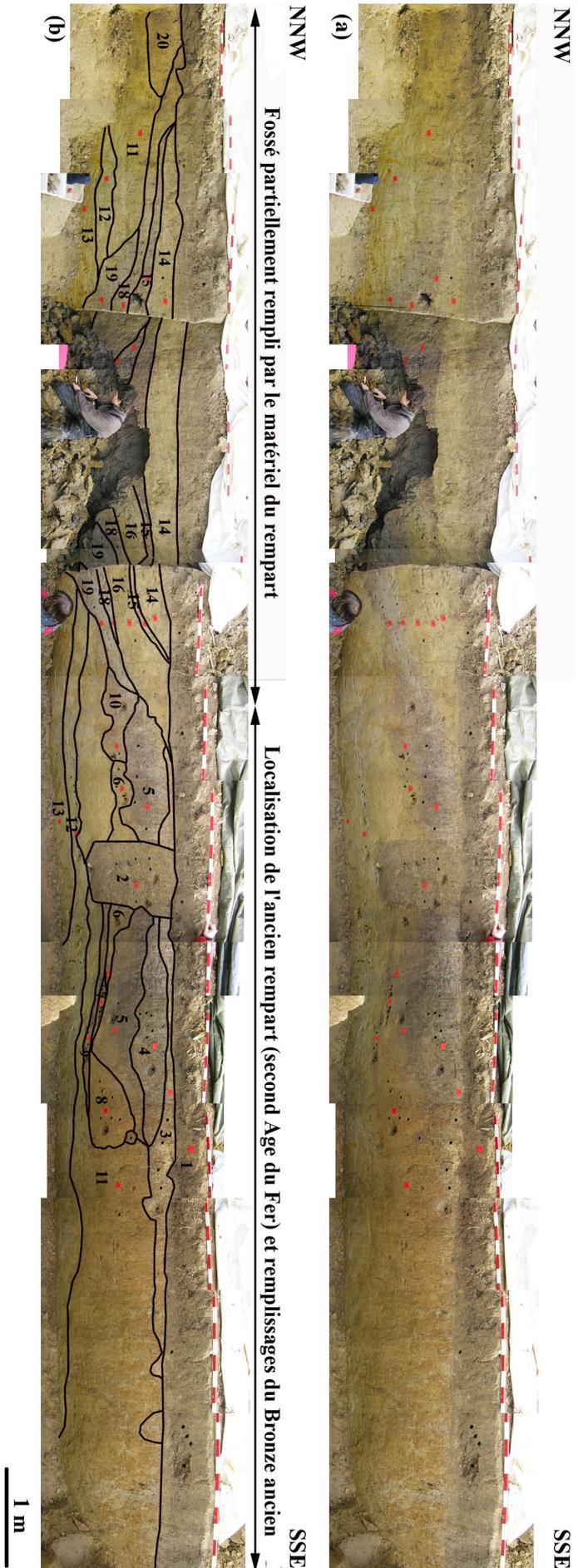


FIGURE 4.32 – (a) : Photographie du profil 1 (les points rouges correspondent à des étiquettes placées par l'archéologue sur le terrain pour identifier les différentes couches). L'effondrement de ce profil dans sa partie NNW est bien visible ; (b) : Interprétation du profil 1. couche 1 : horizon *Ap* ; couche 2 : couche moderne remaniée pour l'irrigation ; couche 3 : horizon *Ah* fossile (non naturel) ; couches 4 à 10 : remplissages du Bronze ancien ; couches 11 à 13 : horizons naturels non anthropisés (*ante* Bronze ancien) ; couches 14 à 19 : remplissages (médiévaux ?) du fossé par le matériel du rempart. Aucune trace du rempart en place n'a été trouvée sur ce profil.

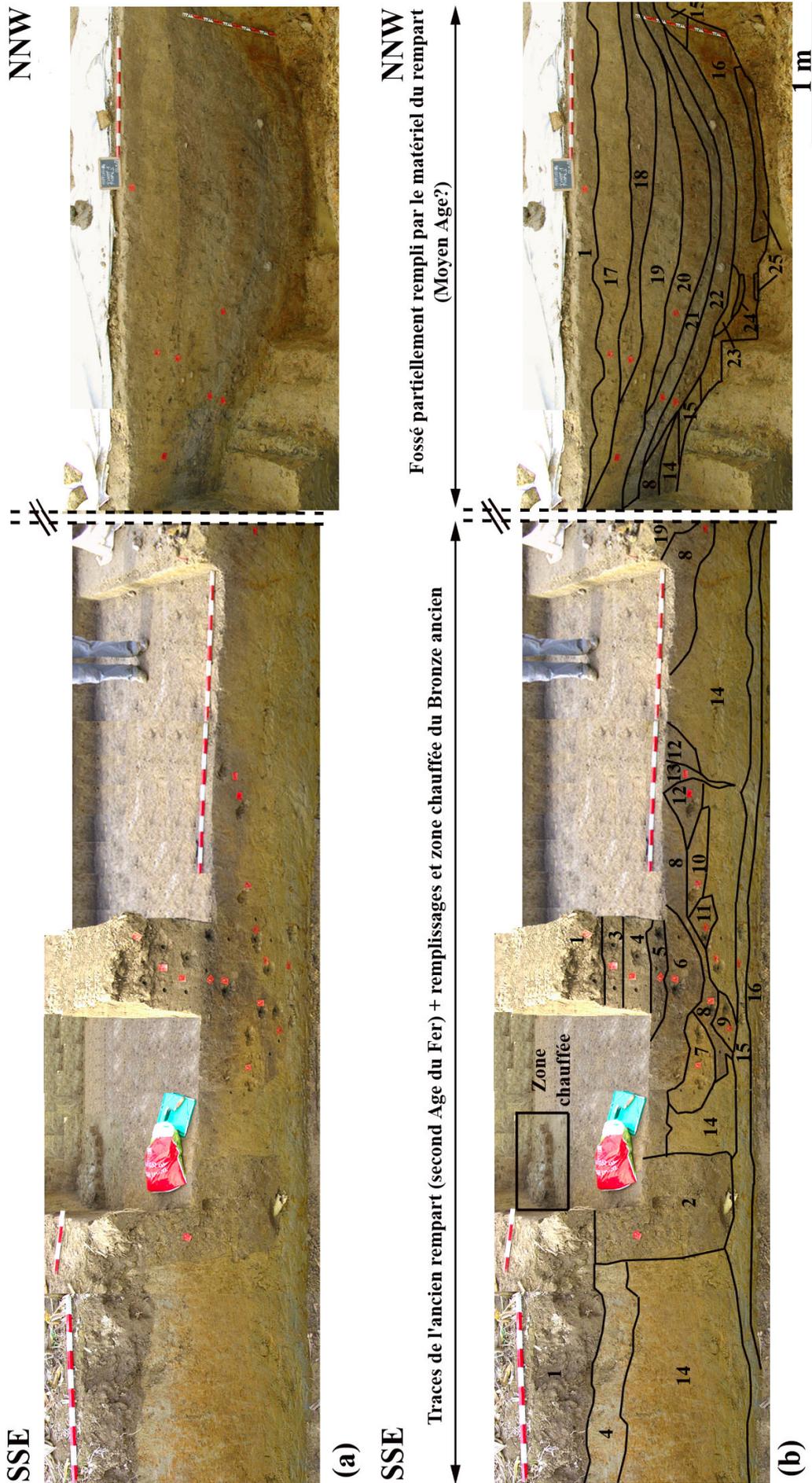


FIGURE 4.33 – (a) : Photographie du profil 2 (les points rouges correspondent à des étiquettes placées par l'archéologue sur le terrain pour identifier les différentes couches). Les traits noirs en pointillés indiquent qu'il manque une zone de quelques centimètres; (b) : Interprétation du profil 2. couche 1 : horizon *Ap*; couche 2 : couche moderne remaniée pour l'irrigation; couche 3 : reste du rempart datant du second Âge du Fer et ancien horizon *Ah*; couche 4 : horizon *Ah* fossile (non naturel); couches 5 à 13 : remplissages du Bronze ancien; couches 15 à 16 : horizons naturels non anthropisés (*ante* Bronze ancien); couches 17 à 22 : remplissages (médiévaux?) du fossé par le matériel du rempart; couches 23 à 24 : restes du fossé celtique?; couche 25 : couche naturelle (partie supérieure du sol morainique). Une description pédologique et archéologique plus détaillée est proposée dans les figures 4.6 et 4.7). Une zone chauffée datant du Bronze ancien a aussi été encadrée en noir et cinq de ses échantillons ont été étudiés.

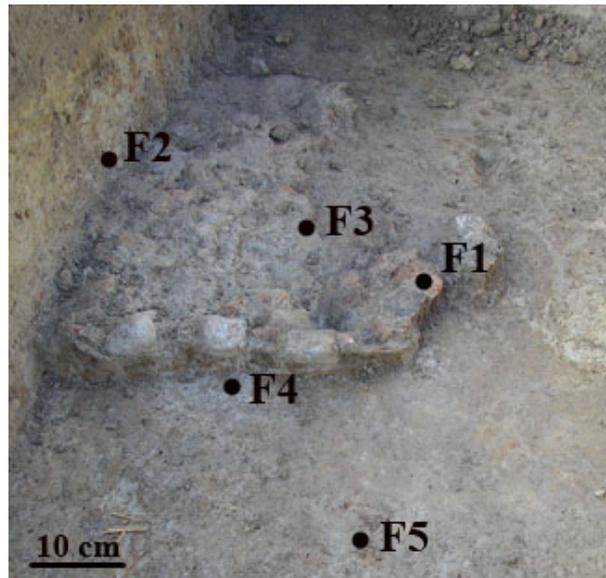


FIGURE 4.34 – Photographie de la zone chauffée située dans les couches 5 et 6 du profil 2 et localisation des cinq prélèvements effectués (F1 à F5).

À la vue de ces données, nous avons orienté notre travail autour de ces trois grands ensembles dont les caractéristiques pédologiques et archéologiques sont résumées dans les tableaux 4.6, 4.7 et 4.8.

#### 4.2.1.2.3 Interprétation archéologique du site

L'étude macroscopique des différents niveaux du profil 2 nous a conduit à la reconstitution archéologique suivante :

À l'Âge du Bronze (Bronze ancien, vers 2 000-1 500 av. J.-C.), une grande fosse a été creusée dans les loess, probablement dans le but d'extraire de l'argile pour faire des poteries. Cette fosse devait correspondre à l'emplacement d'un ancien atelier d'artisanat utilisé pendant quelques années voire plus. Le re-remplissage du trou s'est alors fait progressivement : il correspond aux couches 5 à 13. La couche 13, profonde, correspondrait au premier (donc au plus vieux) remplissage, tandis que la couche 5 correspondrait au dernier remplissage, donc au plus récent. La plupart des poteries et objets trouvés se situent dans la couche 5 et leurs caractéristiques typologiques ont permis de dater cet horizon à l'Âge du Bronze. La couche 5 est également très riche en charbons de bois ce qui indique l'utilisation du feu. Cette dernière est aussi attestée par la présence d'une zone chauffée où nous avons trouvé un « four ». Ce dernier est contemporain de la zone artisanale datant de l'Âge du Bronze puisqu'il se situe dans les couches de remplissage 5 et 6. Les remplissages datant de l'Âge du Bronze auraient été complètement réalisés avant le départ de la population à cette époque. Des dépôts colluviaux se seraient mis en place par la suite en comblant le reste de la dépression dans la partie supérieure de la fosse (couche 4).

Quand une nouvelle population arriva sur le site environ quinze siècles plus tard, au second Âge du Fer, un enclos carré fut construit à l'endroit même où s'étaient installées auparavant les populations à l'Âge du Bronze.

Malgré une certaine difficulté à dater la mise en place de l'enclos, il est vraisemblable qu'il a été construit dans les deux derniers siècles précédant notre ère, entre 200 et 50 av. J.-C. Il

est aussi possible qu'une implantation celtique ait eu lieu avant que le fossé ne soit creusé pour construire le rempart de l'enclos. La couche 3 correspond probablement à une petite partie de l'ancien rempart celtique et au reste de l'horizon A qui fut plus tard recouvert par le matériel déblayé du fossé. Dans les deux profils excavés au cours de notre étude, seule la base de la couche 3 du profil 2 est susceptible de correspondre à une partie du matériel du rempart. Elle se caractérise par la présence de concrétions ferromanganiques à sa base. Le remplissage complet du fossé au NNW de la tranchée creusée pour notre étude montre que beaucoup de matériel a dû être utilisé pour construire le rempart et que ce dernier devait être important. Après son utilisation par les celtes, le rempart s'est progressivement affaissé du fait de l'érosion et de l'agriculture et son matériel est probablement venu remplir progressivement le fossé adjacent creusé initialement pour élever le rempart de l'enclos.

Cependant, un problème se pose quant à l'époque de remplissage du fossé (couches 17 à 24) : est-il d'âge celtique, contemporain de la destruction du rempart de l'enclos au second Âge du Fer, ou bien est-il plus tardif, d'époque médiévale, contemporain de la mise en place progressive de l'agriculture utilisant des billons\* ?

En effet, les études menées par l'archéologue Harald Krause sur de nombreux enclos celtiques de la région, attestent que, sur des champs d'environ 8 à 12 m de large sur 100 m de long, des billons étaient mis en place afin d'éliminer les surplus d'eau et faciliter ainsi le labour. Chaque petit champ était séparé par un rempart au milieu et un fossé de chaque côté. Par ce moyen, l'eau était collectée dans les fossés entourant les champs puis éliminée par écoulement gravitaire vers la rivière. Dans le cadre du profil 2 sur lequel porte notre étude, les remplissages celtiques du fossé ont pu être curés à une ou plusieurs reprises au Moyen Âge pour maintenir le drainage du champ. Des traces de labour liées à l'agriculture sont d'ailleurs encore visibles dans la forêt située au Nord de l'enclos. Une reconstitution de l'environnement sur les deux derniers siècles a été effectuée dans la zone de l'enclos comme le montre la figure 4.35 (Berghausen et Krause, 2006). On s'aperçoit qu'en 1814 le site était encore couvert par la forêt, pour être par la suite progressivement reconquis par l'agriculture.

Les remaniements liés à l'agriculture pourraient expliquer le fait qu'aucun objet, sauf quelques galets de quartz, n'a été trouvé dans les couches 17 à 25, alors qu'il est généralement très fréquent de trouver des tessons et des os dans ce genre de fossé. À l'inverse des couches 17 à 22, les couches 23 et 24 pourraient correspondre à une partie du fossé celtique original.

Plus récemment, les restes du rempart celtique ont été remaniés par les agriculteurs au début des années 1980 (Figure 4.35) et utilisés pour niveler le fossé dans le but d'aplanir le champ (Figure 4.29). La couche 17 correspond à ce matériel de remplissage.

Un autre exemple de l'impact de l'agriculture et du problème de la gestion de l'eau dans cette zone est illustré par la couche 2 dans laquelle un drain en plastique permettant l'écoulement a été trouvé (Figure 4.33). La forte présence d'eau sur le site se traduit d'ailleurs par de nombreux horizons de gley et de pseudogley à la base de la tranchée et dans le fossé de l'ancien enclos (Figures 4.33 et 4.7).

Couche	Couleur	Texture	Observation	Période	Interprétation
1	Brune	Limono-argileuse	Quelques racines	Actuelle	Horizon Ap* (couche de labour superficielle)
2	Brune-jaune	Limono-argileuse	- Peu de racines - Présence d'un tuyau moderne pour l'irrigation	Très récente	Couche artificielle remaniée pour l'irrigation
3	Grise-jaune	Limono-argileuse	Concrétions ferromanganiques et noires à sa base	Second Âge du Fer	- Hydromorphie temporaire - Reste du rempart « celte » (ancien horizon Ah* ?)
4	Grise claire	Limono-argileuse		Bronze ancien	Horizon Ah fossile, premier remplissage anthropique
5	Grise foncée	Limono-argileuse	Nombreux objets (poteries, briques, galets, charbons)	Bronze ancien	Remplissage anthropique
6	Grise foncée	Limono-argileuse	Fragments de briques, petits charbons	Bronze ancien	Remplissage anthropique
7	Jaune et grise claire	Limono-argileuse	Petites concrétions noires	Bronze ancien	Remplissage anthropique
8	Grise-jaune	Limono-argileuse	Petits charbons	Bronze ancien	Remplissage anthropique
9	Jaune (dominant) et grise	Limono-argileuse	Petites concrétions noires	Bronze ancien	Remplissage anthropique
10	Jaune-grise	Limono-argileuse		Bronze ancien	Remplissage anthropique
11	Jaune-grise	Limono-argileuse		Bronze ancien	Remplissage anthropique
12	Grise foncée	Limono-argileuse	Petits charbons	Bronze ancien	Remplissage anthropique
13	Grise foncée	Limono-argileuse	- Petits charbons - Grosse racine d'arbre	Bronze ancien	Remplissage anthropique
14	Grise claire à jaune	Limono-argileuse	Petites concrétions noires	Post périodes glaciaires	Non perturbée par l'homme
15	Grise-bleue	Argileuse (très compacte)	Grosses concrétions ferromanganiques	Post périodes glaciaires	- Horizon Gr* - Non perturbé par l'homme
16	Jaune	Argileuse		Post périodes glaciaires	Non perturbée par l'homme

TABLE 4.6 – Tableau des principales caractéristiques pédologiques et archéologiques des échantillons prélevés dans la partie SSE de la tranchée correspondant aux remplissages du Bronze ancien et aux traces de l'ancien rempart celtique (couches 1 à 16 du profil 2).

Couche	Couleur	Texture	Observation	Période	Interprétation
17	Brune-jaune	Limono-argileuse		Très récent (début des années 1980)	Restes de l'ancien rempart « celtique »
18	Brunâtre	Limono-argileuse	- Quelques galets de quartz ronds - Une racine - Petites taches rouilles	Très récent (antérieur aux années 1980)	- Hydromorphie temporaire - Ancien horizon <i>Ah</i>
19	Brune-jaune Grise-bleue au milieu	Limono-argileuse (à gauche), argileuse (au milieu)	Quelques galets de quartz ronds	Moyen-Âge ?	- Horizon <i>Gr</i> au milieu - Remplissage lié à l'agriculture ?
20	Grise-marron	Argileuse (compacte)	Nombreuses traînées rouilles	Moyen-Âge ?	- Pseudogley - Remplissage lié à l'agriculture ?
21	Grise-bleue	Argileuse (très compacte)	Homogénéité de la couleur	Moyen-Âge ?	- Horizon <i>Gr</i> - Remplissage lié à l'agriculture ?
22	Grise-bleue	Argileuse (très compacte)	- Nombreuses traînées rouilles (plus grosses que couche 20) - Beaucoup de concrétions ferromanganiques et galets de quartz ronds (10 cm environ)	Moyen-Âge ?	- Horizon <i>Go</i> * - Remplissage lié à l'agriculture ?
23	Jaune	Argileuse	Concrétions ferromanganiques	Second Âge du Fer ?	- Hydromorphie temporaire - Reste du fossé celtique original ?
24	Brune-jaune	Argileuse	Concrétions ferromanganiques	Second Âge du Fer ?	- Hydromorphie temporaire - Reste du fossé celtique original ? - Couche organique ?
25	Jaune-grise-brune	Argileuse	- Grosses concrétions ferromanganiques - Galets de quartz de tailles différentes (cassés et ronds)	~300 Ka	- Hydromorphie temporaire - Partie supérieure du sol morainique (tills)

TABLE 4.7 – Tableau des principales caractéristiques pédologiques et archéologiques des échantillons prélevés dans la partie NNW de la tranchée correspondant au fossé partiellement rempli par le matériel du rempart celtique (couches 17 à 25 du profil 2).

Unité	Couleur	Texture	Observation	Période	Interprétation
<i>F1</i>	Rouge-orangée		Fragments consolidés rouges mais aussi galets blancs et noirs	Bronze ancien	Structure chauffée en conditions oxydantes
<i>F2</i>	Jaune-grise	Limono-argileuse		Bronze ancien	Couche 4 ou 5 chauffée
<i>F3</i>	Grise-blanche	Limono-argileuse	Sédiment prélevé entre les structures chauffées (F1)	Bronze ancien	Couche 4 ou 5 moins chauffée
<i>F4</i>	Grise	Limono-argileuse	Petits charbons	Bronze ancien	Couche 5 ou 6 pas ou très peu chauffée
<i>F5</i>	Grise	Limono-argileuse	Petits charbons	Bronze ancien	Couche 5 ou 6 pas chauffée

TABLE 4.8 – Tableau des principales caractéristiques pédologiques et archéologiques des cinq échantillons prélevés dans la zone chauffée du profil 2.



FIGURE 4.35 – Évolution environnementale de la zone de l'ancien enclos celtique de Papferding de 1814 à 2006. L'agriculture a commencé à se développer dans cette zone à partir de la moitié du *XIX<sup>ième</sup>* siècle (Berghausen et Krause, 2006).

### 4.2.1.3 Études en laboratoire

L'étude en laboratoire des échantillons récoltés à Papferding s'est axée, comme pour les autres sites, autour de la mesure de leurs propriétés magnétiques (susceptibilité magnétique et sa dépendance fréquentielle, susceptibilité magnétique potentielle et taux de conversion, courbes thermomagnétiques ainsi que cycles d'hystérésis et viscosité magnétique dans le domaine temporel quand le signal n'était pas trop faible), et des analyses chimiques (taux de carbone et de matière organiques, taux de phosphates et de fer, observations au MEB et analyses à la microsonde électronique).

Pour chacune des couches identifiées sur les profils, trois carottes d'environ 2,5 cm de diamètre et quelques centimètres de long ont été prélevées à l'aide d'un carottier en laiton et plusieurs échantillons ont été saisis « en vrac » à l'aide d'objets non métalliques. Des prélèvements ont été réalisés sur les deux profils et la totalité des échantillons ont été analysés d'un point de vue de la susceptibilité et de sa dépendance fréquentielle.

Les deux profils montrent globalement les mêmes couches mais le profil 1 s'est effondré en partie dans la zone située la plus au Nord car le sol est particulièrement humide dans cette zone (Figure 4.32) et aucune trace du rempart en place n'a été trouvée sur ce profil contrairement au profil 2. C'est pourquoi nous avons privilégié l'étude fine en laboratoire des couches « en vrac » du profil 2 (Figure 4.33) à celles du profil 1. La couche 2 du profil 2 n'a cependant pas été prise en compte dans cette étude car il s'agit d'un remplissage moderne lié à l'agriculture. De plus, la couche 23 présentée sur la figure 4.33 n'a pas été échantillonnée et n'apparaît donc pas sur les figures de la partie consacrée à l'étude des propriétés magnétiques.

Nous avons choisi de présenter les propriétés magnétiques des différentes couches du profil 2 selon les trois grands ensembles définis précédemment, à savoir :

1. La zone située au Sud de la tranchée où se trouvent des traces du rempart datant du second Âge du Fer, surmontant des remplissages du Bronze ancien (couches 1 à 16) ;
2. La zone située au Nord de la tranchée où se trouve l'ancien fossé comblé probablement au Moyen Âge par le matériel du rempart (couches 17 à 25) ;
3. La zone chauffée, datant du Bronze ancien, située dans les couches 5 et 6.

#### 4.2.1.3.1 Étude du rempart celtique et des remplissages datant du Bronze ancien

##### 4.2.1.3.1.1 *Étude des propriétés magnétiques*

##### 4.2.1.3.1.1.1 Mesures de la susceptibilité magnétique et de sa dépendance fréquentielle

Les valeurs de la susceptibilité magnétique et de sa dépendance fréquentielle, ainsi que celles du taux de conversion, pour les couches 1 à 16 du profil 2, sont résumées dans la figure 4.36<sup>5</sup>.

---

5. Les bandes grises sur la figure 4.36, comme sur les autres figures semblables dans ce travail, servent à faciliter la lecture et ne soulignent pas l'importance d'un horizon en particulier. De plus, sauf indication contraire, l'absence d'informations par endroit dans les diagrammes ne signifient pas que les valeurs sont nulles mais qu'aucune mesure n'a été réalisée.

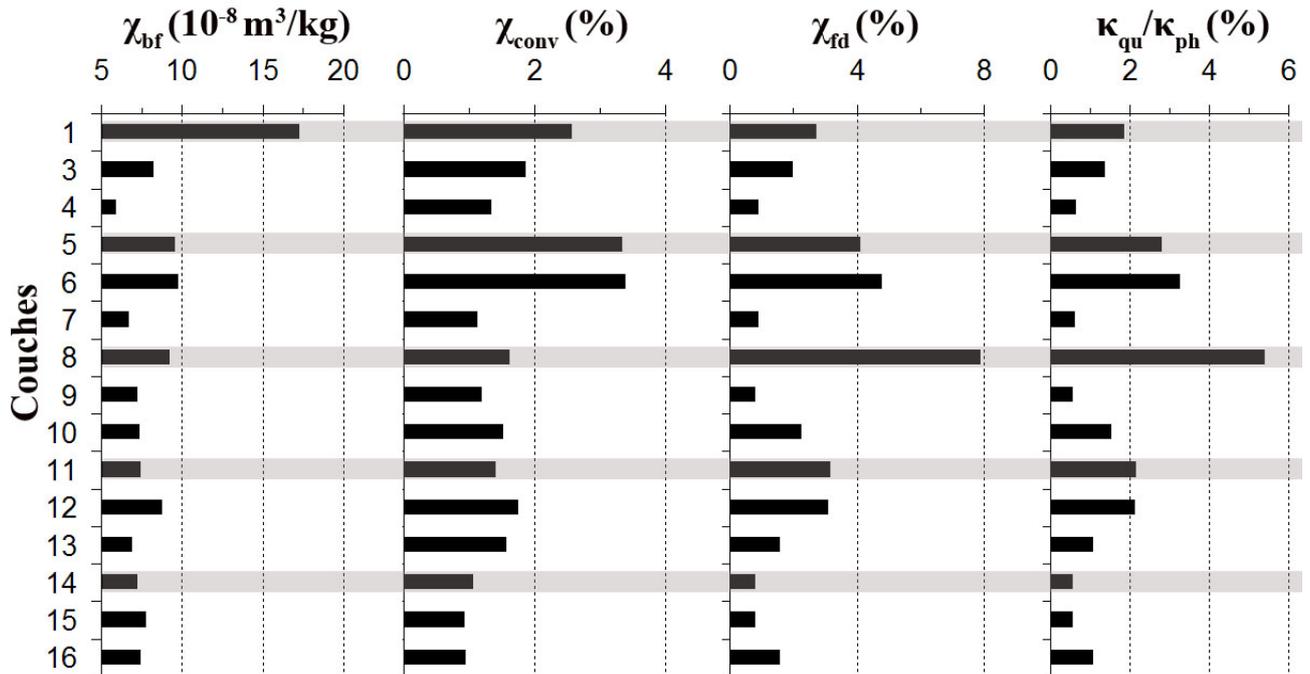


FIGURE 4.36 – Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), le taux de conversion ( $\chi_{conv} = \chi_{bf}/\chi_{max}$ ), la dépendance fréquentielle de la susceptibilité ( $\chi_{fd}(\%)$ ) et le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  pour les couches 1 à 16 du profil 2 (site de Papferding).

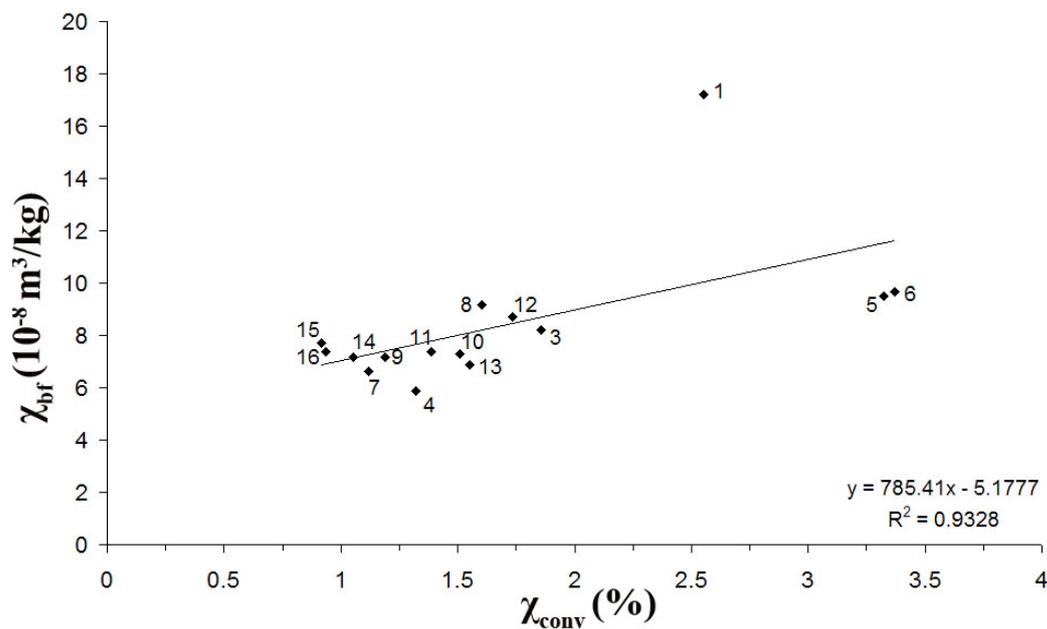


FIGURE 4.37 – Figure illustrant la relation entre  $\chi_{bf}$  et  $\chi_{conv}$  pour les couches 1 à 16 du profil 2 (site de Papferding). La pente et le coefficient de régression  $R^2$  de la droite de régression correspondante sont indiqués.

Les résultats obtenus pour les couches 1 à 16 du profil 2 (Figure 4.36) montrent que :

- Les valeurs de la susceptibilité magnétique massique à basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ) sont faibles et sont comprises entre  $6$  et  $17 \times 10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$ . La valeur moyenne pour l'ensemble des couches

est de l'ordre de  $8 \times 10^{-8} m^3/kg$  et seule la couche superficielle 1 montre une susceptibilité au moins deux fois plus importante que la moyenne. Ceci vient confirmer les études menées par Le Borgne (1955a, 1960a) à savoir que la couche la plus superficielle d'un sol est dans la grande majorité des cas plus susceptible que le matériel sous-jacent. Les couches de remplissage du Bronze ancien 5, 6, 8 et 12, bien que près de deux fois moins susceptibles que la couche 1, montrent une susceptibilité légèrement plus forte que les autres couches ;

- Le  $\chi_{conv}$  est très faible pour l'ensemble des couches avec des valeurs comprises entre 1 % et 3 % : le potentiel magnétique des couches étudiées est presque intact ce qui signifie qu'elles n'ont donc pas ou peu été transformées par chauffe ou par activité bactérienne. Les couches 1, 5 et 6 se détachent cependant des autres unités en montrant les valeurs de  $\chi_{conv}$  les plus fortes (2,5 % pour la couche 1, plus de 3 % pour les couches 5 et 6). On remarque que ce sont ces couches qui s'éloignent le plus de la droite de régression de la figure 4.37. Cela peut signifier que ces trois couches ont subi certaines transformations qui n'ont pas affecté les autres unités. Les couches 14 à 16, qui correspondent aux horizons antérieurs à l'anthropisation sur ce site, montrent au contraire les valeurs les plus faibles (autour de 1 %) pour le  $\chi_{conv}$  ;
- Les valeurs du  $\chi_{fd}(\%)$  et du rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  montrent les mêmes tendances. Pour ces paramètres, les valeurs sont plus dispersées et sont comprises entre 1 et 8 % pour le  $\chi_{fd}(\%)$  et entre 1 à 5 % pour le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$ . Quelques couches se distinguent cependant : il s'agit des couches 5, 6 et 8 qui montrent les plus fortes valeurs et qui sont par conséquent les plus riches en grains visqueux. La couche 8 pour laquelle le  $\chi_{fd}(\%)$  atteint près de 8 % doit contenir au moins 50 % de grains de magnétite dont la taille se situe à la limite superparamagnétique/monodomaine (0,012-0,023  $\mu m$ ) (Dearing *et al.*, 1996). Les couches 4, 7, 9, 14, 15 et 16 montrent les valeurs les plus faibles.

Bien que les quatre paramètres présentés dans la figure 4.36 ne montrent pas tous la même tendance, certaines couches se distinguent plus que les autres.

On remarque ainsi que les couches les plus anthropisées et la couche superficielle sont plus susceptibles et plus transformées que les couches naturelles proches les plus vieilles, et qu'elles contiennent aussi plus de grains visqueux. C'est le cas des remplissages datant du Bronze ancien 5, 6, 8 et 12 qui sont aussi les couches les plus sombres et les plus riches en matériel archéologique (Tableau 4.6). Parmi elles, les couches 5 et 6 sont les plus riches en charbons de bois et c'est également celles qui montrent le plus fort  $\chi_{conv}$  : ceci est peut être lié à une chauffe un peu plus importante de ces couches mais cela reste difficile à établir via les mesures de susceptibilité. Contrairement à ces remplissages, certaines unités datant du Bronze ancien, 7 et 9 tout particulièrement, montrent les valeurs les plus faibles pour les quatre paramètres mesurés, de l'ordre de celles des horizons non anthropisés : ces couches sont les plus claires et les moins riches en objets des neuf remplissages datant du Bronze ancien. La couche 3, dans laquelle quelques traces du rempart celtique sont visibles, montre des valeurs intermédiaires pour les quatre paramètres étudiés, mais le signal magnétique reste faible.

#### 4.2.1.3.1.1.2 Mesures thermomagnétiques

Les courbes  $\kappa - T$  caractéristiques de la zone située au Sud du profil 2 sont illustrées par la figure 4.38 (cf chapitre 3 pour le mode opératoire et l'annexe III pour l'ensemble des courbes thermomagnétiques obtenues pour le profil 2 à Papferding).

Parmi les couches 1 à 16 du profil 2, cinq types de courbes  $\kappa - T$  ont été observés. On distingue (Figure 4.38 et annexe III) :

- La présence conjointe de lépidocrocite, qui se déshydrate en maghémite à partir de 260°C environ, et de magnétite caractérisée par une chute brutale de la susceptibilité autour de 550°C. La présence d'un pic non-réversible autour de 500°C indique que des transformations minéralogiques ont eu lieu en cours de chauffe, mais il n'est pas faux d'émettre l'hypothèse de la présence de magnétite monodomaine d'origine bactérienne. La lente décroissance de la susceptibilité entre 300 et 400°C est probablement liée à la transformation de la maghémite (ferrimagnétique) en hématite (antiferromagnétique dévié). Ce type de comportement s'observe pour l'horizon labouré *Ap* (couche 1 du profil 2) (Figure 4.38) ;
- La présence de magnétite seulement. Ceci est caractéristique des couches 3, 4, 5 et 6 du profil 2 (Figure 4.38). La couche 5 semble cependant plus pauvre en magnétite que les autres couches ;
- La présence de lépidocrocite qui se déshydrate en maghémite, suivi de la transformation progressive de cette dernière en hématite à partir de 300°C. Le refroidissement partiel effectué vers 300°C traduit bien une transformation minéralogique pour cette température étant donné que la courbe acquise au cours du refroidissement partiel se situe au-dessus de celle de chauffe. Un matériel plus magnétique que le matériel de départ (maghémite) a donc été formé. Ce comportement est observé pour les couches 8, 11, 12 et 13 correspondant toutes à des remplissages datant du Bronze ancien ;
- L'absence de pic et une très faible décroissance de la susceptibilité depuis environ 300°C jusqu'à 600°C. C'est le cas des couches 7, 9, 14 et 15 du profil 2. Ceci implique que ces couches contiennent peu ou pas de minéraux ferro ou ferrimagnétiques mais plutôt des minéraux dia/paramagnétiques ;
- La présence d'un pic entre 300 et 350°C. Le refroidissement partiel effectué à 350°C confirme qu'une transformation a lieu entre 300 et 350°C et qu'il y a création de minéraux plus magnétiques dans cet intervalle de température. Ceci s'observe pour les couches 10 et 16 (Figure 4.38). Il s'agit peut-être de la production de maghémite par oxydation de la magnétite dès 300°C, suivi de la transformation de la maghémite en hématite.

Les courbes  $\kappa - T$  obtenues au cours du refroidissement (Figure 4.38) se situent systématiquement au-dessus de celles obtenues en cours de chauffe : il y a donc eu néoformation de minéraux plus susceptibles pendant la chauffe. La courbe de refroidissement de la couche 1 indique clairement la formation de magnétite avec une température de Curie de l'ordre de 580°C. Par contre, les autres couches de la figure 4.38 ont des courbes décalées qui montrent une température de Curie inférieure à 580°C, comprise entre 550 et 500°C. Ceci indique probablement la présence de magnétite substitué. Nous le verrons plus tard, mais les observations au MEB ont mis en évidence la présence de titane dans la plupart des couches sur le site de Papferding. Il est donc possible que les courbes  $\kappa - T$  reflètent la présence de titanomagnétites pauvres en titane, puisque  $T_c$  est relativement proche de celle de la magnétite pure.

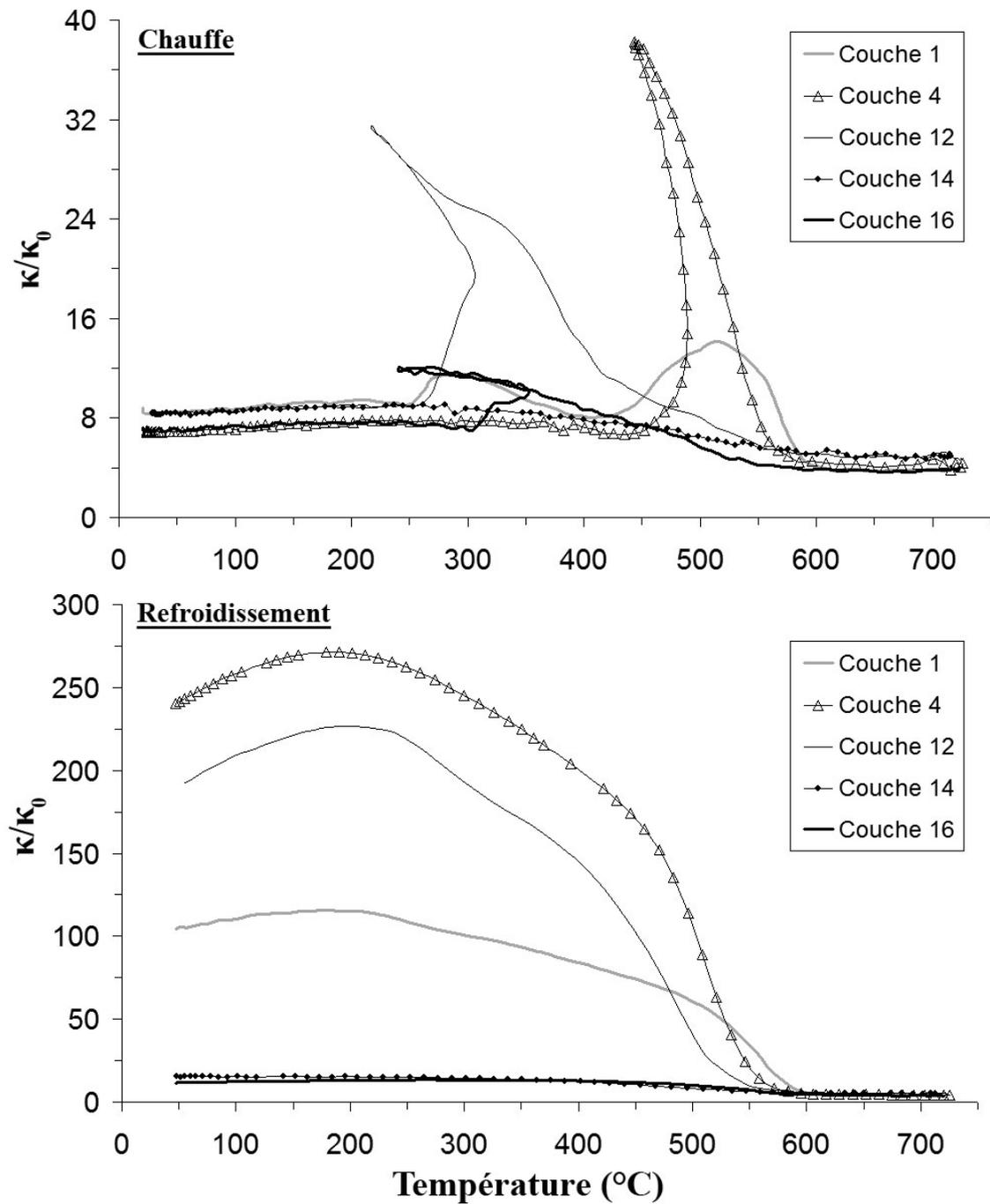


FIGURE 4.38 – Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air en cours de chauffe (figure du haut) et de refroidissement (figure du bas) pour les couches 1, 4, 12, 14 et 16 du profil 2 (site de Papferding). La susceptibilité mesurée  $\kappa$  est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante  $\kappa_0$ .

### 4.2.1.3.1.1.3 Mesures d'hystérésis

La figure 4.39 illustre les différents cycles d'hystérésis rencontrés pour les couches 1 à 16 du profil 2 (cf chapitre 3 pour le mode opératoire). La figure 4.40 indique les paramètres d'hystérésis déduits des cycles qui montrent une composante ferrimagnétique suffisamment importante pour être exploitée. Aucune courbe d'aimantation rémanente isotherme n'a pu être acquise pour les couches 1 à 16 car le signal était trop faible.

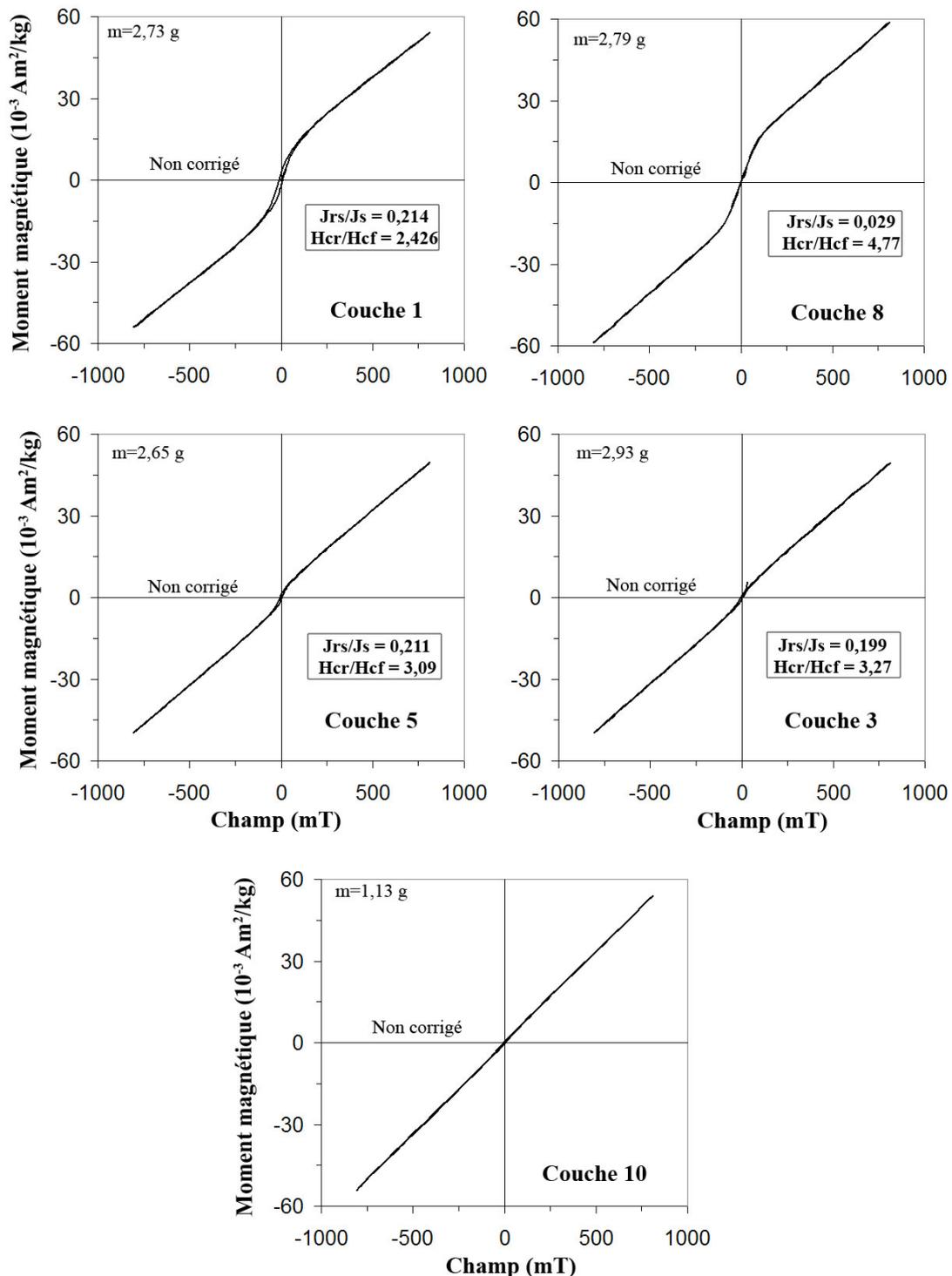


FIGURE 4.39 – Figure illustrant les principaux types de cycles d'hystérésis obtenus pour les couches 1 à 16 du profil 2 (site de Papferding).

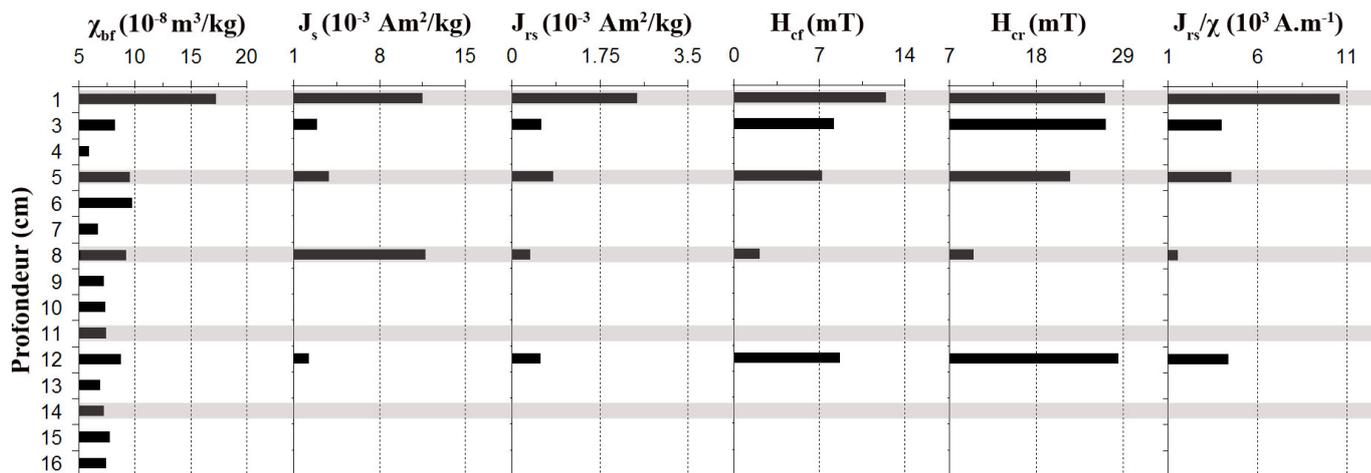


FIGURE 4.40 – Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), l’aimantation à saturation ( $J_s$ ), l’aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ), le champ coercitif ( $H_{cf}$ ), le champ coercitif rémanent ( $H_{cr}$ ) et le rapport de l’aimantation rémanente à saturation sur la susceptibilité magnétique ( $J_{rs}/\chi$ ) pour les couches 1 à 16 du profil 2 (site de Papferding).

Seules la couche de labour 1 et les unités anthropisées 3, 5, 8 et 12 montrent des cycles d’hystérésis exploitables, avec une composante ferrimagnétique plus ou moins importante malgré les faibles valeurs des paramètres  $J_s$  et  $J_{rs}$ .

La couche 1, qui correspond à l’horizon *Ap* labouré, montre le cycle d’hystérésis le plus ouvert et les plus fortes valeurs pour les quatre paramètres d’hystérésis (Figures 4.39 et 4.40). L’ordre de grandeur de ces paramètres semble indiquer la présence de magnétite monodomaine.

La couche 8 montre une valeur d’aimantation à saturation légèrement plus importante que la couche 1, mais de très faibles valeurs pour les autres paramètres d’hystérésis (Figure 4.40). Le cycle d’hystérésis de cette couche est très fermé et confirme la très faible rémanence des minéraux la constituant (Figure 4.39). Ceci est caractéristique de la présence de grains superparamagnétiques dont la rémanence est nulle et l’aimantation à saturation est maximale. Le rapport  $J_{rs}/\chi$ , très faible (proche de  $1 \text{ kA}\cdot\text{m}^{-1}$ ), confirme cette hypothèse. Ces résultats sont en accord avec les paramètres  $\chi_{fd}(\%)$  et  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  dont les valeurs indiquent une contribution non négligeable de grains responsables de la viscosité.

Les autres couches (3, 5 et 12) montrent globalement le même ordre de grandeur pour les différents paramètres et des cycles d’hystérésis relativement ouverts (Figures 4.39 et 4.40). La contribution en grains ferrimagnétiques de type magnétite monodomaine dans ces couches est bien moins importante que pour l’unité 1, mais la couche 5 semble en contenir un peu plus que les unités 3 et 12.

Le positionnement de ces cinq couches dans un diagramme de Day (Day *et al.*, 1977) (Figure 4.41) montre un étalement des valeurs au sein des PMD tant pour le rapport  $H_{cr}/H_{cf}$  que pour le rapport  $J_{rs}/J_s$ . La couche 1 qui montre le plus faible rapport  $H_{cr}/H_{cf}$  contient probablement plus de grains monodomaines que les autres unités. La couche 8 se situe dans la catégorie PD/SPM, ce qui confirme la plus forte contribution en grains de magnétite superparamagnétiques pour cette couche. La figure 4.42 vient appuyer ces observations et confirme les résultats obtenus précédemment.

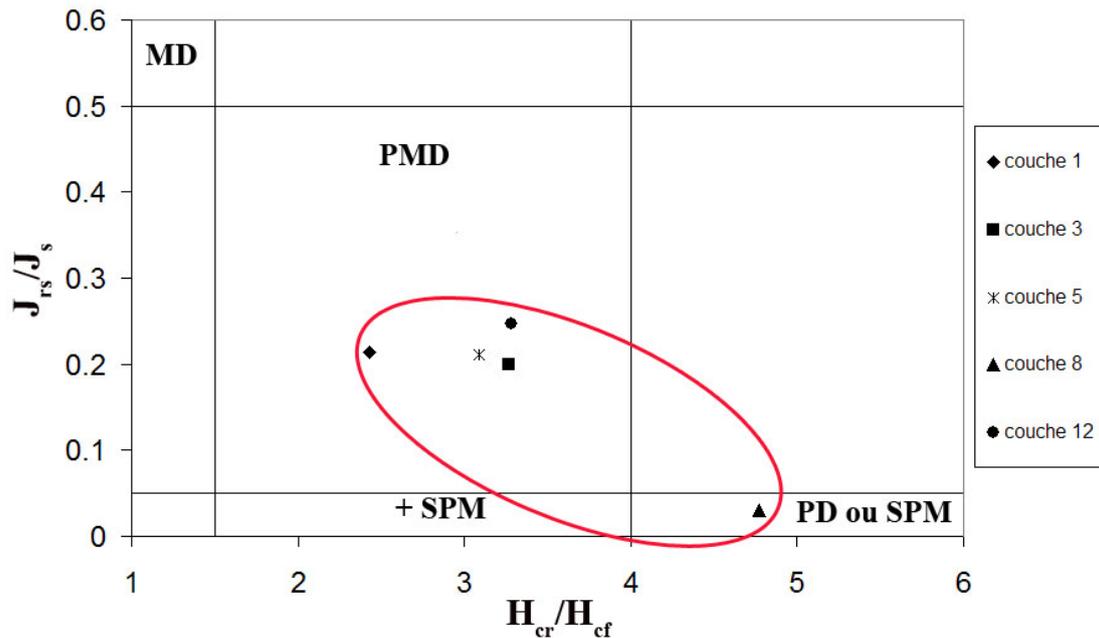


FIGURE 4.41 – Diagramme de Day (Day *et al.*, 1977) indiquant la répartition des couches 1, 3, 5, 8 et 12 du profil 2 (site de Papferding) en fonction des rapports  $J_{rs}/J_s$  et  $H_{cr}/H_{cf}$ . MD : monodomaine ; PMD : pseudo-monodomaine ; PD : polydomaine ; SPM : superparamagnétique.

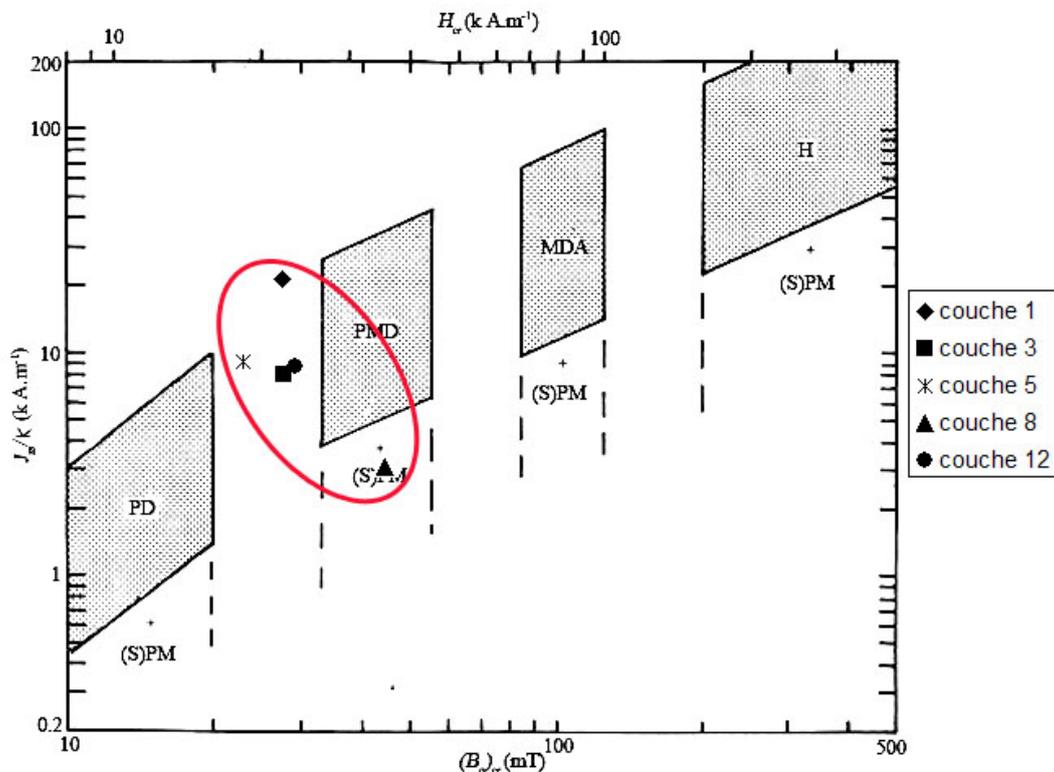


FIGURE 4.42 – Diagramme de la représentation du rapport  $J_{rs}/k$  en fonction de  $H_{cr}$  (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986) pour les couches 1, 3, 5, 8 et 12 du profil 2 (site de Papferding). Les magnétites polydomaines (MD pour « multidomain » en anglais), pseudo-monodomaines (PSD pour « pseudo single-domain » en anglais) et monodomaines allongées (ESD pour « elongated single-domain » en anglais) se situent dans la moitié gauche du diagramme. L'hématite (H) se situe en haut à droite du diagramme. Les mélanges contenant des grains (super)paramagnétiques se situent davantage dans la partie inférieure.

La figure 4.43 indique une certaine homogénéité dans la concentration en magnétite pour les couches 1 à 12, mais des variations dans la taille de ces grains. La couche 1 posséderait les plus petits grains ( $\sim 8 \mu\text{m}$ ), tandis que la couche 8 serait constituée de grains compris entre 128 et  $256 \mu\text{m}$ . Cette grosse taille des grains de magnétite pour la couche 8 indique probablement la présence de grains superparamagnétiques comme cela a déjà été montré avec les paramètres d'hystérésis et les cycles correspondants. Les couches 3, 5 et 8, situées dans la catégorie pseudo-monodomaine sur le diagramme de Day, seraient constitués de grains de magnétite d'environ  $32 \mu\text{m}$ .

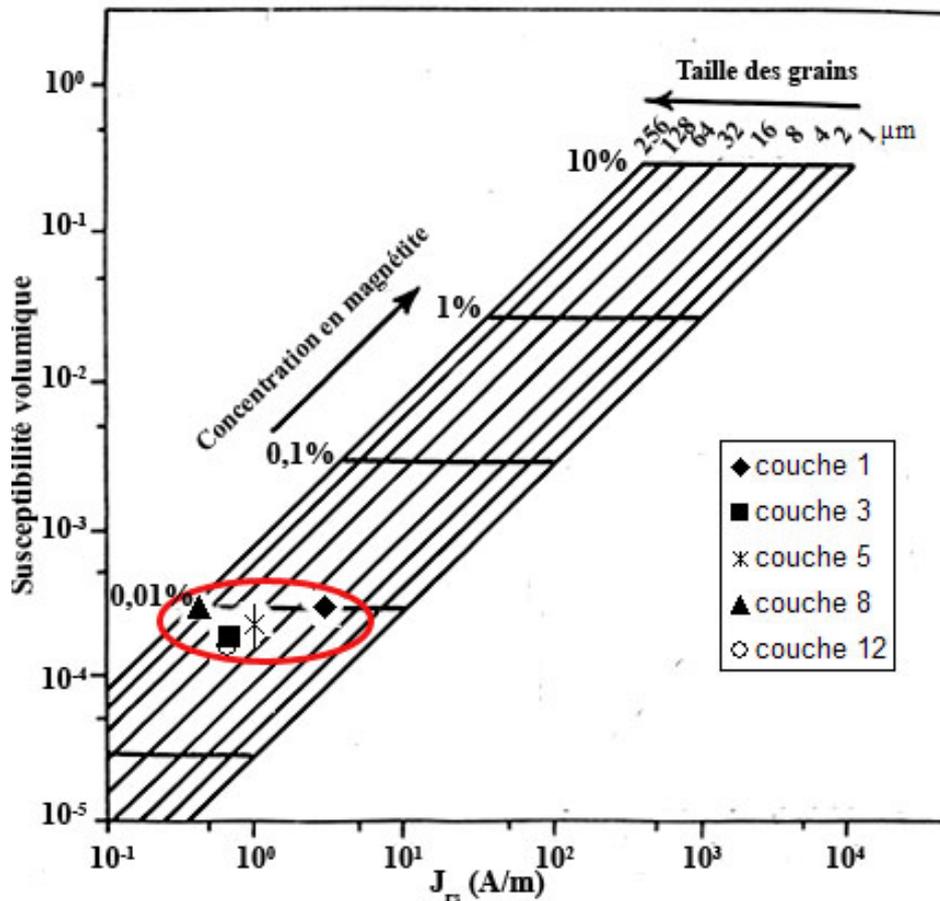


FIGURE 4.43 – Diagramme bilogarithmique indiquant la relation entre susceptibilité magnétique volumique ( $\kappa$ ) et aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ) pour les couches 1, 3, 5, 8 et 12 (profil 2, Papferding). La grille sur laquelle sont placés les points pour notre étude est établie pour de la magnétite pure. L'amplitude de  $\kappa$  renseigne sur la concentration en magnétite tandis que le rapport  $\kappa/J_{rs}$  renseigne sur la taille des grains (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986).

#### 4.2.1.3.1.2 Analyses chimiques

##### 4.2.1.3.1.2.1 Mesures de la teneur en éléments chimiques

Une analyse chimique des teneurs en carbone et matière organiques, ainsi qu'en fer et en phosphore a été effectuée sur la totalité des couches 1 à 16 du profil 2 (Figure 4.44).

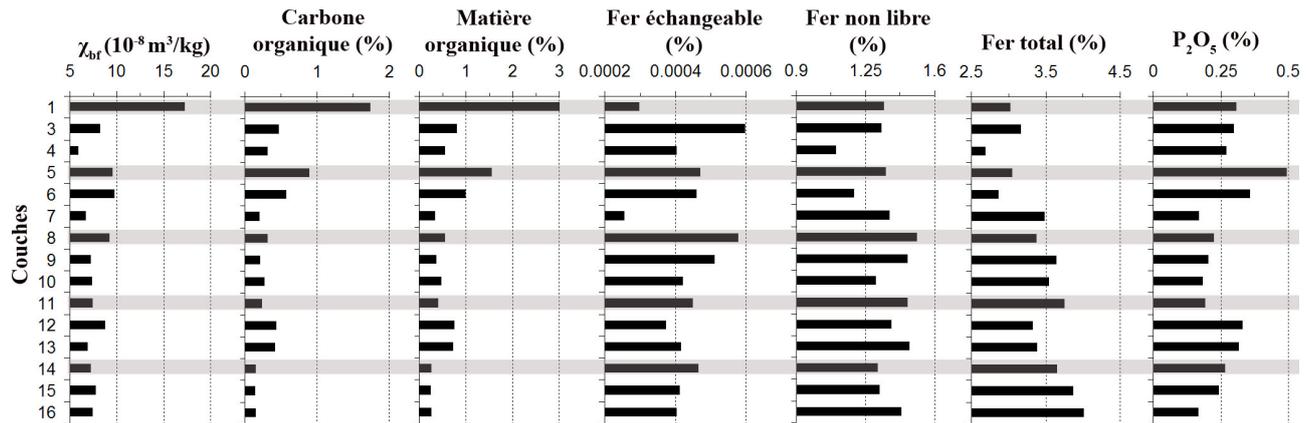


FIGURE 4.44 – Figure illustrant l'évolution de la susceptibilité magnétique massique à basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), du taux de carbone et de matière organiques, du taux de fer échangeable, non libre et total, ainsi que du taux de phosphore pour les couches 1 à 16 du profil 2 (site de Papferding).

On remarque que les taux de carbone et de matière organiques suivent l'évolution de la susceptibilité : les couches les plus susceptibles montrent les plus fortes teneurs en ces éléments. Par contre, l'évolution de la quantité de fer et de phosphore, est bien plus difficile à établir, d'autant plus que les différentes formes de fer ne montrent pas les mêmes tendances.

La plupart des couches montrent un taux de fer échangeable de l'ordre de 0,0004 %, sauf pour les unités 3, 8, et 9, et en moindre mesure 5 et 6, pour lesquelles le taux est majoré de moitié. Les couches 1 et 7 montrent au contraire des valeurs deux fois plus faibles que la moyenne. L'évolution de la teneur en fer non libre ne montre pas de tendance particulière et aucune couche ne se distingue réellement des autres. Par contre, l'évolution de la teneur en fer total permet d'établir des regroupements de couches :

- Les valeurs les plus faibles (environ 3 %) correspondent aux couches 1 à 6 incluse ;
- Les couches 7 à 16 montrent une teneur en fer total plus forte de l'ordre de 3,5 % voire plus. Les couches non anthropisées du bas de la séquence (14, 15 et 16) montrent les teneurs les plus fortes.

Enfin, la teneur en phosphore est variable mais certaines couches telles que la 5, et la 6 en moindre mesure, se distinguent par leur plus forte teneur en cet élément (0,5 % pour la couche 5 contre 0,25 % en moyenne, soit le double). Certaines couches de remplissages datant du Bronze ancien (7 à 11) montrent les valeurs les plus faibles, tout comme la couche 16 non anthropisée.

#### 4.2.1.3.1.2.2 Observations au microscope électronique à balayage (MEB)

Nous avons décidé d'étudier au MEB certains remplissages datant du Bronze ancien (couche 5, 8 et 12) du fait de leurs propriétés magnétiques particulières et dans le but de mieux caractériser la minéralogie magnétique des couches les plus fortement anthropisées du profil 2.

Les analyses effectuées au MEB montrent que les minéraux les plus brillants en mode rétrodiffusé sont essentiellement des ilménites (10 à 20  $\mu m$ ), des phosphates de terres rares et du rutile (Figures 4.45, 4.47 et 4.48). Quelques oxydes de fer de 10  $\mu m$  environ sont aussi présents. L'échantillon de la couche 5 montre en plus la présence importante de silice perforée (10  $\mu m$  de large pour 30  $\mu m$  de long environ, figure 4.46) d'origine probablement organique. Ceci vient appuyer le fait que la couche 5 est la deuxième unité la plus riche en matière et carbone organiques, mais aussi en phosphates et en objets archéologiques de type charbons et céramiques.

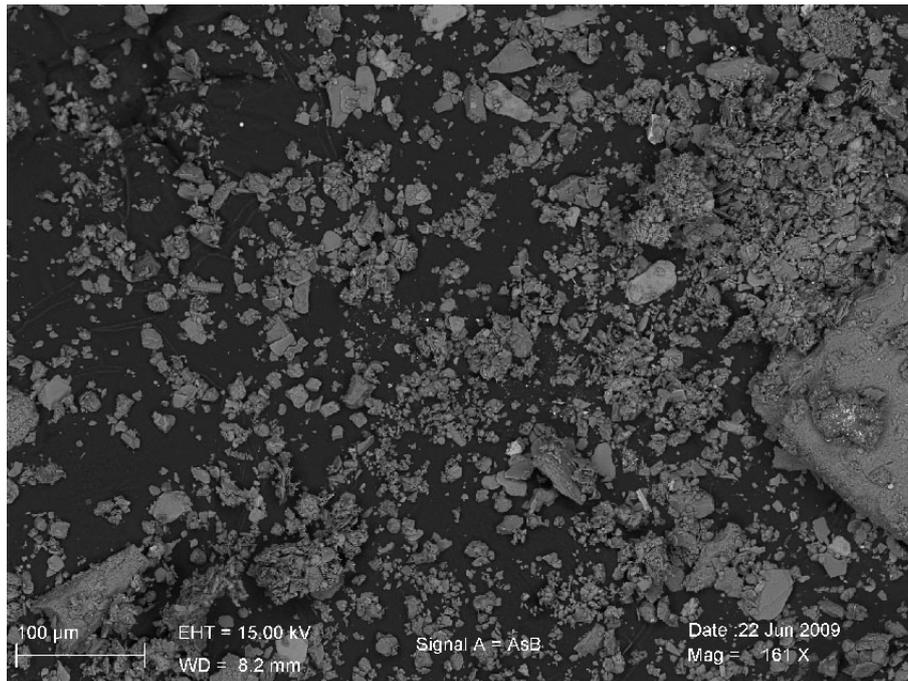


FIGURE 4.45 – Photographie d’un échantillon de la couche 5 (profil 2, site de Papferding) réalisée au MEB en mode rétrodiffusé. Sont présents majoritairement parmi les minéraux les plus brillants en AsB : ilménite, rutile et phosphates de terres rares.

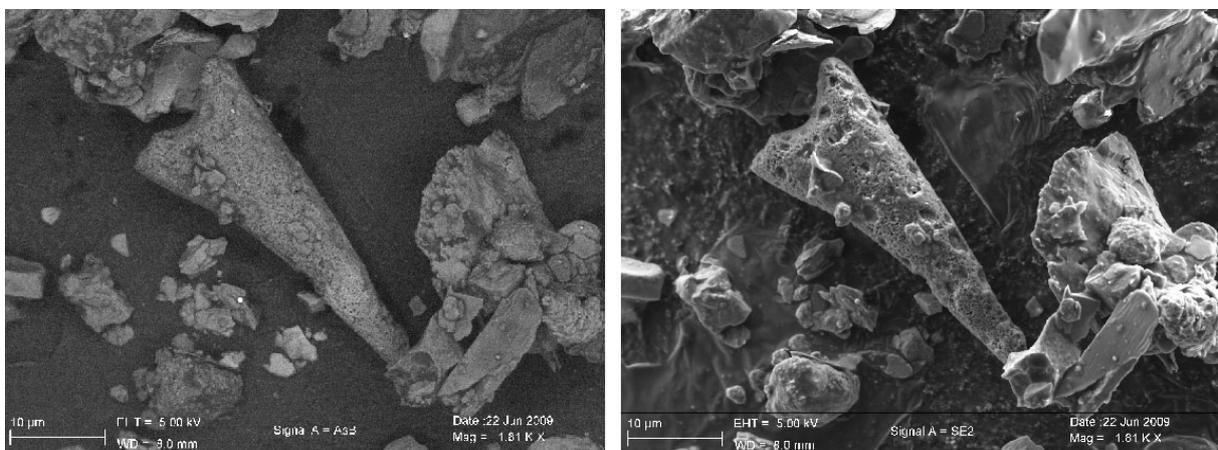


FIGURE 4.46 – Photographies d’un échantillon de la couche 5 (profil 2, site de Papferding) réalisées au MEB. L’image de gauche correspond au mode rétrodiffusé AsB tandis que l’image de droite correspond au mode SE2 (électrons secondaires). Au centre de ces images est visible de la silice perforée d’origine probablement organique.

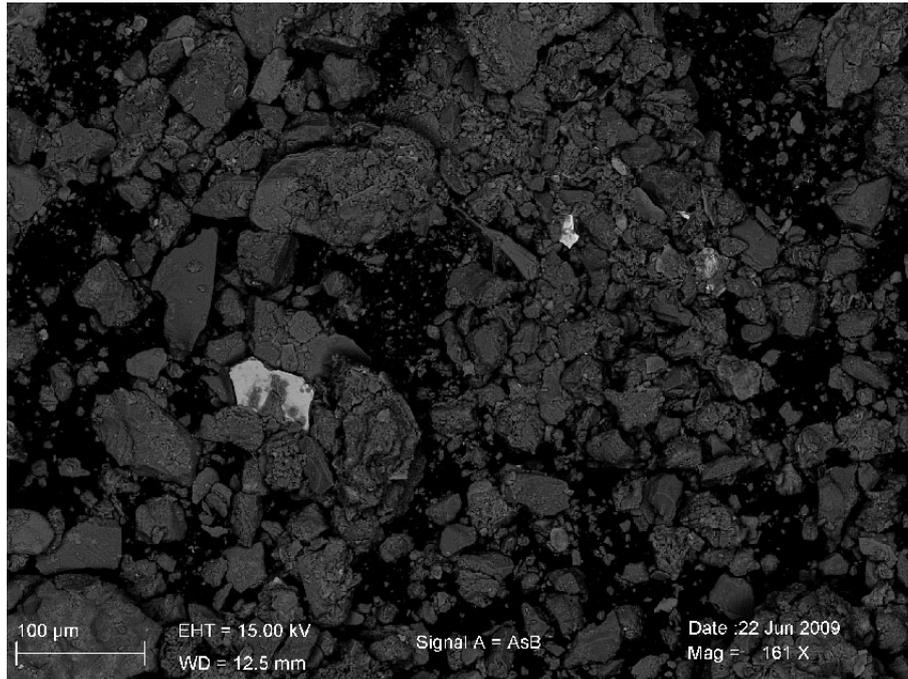


FIGURE 4.47 – Photographie d'un échantillon de la couche 8 (profil 2, site de Papferding) réalisée au MEB en mode rétrodiffusé. Sont présents majoritairement parmi les minéraux les plus brillants en AsB : ilménite et quelques oxydes de fer.

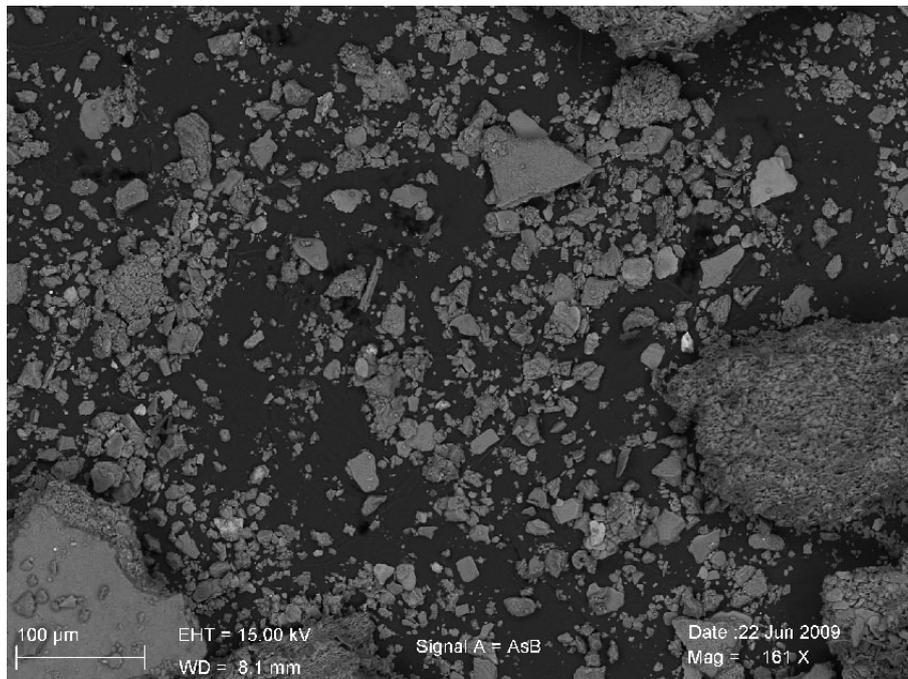


FIGURE 4.48 – Photographie d'un échantillon de la couche 12 (profil 2, site de Papferding) réalisée au MEB en mode rétrodiffusé. De nombreuses ilménites d'environ 10 à 20  $\mu\text{m}$  sont présentes. Un oxyde de fer d'environ 10  $\mu\text{m}$  a aussi été repéré.

#### 4.2.2.3.1.2.3 Mesures à la microsonde électronique

Les analyses à la microsonde électronique, couplées à des observations à la loupe, confirment les observations faites au MEB : de nombreuses ilménites, quelques oxydes de fer, chlorite et phosphates de terres rares sont présents dans les remplissages datant du Bronze ancien. Nous présentons ici les résultats obtenus pour les couches 4, 5, 8 et 11 qui montrent des structures particulières à la loupe binoculaire (type de structure, taille, quantité).

La couche 4, qui correspond à l'ancien horizon *Ah*, est composée de structures millimétriques plus ou moins rondes de couleur marron à noire. Un gros agrégat présent dans la lame est visible sur la figure 4.49. La partie la plus sombre, entourée en pointillés rouges, a un aspect lamellaire (baguettes longues d'environ 200  $\mu\text{m}$  pour 30  $\mu\text{m}$  de large). Les parties les plus claires qui apparaissent en mode rétrodiffusé ont une composition correspondant à un mélange d'oxydes de fer et de silicates. Les zones les plus sombres sont constituées d'un mélange de manganèse, fer, silicium et calcium.

Les agrégats sombres de la figure 4.50 sont riches en composés ferromanganiques associés à des argiles. La composition d'une ilménite, peut-être mélangée à du rutile, trouvée dans l'un de ces agrégats est donnée dans le tableau 4.9. Des phosphates de terres rares sont présents.

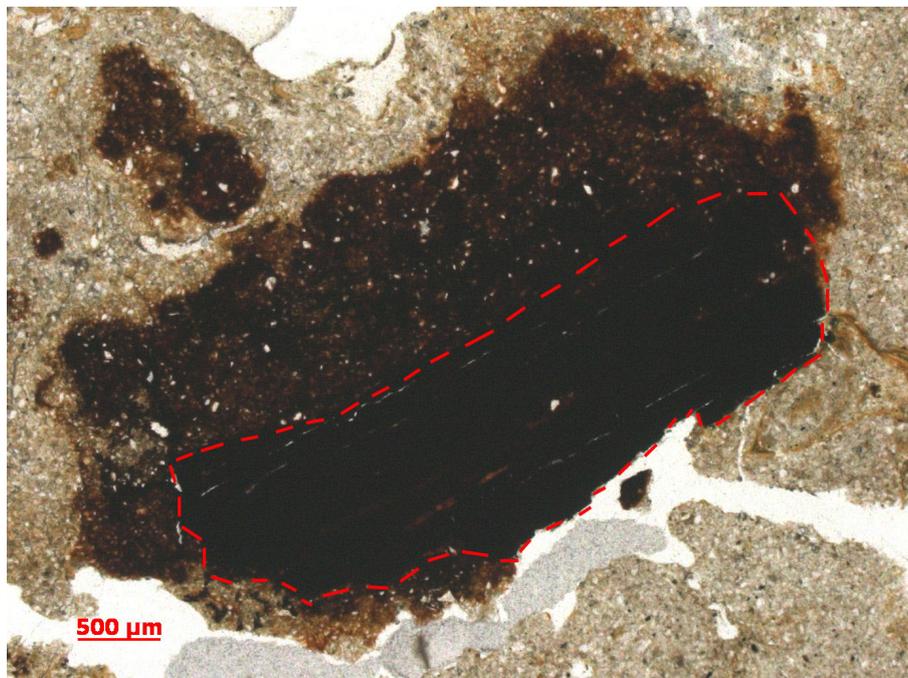


FIGURE 4.49 – Photographie d'un agrégat de la couche 4 (profil 2, site de Papferding) réalisée à la loupe binoculaire. La partie la plus noire, entourée de tirets rouges, a une structure lamellaire de composition proche d'un mélange oxydes de fer/silicates. La matrice est riche en manganèse, fer, silicium et calcium.

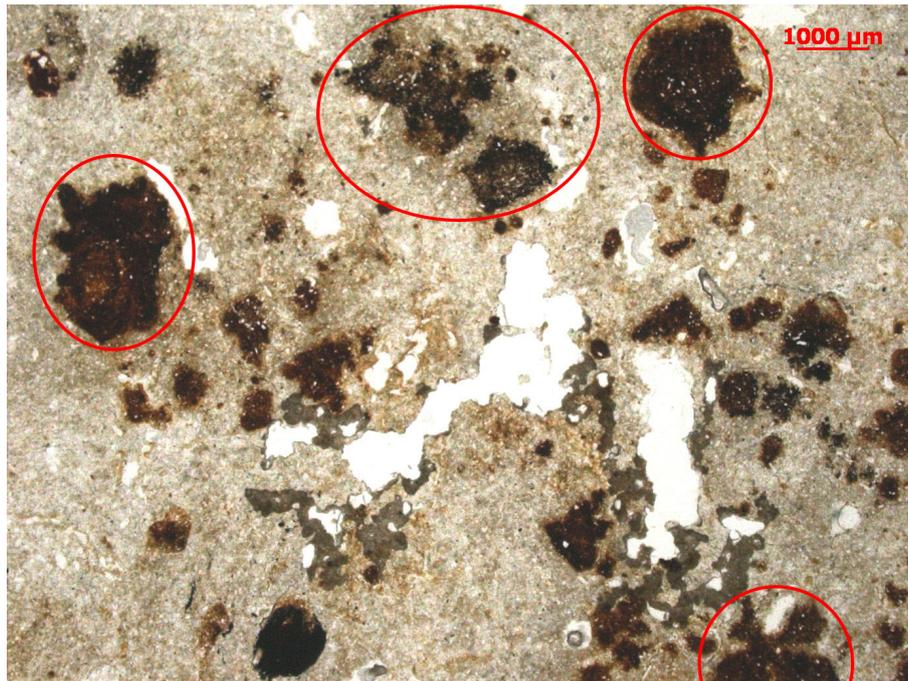


FIGURE 4.50 – Photographie d'agrégats sombres riches en composés ferromanganiques associés à des argiles (couche 4, profil 2, site de Papferding) réalisée à la loupe binoculaire.

SiO <sub>2</sub>	0.488
MgO	0.053
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.197
TiO <sub>2</sub>	62.462
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.025
MnO	2.247
FeO	25.964
Total	91.435

TABLE 4.9 – Composition chimique en pourcentage de poids d'oxydes d'éléments majeurs d'une ilménite observée dans la lame mince de la couche 4 (profil 2, site de Papferding).

La couche 5 se distingue des autres couches de part l'abondance de structures alvéolées noires de quelques millimètres de côté et entourées d'argiles (Figure 4.51). Dans les alvéoles ont été détectés des oxydes de fer couplés à du manganèse (composition du point A du tableau 4.10) et à quelques silicates. La matrice entourant les alvéoles est riche en phosphore, calcium et un peu de fer : il s'agit probablement d'apatite. Dans cette matrice se trouvent aussi des ilménites de 20 à 40  $\mu\text{m}$  de diamètre environ. La composition chimique en pourcentage de poids d'oxydes pour deux d'entre elles (B et C) est résumée dans le tableau 4.10. Des chlorites de 20  $\mu\text{m}$  de diamètre sont aussi présentes de façon régulière dans la couche 5 (composition chimique du point D, tableau 4.10). C'est le cas de la zone noire de la structure apparaissant sur la figure 4.52 qui est mieux cristallisée que la partie marron et dans laquelle quelques phosphates de terres rares ont été décelés.

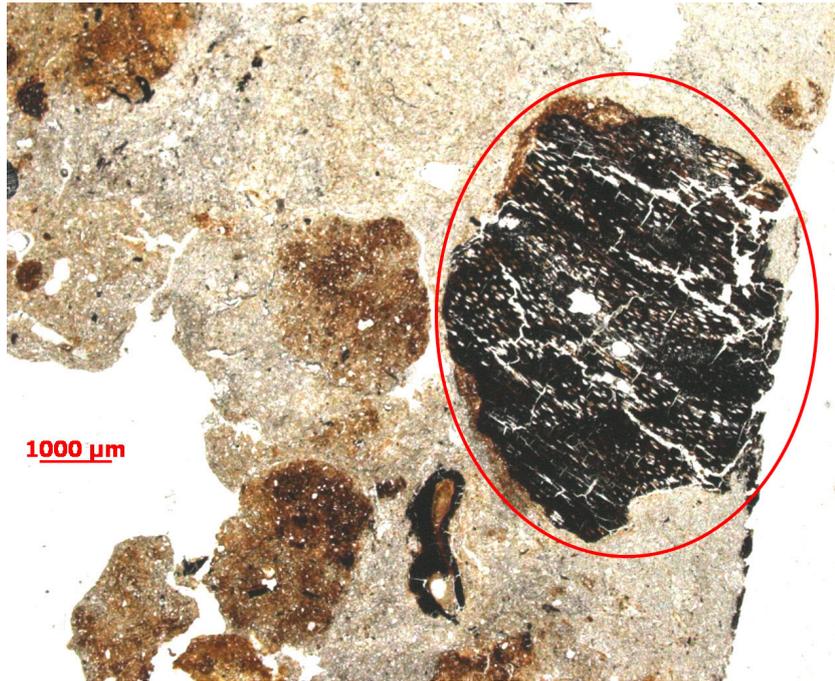


FIGURE 4.51 – Photographie réalisée à la loupe binoculaire d’une structure alvéolée noire de quelques millimètres de côté et entourée d’argiles. Dans cette structure ont été trouvés des oxydes de fer couplés à du manganèse ainsi que des ilménites dans une matrice riche en phosphore, calcium et fer (couche 5, profil 2, site de Papferding).

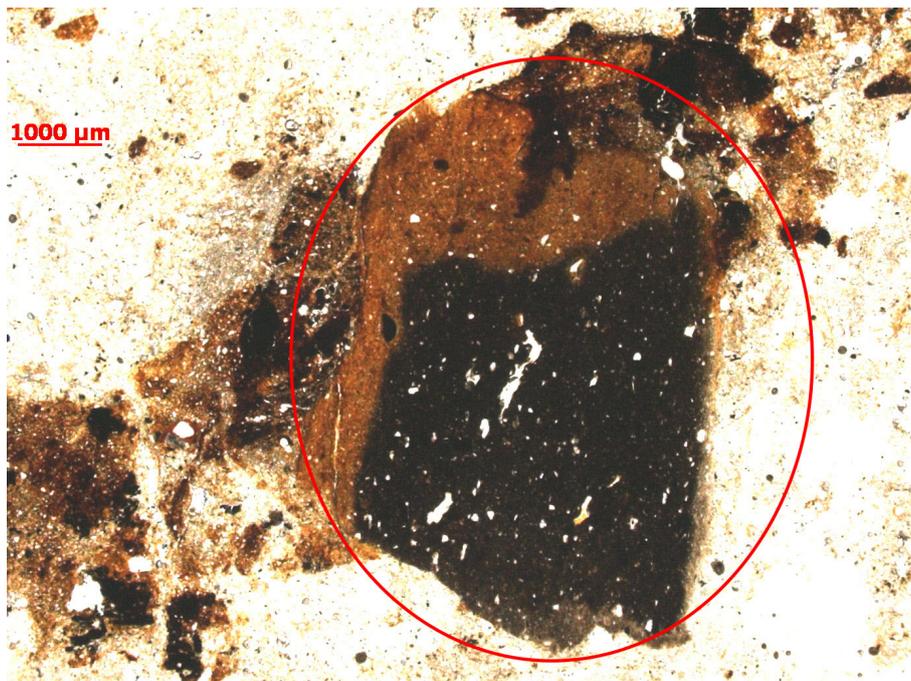


FIGURE 4.52 – Photographie réalisée à la loupe binoculaire d’une grosse structure (millimétrique) associant argiles (zone marron) et partie plus cristallisée (en noir) dans laquelle quelques phosphates de terres rares sont présents (couche 5, profil 2, site de Papferding).

	A	B	C	D
SiO <sub>2</sub>	0.359	0.064	0.094	22.341
MgO	0.443	0.153	0.136	9.718
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4.406	0	0.242	22.252
TiO <sub>2</sub>	0.01	52.594	55.575	0.063
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0	0.022	0.045	0
MnO	52.465	3.635	0.857	0.302
FeO	12.035	41.21	38.713	30.111
Total	69.718	97.677	95.662	84.787

TABLE 4.10 – Composition chimique en pourcentage de poids d'oxydes d'éléments majeurs de quelques structures (ilménites, chlorite) observées dans la mince de la couche 5 (profil 2, site de Papferding).

La couche 8 montre la présence de quelques structures alvéolées, mais bien moins nombreuses et bien plus petites que pour la couche 5. Des agrégats millimétriques plus ou moins circulaires de couleur marron-noire sont aussi visibles à la loupe binoculaire (Figure 4.53, agrégat entouré en bas de la photographie). La matrice de ces agrégats, sombre, est composée de quartz et de feldspaths. Quelques baguettes d'ilménite ( $5 \mu\text{m}$  de large pour  $20 \mu\text{m}$  de long) et quelques oxydes de fer ( $10 \mu\text{m}$  de diamètre) sont présents dans cette matrice. La composition chimique d'une ilménite et d'une magnétite (cf partie 3.7.3.2 du chapitre 3 pour comparaison) est précisée dans le tableau 4.11 (points E et F respectivement). À cela s'ajoute l'observation de phosphates de terres rares de petite taille ( $1$  à  $2 \mu\text{m}$  généralement).

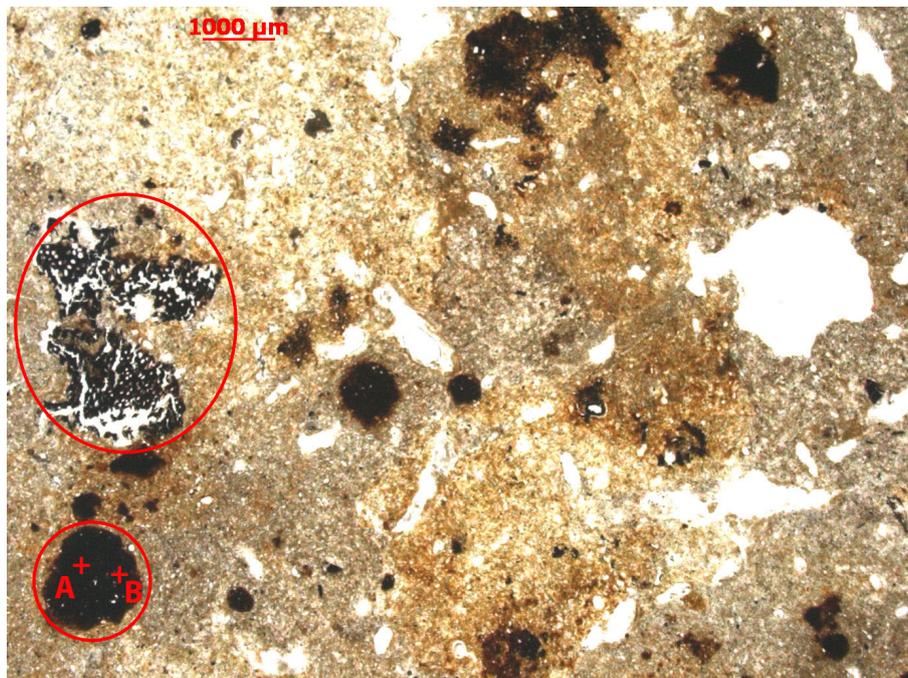


FIGURE 4.53 – Photographie réalisée à la loupe binoculaire d'une structure alvéolée noire (cercle rouge en haut) et d'un agrégat sombre dans lequel quelques ilménites et oxydes de fer de type magnétite sont présents (couche 8, profil 2, site de Papferding). La composition chimique en poids d'oxydes des points A et B est précisée dans le tableau 4.11.

	E	F
SiO <sub>2</sub>	0.873	0.077
MgO	0.018	0
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.427	0.13
TiO <sub>2</sub>	49.54	0.015
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0	0
MnO	2.131	0.309
FeO	43.954	92.376
Total	96.943	92.907

TABLE 4.11 – Composition chimique en pourcentage de poids d’oxydes d’éléments majeurs d’une ilménite (E) et d’une magnétite (F) présentes dans un agrégat de la couche 8 (profil 2, site de Papferding).

La couche 11, comme l’horizon 8, montre la présence d’une structure sombre, mais bien plus grosse que celles de la couche 8 (Figure 4.54). Des ilménites en baguette et une en forme de carré (50 sur 100  $\mu\text{m}$ ) sont présentes. Leur composition avoisine celles de la couche 8. De nombreux phosphates de terres rares sont une fois de plus présents.

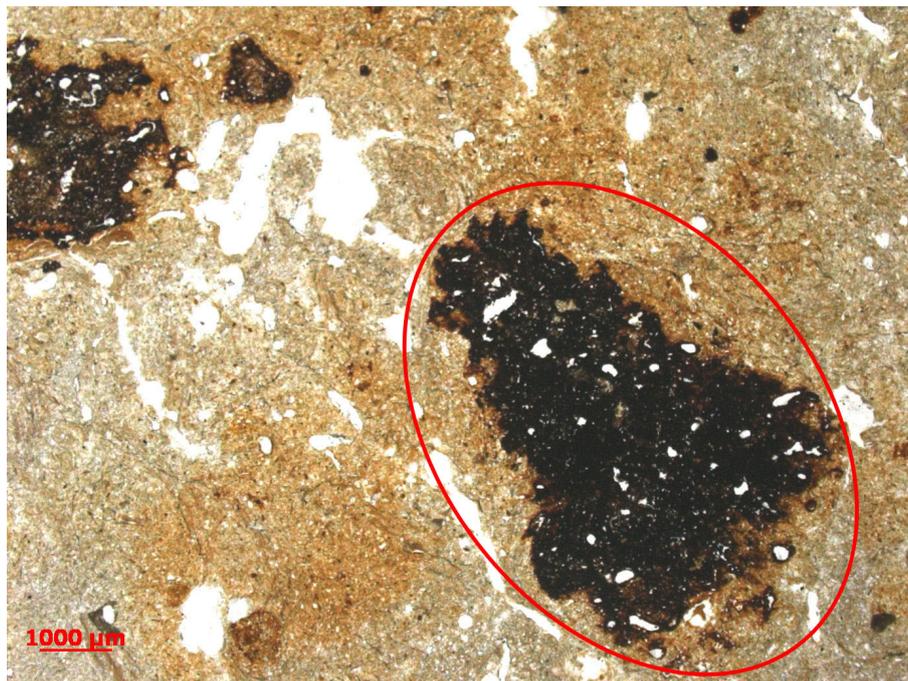


FIGURE 4.54 – Photographie réalisée à la loupe binoculaire d’un agrégat millimétrique constitué d’ilménites et de phosphates de terres rares compris dans une matrice feldspathique (couche 11, profil 2, site de Papferding).

Parmi les minéraux les plus brillants visibles en mode rétrodiffusé qui composent les échantillons anthropisés datant du Bronze ancien, on trouve donc essentiellement des ilménites, des phosphates de terres rares et quelques oxydes de fer de type magnétite.

### 4.2.1.3.2 Étude du remplissage du fossé celtique

#### 4.2.1.3.2.1 Étude des propriétés magnétiques

##### 4.2.1.3.2.1.1 Mesures de la susceptibilité magnétique et de sa dépendance fréquentielle

Les valeurs de la susceptibilité magnétique et de sa dépendance fréquentielle, ainsi que celles du taux de conversion, pour les échantillons prélevés dans la zone du fossé celtique, sont résumées dans la figure 4.55.

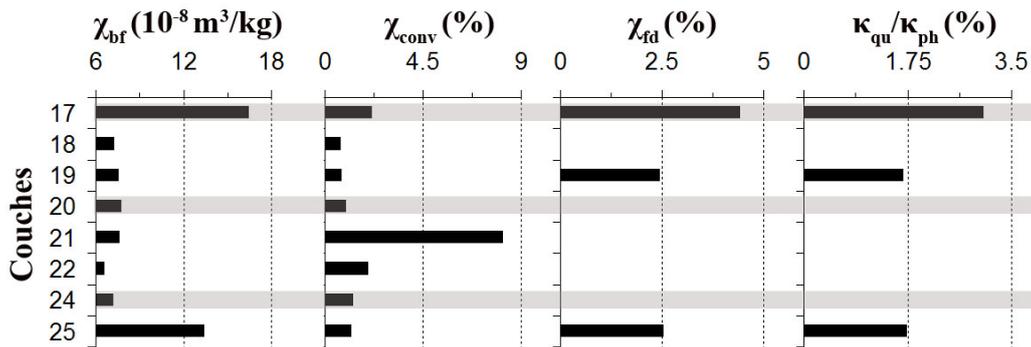


FIGURE 4.55 – Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), le taux de conversion ( $\chi_{conv} = \chi_{bf}/\chi_{max}$ ), la dépendance fréquentielle de la susceptibilité ( $\chi_{fd}(\%)$ ) et le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  pour les couches 17 à 25 du profil 2 (site de Papferding).

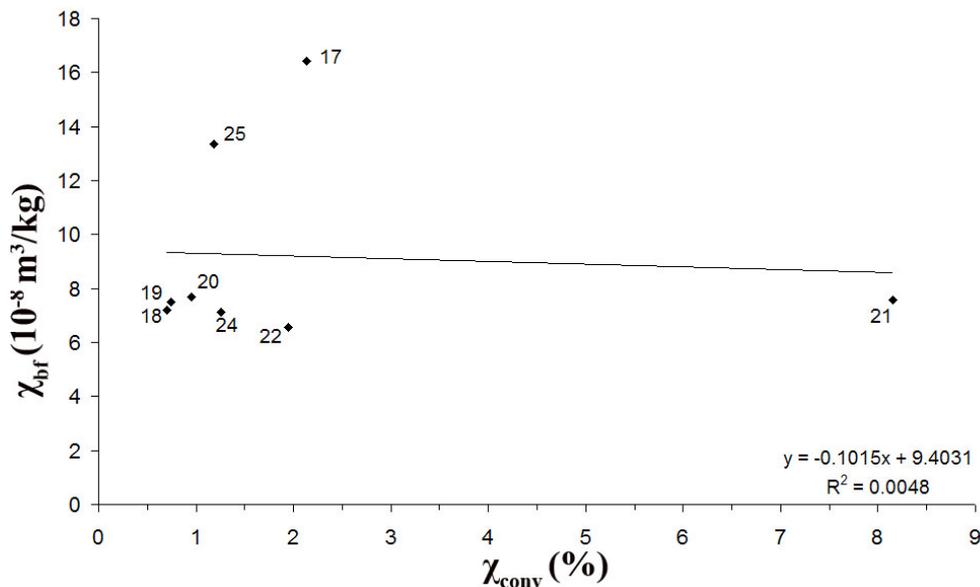


FIGURE 4.56 – Figure illustrant la relation entre  $\chi_{bf}$  et  $\chi_{conv}$  pour les couches 17 à 25 du profil 2 (site de Papferding). La pente et le coefficient de régression  $R^2$  de la droite de régression correspondante sont indiqués.

La figure 4.55 montre que :

- Les valeurs de susceptibilité sont du même ordre de grandeur que celles observées pour la partie Sud de la tranchée. Parmi les couches les plus susceptibles, on trouve la couche

17, qui se situe sous la couche 1 et qui correspond à un rééquilibrage altimétrique du champ dans les années 1950 : sa susceptibilité est la même que celle de la couche 1 ( $17 \times 10^{-8} m^3/kg$ ). La couche 25, qui correspond à la partie supérieure du sol morainique, montre une susceptibilité un peu plus basse, de l'ordre de  $13 \times 10^{-8} m^3/kg$ . Les autres couches ont une susceptibilité environ deux fois plus faible ;

- Le taux de conversion est très bas, tout comme celui observé pour la partie Sud de la tranchée. Seul l'horizon gleyeux 21 montre un taux de conversion quatre fois plus important que pour les autres couches. Il se détache d'ailleurs nettement des autres couches d'après la figure 4.56. Ce plus fort taux de conversion est très probablement lié aux phénomènes auxquels sont soumis les sols au contact permanent de nappes phréatiques : en conditions réductrices, le fer ferrique se transforme en fer ferreux, plus mobile, notamment grâce aux bactéries réductrices du fer qui jouent un rôle important dans ce processus (Schwertmann et Taylor, 1989 ; Fassbinder et Stanjek, 1994). La couleur gris-vert de l'unité 21 indique une accumulation de fer réduit dans cette couche (Tableau 4.7) ;
- Les valeurs de  $\chi_{fd}(\%)$  et  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  sont plus faibles que celles observées dans la partie Sud de la tranchée. Seules les couches 17, 19 et 25 montrent la présence de grains visqueux, la couche 17 étant celle qui en possède le plus. Les autres couches ne possèdent pas ou très peu de grains de ce type : cela est probablement lié au fait que ces horizons ont été pour la plupart soumis à la présence de nappes phréatiques plus ou moins permanentes, entraînant la dissolution des minéraux magnétiques et donc la perte du signal qu'ils portaient.

#### 4.2.1.3.2.1.2 Mesures thermomagnétiques

Les différentes courbes  $\kappa - T$  obtenues pour les couches 17 à 25 du profil 2 sont illustrées par la figure 4.57 (cf chapitre 3 pour le mode opératoire et l'annexe III pour l'ensemble des courbes thermomagnétiques obtenues pour le profil 2 à Papferding).

On retrouve les mêmes minéraux et les mêmes types de courbes  $\kappa - T$  que pour les couches 1 à 16.

Les couches 17 à 19 montrent la présence de lépidocrocite et de magnétite substituée avec un pic de susceptibilité non-réversible autour de  $500^\circ C$ . Ce dernier type de pics est également caractéristique des couches 20 et 22 pseudogleyeuses, mais aucun pic n'est visible autour de  $300^\circ C$ . La couche 21, gleyeuse (horizon  $Gr^*$ ) est caractérisée par des susceptibilités beaucoup plus basses que les couches 20 et 22 (horizons  $Go^*$ ), et ne montre pas la présence d'un pic autour de  $500^\circ C$  contrairement aux deux autres unités. Par contre, une légère décroissance de la susceptibilité entre  $250$  et  $400^\circ C$  environ suggère la présence d'un peu de greigite (cf annexe III<sup>6</sup>). Ce sulfure de fer a en effet l'habitude de se former en milieu anoxique, les bactéries réductrices jouant un rôle important (Fassbinder et Stanjek, 1994).

La couche 25 montre enfin une très grande quantité de lépidocrocite alors que la couche 24 en possède trois fois moins : la présence de ce minéral est probablement liée à un mauvais drainage de ces unités qui sont régulièrement en contact avec une nappe d'eau comme en témoignent les concrétions ferromanganiques observées, plus importantes d'ailleurs pour la couche 25 que pour la couche 24 (Tableau 4.7).

Les courbes obtenues au cours du refroidissement indiquent toujours la néoformation de magnétite substituée (présence de titane?).

6. Pour des raisons de lisibilité, les courbes  $\kappa - T$  à la chauffe et au refroidissement de la couche 21 n'ont pas été placées sur la figure 4.57, mais elles sont visibles dans l'annexe III.

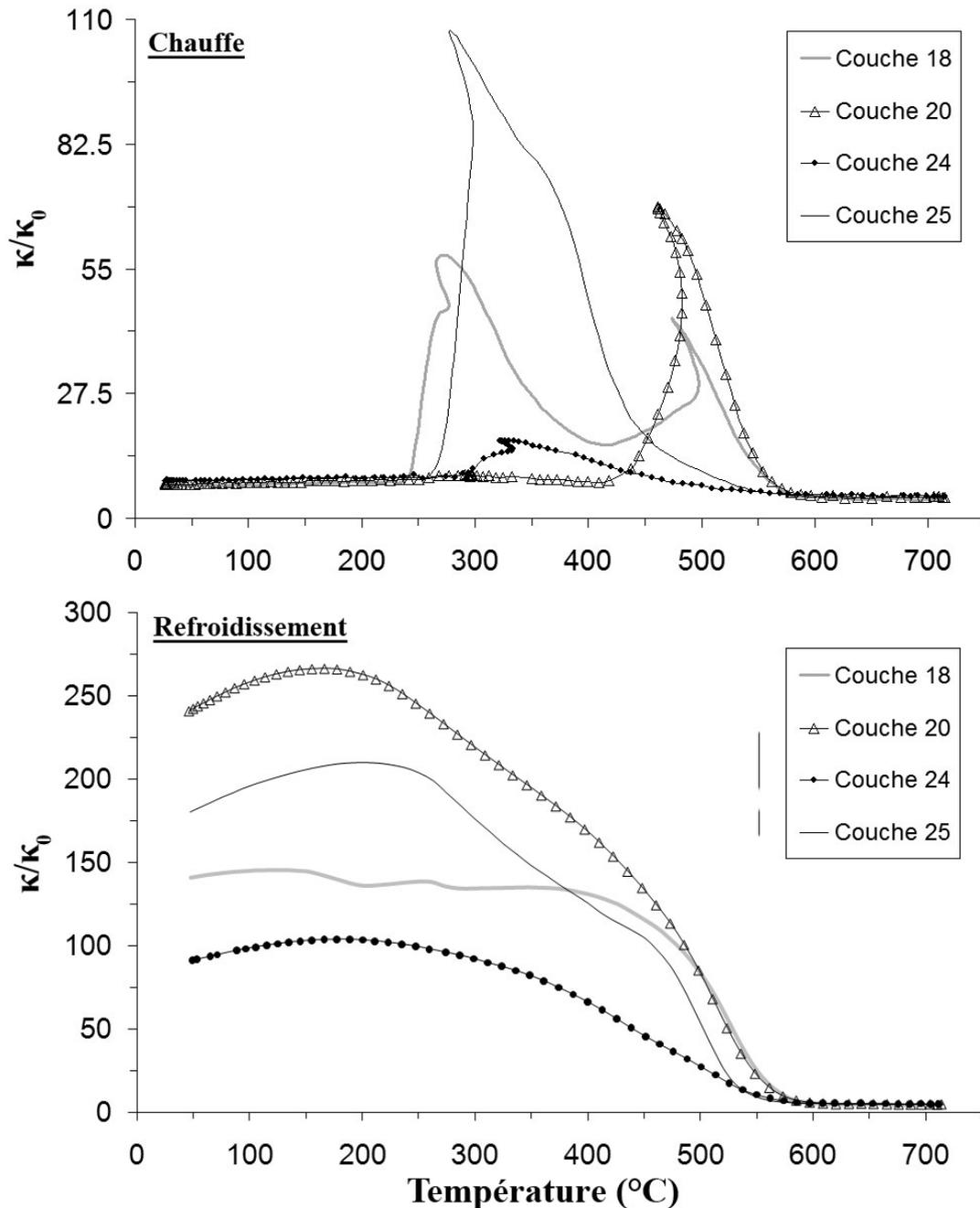


FIGURE 4.57 – Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air en cours de chauffe (figure du haut) et de refroidissement (figure du bas) pour les couches 18, 20, 24 et 25 du profil 2 (site de Papferding). La susceptibilité mesurée  $\kappa$  est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante  $\kappa_0$ .

#### 4.2.1.3.2.1.3 Mesures d'hystérésis

Comme pour les unités 1 à 16, quelques couches seulement de la zone située au Nord de la tranchée sont exploitables d'un point de vue des paramètres d'hystérésis, malgré leurs faibles valeurs : il s'agit de l'horizon *Ah* correspondant à la couche 17, et des couches 19 et 25.

Les cycles d'hystérésis de ces trois couches sont illustrés par la figure 4.58 et les paramètres d'hystérésis déduits sont indiqués sur la figure 4.59. Aucune courbe d'aimantation rémanente isotherme n'a pu être acquise pour les horizons de la zone située au Nord de la tranchée car le signal était trop faible.

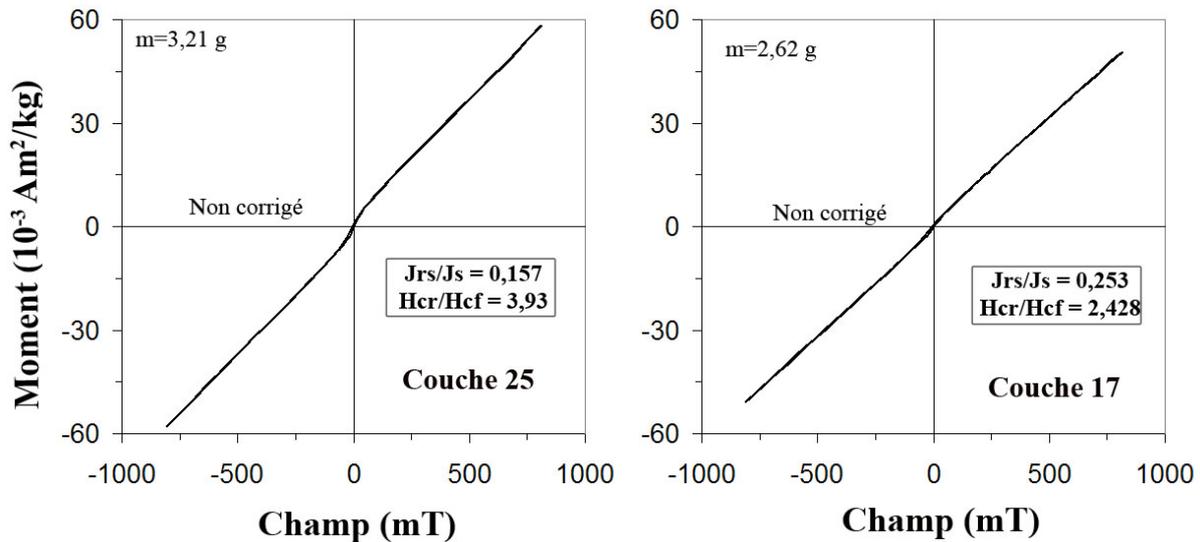


FIGURE 4.58 – Figure illustrant les principaux types de cycles d’hystérésis obtenus pour les couches 17 à 25 du profil 2 (site de Papferding).

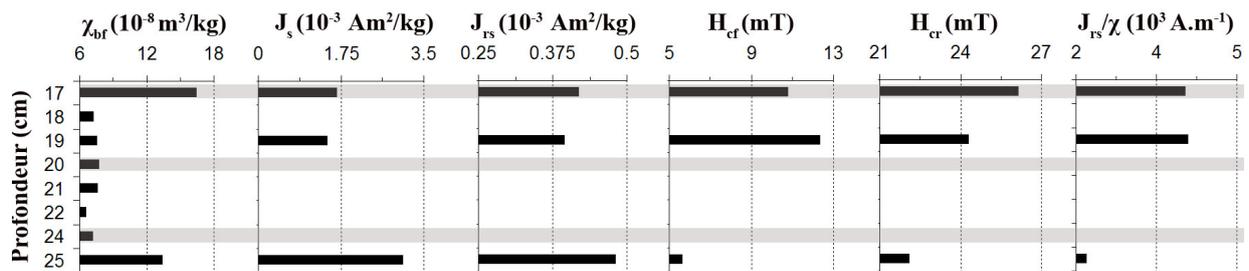


FIGURE 4.59 – Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), l’aimantation à saturation ( $J_s$ ), l’aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ), le champ coercitif ( $H_{cf}$ ), le champ coercitif rémanent ( $H_{cr}$ ) et le rapport de l’aimantation rémanente à saturation sur la susceptibilité magnétique ( $J_{rs}/\chi$ ) pour les couches 17 à 25 du profil 2 (site de Papferding).

Les couches 17 et 19 montrent des cycles d’hystérésis assez fermés et des paramètres de champs et d’aimantations indiquant la présence de magnétite monodomaine mais en très faible quantité étant donné les valeurs de  $J_s$  (le cycle d’hystérésis de la couche 19 n’est pas présenté sur la figure 4.58 car il est quasi identique à celui de la couche 17).

La couche 25, considérée comme la partie supérieure du sol morainique, montre une tendance inverse à celle des couches 17 et 19. Elle montre en effet les paramètres d’aimantation les plus forts mais ceux de champ les plus faibles. Ceci pourrait s’expliquer par une contribution plus importante en grains ferrimagnétiques de plus grande taille, mais *a priori* pas en grains superparamagnétiques puisque  $J_{rs}$  est plus fort pour cette couche que pour les unités 17 et 19. De plus, la couche 25 est la plus proche du substratum morainique *a priori* plus riche en gros grains que les horizons supérieurs, ce qui pourrait renforcer notre hypothèse.

Les interprétations faites pour les couches 17, 19 et 25 sont appuyées par les diagrammes des figures 4.60 et 4.61. En effet, les couches 17 et 19 se rapprochent du comportement de la couche 1 (Figures 4.41 et 4.61). La couche 25 se rapproche plus du comportement de la couche 8 en se dirigeant vers la catégorie PD/SPM.

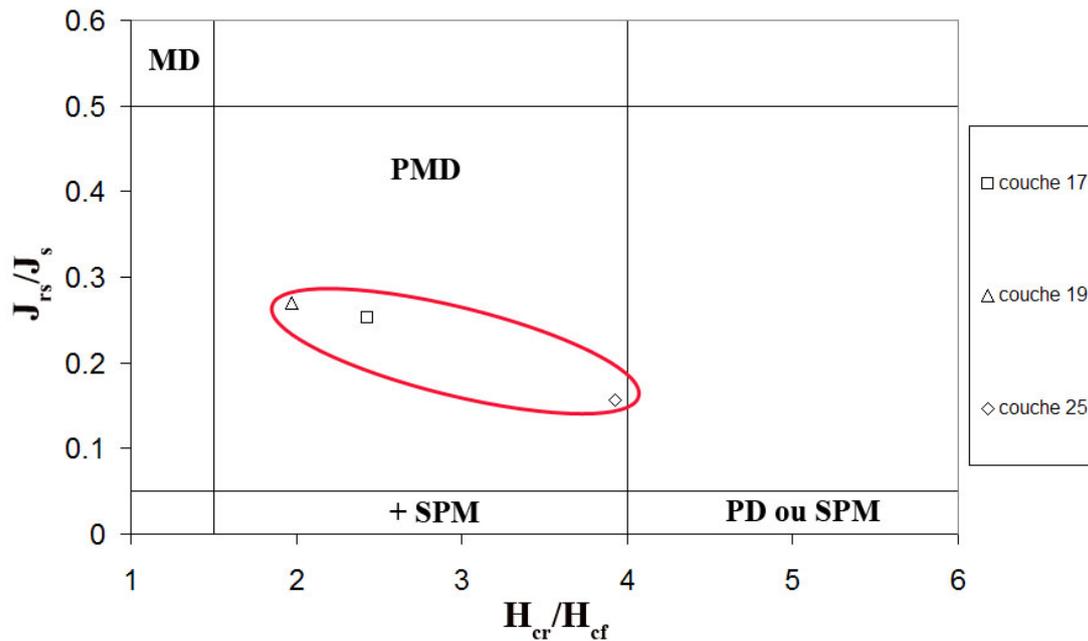


FIGURE 4.60 – Diagramme de Day (Day *et al.*, 1977) indiquant la répartition des couches 17, 19 et 25 du profil 2 (site de Papferding) en fonction des rapports  $J_{rs}/J_s$  et  $H_{cr}/H_{cf}$ . MD : monodomaine ; PMD : pseudo-monodomaine ; PD : polydomaine ; SPM : superparamagnétique.

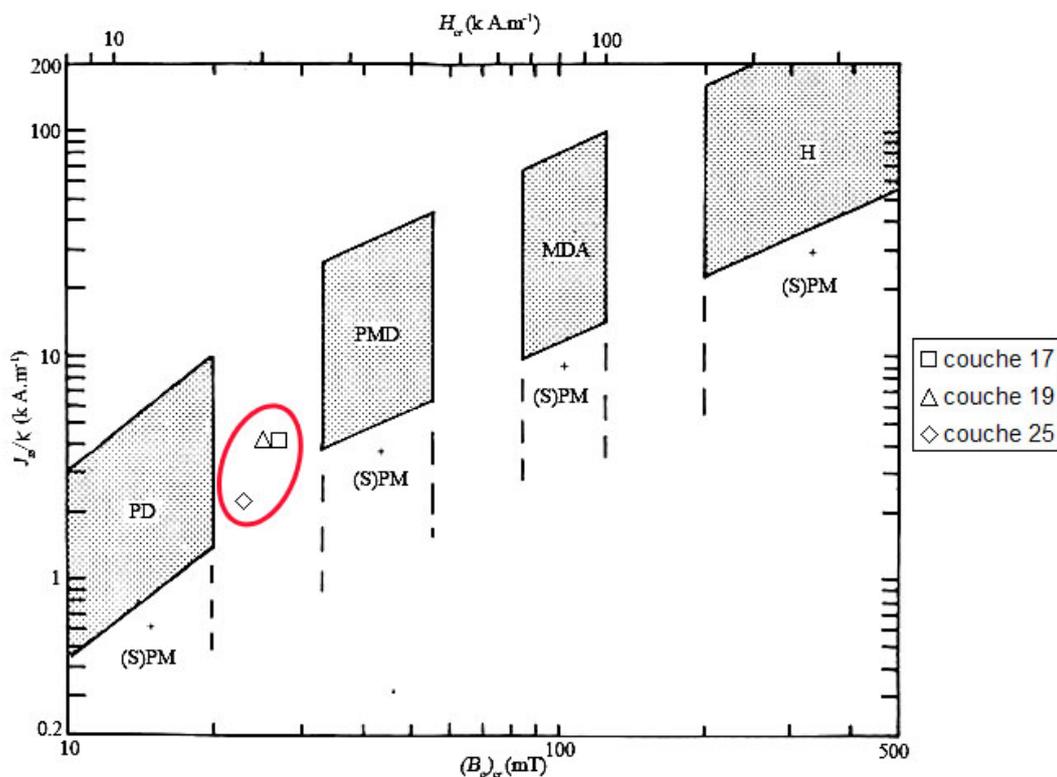


FIGURE 4.61 – Diagramme de la représentation du rapport  $J_{rs}/\kappa$  en fonction de  $H_{cr}$  (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986) pour les couches 17, 19 et 25 du profil 2 (site de Papferding). Les magnétites polydomaines (MD pour « multidomain » en anglais), pseudo-monodomaines (PSD pour « pseudo single-domain » en anglais) et monodomaines allongées (ESD pour « elongated single-domain » en anglais) se situent dans la moitié gauche du diagramme. L'hématite (H) se situe en haut à droite du diagramme. Les mélanges contenant des grains (super)paramagnétiques se situent davantage dans la partie inférieure.

La figure 4.62 montre que la couche 25 serait près de deux fois plus riche en magnétite que les couches 17 et 19, ce qui est cohérent avec les valeurs des paramètres  $J_s$  et  $J_{rs}$ . Elle serait aussi composée de grains de magnétite plus gros que les couches 17 et 19, ce qui confirme les interprétations des diagrammes précédents.

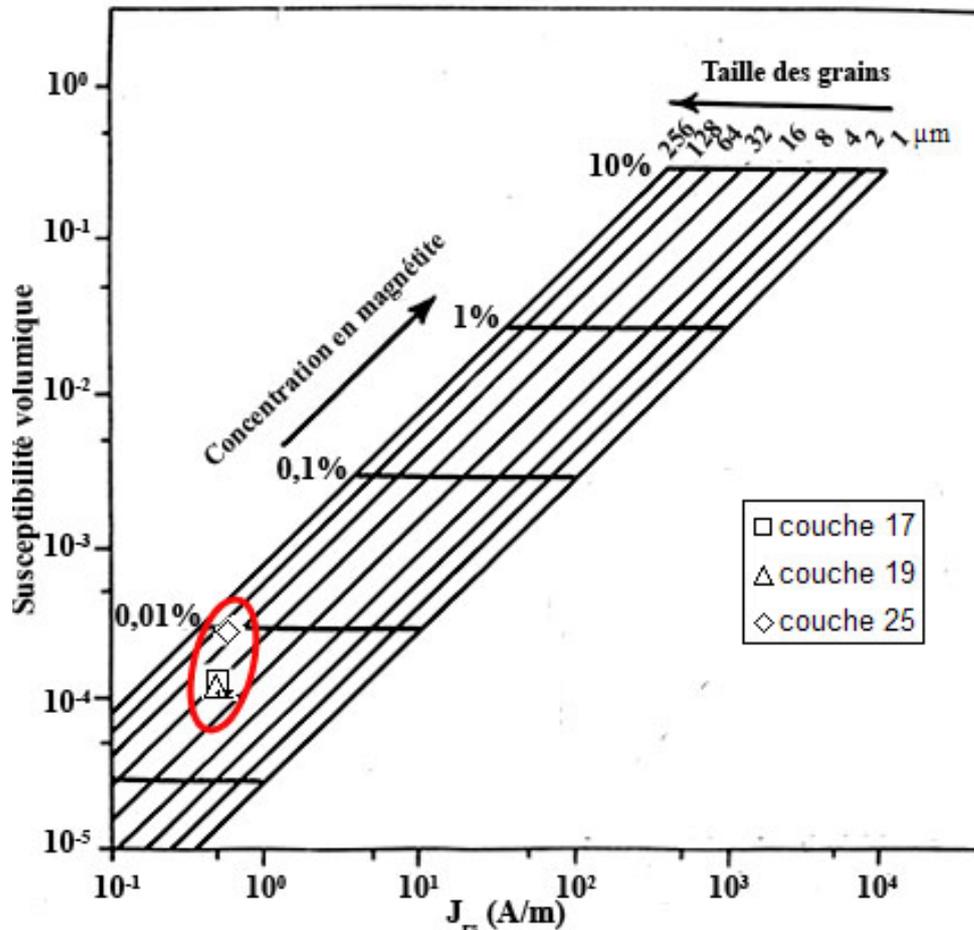


FIGURE 4.62 – Diagramme bilogarithmique indiquant la relation entre susceptibilité magnétique volumique ( $\kappa$ ) et aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ) pour les couches 17, 19 et 25 (profil 2, Papferding). La grille sur laquelle sont placés les points pour notre étude est établie pour de la magnétite pure. L'amplitude de  $\kappa$  renseigne sur la concentration en magnétite tandis que le rapport  $\kappa/J_{rs}$  renseigne sur la taille des grains (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986).

#### 4.2.1.3.2.2 Analyses chimiques

##### 4.2.1.3.2.2.1 Mesures de la teneur éléments chimiques

Les résultats de l'analyse chimique concernant l'étude des teneurs en carbone et en matière organiques, ainsi qu'en fer et en phosphore, sont donnés dans la figure 4.63 pour les couches 17 à 25 du profil 2.

Contrairement aux résultats obtenus pour les couches 1 à 16, les teneurs en carbone et en matière organiques pour les unités 17 à 25 ne suivent pas la tendance de la susceptibilité magnétique. Il semblerait que les teneurs en ces éléments soient relativement homogènes pour les couches 17, 19 et 20. Par contre, les unités 18 et 21, considérés comme des horizons gleyeux,

montre le double de ces valeurs contrairement aux unités 22, 24 et 25 situées à la base de la séquence.

Les teneurs en fer non libre et en fer total montrent la même évolution avec une croissance des teneurs depuis le sommet de la séquence (couche 17) jusqu'à la couche 20 qui semble être un horizon d'accumulation du fer. Ce pseudogley gris-vert montre en effet des taches rouilles, ce qui indique la présence de fer ferreux et ferrique à la fois. L'horizon gleyeux de la couche 21 indique les plus faibles valeurs : ceci est probablement lié à la dissolution des minéraux magnétiques soumis à des conditions réductrices en milieu saturé. Les teneurs en fer non libre et en fer total augmentent ensuite progressivement jusqu'à la couche 25 pour laquelle le maximum est atteint. L'évolution de la teneur en fer échangeable n'est pas très éloignée de celle présentée précédemment et indique de plus fortes quantités dans l'horizon 19 mais surtout à la base de la séquence (couches 24 et 25).

Enfin, la teneur en phosphore est plus importante pour les couches 20 à 25 que pour les horizons supérieurs (17 à 19), malgré une baisse sensible de la quantité en cet élément pour l'horizon gleyeux de la couche 21.

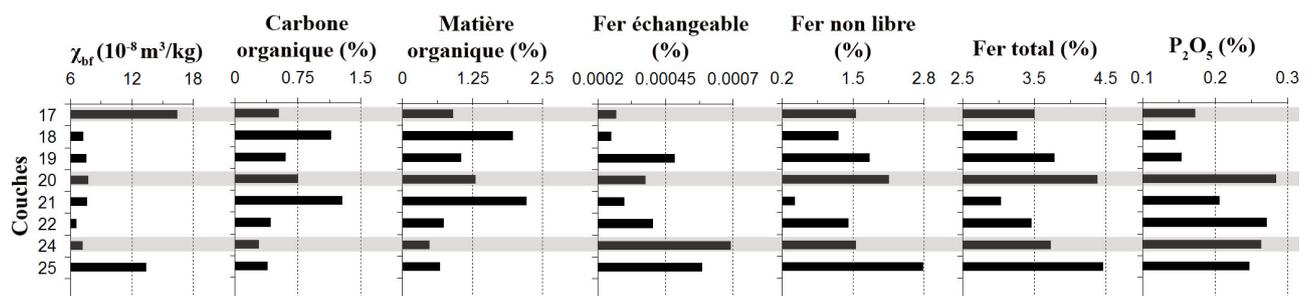


FIGURE 4.63 – Figure illustrant l'évolution de la susceptibilité magnétique massique à basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), du taux de carbone et de matière organiques, du taux de fer échangeable, non libre et total, ainsi que du taux de phosphore pour les couches 17 à 25 du profil 2 (site de papferding).

#### 4.2.1.3.2.2.2 Analyses à la microsonde électronique

Les couches 17 à 25 n'ont pas pu être étudiées au MEB faute de temps. Seule une analyse à la microsonde électronique a pu être réalisée. Nous présentons ici les résultats obtenus pour la couche 25 qui nous paraît intéressante de part les structures observables à la loupe binoculaire.

En effet, la couche 25 montre la présence de nombreuses structures ovales plus ou moins foncées et plus ou moins craquelées (Figure 4.64). Étant donné les observations faites sur le terrain, on peut supposer qu'il s'agit de nodules ferromanganiques. L'analyse à la microsonde électronique a permis de confirmer cette hypothèse. Dans ces nodules, quelques ilménites et oxydes de fer (taille de 20 sur 80  $\mu\text{m}$ ) ont été décelés. La composition chimique d'une ilménite (point A, figure 4.64 n°3) est précisée dans le tableau 4.12.

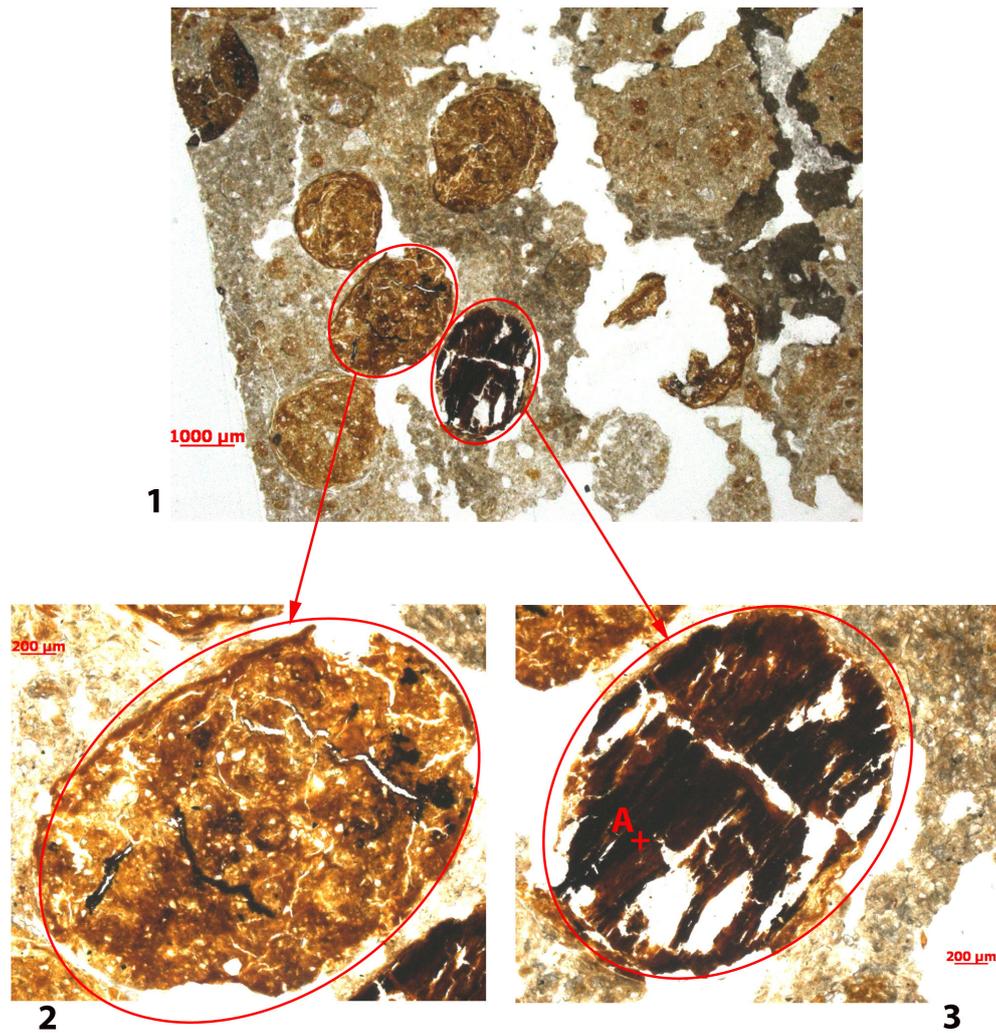


FIGURE 4.64 – Photographie réalisée à la loupe binoculaire de nodules ferromanganiques (couche 25, profil 2, site de Papferding). Le point A indique la présence d’une ilménite dont la composition chimique est précisée dans le tableau 4.12.

SiO <sub>2</sub>	0.329
MgO	0.075
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.062
TiO <sub>2</sub>	47.715
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0
MnO	3.002
FeO	38.069
Total	89.253

TABLE 4.12 – Composition chimique en pourcentage de poids d’oxydes d’éléments majeurs d’une ilménite présente dans un nodule ferromanganique de la couche 25 (profil 2, site de Papferding).

### 4.2.1.3.3 Étude de la zone chauffée datant du Bronze ancien

#### 4.2.1.3.3.1 Étude des propriétés magnétiques

##### 4.2.1.3.3.1.1 Mesures de la susceptibilité magnétique et de sa dépendance fréquentielle

Les valeurs de la susceptibilité magnétique et de sa dépendance fréquentielle, ainsi que celles du taux de conversion, pour les échantillons prélevés dans la zone chauffée, sont résumées dans la figure 4.65.

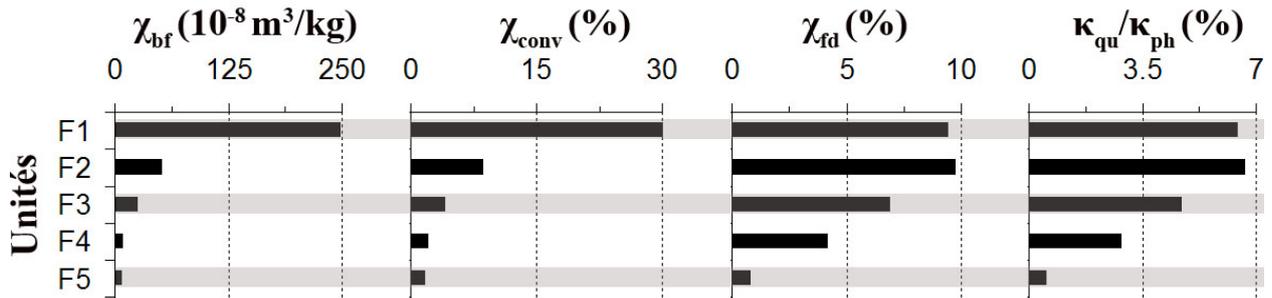


FIGURE 4.65 – Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), le taux de conversion ( $\chi_{conv} = \chi_{bf}/\chi_{max}$ ), la dépendance fréquentielle de la susceptibilité ( $\chi_{fd}$  (%)) et le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  pour les cinq unités du profil 2 prélevées dans la zone chauffée (site de Papferding).

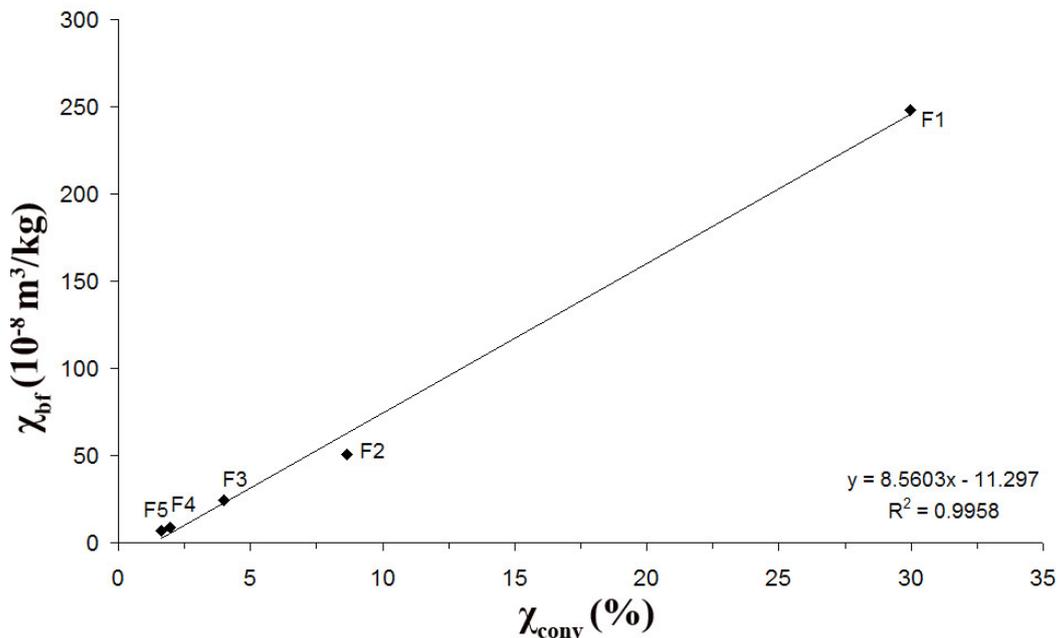


FIGURE 4.66 – Figure illustrant la relation entre  $\chi_{bf}$  et  $\chi_{conv}$  pour les cinq unités du profil 2 prélevées dans la zone chauffée (site de Papferding). La pente et le coefficient de régression  $R^2$  de la droite de régression correspondante sont indiqués.

Les résultats obtenus montrent que (Figure 4.65) :

- La susceptibilité magnétique relative est très importante ( $250 \times 10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$ ) pour l'échantillon F1 de couleur rouge et à structure massive probablement chauffé en conditions oxydantes. Les quatre autres échantillons montrent une susceptibilité au moins cinq fois

- moins importante que celle de F1. On constate que l'échantillon prélevé à 3 cm environ au-dessus du four (F2), donc dans la couche 4, est deux fois plus susceptible que l'échantillon prélevé au centre du four (F3). Les échantillons prélevés à la périphérie du four (F4) et à 20 cm (F5), *a priori* sur la couche 6, montrent quant à eux des valeurs très faibles ( $8$  et  $6 \times 10^{-8} m^3/kg$  respectivement) en accord avec les valeurs données dans la figure 4.36 ;
- Le  $\chi_{conv}$  montre la même évolution que la susceptibilité à basse fréquence. Cette corrélation entre les deux paramètres est illustrée par la relation linéaire de la figure 4.66. F1 montre un taux de conversion de 30 %, donc au moins trois fois plus important que pour les autres unités : la chauffe de cette structure semble confirmée. Il se peut que l'unité F2 ait été également un peu chauffée étant donné qu'elle montre un taux de conversion trois fois plus grand que celui obtenu pour la couche 4 dans laquelle il a été prélevé (Figure 4.36). Cette hypothèse est aussi envisageable pour l'unité F3, mais en moindre mesure. Par contre, les autres unités ne semblent pas avoir été transformées par chauffe ;
  - Les paramètres  $\chi_{fd}(\%)$  et  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  montrent une fois de plus la même tendance que les deux autres paramètres, à la différence près que F2 montre des valeurs légèrement plus importantes que F1, de l'ordre de 9 % pour  $\chi_{fd}(\%)$  et 6 % pour  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$ . Ces fortes valeurs indiqueraient une contribution en grains superparamagnétiques de taille comprise entre 0,012 et 0,023  $\mu m$  d'au moins 50 % selon Dearing *et al.* (1996) pour F1 et F2. Les valeurs de ces deux paramètres décroissent ensuite depuis F2 jusqu'à F5 : la contribution en grains responsables de la viscosité magnétique décroît donc, même si elle reste forte pour F3 (7 %).

#### 4.2.1.3.3.1.2 Mesures thermomagnétiques

Les courbes  $\kappa - T$  obtenues pour les échantillons F1 à F5 prélevés dans la zone chauffée du profil 2 sont illustrées par la figure 4.67 (cf chapitre 3 pour le mode opératoire et l'annexe III pour l'ensemble des courbes thermomagnétiques obtenues pour le profil 2 à Papferding).

On retrouve les mêmes types de courbes  $\kappa - T$  que pour l'ensemble des couches du profil 2.

L'échantillon F1 montre une susceptibilité à température ambiante huit à neuf fois plus forte que les quatre autres échantillons prélevés dans la zone chauffée. La courbe  $\kappa - T$  obtenue en cours de chauffe indique clairement la présence de magnétite substituée étant donné la raideur de la pente pour une température de 540°C environ. On note aussi la présence probable de maghémite qui se transforme en hématite entre 300 et 450°C.

L'échantillon F2 montre surtout la présence de magnétite substituée, même si l'on observe une légère décroissance de  $\kappa$  entre 300 et 400°C (transformation maghémite-hématite). Ce comportement est celui observé pour la couche 4 dont l'échantillon F2 est issu.

L'échantillon F3 montre la présence de lépidocrocite, qui se déshydrate en maghémite, et de magnétite substituée.

L'échantillon F4 a un comportement semblable à celui de la couche 6 dont il fait *a priori* partie, avec la présence de magnétite substituée.

Enfin, l'échantillon F5 semble signer la présence d'un peu de lépidocrocite.

Toutes les courbes de chauffe, sauf celle pour l'échantillon F5, montrent un pic non-réversible plus ou moins prononcé entre 500 et 550°C. Des transformations ont donc eu lieu pendant la chauffe, mais la présence initiale de magnétite monodomaine d'origine bactérienne est probable. Les courbes correspondantes obtenues au refroidissement indiquent la formation de magnétite substituée pendant la chauffe.

On remarque donc que pour toutes les unités, sauf F5, il y a toujours présence de magnétite et de maghémite issue ou non de la déshydratation de la lépidocrocite. La non-réversibilité des pics à 500°C indique toujours une transformation minéralogique mais la présence de magnétite d'origine bactérienne est envisagée.

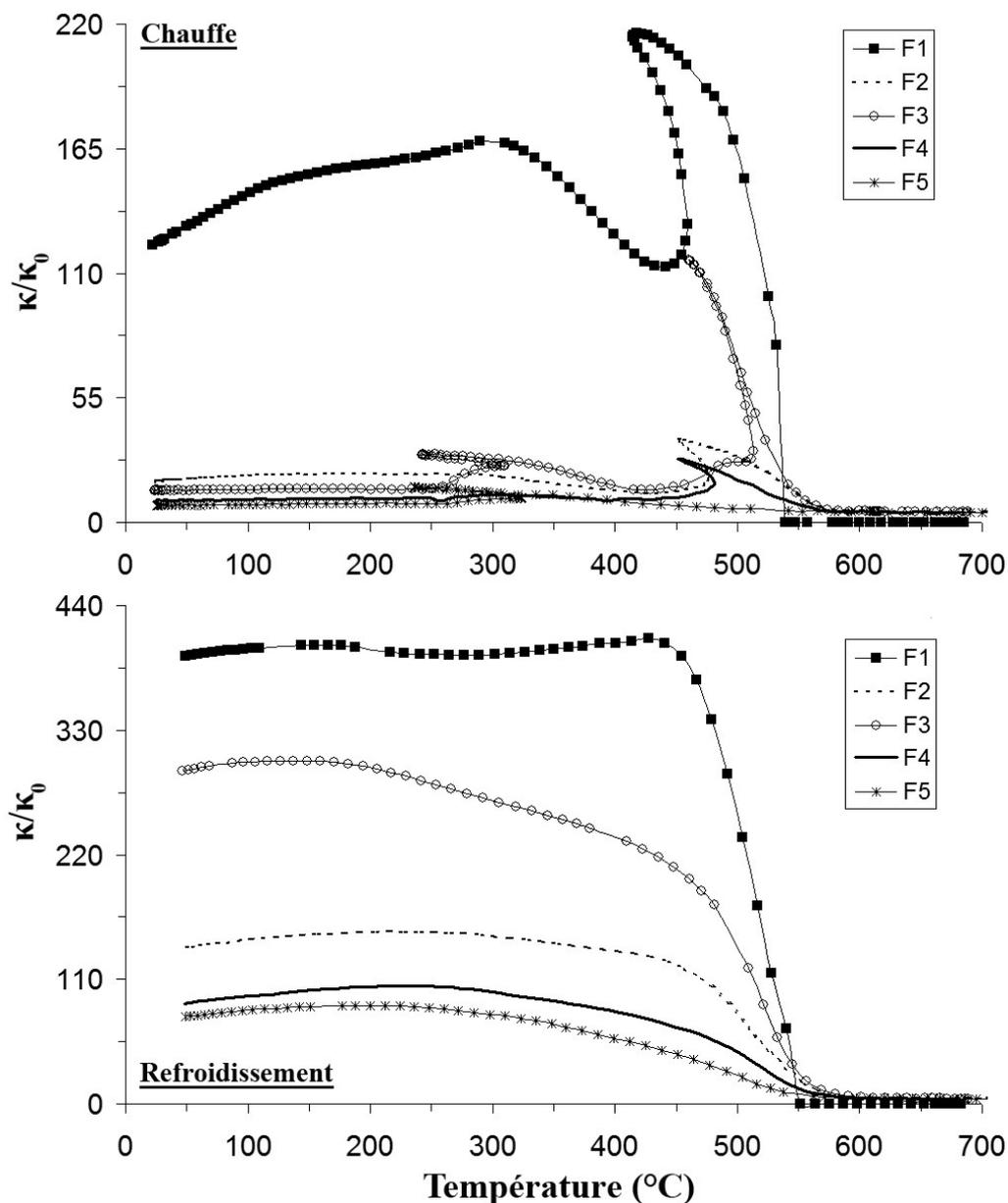


FIGURE 4.67 – Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air en cours de chauffe (figure du haut) et de refroidissement (figure du bas) pour les cinq unités du profil 2 prélevées dans la zone chauffée (site de Papferding). La susceptibilité mesurée  $\kappa$  est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante  $\kappa_0$ .

#### 4.2.1.3.3.1.3 Mesures d'hystérésis et d'aimantation rémanente isotherme (ARI)

Les cycles d'hystérésis et les courbes d'ARI obtenus pour les unités F1 à F4 prélevées dans la zone chauffée du profil 2 sont illustrés par la figure 4.68 et les paramètres d'hystérésis déduits de ces mêmes cycles sont indiqués sur la figure 4.59. Il n'a pas été possible d'étudier l'unité F5 par ces méthodes du fait d'une quantité trop faible de minéraux ferrimagnétiques.

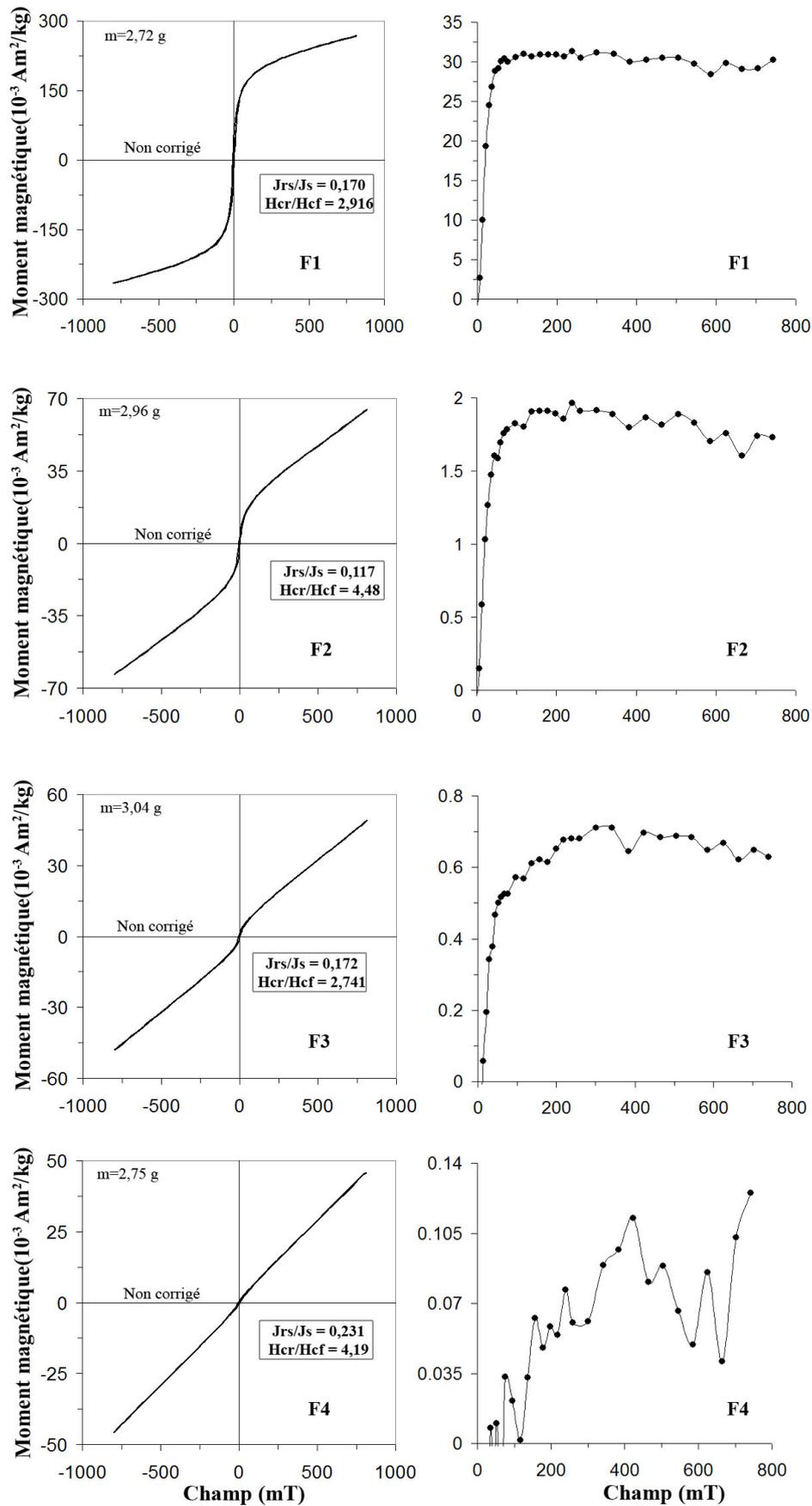


FIGURE 4.68 – Cycles d'hystérésis (non corrigés pour la contribution dia/paramagnétique) et courbes d'acquisition de l'aimantation rémanente isotherme pour les unités F1 à F4 prélevées dans la zone chauffée du profil 2 (site de Papferding).

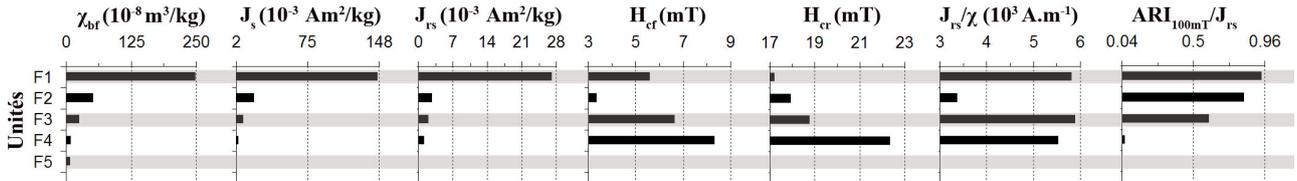


FIGURE 4.69 – Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), l’aimantation à saturation ( $J_s$ ), l’aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ), le champ coercitif ( $H_{cf}$ ), le champ coercitif rémanent ( $H_{cr}$ ), le rapport de l’aimantation rémanente à saturation sur la susceptibilité magnétique ( $J_{rs}/\chi$ ) et le rapport de l’aimantation rémanente isotherme à 100 mT sur l’aimantation rémanente à saturation ( $ARI_{100mT}/J_{rs}$ ) pour les unités du profil 2 prélevées dans la zone chauffée (site de Papferding).

On remarque que les paramètres d’aimantation  $J_s$  et  $J_{rs}$  suivent l’évolution de la susceptibilité magnétique, contrairement aux paramètres de champ  $H_{cf}$  et  $H_{cr}$ . À la vue des valeurs indiquées dans la figure 4.70, l’unité F1 contient beaucoup plus de grains ferrimagnétiques de type magnétite que les autres unités, pour lesquelles la quantité de grains magnétiques semble diminuer depuis les unités F2 à F4. Ceci est confirmé par les valeurs des rapports  $ARI_{100mT}/J_{rs}$  et par les courbes d’ARI (Figure 4.68) qui montrent une saturation de moins en moins rapide depuis l’unité F1, qui sature dès 100 mT, jusqu’à l’unité F3 qui sature pour un champ modéré de l’ordre de 300 mT. L’unité F4 montre quant à elle une courbe d’ARI en dents de scie ne saturant pas, ce qui traduit la très faible quantité de minéraux ferrimagnétiques dans cette unité.

Cependant, l’unité F2 se distingue par sa valeur de  $H_{cf}$ , plus faible que les autres, tout comme par celle du rapport  $J_{rs}/\chi$  (Figure 4.69). Ceci pourrait traduire la présence de grains plus gros ou de grains superparamagnétiques dans cette unité. Étant donné les très fortes valeurs obtenues pour le  $\chi_{fd}$  (%) et le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  pour cette unité, l’hypothèse de la présence de plus de grains superparamagnétiques dans F2 est à privilégier (Figure 4.65).

L’homogénéité du rapport  $J_{rs}/\chi$  pour les autres unités pourrait traduire une relation de proportionnalité entre susceptibilité et taille des grains, et donc l’importance de ce dernier facteur dans les valeurs de  $\chi_{bf}$ .

La position de ces quatre unités dans le diagramme de Day (Day *et al.*, 1977) (Figure 4.70) montre que F1, F3 et F4 sont relativement groupés dans la catégorie PMD (mélange probable de grains monodomaines et polydomaines ; Dunlop, 2002a, 2002b). L’unité F2 se distingue très nettement de ce groupe et se rapproche de la catégorie PD/SPM : ceci pourrait appuyer l’hypothèse formulée précédemment quant à une contribution plus importante en grains superparamagnétiques dans cette unité.

Le diagramme de la figure 4.71 montre un regroupement plus fort des quatre unités, mais F2 a tendance à se rapprocher de la catégorie SPM dans le cadre de la magnétite.

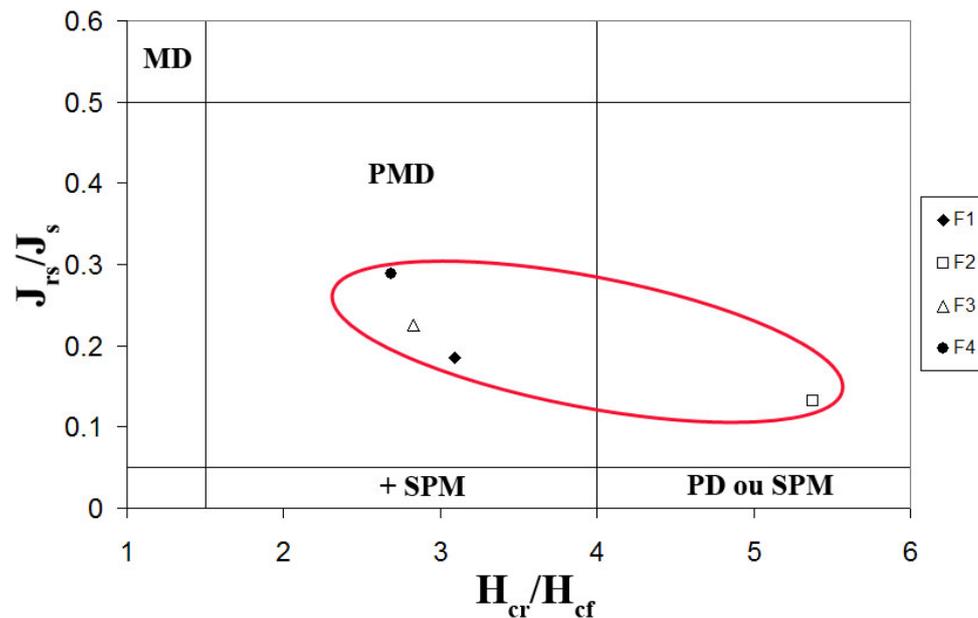


FIGURE 4.70 – Diagramme de Day (Day *et al.*, 1977) indiquant la répartition des unités F1 à F4 prélevées dans la zone chauffée du profil 2 (site de Papferding) en fonction des rapports  $J_{rs}/J_s$  et  $H_{cr}/H_{cf}$ . MD : monodomaine ; PMD : pseudo-monodomaine ; PD : polydomaine ; SPM : superparamagnétique.

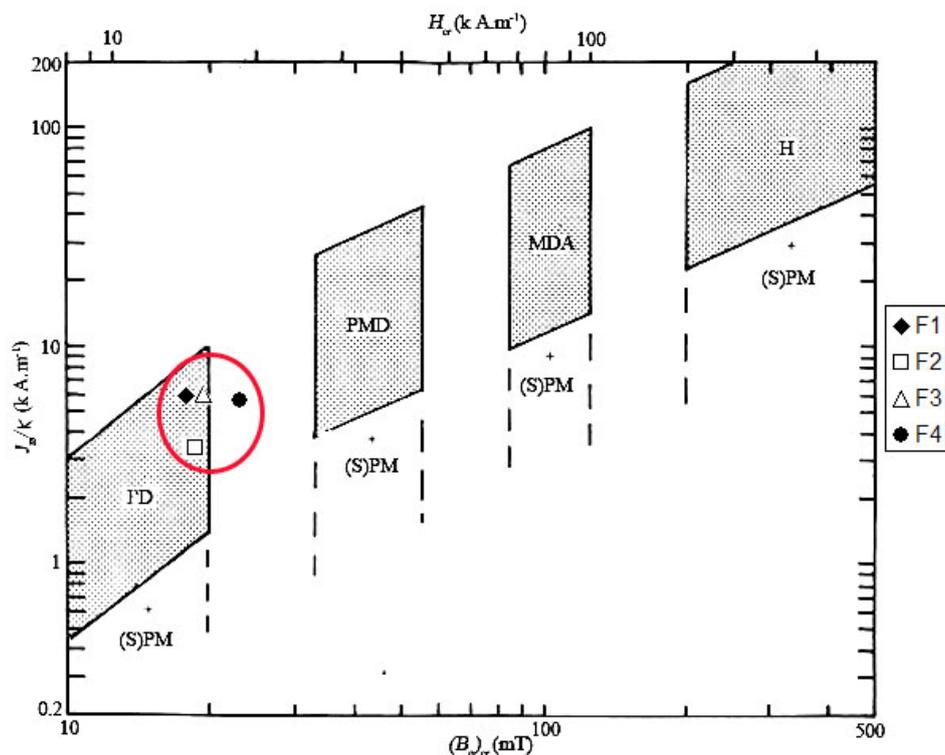


FIGURE 4.71 – Diagramme de la représentation du rapport  $J_{rs}/k$  en fonction de  $H_{cr}$  (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986) pour les unités F1 à F4 prélevées dans la zone chauffée du profil 2 (site de Papferding). Les magnétites polydomaines (MD pour « multidomain » en anglais), pseudo-monodomaines (PSD pour « pseudo single-domain » en anglais) et monodomaines allongées (ESD pour « elongated single-domain » en anglais) se situent dans la moitié gauche du diagramme. L'hématite (H) se situe en haut à droite du diagramme. Les mélanges contenant des grains (super)paramagnétiques se situent davantage dans la partie inférieure.

La figure 4.72 confirme les résultats précédents en montrant que la concentration en magnétite diminue fortement depuis F1 jusqu'à F4. Les unités F1, F3 et F4 possèderaient des grains de magnétite de taille comprise entre 16 et 32  $\mu\text{m}$  et l'unité F2 entre 32 et 64  $\mu\text{m}$ . Étant donné qu'un mélange de grains superparamagnétiques et monodomaines a tendance à avoir le même comportement que des polydomaines pour un minéral donné (Thompson et Oldfield, 1986), et que l'on pense avoir détecté la présence de grains superparamagnétiques pour F2, l'augmentation de la taille des grains de magnétite pour cette unité sur le diagramme de la figure 4.72 peut aussi traduire la présence de grains superparamagnétiques.

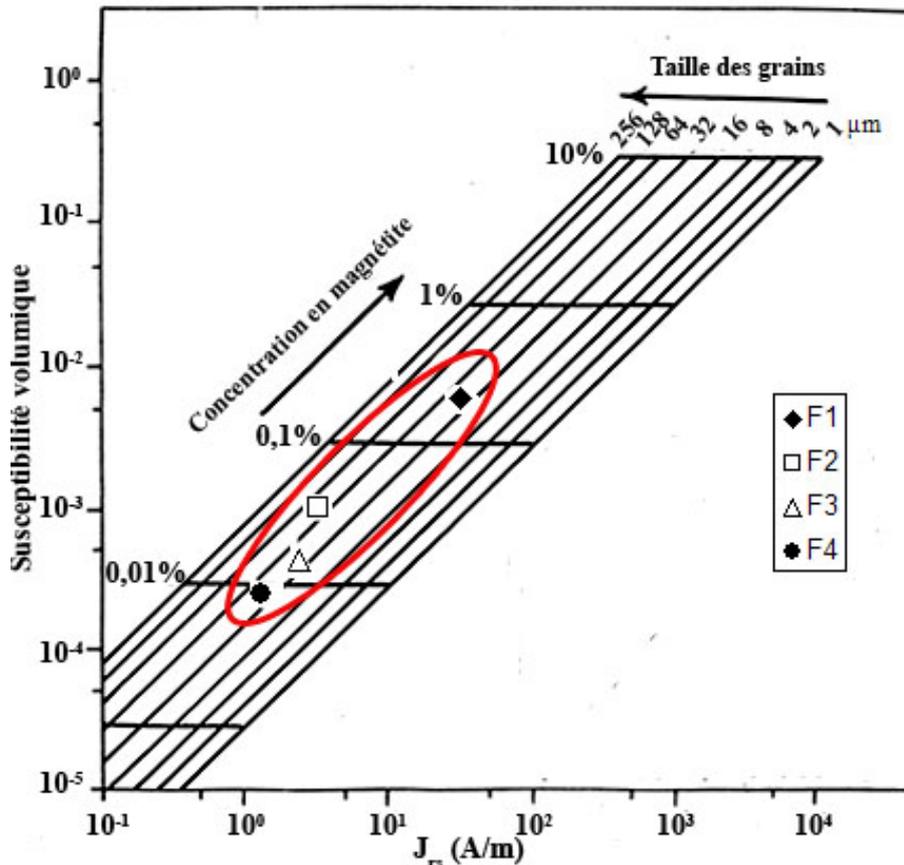


FIGURE 4.72 – Diagramme bilogarithmique indiquant la relation entre susceptibilité magnétique volumique ( $\kappa$ ) et aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ) pour les unités F1 à F4 de la zone chauffée (profil 2, site de Papferding). La grille sur laquelle sont placés les points pour notre étude est établie pour de la magnétite pure. L'amplitude de  $\kappa$  renseigne sur la concentration en magnétite tandis que le rapport  $\kappa/J_{rs}$  renseigne sur la taille des grains (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986).

#### 4.2.1.3.3.1.4 Mesures de la viscosité magnétique dans le domaine temporel

Des mesures de la viscosité magnétique dans le domaine temporel ont été réalisées sur les cinq unités récoltées dans la zone chauffée du profil 2 (cf chapitre 3 pour le mode opératoire). Mais seules les unités F1 et F2 ont fourni des résultats exploitables, le signal étant trop faible pour les unités F3 à F5.

La décroissance de l'aimantation rémanente visqueuse pour les unités F1 et F2 se traduit par des droites dont la pente est proche de  $t^{-1,1}$  (Figure 4.73) et qui se distinguent seulement par leur ordonnée à l'origine, c'est-à-dire par leur quantité en grains visqueux. Les grains,

responsables de la viscosité pour la gamme de temps considérée, sont donc les mêmes pour ces deux unités.

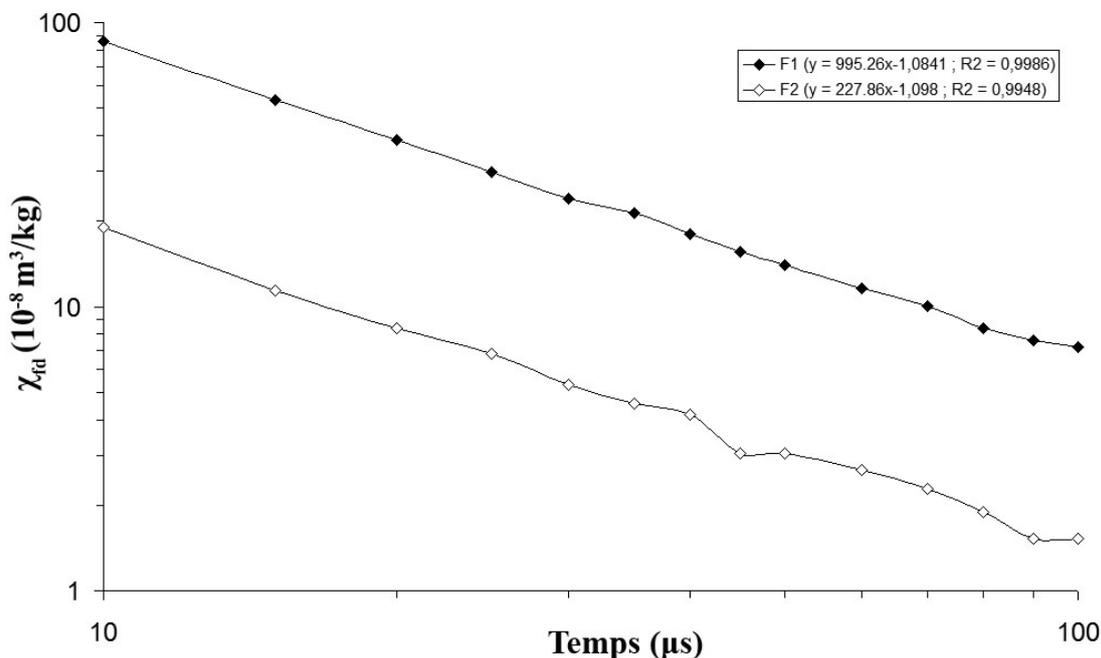


FIGURE 4.73 – Figure illustrant l'évolution de la viscosité magnétique dans le domaine temporel pour les unités F1 et F2 prélevées dans la zone chauffée du profil 2 (site de Papferding). L'équation des droites et le coefficient de régression sont indiqués pour les différents échantillons en haut à droite de la figure.

### 4.2.1.3.3.2 Analyses chimiques

#### 4.2.1.3.3.2.1 Mesures de la teneur en éléments chimiques

Les résultats de l'analyse chimique concernant l'étude des teneurs en carbone et en matière organiques, ainsi qu'en fer et en phosphore sont indiqués dans la figure 4.74 pour les cinq unités échantillonnées dans la zone chauffée du profil 2.

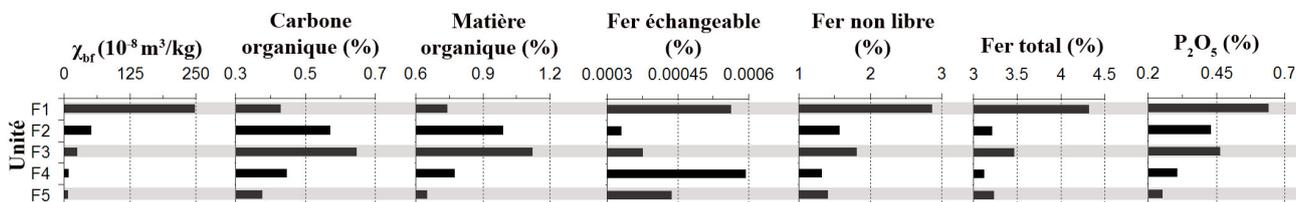


FIGURE 4.74 – Figure illustrant l'évolution de la susceptibilité magnétique massique à basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), du taux de carbone et de matière organiques, du taux de fer échangeable, non libre et total, ainsi que du taux de phosphates pour les cinq unités prélevées dans la zone chauffée du profil 2 (site de Papferding).

Une première remarque importante concerne les teneurs en fer non libre, fer total et phosphore. Ces éléments, et particulièrement le phosphore, évoluent de la même façon que la susceptibilité. Par contre, le fer échangeable, le carbone et la matière organiques évoluent différemment. En effet, la teneur en fer échangeable est forte pour l'unité F1 mais aussi pour

l'unité F4, tandis qu'elle croît progressivement de F2 à F5. Le carbone et la matière organiques montrent une évolution encore différente avec des maxima pour les unités F2 et F3 et des valeurs bien plus faibles pour les unités F1, F4 et surtout F5.

#### 4.2.1.3.3.2 Observations au microscope électronique à balayage (MEB)

Les observations effectuées au MEB montrent que les unités F1 et F2 de la zone chauffée du profil 2 à Papferding sont composées d'ilménites de plus ou moins grosse taille (50 sur 100  $\mu\text{m}$  environ pour F1, figure 4.75, contre 10 sur 20  $\mu\text{m}$  pour F2, figure 4.76). Quelques rutiles et zircons sont également visibles du fait de leur forte brillance en mode rétrodiffusé. Des grains de petite taille ont été difficiles à déceler, mais doivent être présents étant donné les résultats des propriétés magnétiques que nous avons obtenus.

Nous ne disposons pas de lames minces de ces échantillons pour faire une analyse à la microsonde électronique, c'est pourquoi nous ne disposons que des observations au MEB pour ces deux unités.

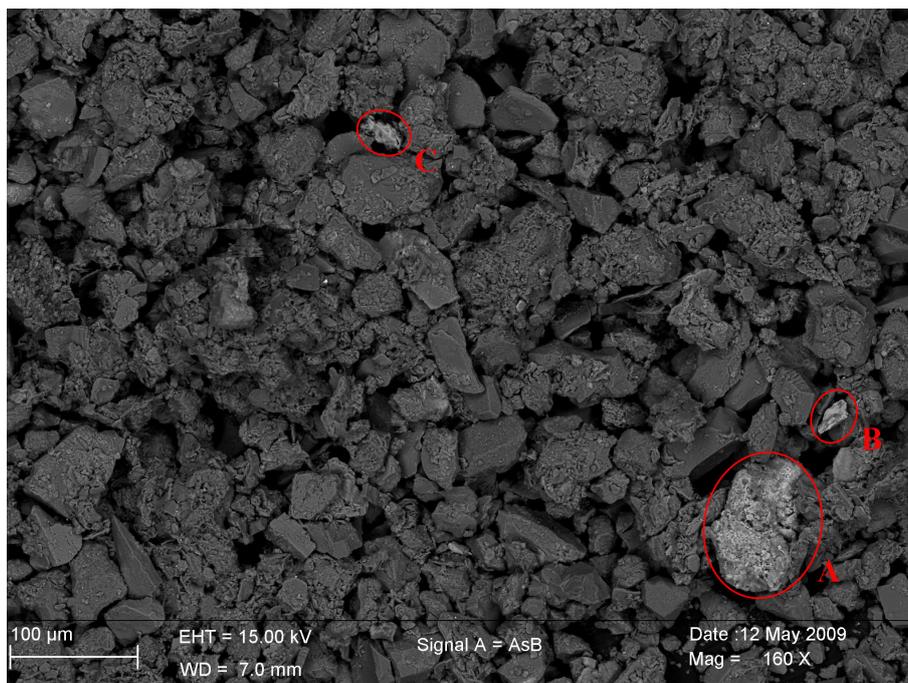


FIGURE 4.75 – Photographie d'un échantillon du four (zone chauffée, site de Papferding) réalisée au MEB en mode rétrodiffusé. A : ilménite d'environ 50 × 100  $\mu\text{m}$  ; B et C : zircons d'environ 20 × 40  $\mu\text{m}$ .

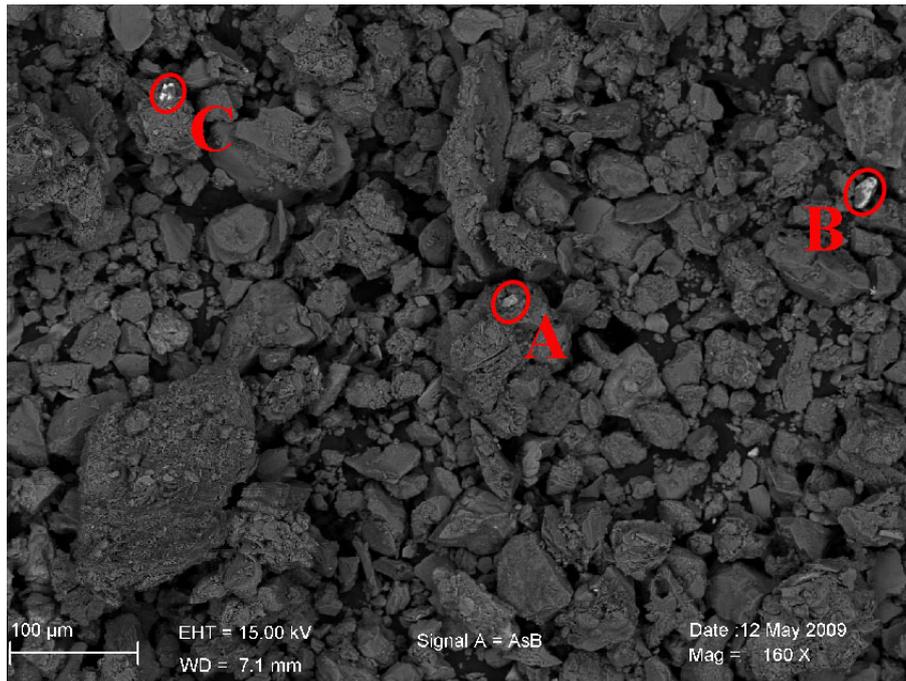


FIGURE 4.76 – Photographie d'un échantillon prélevé au-dessus du four (zone chauffée, site de Papferding) réalisée au MEB en mode retrodiffusé. A : ilménite d'environ  $10 \times 20 \mu\text{m}$  ; B et C : rutilites d'environ  $20 \times 40 \mu\text{m}$  et  $20 \times 30 \mu\text{m}$  respectivement.

#### 4.2.2.4 Synthèse concernant le site post-néolithique de Papferding

L'ouverture d'une tranchée sur le site de Papferding a permis de mettre à jour différents types d'occupation de la zone à des époques variées, et de confirmer la présence d'un enclos datant du second Âge du Fer associé à son fossé. Sous les quelques traces restantes de cet enclos, des remplissages datant du Bronze ancien ont été trouvés ainsi qu'une zone chauffée. L'hypothèse d'un remplissage du fossé associé à l'enclos pendant le Moyen Âge est privilégiée : un système de billonnage aurait été mis en place à cette époque pour drainer les trop grandes quantités d'eau présentes sur ce site particulièrement humide.

L'échantillonnage, en vue de l'étude des propriétés magnétiques du site, a été réalisé sur toutes les couches visibles : horizon labouré *Ap*, traces de l'enclos celtique, remplissages datant du Bronze ancien, remplissages du fossé et couches non anthropisées plus anciennes.

Les études menées en laboratoire ont montré que le signal magnétique associé à ce site est très faible, ce qui rend difficile son étude. Les valeurs de susceptibilité ne dépassent pas  $15 \text{ à } 20 \times 10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$  pour les structures non chauffées et sont le plus souvent inférieures à  $10 \times 10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$ . Les taux de conversion sont également très faibles, de l'ordre de 1 à 2 % en moyenne. Ces résultats sont étroitement liés à la nature essentiellement argileuse des horizons de ce site, et donc à la forte contribution des minéraux dia/paramagnétiques dans le signal magnétique enregistré. La présence de lépidocrocite, parfois en grande quantité, confirme d'ailleurs les conditions de mauvais drainage associées aux argiles.

Mais certains horizons se distinguent des autres par leurs propriétés magnétiques. C'est le cas de l'horizon *Ap* labouré : il montre des valeurs des paramètres magnétiques parmi les plus fortes et est caractérisé par la présence de magnétite monodomaine tel que cela est communément observé pour les horizons superficiels *A*, riches en matière organique et dominés par l'activité biologique (Taylor et Schwertmann, 1974; Taylor et al., 1987; Maher et Taylor, 1988; Fassbinder, 1990). Les horizons *Ah* anciens montrent également la présence de magnétite

monodomaine mais en moins grande quantité puisqu'une forte baisse de leur signal magnétique est observée.

Les remplissages anthropiques datant du Bronze ancien ont aussi tendance à se distinguer des autres horizons. Il apparaît que les remplissages, de couleur sombre et riches en matière organique, en phosphore et en matériaux archéologiques tels que des charbons de bois et des céramiques, ont une susceptibilité un peu plus élevée, tout comme le taux de conversion et la quantité de grains responsables de la viscosité. Ces remplissages sont le plus souvent accompagnés de magnétite monodomaine et de maghémite. L'un d'entre eux (couche 8) montre même la présence d'une importante quantité de grains superparamagnétiques malgré un taux de conversion moyen (couche probablement non chauffée) et l'absence de magnétite monodomaine (très faible activité bactérienne).

Les horizons gleyeux et pseudogleyeux rencontrés à la base de la tranchée (couche 15), et surtout dans le remplissage du fossé (couches 19 (en partie), 20, 21, 22) sont caractérisés par un signal magnétique très faible, si bien que les paramètres tels que la dépendance fréquentielle de la susceptibilité et le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  sont nuls pour ces unités. Ceci est lié à la présence plus ou moins permanente d'eau et à la création de conditions réductrices propices à la dissolution des minéraux magnétiques et à leur transport. Les horizons pseudogleyeux rencontrés sur ce site montrent la présence de magnétite monodomaine en plus ou moins grande quantité. Les horizons gleyeux, tels que la couche 21, montrent généralement la présence de greigite. Mais la mise en évidence de ce minéral n'est pas évidente sur ce site, surtout si l'on se base sur les paramètres d'hystérésis. Cependant, il semblerait que la courbe thermomagnétique de la couche 21 confirme la présence de ce minéral dans cette unité par une légère décroissance de la susceptibilité entre 250 et 400°C. Le signal magnétique des horizons mal drainés, tels que la couche 25, est essentiellement porté par de la lépidocrocite en grains plutôt gros d'après les faibles champs coercitifs.

Enfin, les unités de la zone chauffée montrent un signal magnétique bien plus important que les couches qui ne l'ont pas été ou très peu. Les unités les plus chauffées *a priori* en conditions oxydantes (F1 et en moindre proportion F2) montrent de fortes susceptibilités et viscosités relatives. Leur signal semble porté par de la maghémite et de la magnétite en grains fins plus ou moins substituée. À  $\chi_{fd}(\%)$  quasiment égal, la plus faible susceptibilité et le plus faible taux de conversion de l'unité F2 peuvent être probablement liés à son plus faible taux de fer échangeable et/ou à la présence de grains polydomaines en moins grande quantité que dans l'unité F1. Quoiqu'il en soit, ces deux unités suivent la théorie des grains monodomaines dispersés : la pente de décroissance de l'aimantation rémanente visqueuse observée pour ces deux unités est en  $t^{-1,1}$ . Il y a donc uniformité pour ces deux unités de la distribution en taille des grains responsables de la viscosité magnétique dans la gamme de temps étudiée (grains de 0,012 à 0,023  $\mu m$  entre 10-100  $\mu s$ ).

### 4.2.2 Le site laténien de Levroux (Indre, France)

Levroux est une commune de trois mille habitants située dans le département de l'Indre (région Centre), à une quinzaine de kilomètres au Nord de Chateauroux (Figure 4.77). Agglomération importante au second Âge du Fer (La Tène), elle a été occupée depuis de façon continue et conserve les traces exceptionnelles de la formation d'une des premières agglomérations à caractère urbain de la Gaule.



FIGURE 4.77 – Localisation géographique du canton de Levroux au sein du département de l'Indre, région Centre.

#### 4.2.2.1 Contexte géologique

Le canton de Levroux, situé au Nord-Ouest du Berry, est une région typique du Bassin Parisien. Il se divise en deux ensembles caractérisés par un substrat géologique différent : au N-NO se trouve le Boischaux, zone boisée et humide, reposant sur un substrat argilo-sableux, tandis qu'au S-SE se trouve une zone plus sèche, la Champagne Berrichonne calcaire (Figure 4.78).

Le quartier des Arènes, tout comme le reste de la commune de Levroux, se situe sur un substrat calcaire oxfordien à faciès récifal qui peut être altéré dans sa partie supérieure. Il est généralement compact. Sa surface parfois très résistante comporte des encroûtements irréguliers et peu épais constitués de petits blocs de calcaire. La couche de terre arable sus-jacente est épaisse de 20 à 40 centimètres. Parfois, un horizon argileux rougeâtre s'intercale entre la terre arable et le calcaire. Il s'agit d'un niveau d'altération naturelle (stérile en mobilier archéologique et toujours antérieur aux structures gauloises) (Buchsenschutz *et al.*, 1988). La terre arable montre les caractéristiques d'une altération lente telle que celle des plateaux calcaires de la moitié Nord de la France : la couche d'« argiles de décarbonatation » formée généralement, riche en oxydes de fer, est connue sous le nom de *terra fusca* (Duchaufour, 2001). Cette couche est très souvent recouverte par des dépôts de limons éoliens plus ou moins épais.

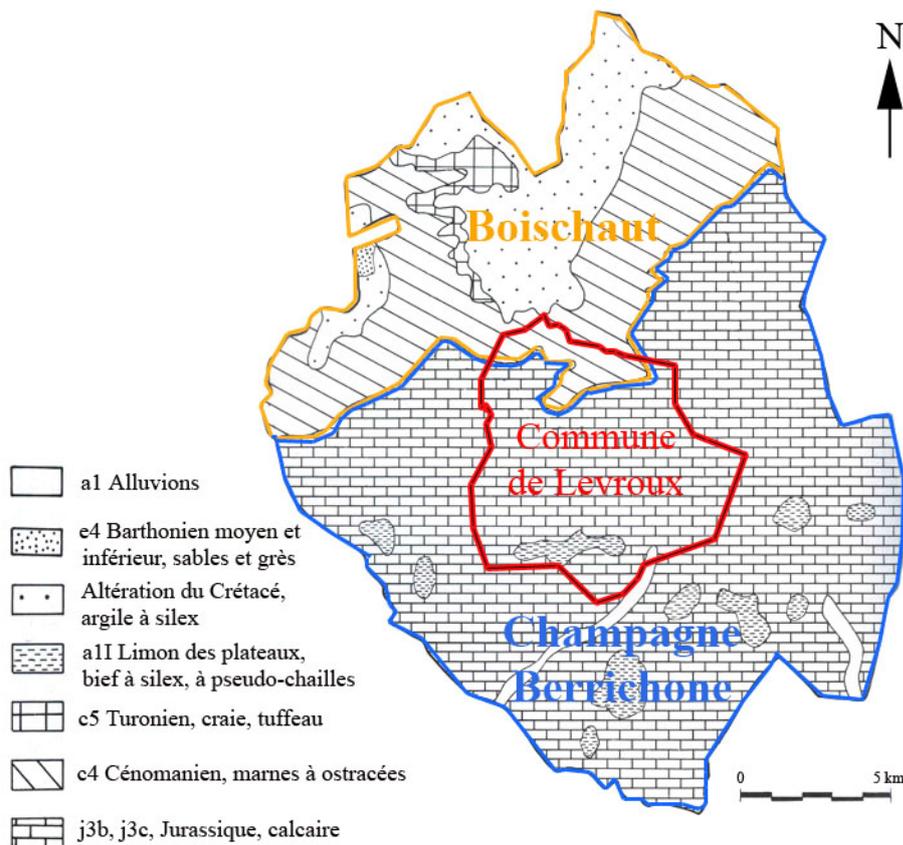


FIGURE 4.78 – Carte géologique du canton de Levroux (figure modifiée d'après Buchsenschutz *et al.*, 1988, 2000).

#### 4.2.2.2 Contexte archéologique

Depuis le  $II^{eme}$  s. av. J.-C., la commune de Levroux a vu son agglomération se transformer selon le schéma de la figure 4.79 (Buchsenschutz *et al.*, 1993, 2000). Une période importante pour l'agglomération de Levroux est le second Âge du Fer pendant lequel on passe d'un habitat artisanal dans le quartier des Arènes localisé au Sud de l'actuelle commune et occupé dès le  $II^{eme}$  s. av. J.-C., à une ville gauloise fortifiée (*oppidum*) située plus au Nord sur la Colline des Tours au  $I^{er}$  s. av. J.-C. (Figure 4.79) (Buchsenschutz *et al.*, 1988-2000 ; Buchsenschutz, 2008). Dans ce travail, nous nous intéresserons seulement au quartier des Arènes sur lequel porte cette partie de notre étude.

L'habitat des Arènes, qui s'étend sur une quinzaine d'hectares, a été créé dans le courant du  $II^{eme}$  s. av. J.-C. et fut pratiquement abandonné après La Tène D1, soit vers 75 av. J.-C. (Buchsenschutz *et al.*, 1988-2000 ; Buchsenschutz, 2008). Le village, qui s'installe sur un territoire déjà largement déboisé d'après les marqueurs polliniques, se caractérise par une densité des constructions fortes. Les fouilles fines effectuées dans ce secteur dans les années 1980 ont mis en évidence un grand nombre de fosses, trous de poteaux, silos et puits à eau, au mobilier très abondant, ainsi que quelques fossés correspondant à des tranchées de palissade, le tout organisé selon deux directions dominantes Est-Ouest et Nord-Sud.

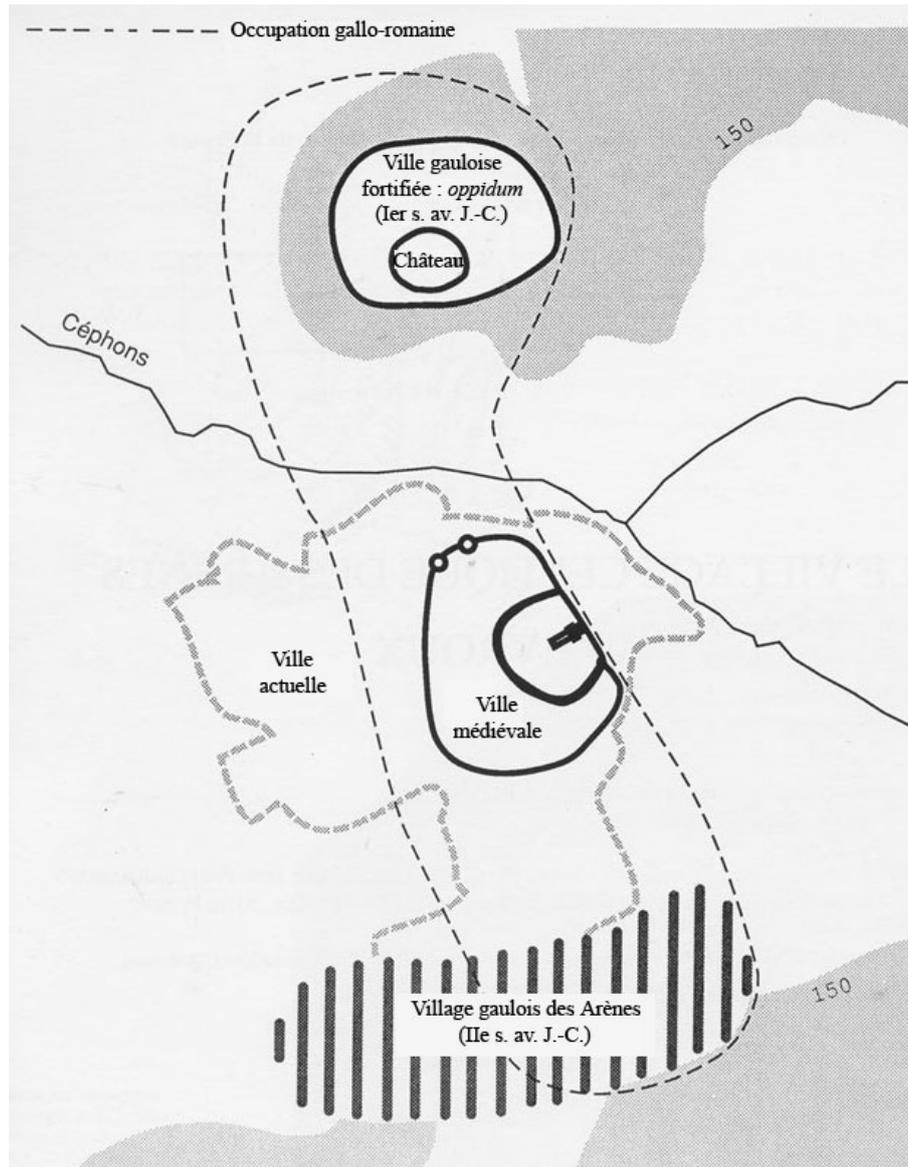


FIGURE 4.79 – Schéma global du site de Levroux qui indique les déplacements de l'agglomération depuis le II<sup>ème</sup> s. av. J.-C. (d'après Buchsenschutz *et al.*, 1993, 2000).

À la vue de ces structures, on peut donc se demander si nous avons affaire à des habitations ou seulement à des traces d'activité artisanale. L'analyse du mobilier révèle aussi bien des traces d'activités artisanales (travail du fer, de l'os, de la corne, tissage) que des traces de consommation de viande ou de végétaux. Il a pu exister des maisons qui ne laissent pas de traces dans le sol, une fois que leur superstructure est détruite : les bâtiments sur poteaux, de taille modeste, pourraient avoir servi d'habitation mais aussi d'annexes ou d'ateliers artisanaux. La présence de petites habitations étroitement associées aux ateliers est en tous cas envisageable (Buchsenschutz *et al.*, 1988-2000).

Concernant l'artisanat, Olivier Buchsenschutz *et al.* (1988-2000) ont montré que l'habitat de Levroux est caractérisé par l'omniprésence d'activités spécialisées comme en témoignent la nature des remplissages des nombreuses fosses mises à jour. Ces dernières se caractérisent par des longueurs et largeurs sensiblement égales, inférieures à 2 m et des profondeurs inférieures à 50 cm pour plus de la moitié d'entre elles, même si une centaine de fosses atteint 50 à 130 cm dans le substrat calcaire. Il s'agit dans à peu près tous les cas d'un comblement détritique des

fosses, provoqué par les hommes et par l'érosion naturelle du terrain. Le remplissage naturel est marqué par une alternance de couches de « tuf » calcaire et de terre brune à rouge-orangée, qui correspond à la base de l'humus. L'intervention humaine dans le processus de remplissage est quant à elle signalée par la présence de charbons de bois, qui assombrissent la couleur des couches, et d'objets divers (Buchsenschutz *et al.*, 1993, 2000).

Parmi les activités artisanales identifiées à Levroux, le travail du fer et du bronze apparaît comme l'activité principale. En effet, une intense activité métallurgique de type forge a été mise en évidence sur toutes les parcelles étudiées du quartier des Arènes par la présence de chutes métalliques et de scories dans le remplissage de la plupart des fosses. La production métallurgique, établie sur place, concerne des pièces de char, des armes, qui ont peut-être seulement été réparées, et surtout des petits objets, des parures essentiellement (fibules\*). De nombreux tessons de poteries, du verre et des ossements animaux ont été trouvés en grande quantité dans les fosses, ces derniers attestant d'une forte activité de production animale et leur probable commercialisation (présence de monnaies) (Buchsenschutz *et al.*, 1988-2000 ; Buchsenschutz, 2008). Le nombre d'objets trouvés (surtout chutes métalliques et scories) témoignent de l'importance des activités artisanales par rapport, à titre de comparaison, au faible nombre des structures de stockage ou d'outils agricoles. La fabrication des fibules, des dés en os, des objets en corne, les monnaies, montre bien qu'il s'agit d'une activité spécialisée, monotone, qui évoque un travail professionnel orienté vers une production de qualité moyenne (Buchsenschutz *et al.*, 2000).

Par la présence d'ateliers artisanaux, les importations en quantités non négligeables et l'utilisation de l'instrument monétaire, on reconnaît là les activités caractéristiques des premières villes de l'Europe tempérée (Buchsenschutz *et al.*, 2000).

Pour notre étude, le choix des parcelles a été guidé par Olivier Buchsenschutz, directeur de recherche à l'ENS Paris, qui nous a proposé de travailler sur des terrains du quartier des Arènes ayant été prospectés en partie entre 1973 et 1982, à savoir les parcelles 304, 15 et 90 (Figure 4.80). Parmi elles, la parcelle 304 est d'autant plus intéressante qu'elle a révélé lors de fouilles organisées dans les années 1980 une densité de fosses et de matériel particulièrement importante dans sa partie Nord. Les figures 4.81 et 4.82 témoignent en effet de la présence de 593 trous de poteau et de 153 fosses de formes différentes creusées dans le substrat calcaire, ainsi que d'une importante concentration d'objets et plus particulièrement de scories surtout à l'Est de la parcelle alors même que moins de la moitié de chaque fosse a été fouillée (Buchsenschutz *et al.*, 2000).

La poursuite de l'étude de cette parcelle par les méthodes géophysiques dans sa partie sud restée intacte nous est donc apparue tout à fait pertinente. L'étude des parcelles 15 et 90 a eu pour objectif de compléter les informations obtenues au Sud de la parcelle 304 quant à l'extension spatiale de l'habitat et à sa nature.

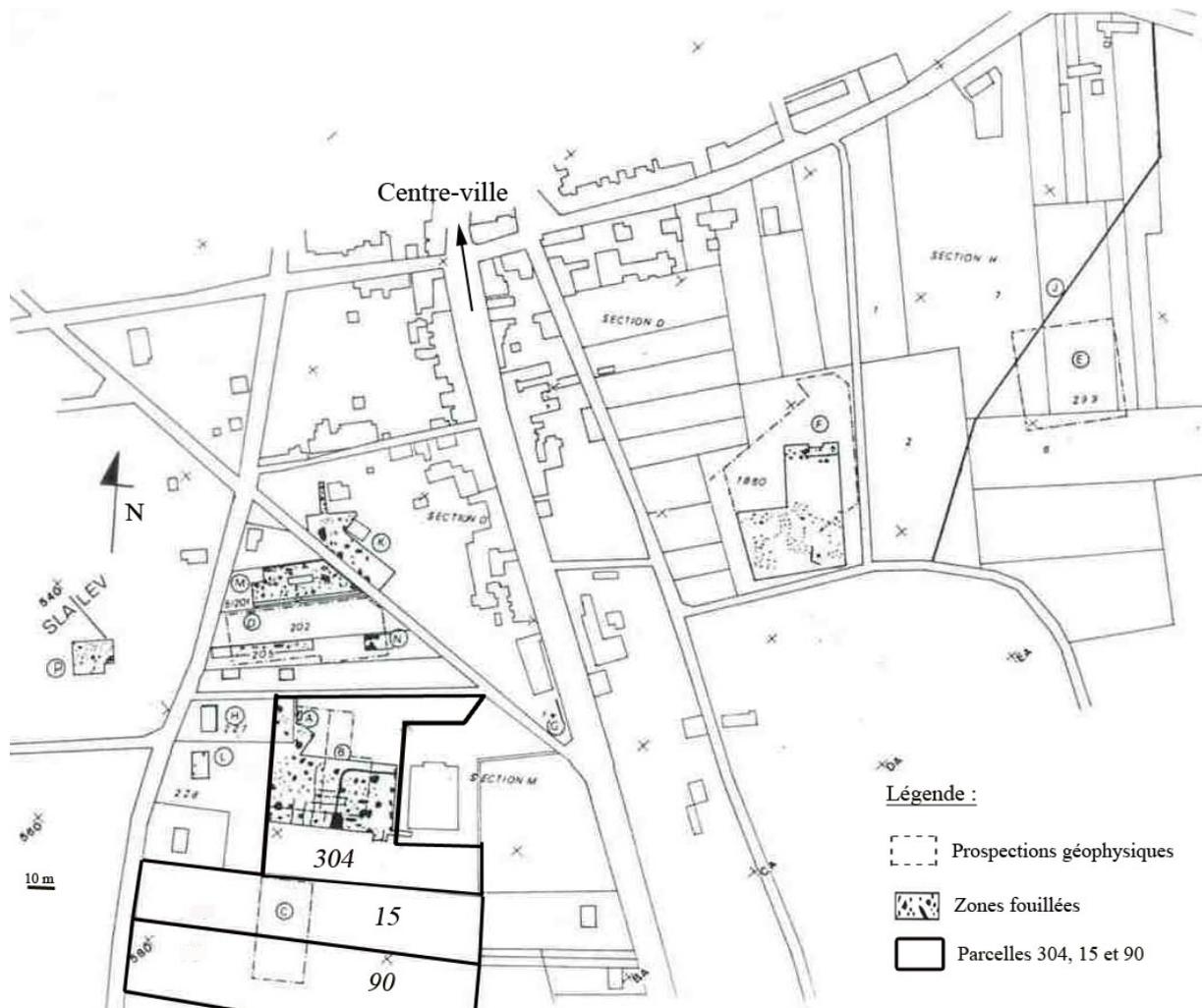


FIGURE 4.80 – Plan général des fouilles et des prospections géophysiques effectuées dans la partie Ouest du quartier des Arènes entre 1971 et 1988. Les parcelles 304, 15 et 90 étudiées en 2008 dans le cadre de ce travail sont localisées en trait noir épais sur le cadastre actuel de la ville (figure modifiée d'après Buchsenschutz *et al.*, 1988, 1993).

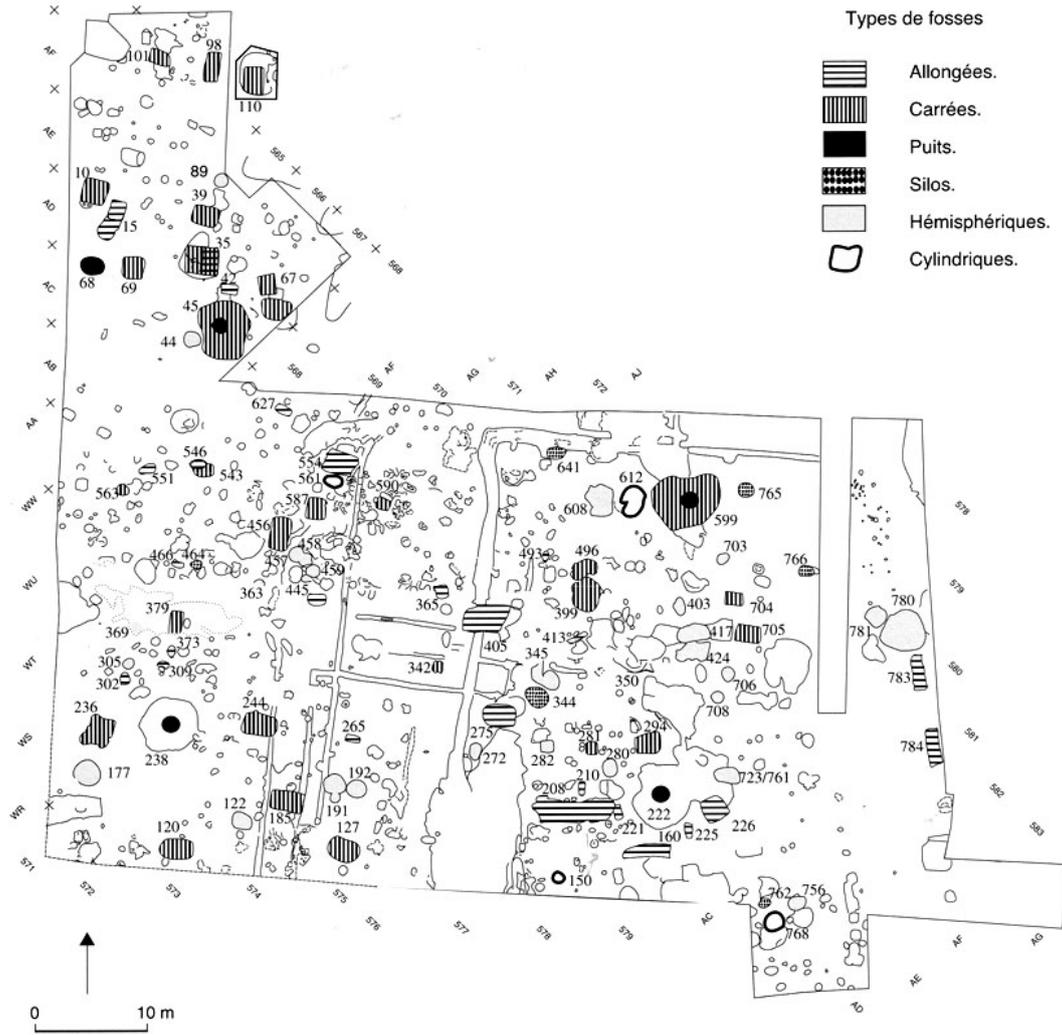


FIGURE 4.81 – Types de fosses au Nord de la parcelle 304 (d'après Buchsenschutz *et al.*, 1993, 2000).



FIGURE 4.82 – Nombre de scories par structure au Nord de la parcelle 304 (d'après Buchsenschutz *et al.*, 2000).

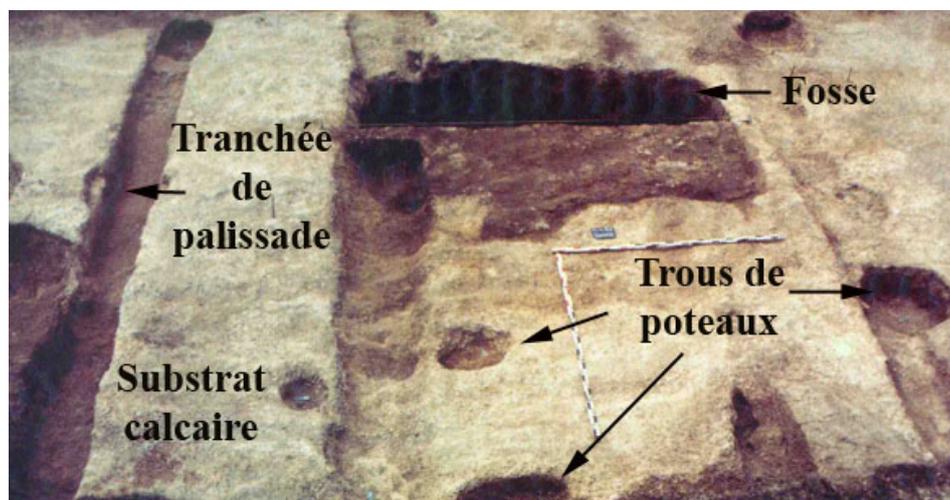


FIGURE 4.83 – Photographie montrant l'excavation d'une fosse, de trous de poteaux et de tranchées de palissade au Nord de la parcelle 304 en 1984 (modifié d'après Buchsenschutz *et al.*, 1993).

### 4.2.2.3 Projections géophysiques

#### 4.2.2.3.1 Matériel utilisé

##### 4.2.2.3.1.1 Prospection magnétique : magnétomètre à vapeur de césium G858 (Geometrics Ltd)

Le magnétomètre utilisé est un magnétomètre à pompage optique (Figure 4.84). Il permet de faire des mesures avec deux capteurs de champs totaux que l'on peut monter en gradiomètre. On a alors une mesure indépendante de la variation temporelle du champ magnétique terrestre. On peut enregistrer jusqu'à dix mesures par seconde, ce qui correspond à un enregistrement que l'on peut qualifier de continu. L'espacement entre les profils dépend du pas choisi. Il est généralement de 1 m ce qui est le cas ici. Les mesures avec le G858 enregistrent les variations de l'aimantation totale, c'est-à-dire les variations latérales de la somme de l'aimantation induite,  $J_i$ , et de l'aimantation rémanente,  $J_r$ .

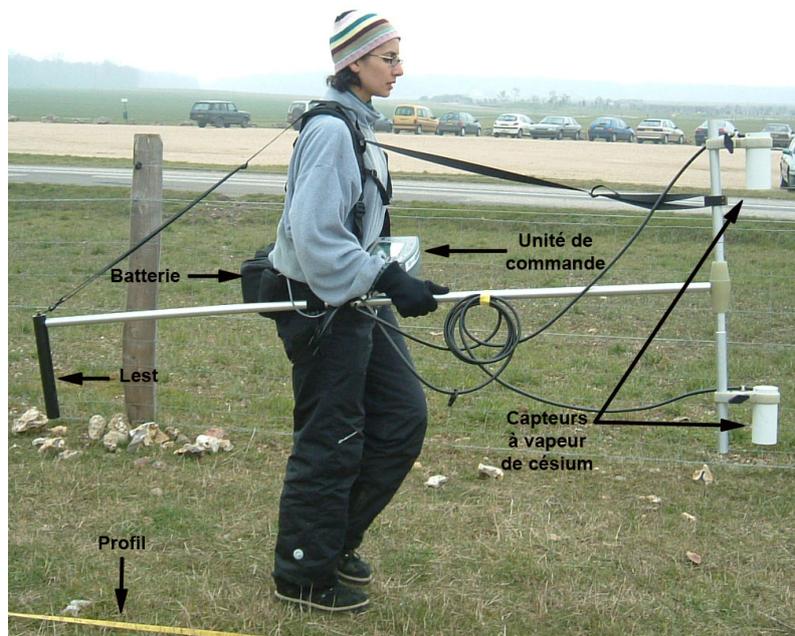


FIGURE 4.84 – Magnétomètre à vapeur de césium G858 de Geometrics Ltd.

##### 4.2.2.3.1.2 Prospection électromagnétique : Conductivimètre Susceptibilimètre 60 (CS60)

C'est un appareil électromagnétique fréquentiel de géométrie Slingram développé au laboratoire Sisyphe de l'UPMC (Figure 4.85). Les bobines émettrice et réceptrice sont coplanaires (VCP) écartées de 60 cm. Sa fréquence de fonctionnement est de 27 960 Hz. Il permet de mesurer simultanément :

- La susceptibilité magnétique,  $\kappa$ , du sous-sol ;
- La conductivité électrique,  $\sigma$ , inverse de la résistivité électrique.

On peut prospecter dans les positions horizontale et verticale, mais habituellement c'est la position verticale (VCP) qui est utilisée et c'est le cas pour les prospections présentées dans ce travail. Les mesures ont été faites en continu, tractées sur un chariot.

L'appareil a une profondeur d'investigation d'environ 40 cm pour la susceptibilité et de 80 cm pour la conductivité.

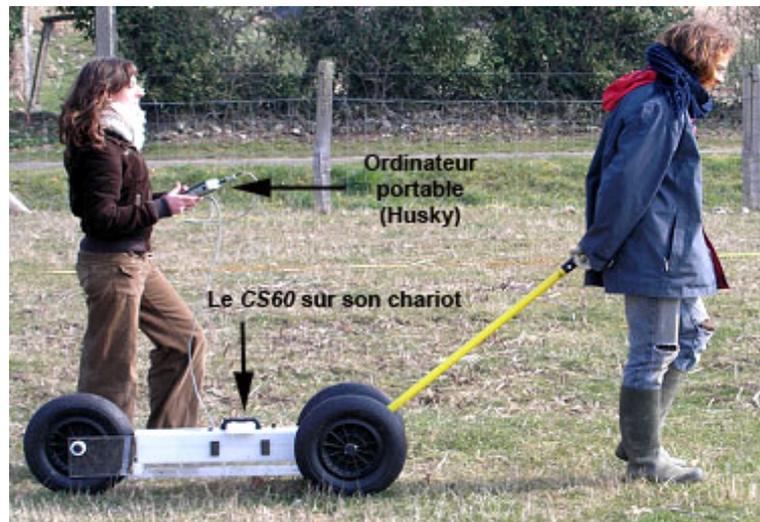


FIGURE 4.85 – Le CS60 et son équipement de traction (chariot) et d'enregistrement des données (ordinateur portable de terrain) (cliché : A. Jrad).

#### 4.2.2.3.1.3 G858 et CS60 couplés

Il est possible de coupler le G858 avec le CS60 pour obtenir des mesures simultanées. Nous avons placé les capteurs du magnétomètre horizontalement à 40 cm du sol et en les espaçant de 60 cm. Le CS60, quant à lui, a été tracté sur une sorte de « ski » placé à l'arrière (Figure 4.86).



FIGURE 4.86 – Magnétomètre et CS60 couplés pour des mesures simultanées (cliché : F.X. Simon).

Or on sait que :

- Le G858 fournit les variations latérales de l'aimantation totale :  $J = J_i + J_r$  à une profondeur limitée par l'étendue de la prospection ;
- Le CS60 fournit la susceptibilité et donc indirectement l'aimantation induite  $J_i$  sur les quarante premiers centimètres.

En transformant les valeurs de susceptibilité acquises avec le CS60 en anomalie magnétique créée par l'aimantation induite de la couche superficielle (Benech *et al.*, 2002) et en la soustrayant aux valeurs obtenues avec le G858, on peut isoler l'effet des aimantations situées sous 40 cm de profondeur correspondant aux éventuelles structures en place (la couche superficielle, continuellement remaniée, ne peut être le siège d'anomalies rémanentes).

#### 4.2.2.3.1.4 Viscosimètre Conductivimètre 100 (VC100)

Le VC100 est un appareil TDEM (Time Domain ElectroMagnetism) développé au laboratoire Sisyphe de l'UPMC (Figure 4.87). Cet appareil (Thiesson *et al.*, 2007), constitué de deux bobines, l'une émettrice et l'autre réceptrice écartées de 1,10 m, permet de mesurer la viscosité magnétique  $\kappa_{qu}$  du sol : sous l'effet d'un champ primaire constant, les minéraux du sol s'aimantent ; lorsque l'on coupe brutalement ce champ, on mesure un signal dont l'origine est la viscosité magnétique du sol. Ce signal est enregistré par l'appareil pour cinq temps de mesure différents après la coupure, à savoir 12,2  $\mu s$ , 22,9  $\mu s$ , 44,2  $\mu s$ , 86,9  $\mu s$  et 172  $\mu s$ . Étant donné que seuls les minéraux ferromagnétiques au sens large possèdent une aimantation rémanente visqueuse,  $J_r$ , et que cette aimantation est liée à la taille des grains constituant le sol étudié, on peut obtenir des informations sur les caractéristiques des grains présents.

Afin d'étudier la variation de la viscosité magnétique avec la profondeur, les mesures ont été effectuées en position basse (appareil positionné à 10 cm de la surface, soit une profondeur d'investigation de 80 cm environ) et en position haute (appareil positionné à 29 cm de la surface, soit une profondeur d'investigation de 60 cm environ).

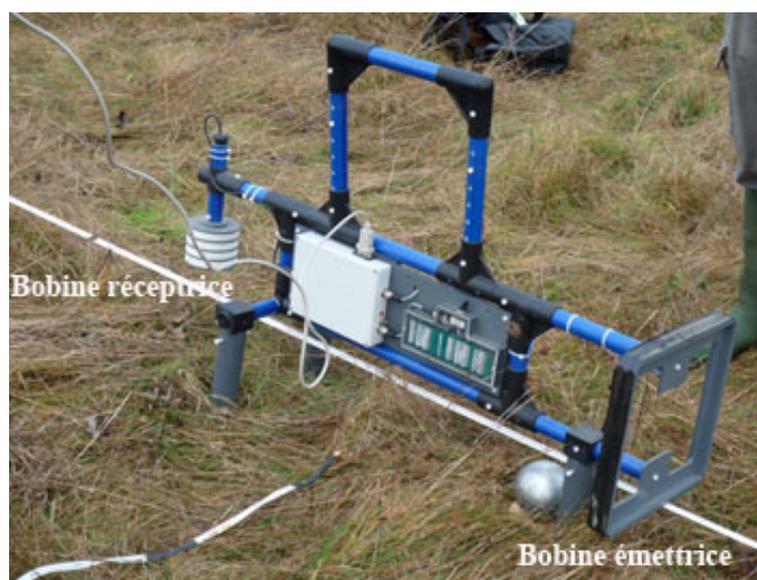


FIGURE 4.87 – Le Viscosimètre Conductivimètre 100 (VC100).

#### 4.2.2.3.2 Localisation des prospections

Au cours de la première prospection géophysique, nous avons réalisé :

- Des mesures du gradient magnétique vertical à l'aide du G858 (Geometrics Ltd) ;
- Des mesures de la susceptibilité et de la résistivité à l'aide du CS60 (Sisyphé, UPMC).

Nous avons effectué les mesures avec le magnétomètre sur une portion de terrain de  $24\text{ m} \times 50\text{ m}$  (notée L1) dans la partie sud de la parcelle 304, ainsi que sur une parcelle (labourée à l'époque de la prospection) de  $50\text{ m} \times 50\text{ m}$  (notée L2), au Sud de celle-ci (Figure 4.88). Seule la parcelle L2 a aussi été prospectée à l'aide du CS60, la parcelle L1 étant, à cette époque de l'année, impraticable avec le chariot du CS60 étant donné la hauteur des herbes.

Au cours de la seconde prospection, nous n'avons fait de mesures que sur la parcelle L1. Nous avons effectué les prospections suivantes (Figure 4.88) :

- Des mesures simultanées à l'aide du G858 et du CS60 sur l'ensemble de la parcelle L1 ;
- Des mesures de la viscosité magnétique à l'aide du VC100 sur une portion de  $20\text{ m} \times 20\text{ m}$  au centre de la parcelle L1 (terrain noté L1').

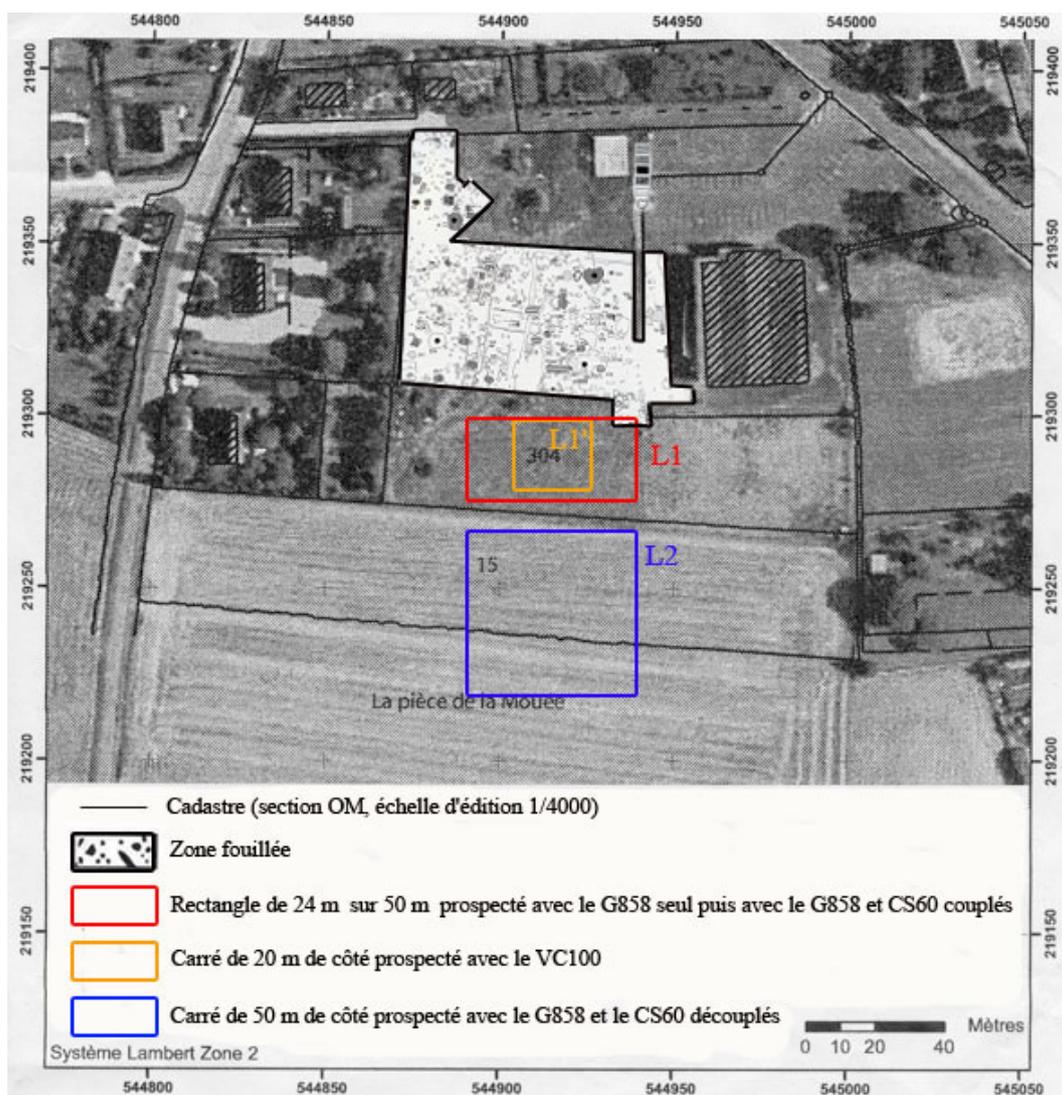


FIGURE 4.88 – Localisation de la zone fouillée dans les années 1980 sur la parcelle 304 ainsi que des zones prospectées en 2008 sur les parcelles 304 (zones L1 et L1'), 15 et 90 (zone L2).

### 4.2.2.3.3 Résultats des prospections

#### 4.2.2.3.3.1 Étude des parcelles L1 et L1'

##### 4.2.2.3.3.1.1 Prospection magnétique

La figure 4.89 présente les résultats obtenus en prospection magnétique pour la parcelle L1.

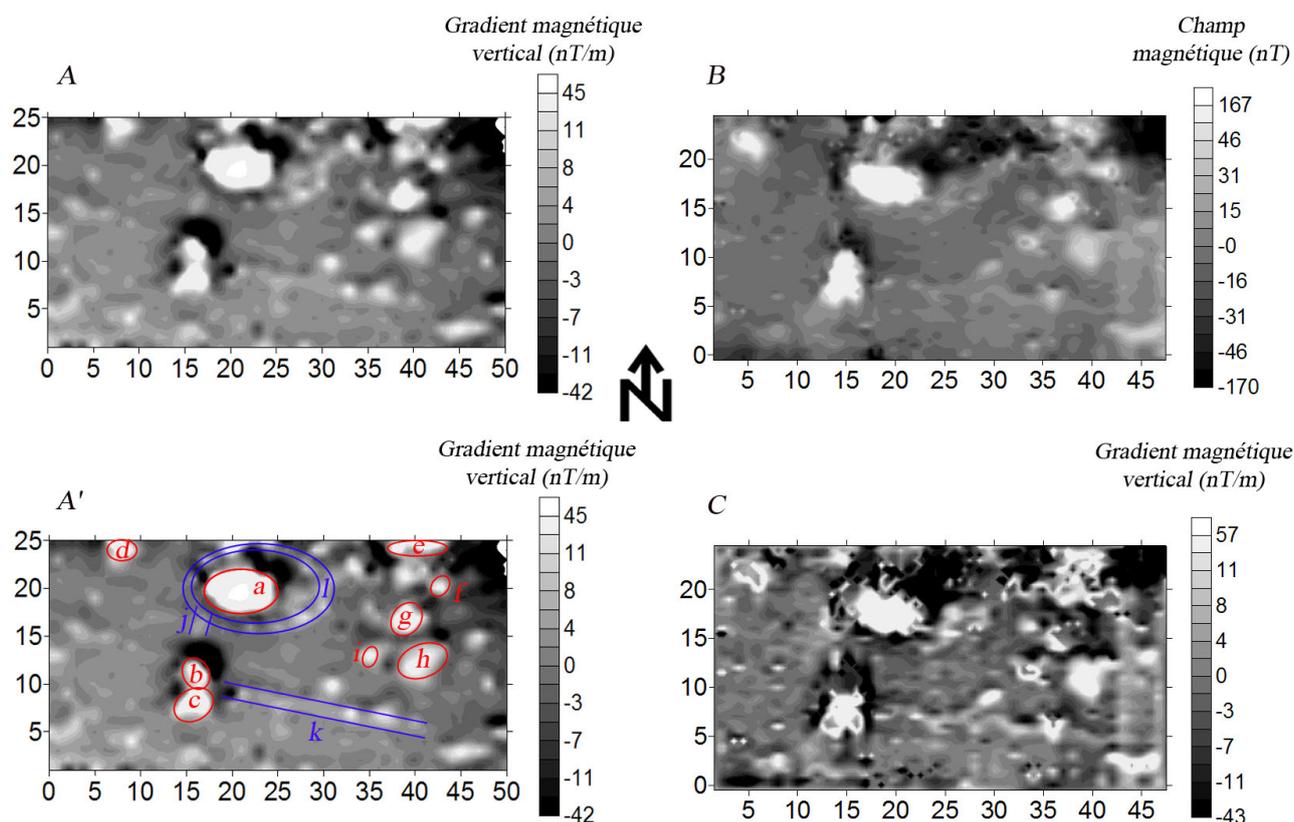


FIGURE 4.89 – Cartes obtenues pour la parcelle L1 en prospection magnétique. (A) : carte du gradient magnétique; (A') : équivalent de la carte A sur laquelle nous avons tracé les principales anomalies (les anomalies compactes sont surlignées en rouge tandis que les anomalies linéaires sont en bleu); (B) : carte du champ total obtenu lors d'une prospection couplée G858 et CS60; (C) : carte correspondant à la transformation de la carte B en gradient magnétique vertical équivalent.

Les profils sont orientés Est-Ouest et le point origine est l'angle situé au Nord-Ouest pour la carte du gradient magnétique vertical, tandis que les profils sont orientés Nord-Sud et le point origine est l'angle situé au Nord-Est pour la carte du champ total (B) et donc aussi pour la carte C qui est la conversion de la carte B en gradient magnétique vertical (carte C). Pour les deux prospections, les profils ont été effectués tous les mètres, en aller-retour.

Les cartes A et C montrent une grande similitude, tant dans la position et la forme des anomalies observées que dans leur amplitude. Deux types d'anomalies sont visibles sur les cartes : d'une part des anomalies compactes (fosses?) de forte amplitude, et d'autre part des anomalies allongées (fossés?) caractérisées par une amplitude beaucoup plus faible.

Les anomalies compactes (Figure 4.89) montrent les plus fortes valeurs d'anomalie comprises entre 10 et 45 nT/m pour le gradient magnétique vertical et 60-140 nT pour le champ magnétique total. Parmi ces anomalies, on distingue une forme plutôt rectangulaire d'environ 10 m de long pour 5 m de large (anomalie a d'amplitude de l'ordre de 30-45 nT/m et 90-140

nT), ainsi que des formes plus circulaires, beaucoup plus petites, d'environ 2 à 5 m de diamètre (anomalies *b* et *c* caractérisées par une amplitude d'environ 100 nT et 20-25 nT/m et anomalies *d*, *e*, *f*, *g*, *h*, *i* caractérisées par une amplitude d'environ 60 nT et 15-20 nT/m). Ces anomalies compactes ont une polarité dont la frange négative est au Nord, ce qui signe la trace d'un remplissage constitué de matériaux d'aimantation supérieure à l'encaissant.

Parmi les anomalies linéaires, on distingue :

- Deux anomalies rectilignes (*j* et *k* sur la figure 4.89). La plus grosse (*j*) est orientée approximativement Est-Ouest et a une largeur d'environ 1 m. L'autre anomalie (*k*) d'orientation Nord-Sud, plus courte, se situe entre les structures ponctuelles *a* et *b* et montre la même largeur que *j*. Ces anomalies sont caractérisées par des valeurs beaucoup moins fortes (de l'ordre de 5-10 nT/m et 5-15 nT) que les structures locales décrites ci-dessus mais elles montrent une polarité normale ce qui signifie qu'elles sont aussi plus magnétiques que l'encaissant. *j* et *k* correspondent probablement à la continuité du fossé *R 271* (Figure 4.81 d'après Buchsenschutz *et al.*, 1993, 2000) découvert dans la partie Nord de la parcelle 304 lors de sa fouille entre 1983 et 1985. Les études ont montré que ce fossé, large de 90 cm et profond de 60 cm, est postérieur à toutes les fosses qu'il croise et que son remplissage date de la période gallo-romaine. Probablement creusé pour accueillir une palissade, ce fossé suit les orientations des fosses et fossés de l'habitat laténien. Il formerait un angle droit dans la partie Sud de la parcelle 304, au niveau des anomalies compactes *b* et *c* comme en témoignent les cartes de la figure 4.89. Les anomalies *j* et *k* correspondent donc en fait à la même structure.
- Une anomalie ovale, *l* (Figure 4.89) se détache très nettement de l'encaissant sur la carte du gradient magnétique vertical. Cette anomalie, d'une largeur d'environ 1 m, entoure l'anomalie *a*. Comme les structures rectilignes *j* et *k*, *l* montre une aimantation plus forte que l'encaissant mais bien plus faible que celle correspondant aux anomalies compactes.

#### 4.2.2.3.3.1.2 Prospection électromagnétique

La figure 4.90 présente les résultats obtenus en prospection électromagnétique pour la parcelle L1. Les profils, effectués tous les mètres et en aller-retour, sont orientés Nord-Sud et le point origine de cette prospection est l'angle situé au Nord-Est.

Les cartes de susceptibilité magnétique et de résistivité électrique apparentes obtenues avec le CS60 (cartes *D* et *E* de la figure 4.90) permettent de cartographier les structures de la couche superficielle (pour ce qui est de la susceptibilité magnétique).

La carte de résistivité électrique (*E*) fait apparaître très nettement des anomalies fortement conductrices aux mêmes endroits que les anomalies compactes fortement magnétiques observées sur les cartes de la figure 4.89. Ces anomalies compactes indiquent la présence de matériaux conducteurs dans les quatre-vingt premiers centimètres de profondeur. Par contre, les anomalies linéaires ne sont pas visibles sur la carte *E*, sauf l'anomalie ovale *l* dont les pourtours apparaissent.

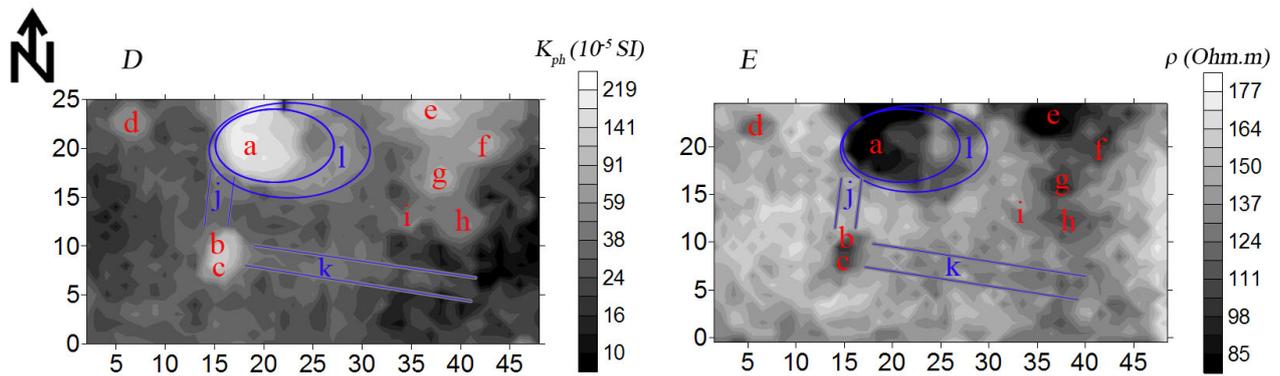


FIGURE 4.90 – Cartes obtenues en prospection électromagnétique avec le *CS60*, couplé au *G858*, sur la parcelle L1. Ces cartes ont été obtenues simultanément aux cartes *B* et *C* de la figure 4.89. (*D*) : carte de la susceptibilité magnétique apparente ; (*E*) : carte de la résistivité électrique apparente. La notation utilisée pour localiser les anomalies compactes et linéaires est la même que celle utilisée sur la carte *A'* de la figure 4.89.

La carte de susceptibilité magnétique est concordante avec les cartes magnétiques puisque l'on retrouve les anomalies compactes et linéaires visibles sur la figure 4.89. Cependant, l'anomalie *a* montre une plus grande extension vers le Nord sur la carte *D* que sur les cartes magnétiques.

Les résultats obtenus avec le *CS60* confirment donc les observations des cartes magnétiques quant à la présence de structures compactes magnétiques et conductrices, ainsi que de structures linéaires moins magnétiques et pas ou peu conductrices. L'interprétation couplée des mesures du *G858* et du *CS60* va apporter des informations quant à la profondeur des sources de ces anomalies ainsi que sur la nature des aimantations.

Pour cela, on transforme la carte de susceptibilité magnétique obtenue avec le *CS60* (carte *D*) en anomalie magnétique du champ total créée par l'aimantation induite des quarante premiers centimètres (Benech *et al.*, 2002). La carte résultante (carte *G*, figure 4.91) montre des anomalies faibles correspondant à 5 % environ de celles obtenues au magnétomètre. Sur la carte *F*, mise à la même échelle que la carte de champ total *B*, seule l'anomalie de forte amplitude *a* est en partie visible. Par contre, la carte *G*, pour laquelle l'échelle des valeurs est amplifiée, montre les principales anomalies observées sur la carte de la susceptibilité magnétique : *a*, *b*, *c* et *l*. On distingue aussi quelques autres anomalies compactes mais leur amplitude est faible. La différence d'amplitude entre la traduction en anomalie magnétique du champ total de la carte de susceptibilité magnétique et la carte obtenue en prospection magnétique peut avoir plusieurs origines :

- Le volume investigué par le *CS60* n'englobe qu'une faible partie des matériaux fortement magnétiques à l'origine des fortes anomalies observées car ils se trouvent plus en profondeur ;
- La part de l'aimantation induite intervient peu dans l'aimantation totale et c'est une autre forme d'aimantation qui est responsable des anomalies observées sur les cartes magnétiques.

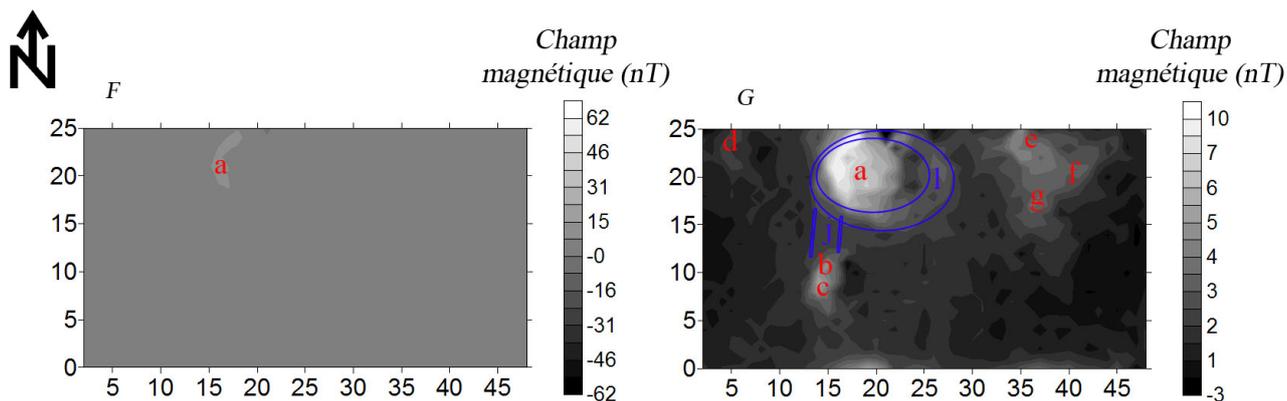


FIGURE 4.91 – Cartes des anomalies magnétiques induites calculées à partir de la carte de susceptibilité magnétique obtenue avec le *CS60*. (*F*) : carte dont l'échelle des valeurs est la même que celle de la carte de champ total *B*; (*G*) : carte dont l'échelle est amplifiée et adaptée aux valeurs minimales et maximales des anomalies. La notation utilisée pour localiser les anomalies compactes et linéaires est la même que celle utilisée sur la carte *A'* de la figure 4.89.

La profondeur d'investigation du *CS60* étant d'environ 40 cm pour la mesure de la susceptibilité, il est possible de cartographier l'effet des structures en place se trouvant sous 40 cm de profondeur en soustrayant à la carte du champ total obtenue avec le magnétomètre (carte *B*) la carte d'anomalie magnétique calculée à partir des mesures *CS60* (carte *F*). Le résultat est illustré par la carte *H* de la figure 4.92 qui correspond à la carte d'anomalie magnétique du champ total créée par l'aimantation induite et rémanente des structures en place hors de portée du *CS60*. On peut considérer qu'elle s'affranchit de l'effet de la couche superficielle pour laquelle l'aimantation rémanente est nulle puisqu'elle est continuellement remaniée. D'après la carte *H*, les principales anomalies détectées en prospection magnétique seraient donc toutes en place et se trouveraient en majeure partie au-delà de 40 cm de profondeur.

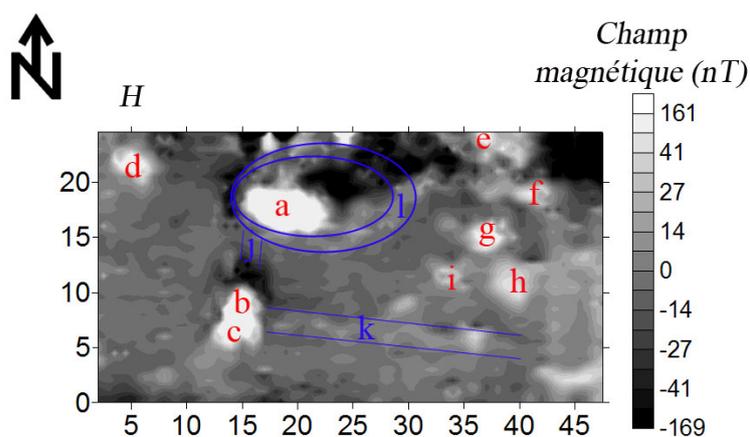


FIGURE 4.92 – Carte (*H*) des anomalies magnétiques créées par les structures en place au-delà de 40 cm de profondeur. La notation utilisée pour localiser les anomalies compactes et linéaires est la même que celle utilisée sur la carte *A'* de la figure 4.89.

### 4.2.2.3.1.3 Réponses TDEM avec le VC100

Une fois les mesures magnétique et électromagnétique fréquentielle effectuées, la prospection TDEM a été déployée *in situ* pour connaître plus précisément la nature des sources des anomalies détectées.

La figure 4.93 précise la localisation de la parcelle L1' sur la carte *A* du gradient magnétique vertical pour la parcelle L1. La prospection TDEM couvre donc une zone où sont présentes les deux types d'anomalies détectées sur la parcelle L1, à savoir les fortes anomalies compactes *a*, *b* et *c* (partie Ouest), comme les anomalies linéaires *j*, *k* et *l*.

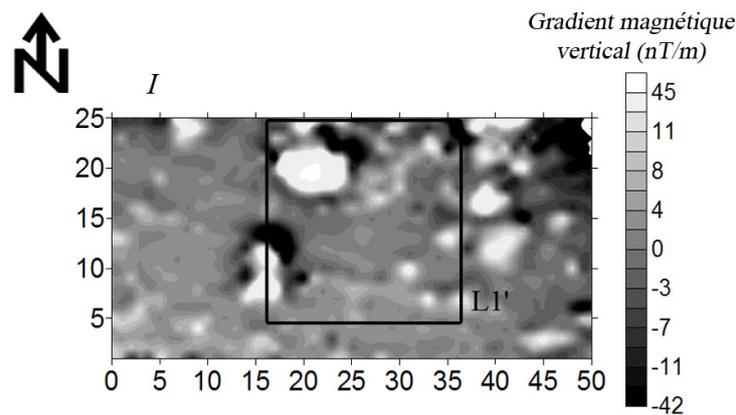


FIGURE 4.93 – Carte (*I*) précisant la position de la parcelle L1' sur la carte du gradient magnétique vertical pour la parcelle L1.

Les figures 4.94 et 4.95 présentent respectivement les résultats obtenus avec le VC100 en position basse et haute. Les mesures ont été effectuées en point par point selon un maillage de 1 m sur la parcelle L1' (Figure 4.88). Les profils sont orientés Nord-Sud et le point origine de cette prospection est l'angle Nord-Ouest de la parcelle L1'. Comme cela a déjà été précisé dans la partie 4.2.2.3.1.4, les mesures ont été effectuées pour cinq temps de mesure différents après la coupure :  $12,2 \mu s$ ,  $22,9 \mu s$ ,  $44,2 \mu s$ ,  $86,9 \mu s$  et  $172 \mu s$ . Les figures 4.94 et 4.95 présentent les résultats obtenus pour les quatre derniers temps et pas à  $12,2 \mu s$  car pour ce premier temps la réponse due à la conductivité du sol (en  $t^{-\frac{5}{2}}$ ) reste importante alors que le signal dû à la viscosité magnétique (en  $t^{-1}$ ) domine nettement aux temps suivants.

Les cartes de la figure 4.94 montrent la présence de plusieurs anomalies. La première observation importante porte sur une anomalie compacte apparaissant au Nord-Ouest sur toutes les cartes de la figure 4.94 et dont la forme et la position attestent qu'il s'agit de l'anomalie *a* présente sur l'ensemble des cartes précédemment commentées (Figure 4.89). Cette anomalie montre une amplitude maximale à  $22,9 \mu s$ ,  $44,2 \mu s$  et  $86,9 \mu s$  mais diminue assez fortement à  $172 \mu s$ . Cette anomalie, qui se retrouve aussi sur la carte d'aimantation rémanente *H* (Figure 4.92), aurait donc, au moins en partie, une origine visqueuse profonde malgré la très faible amplitude du signal enregistré. Une autre structure observable sur les cartes de la figure 4.94 se situe en  $0 < x < 2$  et  $4 < y < 8$ . Son amplitude et sa taille diminuent quand les temps augmentent. Cette anomalie, du fait de sa position, correspondrait au groupe d'anomalies *b* et *c* observées sur l'ensemble des cartes de prospection et aurait donc au moins en partie une origine visqueuse profonde malgré la très faible amplitude du signal.

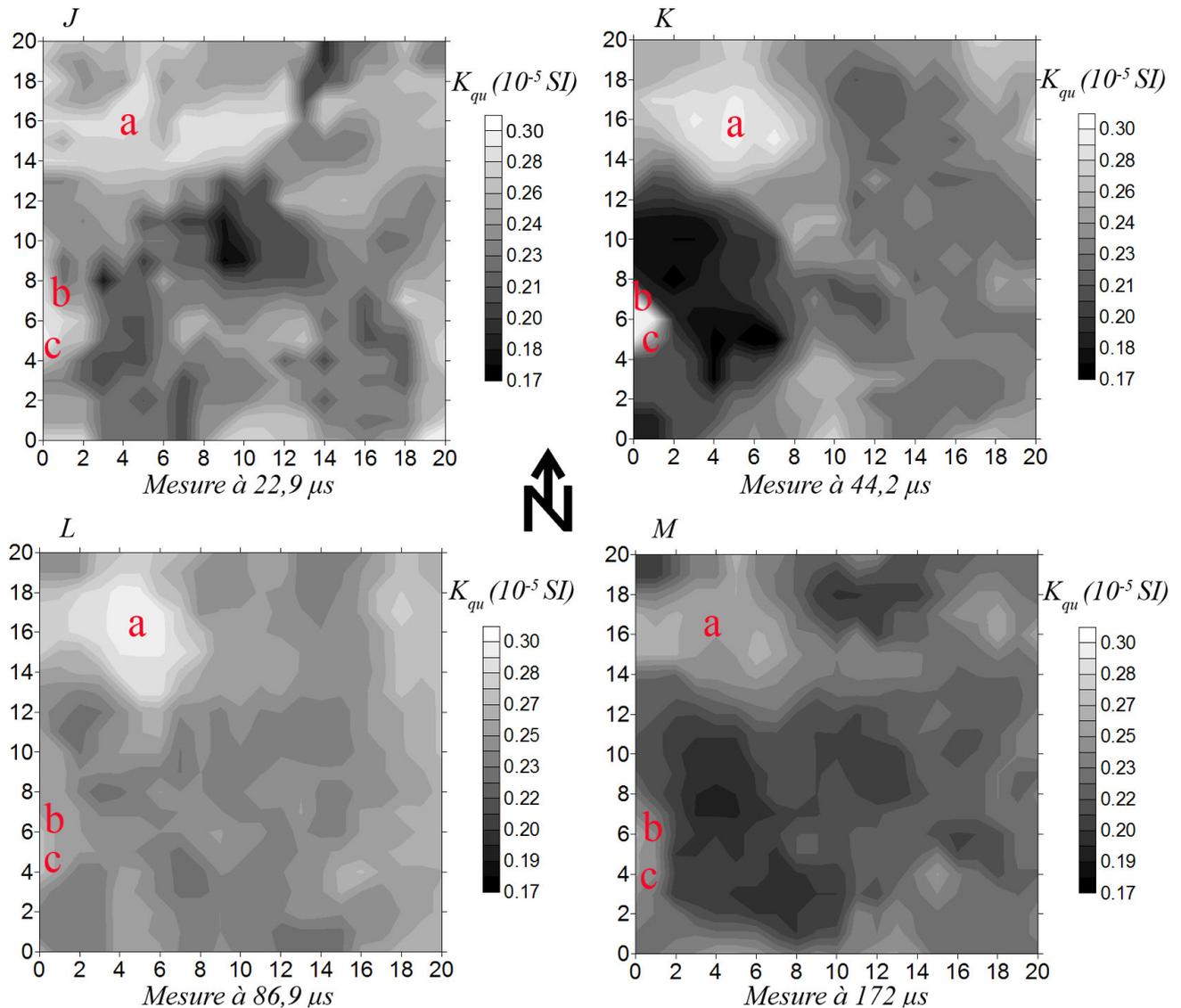


FIGURE 4.94 – Cartes de la viscosité magnétique apparente obtenues avec le VC100 en position basse (à 10 cm de la surface du sol, soit une profondeur d’investigation d’environ 80 cm) pour quatre temps de mesure différents. (*J*) : mesure à 22,9  $\mu\text{s}$ ; (*K*) : mesure à 44,2  $\mu\text{s}$ ; (*L*) : mesure à 86,9  $\mu\text{s}$ ; (*M*) : mesure à 172  $\mu\text{s}$ . La notation utilisée pour localiser les anomalies compactes et linéaires est la même que celle utilisée sur la carte *A'* de la figure 4.89.

Les cartes de la figure 4.95 montrent à la fois des similitudes et des différences avec celles de la figure 4.94. Les échelles de valeurs montrent le même ordre de grandeur pour les quatre temps de mesure, mais on note tout de même des minima plus faibles sur ces quatre cartes que sur celles de la figure 4.94. On peut donc observer la présence de structures contenant des matériaux visqueux dans la gamme de profondeur 60-80 cm.

Sur les cartes de la figure 4.95, on retrouve l’anomalie *a* dans l’angle Nord-Ouest mais elle est peu développée vers l’Est à 22,9  $\mu\text{s}$  et montre une amplitude maximale, alors qu’elle s’étend vers l’Ouest à 44,2  $\mu\text{s}$ , 86,9  $\mu\text{s}$  et 172  $\mu\text{s}$  mais montre une amplitude beaucoup plus faible que pour le premier temps. De façon plus générale, les trois cartes aux temps les plus longs montrent des valeurs environ trois fois plus faibles que les deux premiers temps, quelles que soient les structures. On distingue aussi légèrement le groupe d’anomalies *b* et *c*.

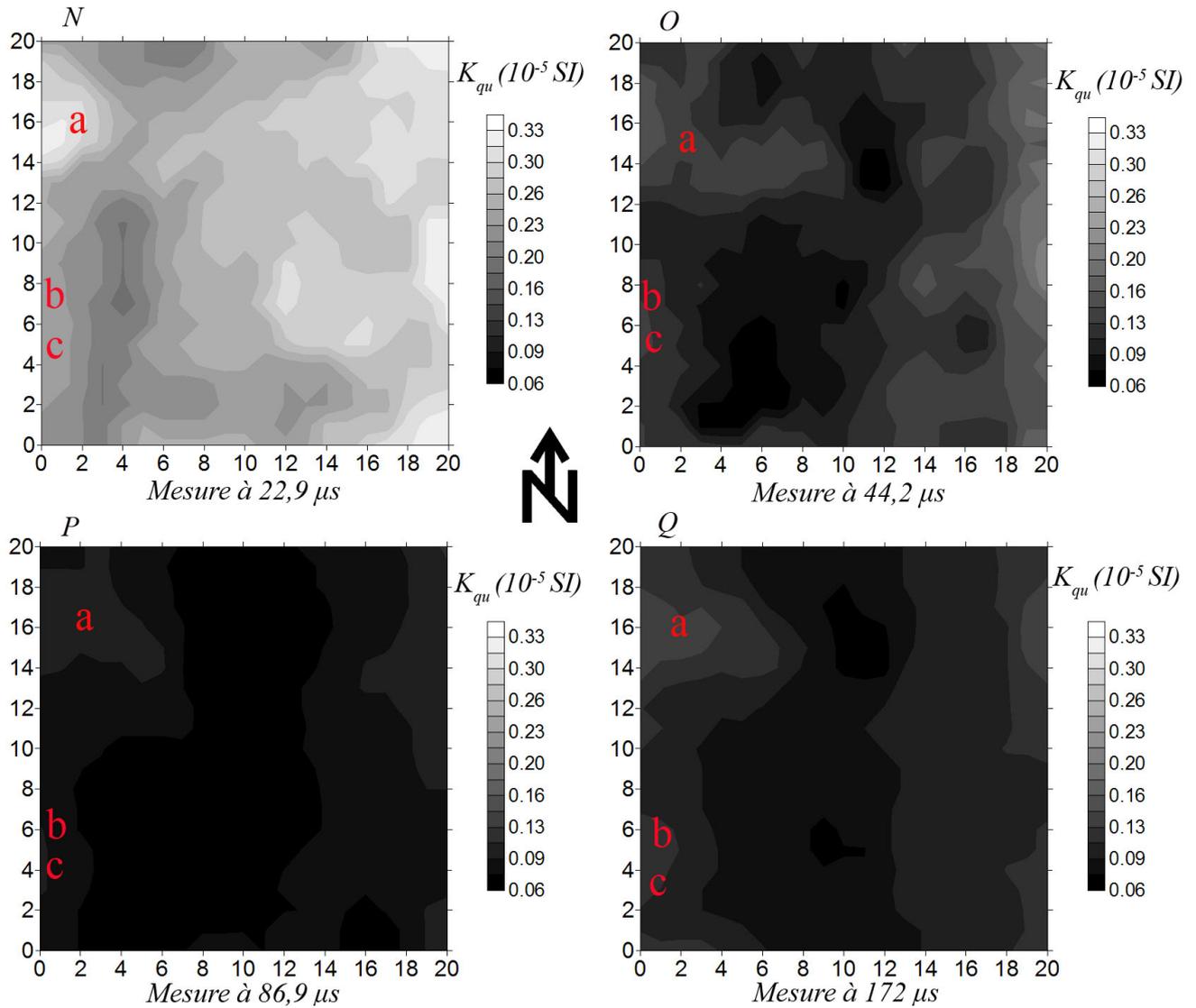


FIGURE 4.95 – Cartes de la viscosité magnétique apparente obtenues avec le VC100 en position haute (à 29 cm de la surface du sol, soit une profondeur d’investigation d’environ 60 cm) pour quatre temps de mesure différents. (*N*) : mesure à 22,9  $\mu\text{s}$  ; (*O*) : mesure à 44,2  $\mu\text{s}$  ; (*P*) : mesure à 86,9  $\mu\text{s}$  ; (*Q*) : mesure à 172  $\mu\text{s}$ . La notation utilisée pour localiser les anomalies compactes et linéaires est la même que celle utilisée sur la carte *A'* de la figure 4.89.

Afin de compléter les résultats précédents, nous avons tracé la carte de la pente du signal de l’aimantation en fonction du temps déduite des valeurs obtenues avec le VC100 en position basse. La carte *R* (Figure 4.96) montre les valeurs des pentes obtenues de 22,9  $\mu\text{s}$  à 172  $\mu\text{s}$  (pour les mêmes raisons que précédemment, nous n’avons pas pris en compte la carte obtenue à 12,2  $\mu\text{s}$ ). Cette carte indique des valeurs de pentes comprises entre 0,98 et 1,21, très proches de la pente normale de la viscosité magnétique voisine de  $t^{-1}$  dans le cas d’un ensemble de grains de toute taille dispersés de façon aléatoire (Néel, 1949 ; Le Borgne, 1960b ; Dabas, 1989). Les anomalies *a*, *b* et *c* montrent une pente moyenne autour de  $t^{-1,1}$ . Cependant il est difficile de distinguer de grands ensembles sur cette carte.

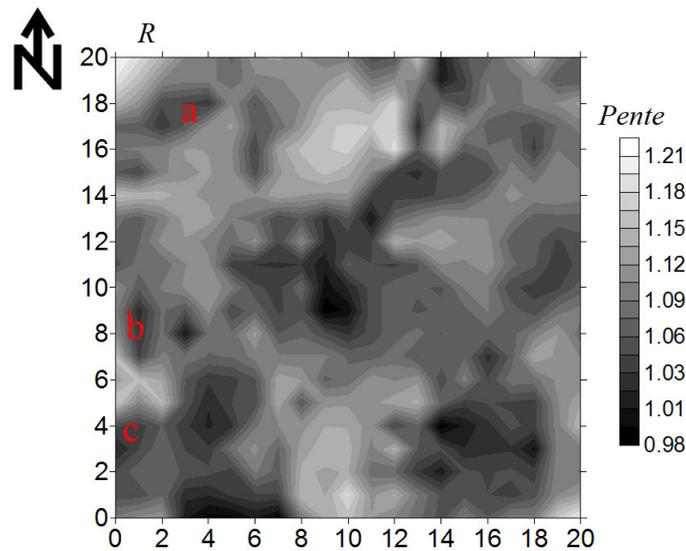


FIGURE 4.96 – Carte (*R*) de la pente de la réponse observée avec le VC100. La notation utilisée pour localiser les anomalies compactes et linéaires est la même que celle utilisée sur la carte *A'* de la figure 4.89.

#### 4.2.2.3.3.1.4 Influence de la viscosité magnétique sur le signal en profondeur

Il est en général intéressant de cartographier le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  puisqu'il renseigne sur l'abondance relative des grains responsables de la viscosité magnétique, mais nous ne disposons pas d'appareil mesurant la susceptibilité magnétique dans la gamme de profondeur 60-80 cm.

Par contre, il est possible de calculer l'effet de l'aimantation accumulée sur 2 200 ans en utilisant les valeurs de la viscosité à 22,9  $\mu s$  en position basse de l'appareil puis de calculer la couche équivalente d'aimantation verticale à 60 cm de profondeur. On peut alors la comparer à la couche équivalente d'aimantation verticale totale à 60 cm de profondeur déduite de l'anomalie magnétique créée par les structures en place au-delà de 40 cm de profondeur (carte *H*). La carte *S* illustre le rapport des deux aimantations ainsi calculées (Figure 4.97). Les anomalies *a* puis *b* et *c* sont bien visibles sur la carte et montrent de très faibles valeurs du rapport, proches de 0. L'anomalie de plus forte intensité qui entoure l'anomalie *a* pourrait correspondre à l'anomalie ovale *l* (Figure 4.89). On distingue légèrement les anomalies linéaires *j* et *k* pour lesquelles le rapport semble un peu plus fort que pour les anomalies compactes citées précédemment. Ainsi, malgré les très faibles valeurs enregistrées sur la carte *S* pour la parcelle L1' et donc la très faible contribution de la viscosité magnétique dans l'aimantation totale enregistrée par le magnétomètre, les structures linéaires et ovales apparaissent plus visqueuses que les anomalies compactes dont l'origine « métallurgique » serait ainsi confirmée (Dabas, 1989).

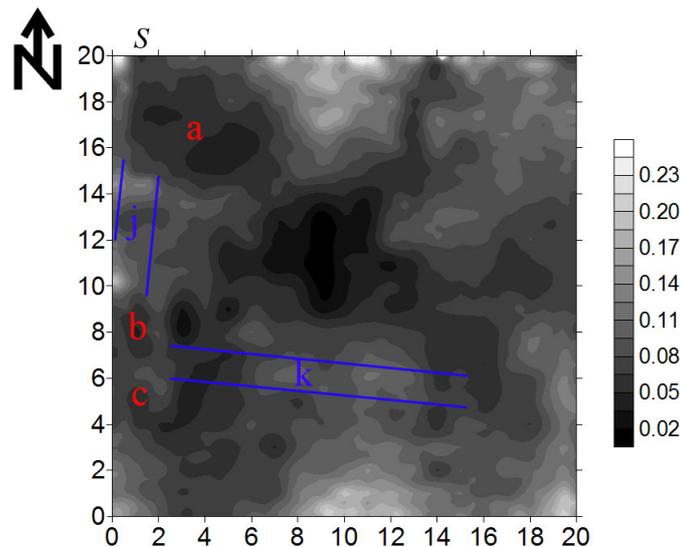


FIGURE 4.97 – Carte ( $S$ ) du rapport de l'aimantation visqueuse acquise sur 2 200 ans transformée en couche équivalente d'aimantation verticale à 60 cm de profondeur sur la couche équivalente d'aimantation verticale totale à 60 cm de profondeur déduite de l'anomalie magnétique créée par les structures en place au-delà de 40 cm de profondeur (carte  $H$ ). La notation utilisée pour localiser les anomalies compactes et linéaires est la même que celle utilisée sur la carte  $A'$  de la figure 4.89.

#### 4.2.2.3.3.1.5 Bilan des résultats obtenus sur les parcelles L1 et L1'

La confrontation de l'ensemble des résultats issus des différentes prospections nous a permis de déduire que :

- La grande majorité des anomalies compactes sont fortement magnétiques et conductrices, elles atteignent ou dépassent 80 cm de profondeur. La carte des anomalies magnétiques créées par les structures en place au-delà de 40 cm de profondeur indique bien que les anomalies sur les cartes magnétiques trouvent leur origine au-delà de cette profondeur et que seul un très faible volume des matériaux les constituant se trouve réparti dans la couche superficielle. Les mesures TDEM ont montré que ces mêmes anomalies compactes fortement magnétiques se distinguent surtout sur les cartes autour de 80 cm de profondeur avec une décroissance du signal des temps de coupure des plus petits aux plus grands. La carte indiquant la contribution de l'aimantation visqueuse à l'aimantation totale au-delà de 40 cm de profondeur fait une fois de plus ressortir les anomalies magnétiques compactes, mais le rapport est ici plus faible.

En nous basant sur ces résultats ainsi que sur le contexte archéologique du quartier des Arènes à Levroux, nous pouvons émettre l'hypothèse que les anomalies compactes observées sur la plupart des cartes de prospection correspondent à des fosses de forme et de taille différentes remplies au-delà de 40 cm de profondeur par des matériaux d'origine métallurgique et orientées Est-Ouest et Nord-Sud comme le précise la littérature (Buchsenschutz *et al.*, 2000). La faible contribution de la viscosité magnétique dans l'aimantation totale de ces fosses vient renforcer l'hypothèse quant au type de matériaux les remplissant et coïncide avec les travaux effectués sur des sites métallurgiques dont l'une des caractéristiques est une très faible viscosité magnétique (Dabas, 1989 ; Mullins, 1974). La contribution relative des aimantations induite et rémanente dans le fort signal magnétique total des fosses reste inconnue, mais il n'est pas impossible qu'il existe dans ces fosses des aimantations rémanentes, donc des structures chauffées en place.

- Les anomalies linéaires (rectilignes et ovales) bien visibles sur les cartes magnétiques sont caractérisées par une aimantation plus faible que les grandes fosses et un contraste de conductivité faible, sauf pour l’anomalie ovale  $l$  entourant la fosse  $a$ . Or la carte des anomalies magnétiques créées par les structures en place au-delà de 40 cm de profondeur indique que les anomalies linéaires trouvent leur origine au-delà de cette profondeur et que seul un très faible volume des matériaux les constituant se trouve à la base de la couche superficielle. Les cartes TDEM ne font pas apparaître clairement ces anomalies mais la carte indiquant la contribution de la viscosité magnétique sur l’aimantation totale au-delà de 40 cm de profondeur montre une contribution sensiblement plus importante de la viscosité magnétique pour les structures linéaires que pour les fosses.

En nous basant sur ces résultats ainsi que sur le contexte archéologique du quartier des Arènes à Levroux, nous pouvons émettre l’hypothèse que les anomalies linéaires rectilignes observées correspondent à des fossés d’environ 1 m de large. Les anomalies ovales correspondent quant à elles probablement à des enclos. Comme les fosses, les fossés et enclos auraient une profondeur de plus de 40 cm. L’enclos entourant la plus grande fosse de la parcelle L1 montre une bonne conductivité en profondeur.

Le remplissage des fossés rectilignes, bien moins magnétique que celui des fosses et pas ou très peu conducteur en profondeur, n’exclut pas la présence possible de résidus métallurgiques mais en quantité beaucoup plus faible que dans les fosses. Sur ce point précis, les fouilles datant des années 1980 au Nord de la parcelle 304 nous apportent des informations. En effet, les anomalies rectilignes décelées au cours de nos prospections, orientées Nord-Sud et Est-Ouest, semblent correspondre à la continuité plus au Sud de la structure  $R\ 271$  décrite par Buchsenschutz *et al.* (1993) (Figure 4.100, partie 4.2.2.4). Cette structure, considérée comme un fossé gallo-romain de 90 cm de large et d’environ 60 cm de profondeur, serait vraisemblablement l’emplacement d’une ancienne palissade comblée par un sédiment riche en calcaire et pauvre en mobilier, ce qui expliquerait les plus faibles valeurs de susceptibilité et de conductivité observées pour les anomalies rectilignes que pour les fosses.

Le remplissage des structures linéaires *a priori* moins riche en matériel métallurgique que les fosses pourrait expliquer la part relative plus forte de la viscosité.

#### 4.2.2.3.3.2 Étude de la parcelle L2

##### 4.2.2.3.3.2.1 Prospection magnétique

La figure 4.98 présente les résultats obtenus en prospection magnétique pour la parcelle L2. Les profils, réalisés tous les mètres, en aller-retour, sont orientés Est-Ouest et le point origine de la prospection magnétique est l’angle Nord-Ouest.

Comme pour la parcelle L1, la parcelle L2 située plus au sud montre la présence de nombreuses anomalies compactes de taille différente et de polarité normale indiquant leur plus forte aimantation que l’encaissant (Figure 4.98). La plus importante se situe au Nord-Est (entourée en rouge sur la carte ( $T'$ ) de la figure 4.98) et montre des valeurs de l’ordre de 20 à 30 nT/m, comme la plupart des anomalies compactes visibles sur la carte ( $T$ ) de la figure 4.98. Cependant il est important de noter que la répartition des anomalies compactes n’est pas homogène sur l’ensemble de la parcelle L2. On en trouve en effet davantage dans la moitié Est de la parcelle que dans sa moitié Ouest : la limite spatiale de ce type d’activité se situerait donc dans la parcelle L2.

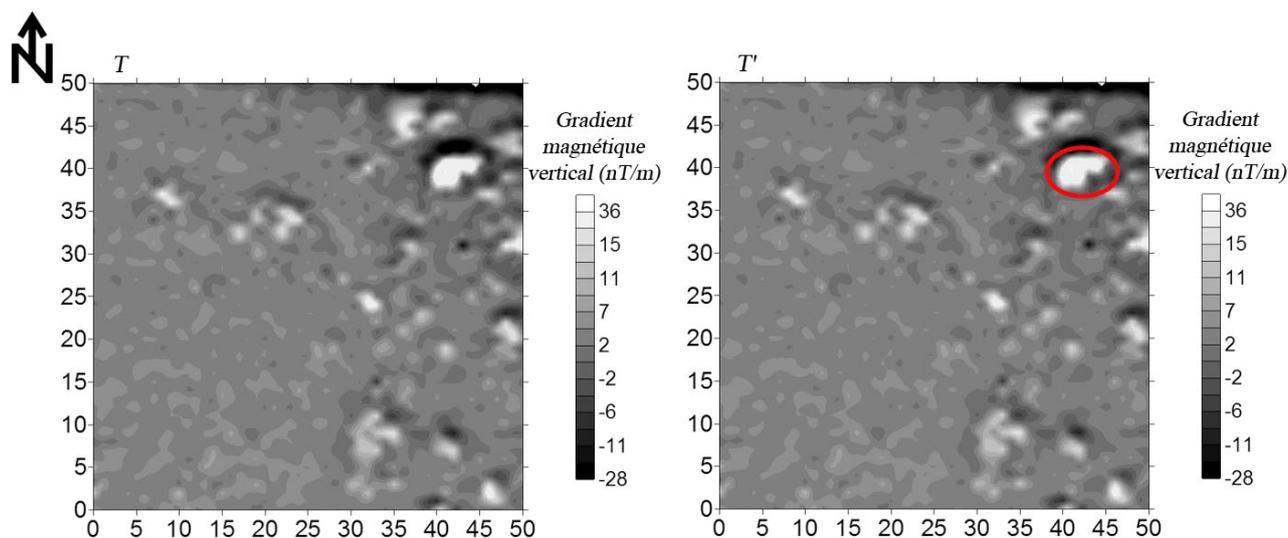


FIGURE 4.98 – Cartes obtenues sur la parcelle L2 en prospection magnétique. ( $T$ ) : carte du gradient magnétique vertical; ( $T'$ ) : interprétation de la carte ( $T$ ) (la plus grosse anomalie compacte de la parcelle L2 dont il est question dans le texte est entourée en rouge).

#### 4.2.2.3.3.2 Prospection électromagnétique

La figure 4.99 présente les résultats obtenus en prospection électromagnétique pour la parcelle L2. Les profils, effectués tous les mètres et en aller-retour, sont orientés Est-Ouest et le point origine de cette prospection est l'angle situé au Nord-Ouest, comme pour la prospection magnétique.

Les cartes de susceptibilité magnétique et de résistivité électrique viennent confirmer les résultats obtenus en prospection magnétique. En effet, la plupart des anomalies compactes repérées sur la figure 4.98 sont visibles sur la carte de susceptibilité magnétique (Figure 4.99, ( $U$ )) et montrent des valeurs élevées, en particulier pour la plus grande fosse située au Nord-Est de la carte (entourée en rouge sur les cartes ( $U'$ ) et ( $V'$ ) de la figure 4.99). Ces anomalies montrent aussi pour la plupart d'entre elles une conductivité électrique plus importante que celle des fosses observées sur la parcelle L1 (Figure 4.99, ( $V$ )).

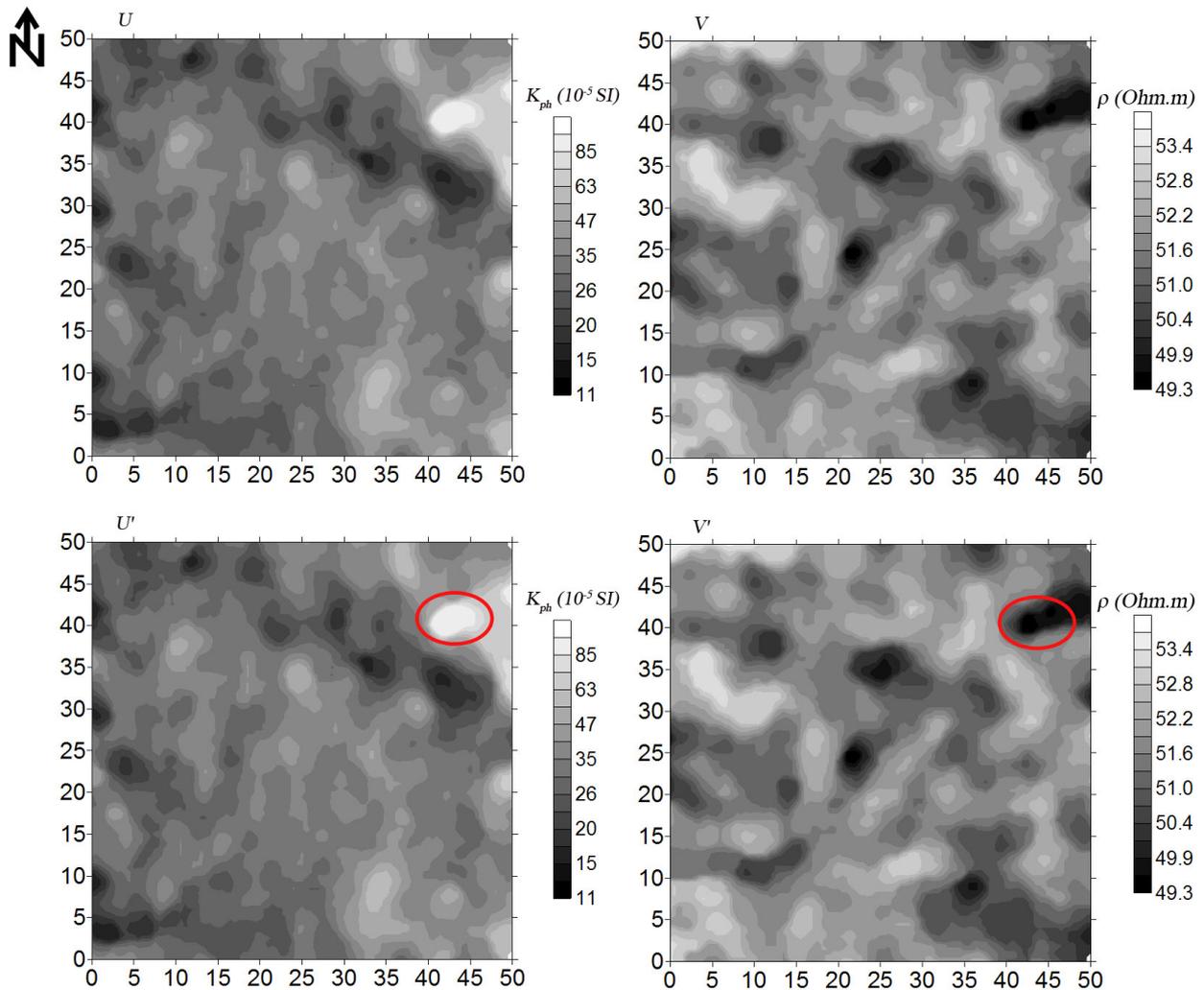


FIGURE 4.99 – Cartes obtenues pour la parcelle L2 en prospection électromagnétique avec le CS60. ( $U$ ) et ( $U'$ ) : cartes de la susceptibilité magnétique apparente et de son interprétation; ( $V$ ) et ( $V'$ ) : cartes de la résistivité électrique apparente et de son interprétation.

#### 4.2.2.3.3.2.3 Bilan des résultats obtenus sur la parcelle L2

De nombreuses anomalies compactes correspondant *a priori* à des fosses (du moins pour les plus grandes) ont été repérées sur la parcelle L2 et montrent le même ordre de grandeur que celles de la parcelle L1 concernant la susceptibilité. Par contre, les valeurs de conductivité semblent plus élevées sur la parcelle L2 que sur la parcelle L1.

Afin de confirmer ou de réfuter nos hypothèses quant au matériel à l'origine des anomalies détectées ainsi que sur leur profondeur, des prélèvements à la tarière ont été réalisés sur les parcelles L1 et L2 puis analysés en laboratoire.

#### 4.2.2.4 Études en laboratoire

Nous nous sommes aidés des cartes de prospection magnétique sur les parcelles L1 et L2 pour localiser des sondages à la tarière qui soient pertinents pour des mesures en laboratoire. Nous avons sondé à la fois dans les fossés (anomalies compactes) mais aussi dans l'encaissant, ce dernier étant supposé peu ou pas anthropisé et servant donc de référence pour l'évaluation de l'anthropisation sur ce site. Par contre, aucun prélèvement n'a pu être réalisé dans les fossés (structures linéaires) du fait de leur faible largeur (au plus un mètre) et de l'incertitude de la localisation de ces anomalies sur le terrain à partir des cartes magnétiques. Une ouverture prochaine du site permettra de réaliser ces prélèvements avec précision.

Au total, dix sondages ont été effectués sur la parcelle L1 contre neuf dans la parcelle L2 à l'aide d'une tarière à main d'un mètre de long environ. Parmi ces sondages, ceux étudiés en laboratoire sont précisés sur la figure 4.100.



FIGURE 4.100 – Localisation des sondages effectués à la tarière, puis étudiés en laboratoire, sur les cartes du gradient magnétique vertical obtenues pour les parcelles L1 et L2. Le fossé R271 et sa continuité dans la parcelle L1 sont soulignés en orange.

L'étude en laboratoire des échantillons récoltés à Levroux s'est d'abord axée autour de la mesure de leurs propriétés magnétiques (susceptibilité magnétique et sa dépendance fréquentielle, susceptibilité magnétique potentielle et taux de conversion, cycles d'hystérésis et mesure d'ARI, courbes thermomagnétiques, viscosité magnétique dans le domaine temporel), puis des analyses chimiques (taux de carbone et matière organiques, taux de phosphates et de fer, observations au MEB et analyses à la microsonde électronique).

Nous avons choisi de présenter les résultats selon le type d'occupation du sol, en commençant d'abord par la couche superficielle peu ou pas anthropisée (sondages 1 et 4, parcelles L1 et L2), suivi de zones où se situent des fosses remplies de matériel *a priori* métallurgique (sondages 2 et 3, parcelle L1), pour finir par une zone où se situe une fosse avec chape (sondages 5 et 6, parcelle L2). Chacune de ces trois parties débute par la présentation de l'étude des propriétés magnétiques, suivie de celle des analyses chimiques.

#### 4.2.2.4.1 Étude de la couche superficielle peu anthropisée

La couche superficielle des parcelles L1 et L2 fait environ trente centimètres d'épaisseur comme en témoignent les sondages 1 et 4 (Figure 4.100). Elle s'est développée sur un calcaire dur, blanc, à faciès récifal et d'âge oxfordien. Elle est de couleur brune, humifère et caillouteuse, mais aussi riche en racines fines et débris végétaux. Il s'agit probablement de *terra fusca*, couche d'« argiles de décarbonatation » généralement riches en oxydes de fer, issue de l'altération des plateaux calcaires du Nord de la France (cf partie 4.2.2.1) (Duchaufour, 2001).

Quelques rares inclusions anthropiques sont présentes. Seuls un tesson de céramique et une petite scorie de 5 mm de diamètre ont été observés à 20 cm de profondeur dans le sondage 1.

Les observations macroscopiques des échantillons prélevés au niveau des sondages 1 et 4 suggèrent que la couche superficielle sur les parcelles L1 et L2 est homogène. C'est pourquoi les mesures de la susceptibilité magnétique et de sa dépendance fréquentielle, ainsi que celles du taux de conversion, ont été réalisées sur les deux sondages, mais le reste des mesures en laboratoire n'a été effectué que sur l'un des deux. Nous avons choisi arbitrairement le sondage 1 de la parcelle L1.

##### 4.2.2.4.1.1 *Étude des propriétés magnétiques*

###### 4.2.2.4.1.1.1 Mesures de la susceptibilité magnétique et de sa dépendance fréquentielle

Les valeurs de la susceptibilité magnétique et de sa dépendance fréquentielle, ainsi que celles du taux de conversion, pour les sondages 1 et 4, sont résumées dans la figure 4.101. La figure 4.102 illustre la relation entre la susceptibilité basse fréquence et le taux de conversion (cf chapitre 3 pour le mode opératoire des différentes méthodes employées).

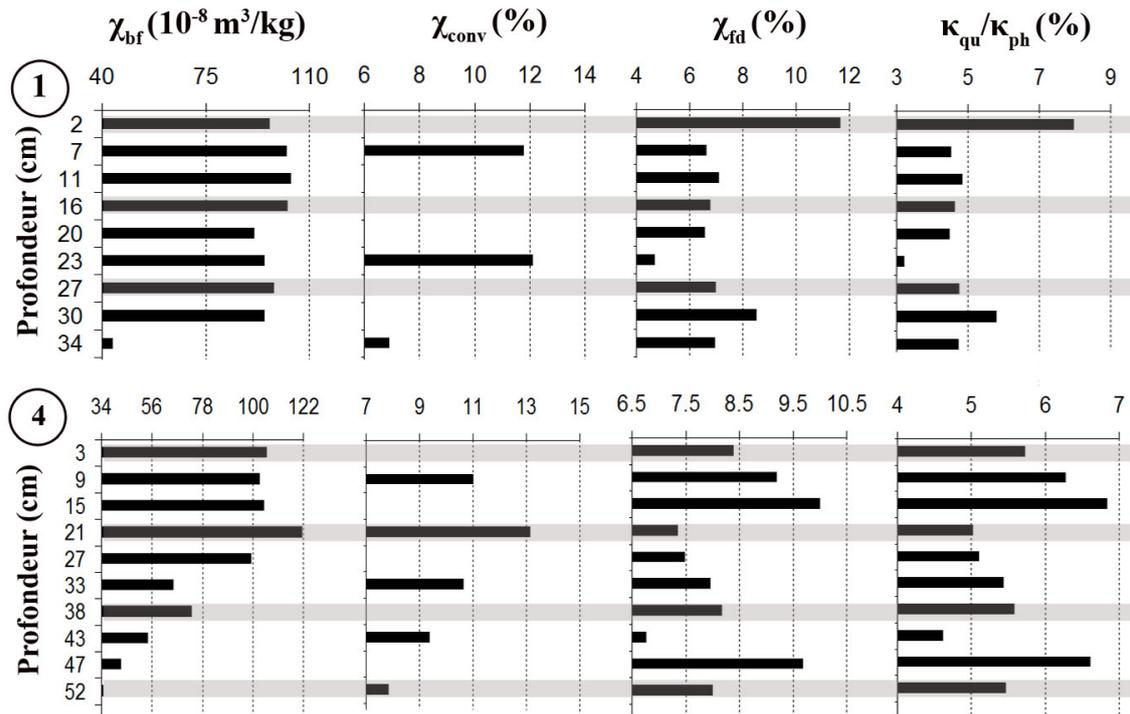


FIGURE 4.101 – Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), le taux de conversion ( $\chi_{conv}$ ), la dépendance fréquentielle de la susceptibilité ( $\chi_{fd}(\%)$ ) et le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  pour les sondages 1 et 4 effectués sur les parcelles L1 et L2 à Levroux.

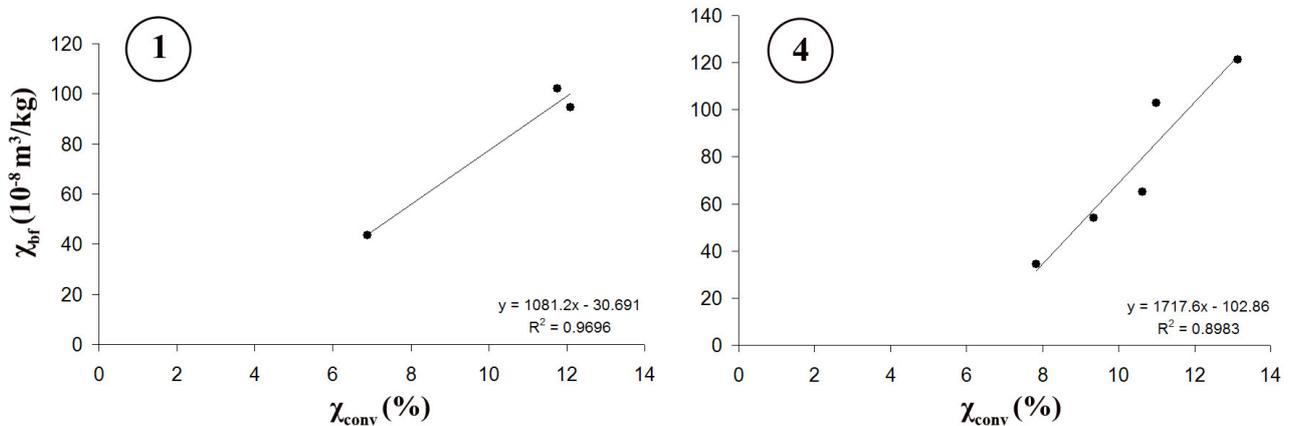


FIGURE 4.102 – Figure illustrant la relation entre  $\chi_{bf}$  et  $\chi_{conv}$  pour les sondages 1 et 4 effectués sur les parcelles L1 et L2 respectivement (Quartier des Arènes, Levroux). La droite de régression correspondante est tracée pour chacun des deux sondages. Leur pente et leur coefficient de régression  $R^2$  sont indiqués.

Les sondages 1 et 4, effectués dans une zone des parcelles L1 et L2 où aucune anomalie magnétique n'apparaît, montrent des valeurs de susceptibilité homogènes jusqu'à une trentaine de centimètres (environ  $100 \times 10^{-8} m^3/kg$ ). La susceptibilité diminue à partir de cette profondeur mais cela est logique puisque l'on commence à rentrer dans le substratum calcaire peu magnétique. Cela est particulièrement visible pour le sondage 4 entre 33 cm et 52 cm.

Le  $\chi_{fd}(\%)$  et le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  montrent la même tendance avec des valeurs moyennes à élevées qui s'étalonnent entre 4 et 8 % pour le  $\chi_{fd}(\%)$  (valeur moyenne autour de 7 %) et de l'ordre de 5 % pour  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$ . Seuls les deux premiers centimètres du sondage 1 montrent

des valeurs très élevées de ces deux paramètres, ce qui indique la présence d'une quantité non négligeable de grains magnétiques dont la taille se situe à la limite superparamagnétique/monodomaine (magnétite comprise entre 0,012 et 0,023  $\mu m$ ) et qui jouent un rôle dans la viscosité magnétique. Le sondage 4 est par contre plus hétérogène concernant ces deux paramètres avec des valeurs plus importantes de 3 cm à 15 cm.

Les valeurs du  $\chi_{conv}$  sont faibles (11-12 % pour les niveaux les plus superficiels et 6-7 % pour les niveaux les plus profonds des sondages et donc les plus riches en calcaire). Ces valeurs indiquent que les échantillons de ce sondage ont été peu ou pas soumis à une chauffe, comme semblent l'attester les observations macroscopiques (pas de traces de combustion, pas d'objets particuliers). La corrélation entre  $\chi_{bf}$  et  $\chi_{conv}$  est du même ordre de grandeur, même si elle est un peu plus importante pour le sondage 1 ( $R^2 = 97\%$ ) que pour le sondage 4 ( $R^2 = 90\%$ ) (Figure 4.102). Cette bonne corrélation indique que les échantillons issus de la couche superficielle pour les sondages 1 et 4 sont soumises aux mêmes conditions où l'activité bactérienne doit jouer un rôle prépondérant.

#### 4.2.2.4.1.1.2 Mesures thermomagnétiques

La figure 4.103 illustre les courbes  $\kappa - T$  obtenues pour deux échantillons du sondage 1 chauffés sous air depuis la température ambiante jusqu'à 700°C avec un incrément de 20°C/min puis refroidis à la même vitesse (cf chapitre 3 pour le mode opératoire).

Les échantillons situés à 7 cm et à 23 cm de profondeur montrent les mêmes courbes  $\kappa - T$  en cours de chauffe. Les deux échantillons ne diffèrent que par l'amplitude des valeurs de susceptibilité, l'échantillon à 7 cm montrant une plus grande susceptibilité à température ambiante que celui situé à 23 cm de profondeur (ceci confirme bien les résultats de susceptibilité obtenus avec le MS2B, figure 4.101).

Les courbes  $\kappa - T$  obtenues en cours de chauffe montrent :

- Une légère augmentation de la susceptibilité depuis la température ambiante jusqu'à 200°C environ. Cette tendance peut être attribuée au déblocage progressif de particules ferrimagnétiques de petite taille (à la limite superparamagnétique/monodomaine) lié à l'augmentation de la température et donc de l'agitation thermique (Deng *et al.*, 2005) (cf chapitre 1, partie 1.6) ;
- Une augmentation un peu plus importante de la susceptibilité est visible entre 200°C et 300°C environ. Elle correspond probablement à la production de maghémite par déshydratation de lépidocrocite, suivie de la transformation progressive de maghémite en hématite qui se traduit par une légère décroissance de la susceptibilité entre 300 et 400°C ;
- Enfin, un pic très prononcé est visible à 500°C suivi d'une chute de la susceptibilité entre 500°C et 600°C traduisant la présence (quasi exclusive) de magnétite ( $T_c$  d'environ 580°C). Aucun refroidissement partiel n'ayant été réalisé, il est difficile de conclure quant à une transformation minéralogique ou pas entre 450 et 500°C, mais la présence de magnétite monodomaine d'origine bactérienne est tout à fait envisageable puisque l'activité bactérienne se développe essentiellement dans l'horizon superficiel (Le Borgne, 1955a ; Le Borgne, 1995b ; Le Borgne, 1965 ; Fassbinder, 1990 ; Moskowitz *et al.*, 1993 ; Fassbinder et Stanjek, 1994).

Les courbes obtenues au cours du refroidissement se situent au-dessus de celles acquises pendant la chauffe. Il y a eu néoformation de minéraux ferrimagnétiques en cours de chauffe de type magnétite, en plus grande quantité pour l'échantillon le plus superficiel.

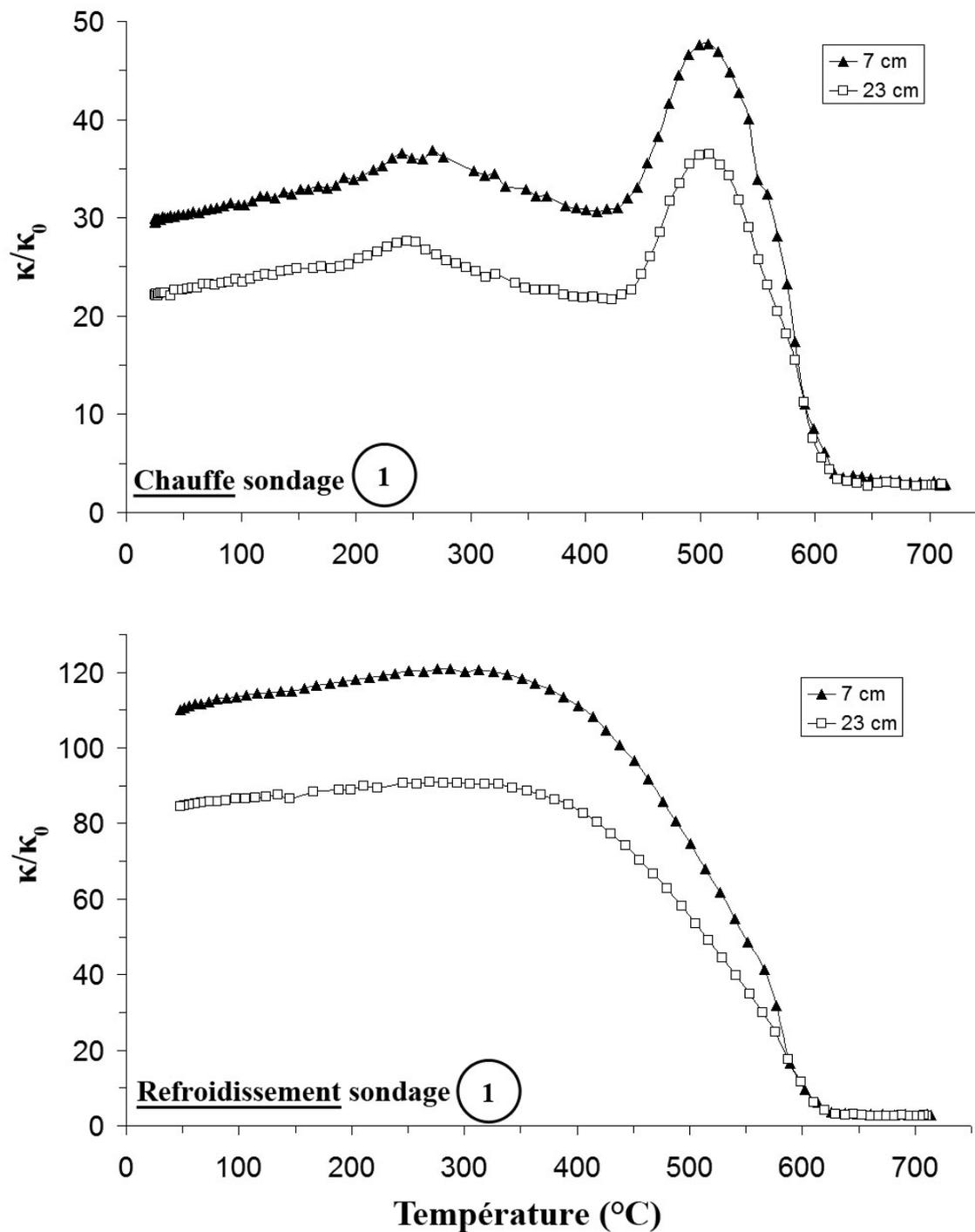


FIGURE 4.103 – Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air en cours de chauffe (figure du haut) et de refroidissement (figure du bas) pour deux échantillons du sondage 1 effectué sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux). La susceptibilité mesurée  $\kappa$  est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante  $\kappa_0$ .

#### 4.2.2.4.1.1.3 Mesures d'hystérésis et d'aimantation rémanente isotherme (ARI)

Les cycles d'hystérésis et les courbes d'ARI des échantillons situés à 2 cm et à 20 cm de profondeur sont présentés dans la figure 4.104 (cf chapitre 3 pour le mode opératoire). Les paramètres déduits de ces mesures sont indiqués dans la figure 4.105 pour la couche superficielle du sondage 1.

Les deux échantillons montrent des cycles d'hystérésis et des courbes d'ARI quasiment superposables. Les cycles sont plutôt fermés (Figure 4.104), ce qui traduit la présence de minéraux de coercitivités relativement basses, de type ferrimagnétique. Aucun comportement dit « taille de guêpe » (Tauxe *et al.*, 1996) n'est observé ce qui suggère une homogénéité dans les coercitivités (Figure 4.105). Cependant, il semble que les valeurs de  $H_{cf}$  sont légèrement supérieures en profondeur, à partir de 20 cm. L'ordre de grandeur des valeurs, autour de 10 mT, correspond à la gamme de valeurs obtenue pour des grains de magnétite monodomaine (Thompson et Oldfield, 1986). Il en est de même concernant les valeurs obtenues pour  $H_{cr}$  qui sont de l'ordre de 30 mT mais qui restent plutôt homogènes avec la profondeur, sauf pour l'échantillon à 7 cm.

Malgré une certaine hétérogénéité des valeurs de  $J_s$  et  $J_{rs}$  par opposition à celles de la susceptibilité, le rapport  $J_{rs}/\chi$  suit la tendance des valeurs de susceptibilité (Figure 4.105) et l'on constate qu'il diminue pour l'échantillon à 34 cm : nous avons ici la signature de la contribution du substrat calcaire dans l'échantillon, qui abaisse l'aimantation rémanente à saturation plus qu'elle n'abaisse la susceptibilité.

Les courbes d'ARI montrent que 94 % de  $J_{rs}$  est atteinte à 300 mT, ce qui correspond à la coercitivité maximale de la magnétite (Figure 4.104). La diminution du rapport  $ARI_{100mT}/J_{rs}$  avec la profondeur indique une fois de plus le rapprochement du substrat calcaire (Figure 4.105).

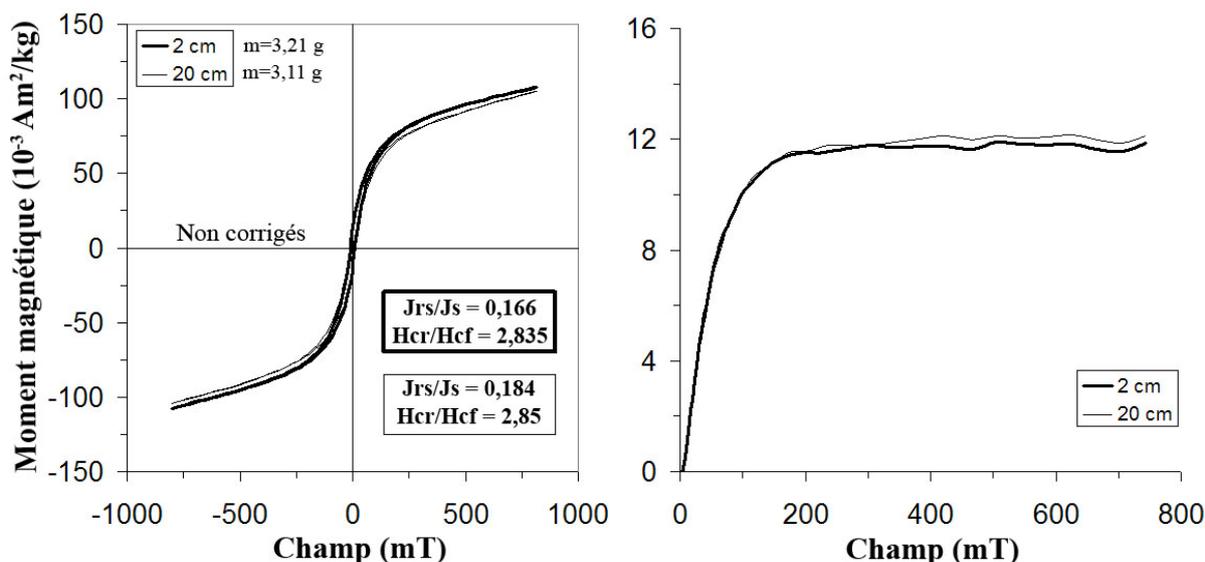


FIGURE 4.104 – Cycles d'hystérésis (non corrigés pour la contribution dia/paramagnétique) et courbes d'acquisition de l'aimantation rémanente isotherme pour les échantillons du sondage 1 prélevés à 2 cm et 20 cm de profondeur sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux).

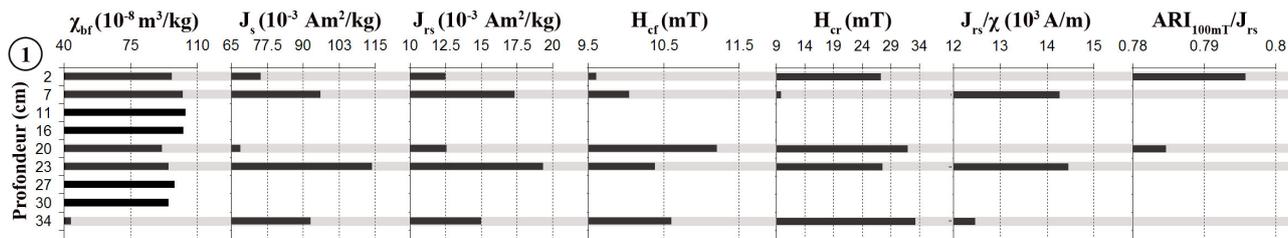


FIGURE 4.105 – Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), l'aimantation à saturation ( $J_s$ ), l'aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ), le champ coercitif ( $H_{cf}$ ), le champ coercitif rémanent ( $H_{cr}$ ), le rapport de l'aimantation rémanente à saturation sur la susceptibilité magnétique ( $J_{rs}/\chi$ ) et le rapport de l'aimantation rémanente isotherme à 100 mT sur l'aimantation rémanente à saturation ( $ARI_{100mT}/J_{rs}$ ) pour le sondage 1 effectué sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux).

Les échantillons étudiés ont été placés dans un diagramme de Day (Day *et al.*, 1977) (Figure 4.106). Les cinq échantillons étudiés issus du sondage 1 se situent dans la catégorie pseudo-monodomaine avec  $0,15 < J_{rs}/J_s < 0,2$  et  $2,5 < H_{cr}/H_{cf} < 3,2$ . Ceci traduit probablement un mélange de grains monodomaines (MD) et polydomaines (PD) (Dunlop, 2002a, 2002b), ces derniers étant probablement plus nombreux puisque l'ensemble des points se situe davantage vers les PD que vers les MD. La profondeur des échantillons semble plus jouer sur le rapport  $H_{cr}/H_{cf}$  que sur le rapport  $J_{rs}/J_s$  qui reste homogène pour les cinq échantillons. Néanmoins cette variation selon les champs coercitifs n'est pas bien importante puisque les échantillons restent tout de même groupés au sein de la catégorie PMD. La position de quelques échantillons issus de la couche superficielle dans la figure 4.107 montre également un groupement entre les PMD et les PD pour de la magnétite et confirme les résultats obtenus avec le diagramme de Day.

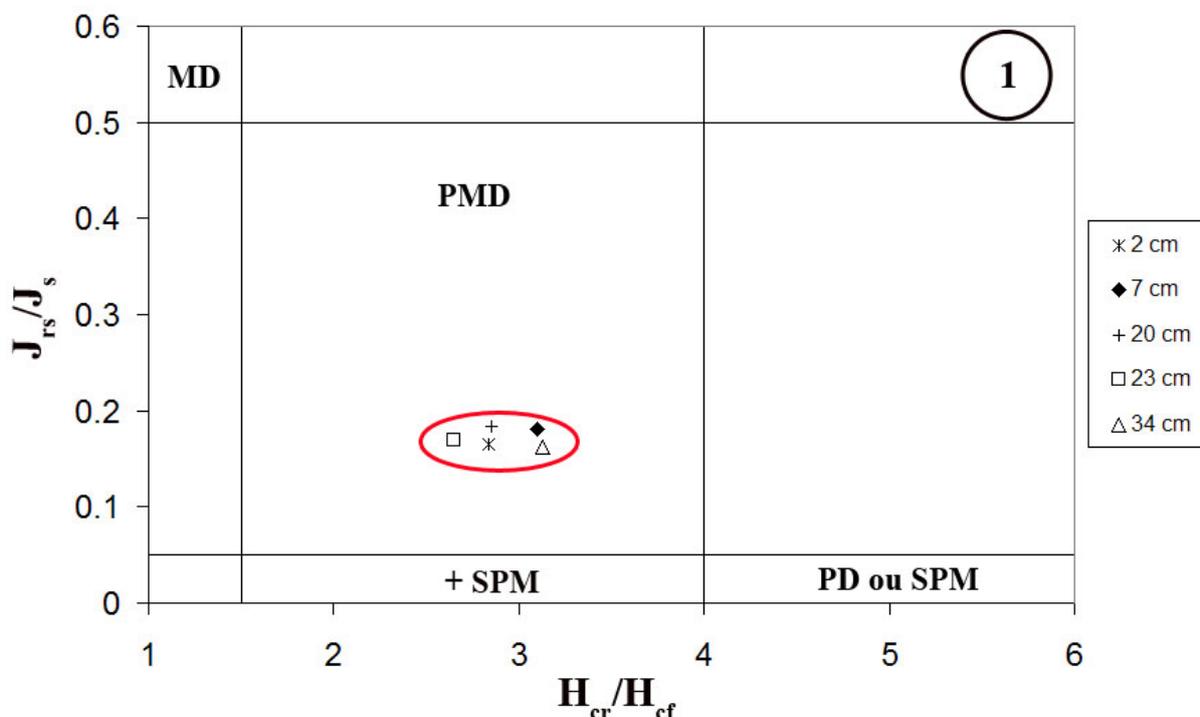


FIGURE 4.106 – Diagramme de Day (Day *et al.*, 1977) indiquant la répartition de cinq échantillons du sondage 1 effectué sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux) en fonction des rapports  $J_{rs}/J_s$  et  $H_{cr}/H_{cf}$ . MD : monodomaine ; PMD : pseudo-monodomaine ; PD : polydomaine ; SPM : superparamagnétique.

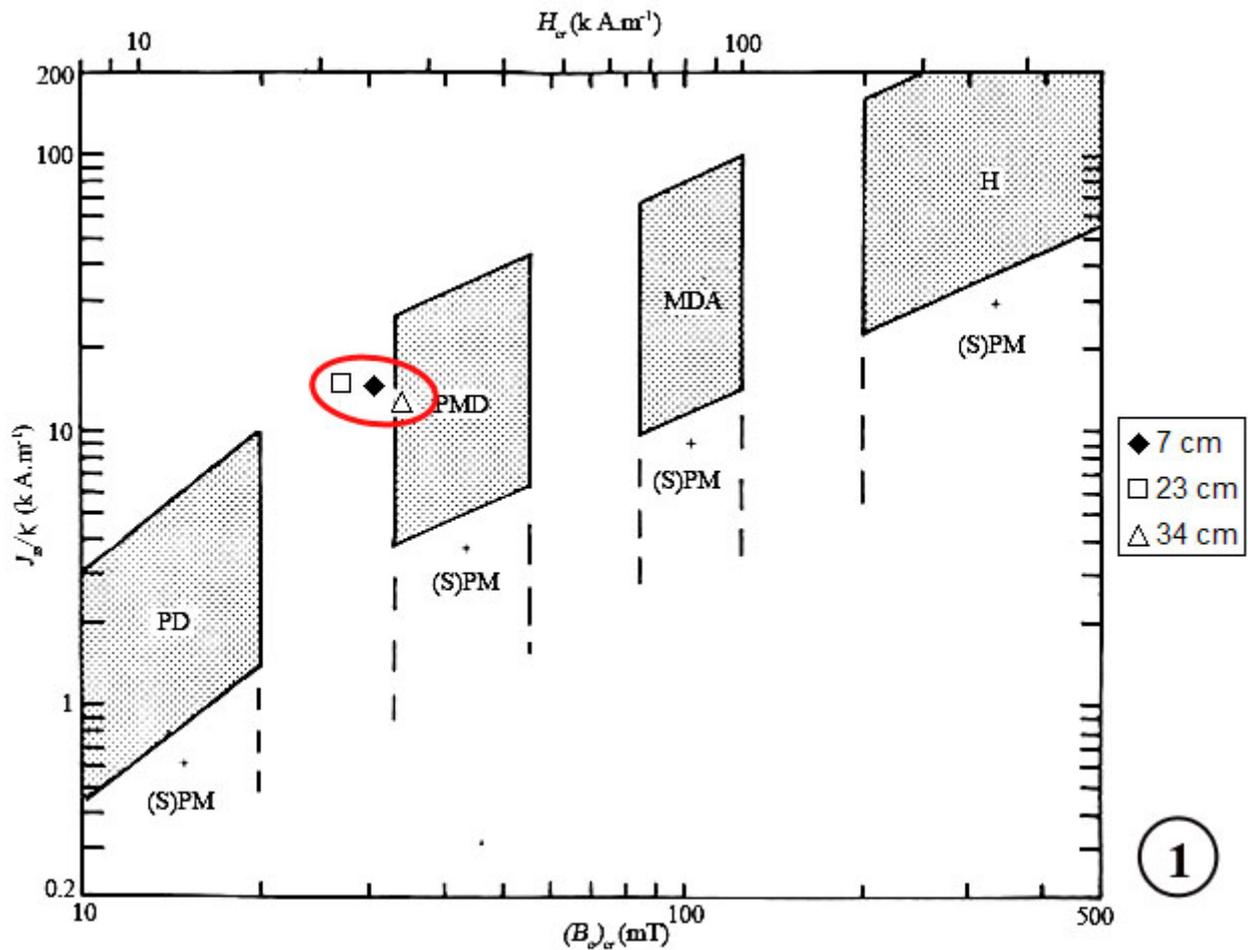


FIGURE 4.107 – Diagramme de la représentation du rapport  $J_{rs}/k$  en fonction de  $H_{cr}$  (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986) pour quelques échantillons du sondage 1 effectué sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux). Les magnétites polydomaines (MD pour « multidomain » en anglais), pseudo-monodomaines (PSD pour « pseudo single-domain » en anglais) et monodomaines allongées (ESD pour « elongated single-domain » en anglais) se situent dans la moitié gauche du diagramme. L'hématite (H) se situe en haut à droite du diagramme. Les mélanges contenant des grains (super)paramagnétiques se situent davantage dans la partie inférieure.

Enfin, nous avons tenté d'estimer la concentration et la taille des grains de magnétite présents dans les échantillons du sondage 1 à l'aide de leurs valeurs de susceptibilité volumique et d'aimantation rémanente à saturation (Figure 4.108). Les trois échantillons sont une fois de plus groupés. Leur position dans la grille indique une concentration en magnétite d'environ 0,07 % et une taille de grains monodomaines comprise entre 4 et 8  $\mu\text{m}$ .

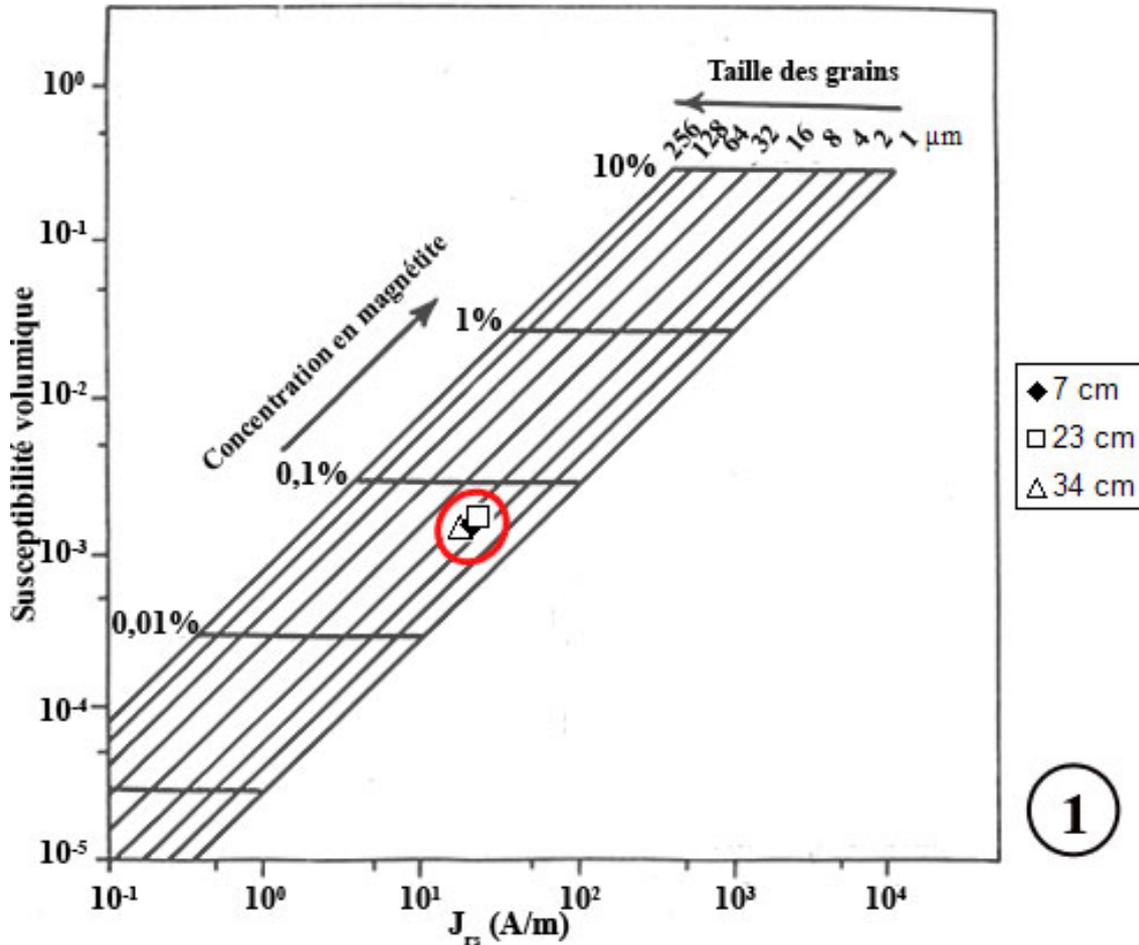


FIGURE 4.108 – Diagramme bilogarithmique indiquant la relation entre susceptibilité magnétique volumique ( $\kappa$ ) et aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ) pour quelques échantillons du sondage 1 effectué sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux). La grille sur laquelle sont placés les points pour notre étude est établie pour de la magnétite pure. L'amplitude de  $\kappa$  renseigne sur la concentration en magnétite tandis que le rapport  $\kappa/J_{rs}$  renseigne sur la taille des grains (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986).

#### 4.2.2.4.1.1.4 Mesures de la viscosité magnétique dans le domaine temporel

Des mesures de la viscosité magnétique dans le domaine temporel ont été réalisées sur les échantillons du sondage 1 à l'aide d'un MVM (cf chapitre 3 pour le mode opératoire).

Les résultats obtenus pour quatre échantillons de ce sondage montrent des droites dont la pente est proche de  $t^{-1,1}$  (Figure 4.109). Ces droites sont presque superposées ce qui signifie qu'il n'y a pas ou très peu de variation dans la quantité de grains visqueux avec la profondeur pour ce sondage. Cela rejoint ce qui a déjà été observé pour le paramètre  $\chi_{fd}(\%)$  et le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  (Figure 4.101). Les grains, responsables de la viscosité pour la gamme de temps considérée, ont la même abondance sur toute la profondeur du sondage 1 et sont vraisemblablement les mêmes.

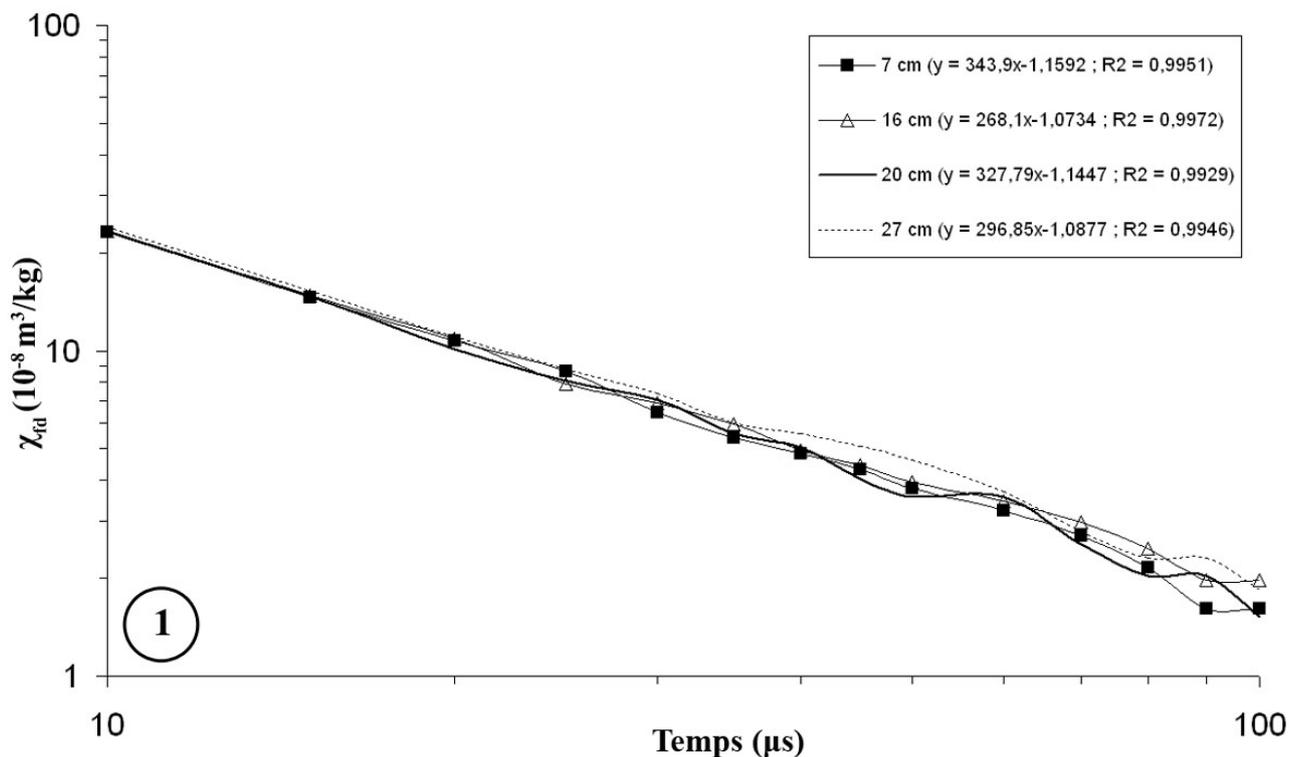


FIGURE 4.109 – Figure illustrant l'évolution de la viscosité magnétique dans le domaine temporel de quatre échantillons du sondage 1 effectué sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux). L'équation des droites et le coefficient de corrélation sont indiqués pour les différents échantillons en haut à droite de la figure.

#### 4.2.2.4.1.2 Analyses chimiques

##### 4.2.2.4.1.2.1 Mesure de la teneur en éléments chimiques

Une analyse chimique des teneurs en carbone et en matière organiques, ainsi qu'en fer et en phosphore a été effectuée sur deux échantillons du sondage 1 (Figure 4.110).

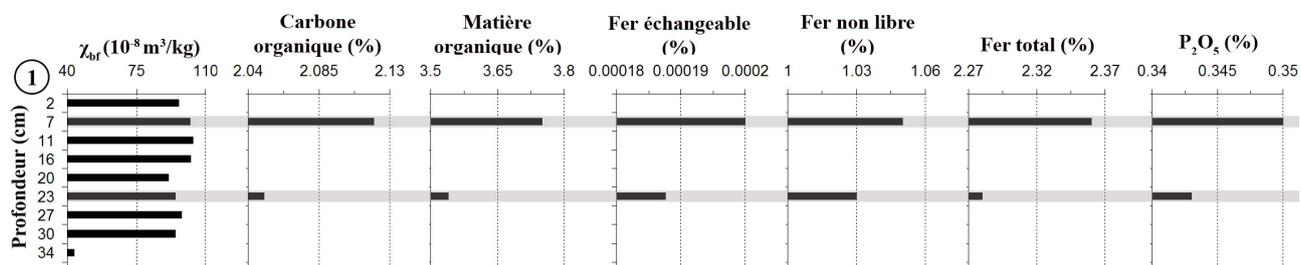


FIGURE 4.110 – Figure illustrant l'évolution de la susceptibilité magnétique massique à basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), des teneurs en carbone et en matière organiques, en fer échangeable, non libre et total ainsi qu'en phosphore total pour l'échantillon situé à 23 cm de profondeur du sondage 1 effectué sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux).

Les valeurs données dans la figure 4.110 montrent une légère décroissance de tous les éléments chimiques étudiés entre 7 cm et 23 cm de profondeur : cela est probablement lié au substrat calcaire sous-jacent. Globalement, les teneurs en éléments chimiques obtenues pour

les couches superficielles des autres sondages (zones anthropisées) sont du même ordre de grandeur que celles obtenues pour le sondage 1 (voir les parties 4.2.2.4.2.1 et 4.2.2.4.3.1). Cela signifie donc que la couche superficielle est relativement homogène sur les parcelles L1 et L2. Ces données serviront de référence lors de l'étude des différentes fosses.

#### 4.2.2.4.1.2.2 Observations au microscope électronique à balayage

Le sondage 1 (Figure 4.111) est celui qui montre le moins de minéraux brillants en mode rétrodiffusé. Il contient essentiellement des silicates et des carbonates parsemés de rares oxydes de fer et de titanomagnétites de petite taille (quelques micromètres).

Il n'a pas été possible de réaliser une analyse à la microsonde pour le sondage 1 faute de temps.

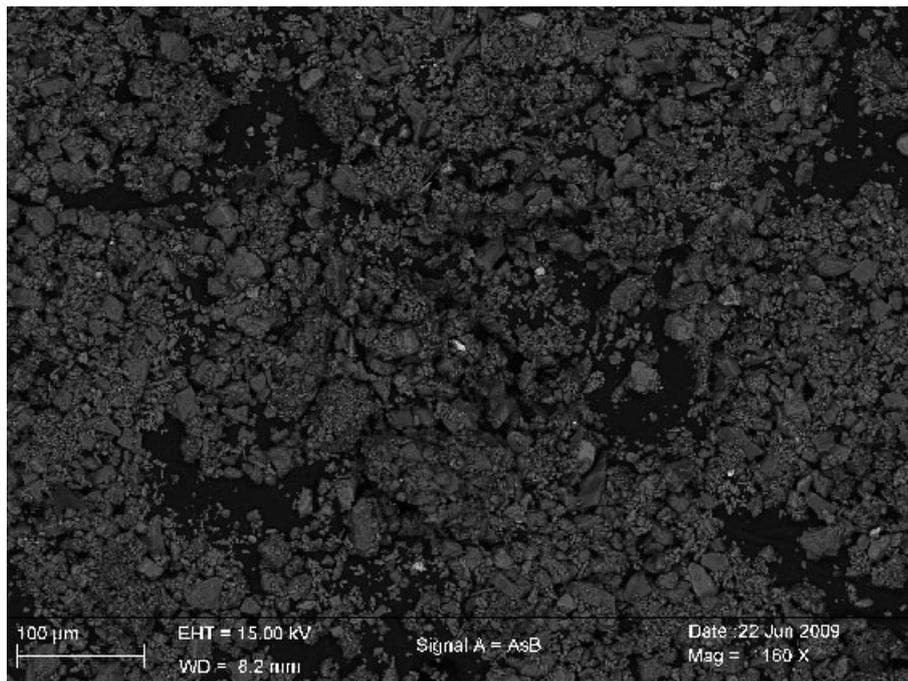


FIGURE 4.111 – Photographie d'un échantillon du sondage 1 (Quartier des Arènes, Levroux) réalisée au MEB en mode rétrodiffusé. L'échantillon semble contenir peu de minéraux de type oxydes ou sulfures de fer.

#### 4.2.2.4.2 Étude de fosses remplies de matériel métallurgique

Deux sondages (sondages 2 et 3, figure 4.100) ont été effectués sur la parcelle L1 au niveau de fosses dont le remplissage très magnétique et conducteur, mais très peu visqueux, suggère la présence de matériel métallurgique.

Les échantillons prélevés sur ces deux sondages sont de deux types. On distingue :

- Les échantillons de la couche superficielle (sur 30 cm) qui montrent les mêmes caractéristiques que ceux des sondages 1 et 4 : couleur brune, beaucoup de racines sur les 15 cm les plus superficiels, fragments de calcaire nombreux et centimétriques sur les cinq premiers centimètres (*terra fusca*);
- Des échantillons nettement plus foncés à partir de 30 cm de profondeur : on rentre dans le remplissage de la fosse. On trouve de nombreux fragments rouges-orangés de quelques millimètres à quelques centimètres de diamètre (briques?), des traces de charbons, et le nombre de scories a tendance à augmenter avec la profondeur. Ces dernières sont aussi plus nombreuses et plus grosses pour le sondage 2 (scories jusqu'à 2,5 g) que pour le sondage 3 (scories de 0,5 g environ). Elles sont de couleur noire et rouge, et sont vacuolaires (Figure 4.112). De petits cailloux calcaires semblent répartis de façon homogène dans le remplissage des fosses des deux sondages. Cependant, le sondage 2 présente une zone blanchâtre d'environ 10 cm d'épaisseur entre 30 et 40 cm de profondeur : cette zone signe très clairement la limite entre la couche superficielle et l'entrée dans la fosse.



FIGURE 4.112 – Photographies de trois scories issues du remplissage de la fosse du sondage 2 (Quartier des Arènes, Levroux).

##### 4.2.2.4.2.1 *Étude des propriétés magnétiques*

###### 4.2.2.4.2.1.1 Mesures de la susceptibilité magnétique et de sa dépendance fréquentielle

Les valeurs de la susceptibilité magnétique et de sa dépendance fréquentielle, ainsi que celles du taux de conversion, pour les sondages 2 et 3 sont résumées dans la figure 4.101. La figure 4.113 illustre la relation entre la susceptibilité basse fréquence et le taux de conversion (cf chapitre 3 pour le mode opératoire des différentes méthodes employées).

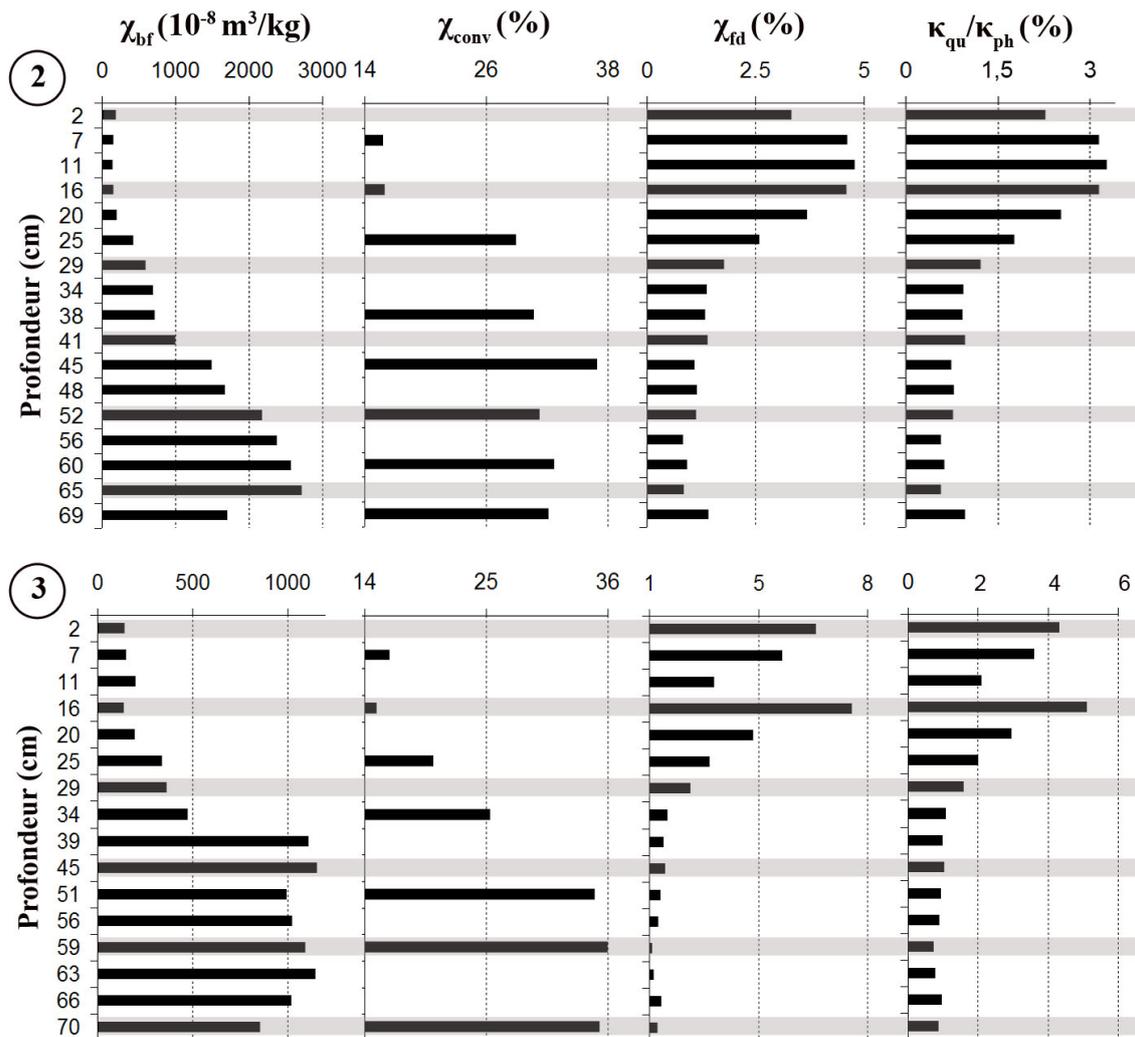


FIGURE 4.113 – Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), le taux de conversion ( $\chi_{conv}$ ), la dépendance fréquentielle de la susceptibilité ( $\chi_{fd}(\%)$ ) et le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  pour les sondages 2 et 3 effectués sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux).

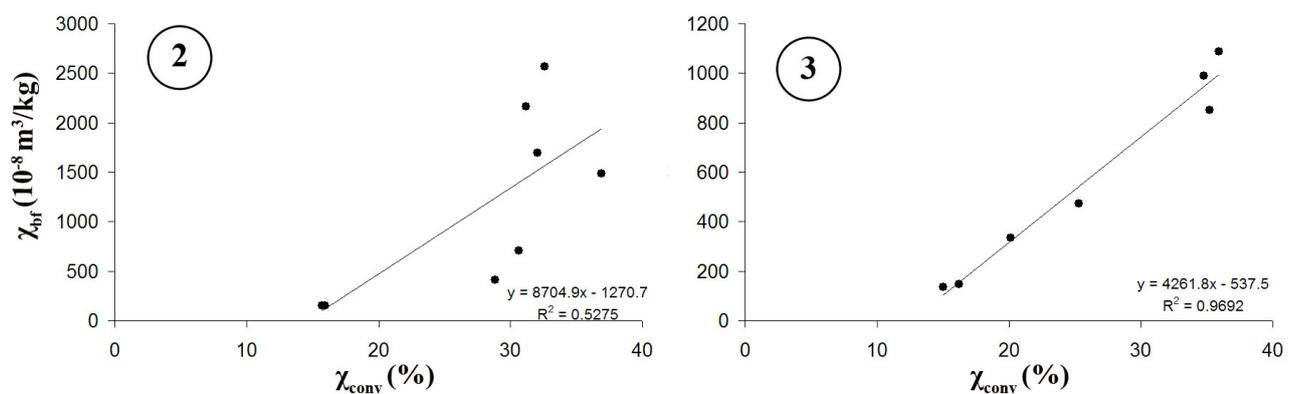


FIGURE 4.114 – Figure illustrant la relation entre  $\chi_{bf}$  et  $\chi_{conv}$  pour les sondages 2 et 3 effectués sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux). La droite de régression correspondante est tracée pour chacun des deux sondages. Leur pente et leur coefficient de régression  $R^2$  sont indiqués.

Les sondages 2 et 3 montrent les mêmes tendances, tant dans la susceptibilité magnétique et sa dépendance fréquentielle que dans le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  et le  $\chi_{conv}$ .

On remarque en effet que les 30 cm les plus superficiels montrent une susceptibilité environ quatre fois plus petite que ce qui se trouve au-delà de cette profondeur.

Les valeurs du  $\chi_{conv}$  obtenues pour les sondages 2 et 3 montrent elles aussi les mêmes tendances avec un quasi doublement des valeurs quand on dépasse 30 cm de profondeur. Les fortes valeurs de ce paramètre dans les fosses des sondages 2 et 3 indiquent qu'un tiers de la susceptibilité maximale potentielle a été utilisé par transformation des phases peu magnétiques en phases plus magnétiques probablement liée à une chauffe et/ou à l'activité bactérienne. La figure 4.114 montre une moins bonne corrélation entre  $\chi_{bf}$  et  $\chi_{conv}$  pour le sondage 2 que pour le sondage 3. Cela signifie que les échantillons de ce sondage, et surtout le remplissage de la fosse, n'ont pas subi les mêmes transformations. Il est probable que la nature des scories incorporées au remplissage de cette fosse joue un rôle important.

Les résultats de la dépendance fréquentielle de la susceptibilité et du rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  montrent enfin tous deux la même tendance, inverse de celle de la susceptibilité et du  $\chi_{conv}$ . Les remplissages des fosses ont des valeurs du  $\chi_{fd}(\%)$  et du rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  en général deux fois plus faibles que la couche superficielle, ce qui signifie qu'il y a relativement moins de grains visqueux dans les fosses que dans la couche superficielle mais davantage de polydomaines ou de gros grains monodomaines.

D'après les résultats illustrés par la figure 4.113, il paraît donc clair qu'à partir de 30 cm de profondeur un matériau nettement différent de celui constituant la couche superficielle est présent. La corrélation de ces résultats avec les observations macroscopiques implique que le signal magnétique des fosses des sondages 2 et 3 est essentiellement lié à la présence de scories, en quantité plus ou moins importante, à partir de 30 cm de profondeur. Une différence dans la quantité de scories entre les deux fosses a aussi été observée : on trouve davantage de scories, et de taille plus importante, dans le sondage 2 que dans le sondage 3. C'est ce qui explique très probablement le fait que la susceptibilité magnétique est jusqu'à trois fois plus forte dans la fosse du sondage 2 que dans celle du sondage 3.

#### 4.2.2.4.2.1.2 Mesures thermomagnétiques

Les figures 4.115 et 4.116 illustrent les courbes  $\kappa - T$  obtenues pour des échantillons du sondage 2 et des scories de ce même sondage. La figure 4.117 illustre les courbes  $\kappa - T$  obtenues pour des échantillons du sondage 3 (cf chapitre 3 pour le mode opératoire).

Les échantillons du sondage 2 (Figure 4.115) montrent, avec une forte amplification, le même comportement que les échantillons du sondage 1.

D'un point de vue de la profondeur, on remarque que plus les échantillons sont profonds :

1. Plus l'augmentation de la susceptibilité à partir de 250°C est marquée, ce qui indique la présence de plus de lépidocrocite en profondeur qu'en surface ;
2. Plus les pics vers 550°C sont grands et fins et plus la chute de la susceptibilité après cette température est brutale avec  $T_c = 580^\circ\text{C}$  : il y a donc davantage de magnétite initiale (origine pédogénétique) ou produite en cours de chauffe pour les horizons les plus profonds.

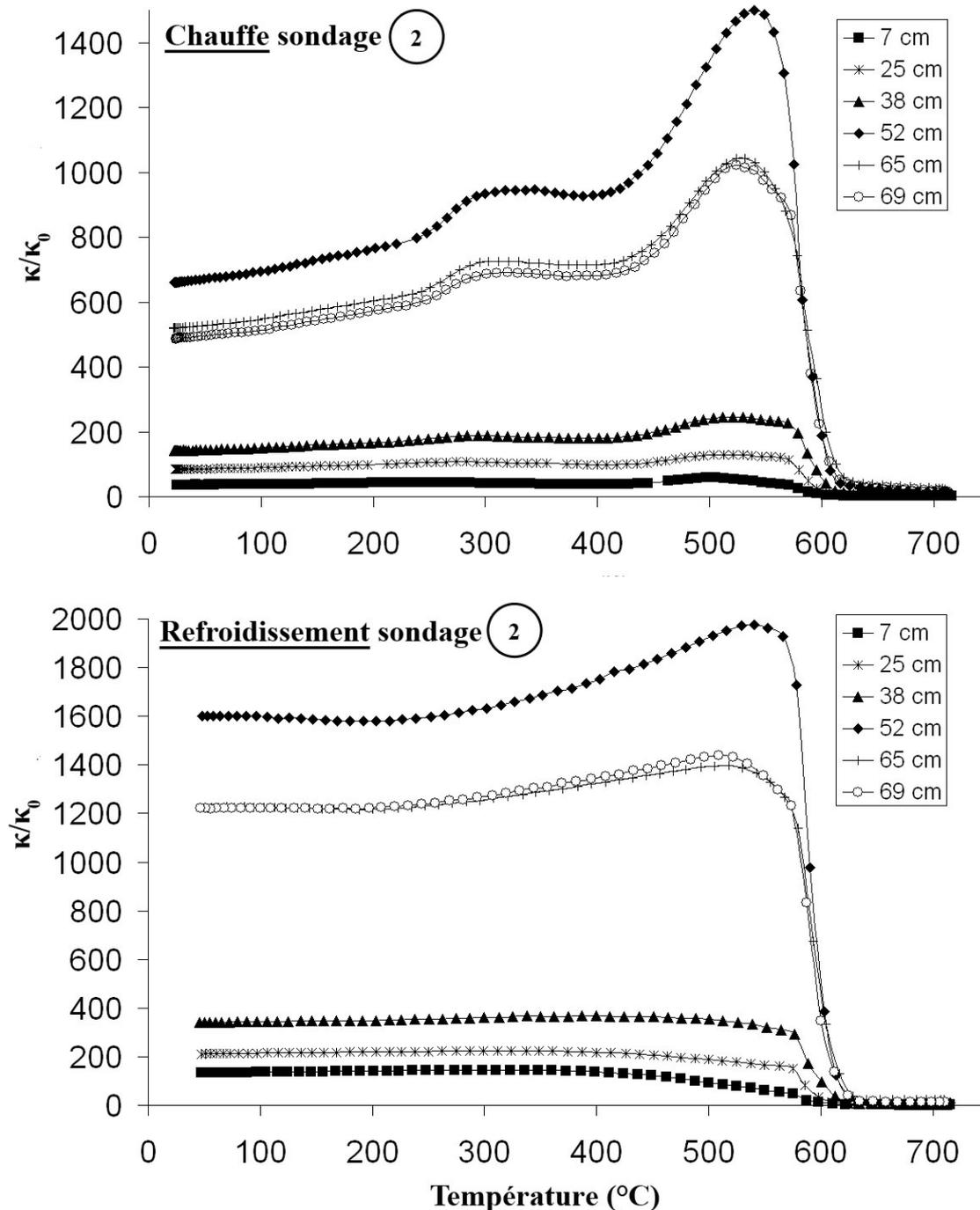


FIGURE 4.115 – Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air en cours de chauffe (figure du haut) et de refroidissement (figure du bas) pour six échantillons du sondage 2 (parcelle L1 du Quartier des Arènes, Levroux). La susceptibilité mesurée  $\kappa$  est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante  $\kappa_0$ .

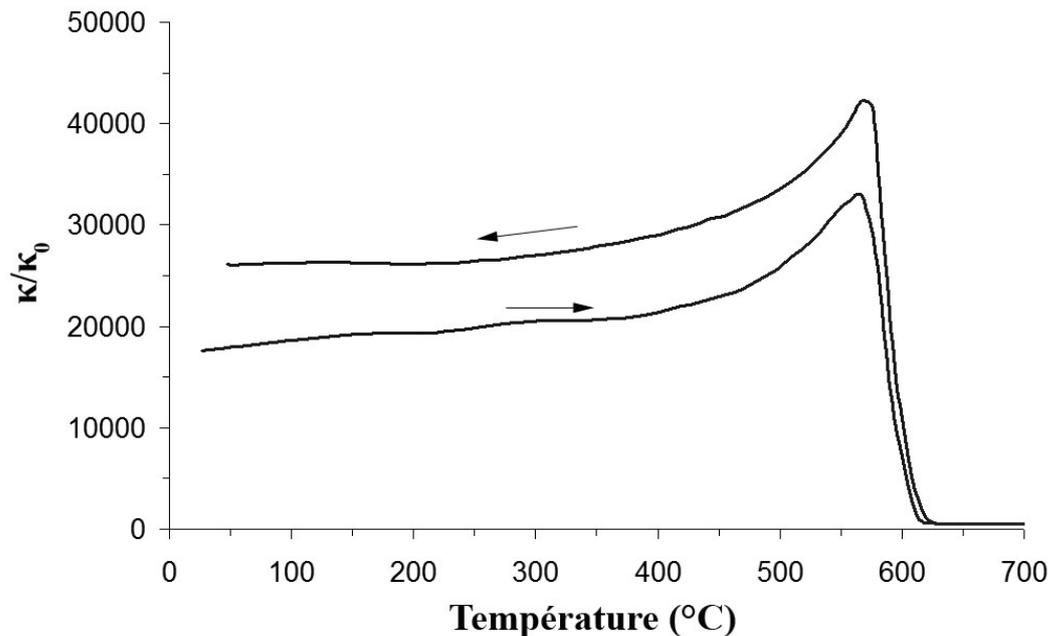


FIGURE 4.116 – Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air en cours de chauffe et de refroidissement pour une scorie prélevée dans la fosse du sondage 2 (parcelle L1 du Quartier des Arènes, Levroux). Les flèches indiquent la chauffe ou le refroidissement. La susceptibilité mesurée  $\kappa$  est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante  $\kappa_0$ .

L'affinement des pics est probablement lié à l'activité bactérienne et à la présence de scories.

En effet, l'activité bactérienne produit de la magnétite en grains fins ce qui se traduit par la présence d'un pic étroit sur les courbes  $\kappa - T$  (Taylor et Schwertmann, 1974; Taylor *et al.*, 1987; Maher et Taylor, 1988; Schwertmann et Taylor, 1989; Fassbinder *et al.*, 1990). Elle est favorisée par la présence de certains éléments chimiques tels que le phosphore par exemple qui, nous le verrons dans la partie consacrée aux analyses chimiques, est plus important dans le remplissage des fosses que dans la couche superficielle.

Les scories jouent probablement un rôle sur la finesse des pics avec la profondeur. En effet, la courbe thermomagnétique d'une scorie prélevée dans la fosse du sondage 2 (Figure 4.116) montre un pic de susceptibilité très fin à 500°C traduisant la présence de grains monodomains plus gros puisque la différence entre température de déblocage et température de Curie est d'autant plus petite que les grains sont gros. Étant donné que la fosse du sondage 2 est particulièrement riche en scories, on peut supposer que les pics des échantillons de ce sondage s'affinent d'autant plus que les échantillons en contiennent.

À la vue des pics obtenus pour les échantillons situés entre 52 et 69 cm de profondeur (leur largeur est intermédiaire entre celle obtenue pour la scorie de la figure 4.116 et celles des échantillons plus superficiels), on peut supposer que leurs courbes thermomagnétiques traduisent la présence de scories mélangées au sol. La forte quantité de magnétite dans le remplissage de la fosse 2 a donc probablement une origine à la fois biologique (bactérienne) et anthropique (rejets métalliques issus de l'artisanat).

Les courbes  $\kappa - T$  obtenues pendant le refroidissement indiquent aussi une température de Curie proche de 580°C : il y a eu néoformation de magnétite pendant la chauffe. Mais la courbe obtenue au refroidissement est située sous celle obtenue en cours de chauffe entre 670 et 620°C : ce comportement traduit la destruction de minéraux fortement susceptibles ou une

transformation de minéraux de forte susceptibilité en minéraux de plus faible susceptibilité. Cette transformation peut correspondre à l'oxydation de magnétite en hématite. La présence d'hématite apparaît de façon nette pour les échantillons de la fosse les plus riches en scories alors que tel n'est pas le cas pour les échantillons de la couche superficielle. Mais cela ne signifie pas pour autant que l'hématite y est totalement absente, ses quantités doivent être trop faibles pour apparaître nettement sur les courbes thermomagnétiques.

Les échantillons du sondage 3 (Figure 4.117) montrent les mêmes tendances que les échantillons du sondage 2, à savoir qu'il y a plus de lépidocrocite et de magnétite en profondeur. Cependant, les pics de susceptibilité autour de  $550^{\circ}\text{C}$  pour les échantillons de la fosse du sondage 3 sont moins hauts (susceptibilités au moins deux fois plus faibles) que ceux de la fosse du sondage 2 : ceci pourrait confirmer nos observations macroscopiques et les résultats obtenus précédemment en traduisant la présence de moins de scories dans la fosse du sondage 3 que dans celle du sondage 2. Mais on remarque aussi que :

- La courbe  $\kappa - T$  obtenue pour un mélange de scories issues du sondage 3 ne montre pas le même comportement que celle obtenue pour la scorie du sondage 2 : aucun pic n'est visible autour de  $500^{\circ}\text{C}$  pour le mélange de scories, mais la température de Curie déduite est proche de  $580^{\circ}\text{C}$ , ce qui semble indiquer la présence de magnétite polydomaine. La différence entre les scories issues des deux sondages semble être liée à la taille des grains les constituants plus qu'à leur nature : l'étude d'un mélange de scories pour la fosse du sondage 3, contre une seule pour le sondage 2, explique peut être en partie ces résultats ;
- Les courbes  $\kappa - T$  obtenues en cours de chauffe pour les échantillons de la fosse du sondage 3 semblent plus aplaties vers  $550^{\circ}\text{C}$  que celles du sondage 2 (pic moins prononcé et moins fin).

Cet aplatissement relatif des pics autour de  $550^{\circ}\text{C}$  pour les échantillons de la fosse du sondage 3 peut être lié à la présence de grains plus gros en relation avec des scories contenant des grains polydomaines. À ceci peut aussi s'ajouter une activité bactérienne plus faible dans la fosse du sondage 3.

Les courbes obtenues au refroidissement pour le sondage 3 (Figure 4.117) montrent que la chauffe a de nouveau produit de la magnétite et un peu d'hématite pour les échantillons issus de la fosse.

Des refroidissements intermédiaires ont été effectués pour quelques échantillons de ce sondage afin d'établir si des transformations sont visibles en cours de chauffe :

- L'échantillon situé à 63 cm de profondeur a été refroidi partiellement vers  $300^{\circ}\text{C}$ . La courbe n'est pas réversible et, pour une même température, la susceptibilité au cours de la chauffe est supérieure à celle mesurée lors du refroidissement. Il y a donc eu destruction de minéraux plus susceptibles en cours de chauffe ou transformation de minéraux plus susceptibles en minéraux moins susceptibles. Étant donné la gamme de température mise en jeu, ce comportement est très probablement lié à la transformation progressive à partir de  $300^{\circ}\text{C}$  de maghémite, fortement susceptible, en hématite, moins magnétique. Ceci nous permet donc de confirmer notre précédente hypothèse quand à la nature des minéraux déduits des courbes  $\kappa - T$  autour de  $300^{\circ}\text{C}$  ;
- L'échantillons à 39 cm et à 51 cm de profondeur ont été refroidis partiellement entre  $400$  et  $500^{\circ}\text{C}$ . Le refroidissement indique qu'une transformation minéralogique a bien lieu puisque les courbes ne sont plus réversibles. Pour une même température, la susceptibilité au cours du refroidissement reste supérieure à celle mesurée lors de la chauffe : il y a donc eu création de minéraux plus susceptibles ou transformation de minéraux faiblement susceptibles en minéraux plus susceptibles. De la magnétite a probablement été créée,

mais cela n'écarte pas l'hypothèse de la présence initiale dans ces échantillons de magnétite monodomaine d'origine bactérienne.

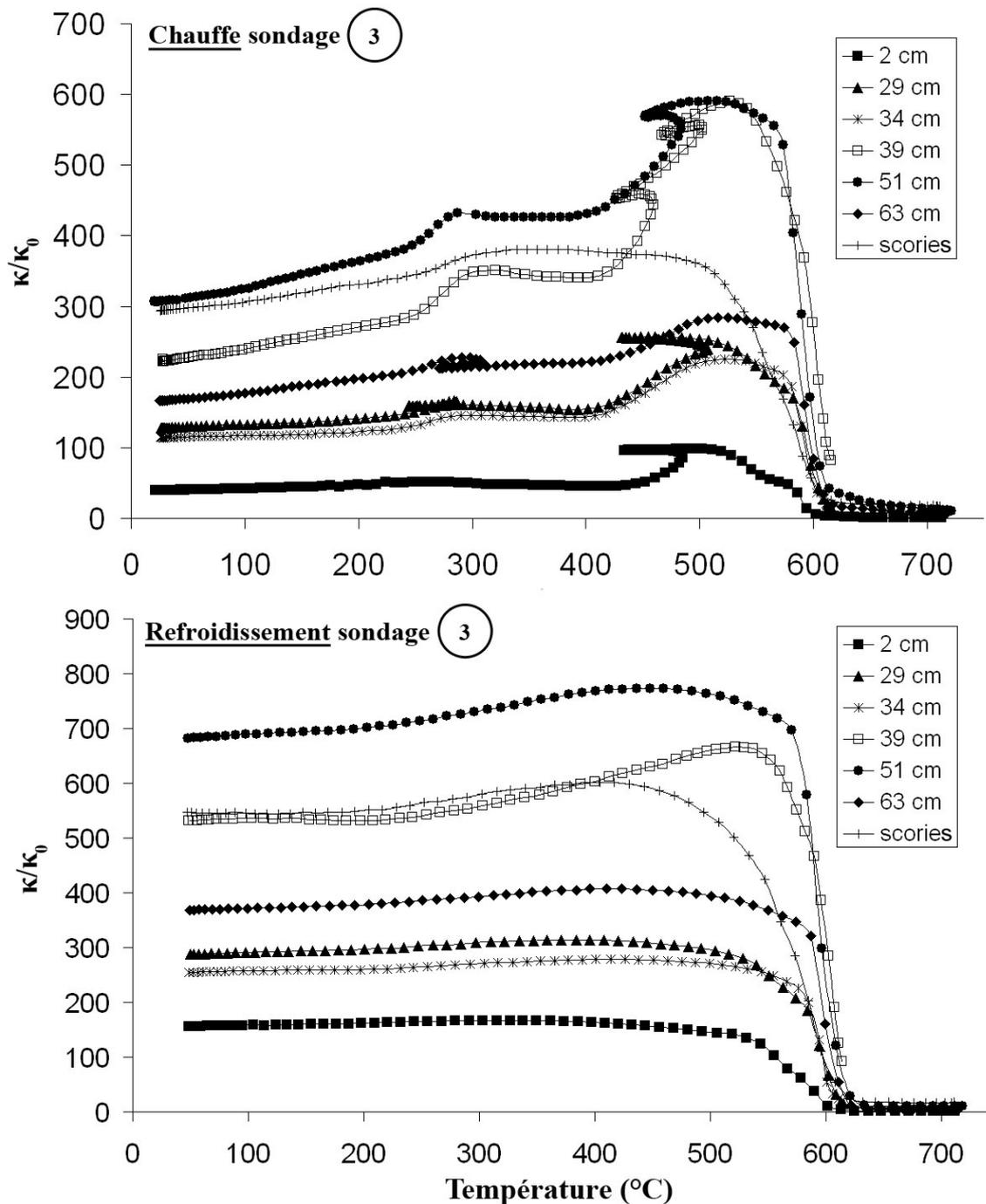


FIGURE 4.117 – Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air en cours de chauffe (figure du haut) et de refroidissement (figure du bas) pour six échantillons et une mélange de scories du sondage 3 (parcelle L1 du Quartier des Arènes, Levrux). La susceptibilité mesurée  $\kappa$  est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante  $\kappa_0$ .

#### 4.2.2.4.2.1.3 Mesures d'hystérésis et d'aimantation rémanente isotherme (ARI)

Les figures 4.118 et 4.119 illustrent les cycles d'hystérésis et les courbes d'ARI acquies pour quelques échantillons des sondages 2 et 3 (cf chapitre 3 pour le mode opératoire). Les cycles d'hystérésis obtenus pour les scories issues de ces deux sondages sont présentés dans la figure 4.120. Les paramètres tirés de ces mesures sont présentés en parallèle des mesures de susceptibilité dans la figure 4.121.

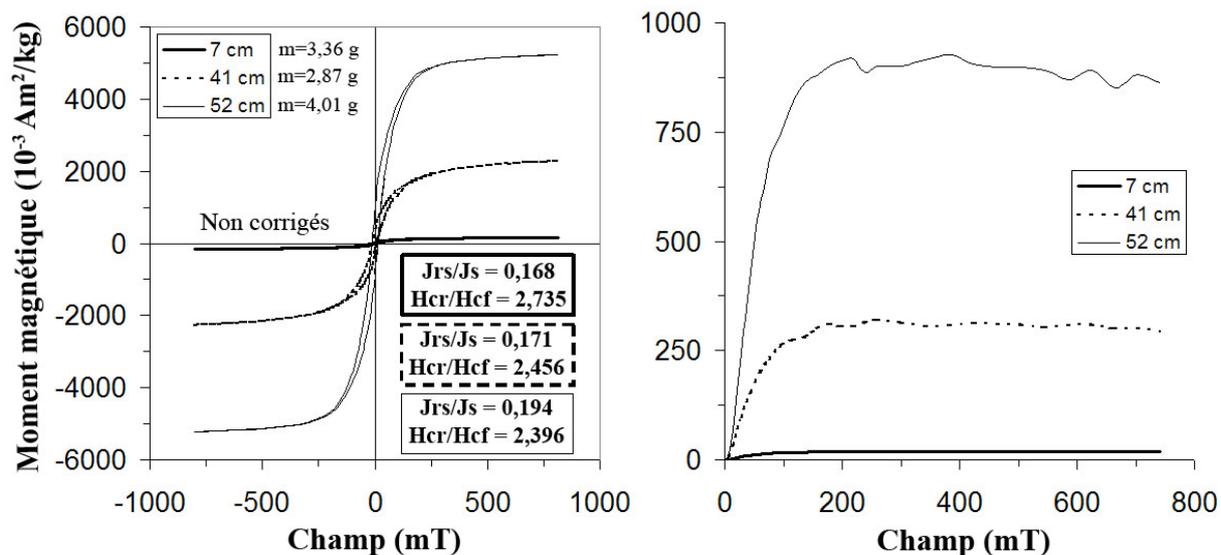


FIGURE 4.118 – Cycles d'hystérésis (non corrigés pour la contribution dia/paramagnétique) et courbes d'acquisition de l'aimantation rémanente isotherme pour les échantillons du sondage 2 prélevés à 7 cm, 41 cm et 52 cm de profondeur sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levrux).

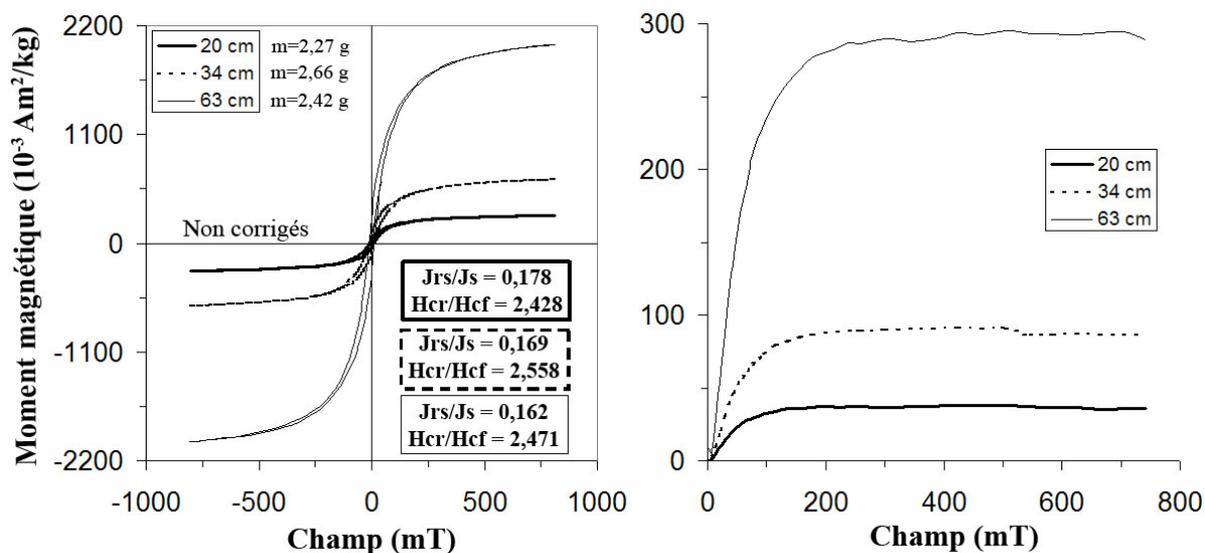


FIGURE 4.119 – Cycles d'hystérésis (non corrigés pour la contribution dia/paramagnétique) et courbes d'acquisition de l'aimantation rémanente isotherme pour les échantillons du sondage 3 prélevés à 20 cm, 34 cm et 63 cm de profondeur sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levrux).

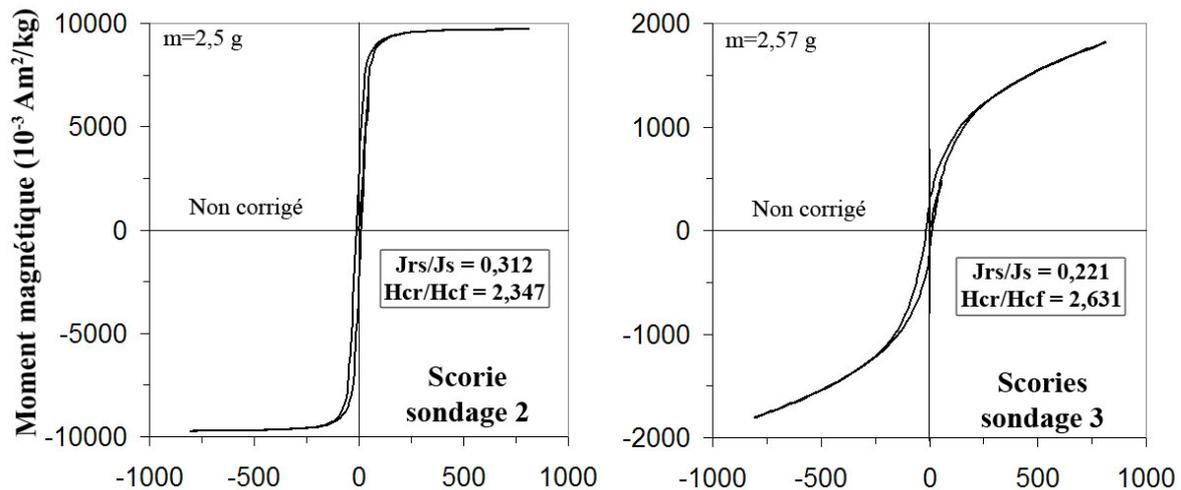


FIGURE 4.120 – Cycles d’hystérésis (non corrigés pour la contribution dia/paramagnétique) obtenus pour les échantillons de scories issus des sondages 2 et 3 effectués sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux).

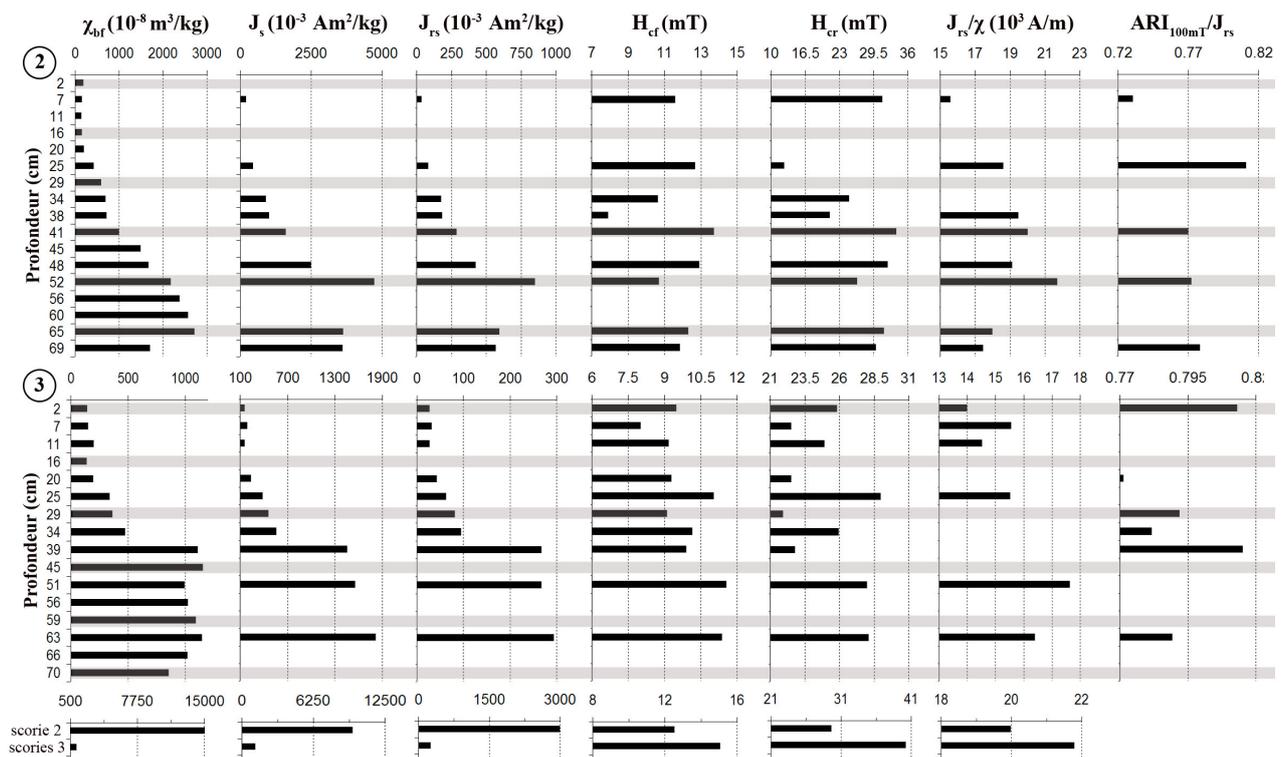


FIGURE 4.121 – Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), l’aimantation à saturation ( $J_s$ ), l’aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ), le champ coercitif ( $H_{cf}$ ), le champ coercitif rémanent ( $H_{cr}$ ), le rapport de l’aimantation rémanente à saturation sur la susceptibilité magnétique ( $J_{rs}/\chi$ ) et le rapport de l’aimantation rémanente isotherme à 100 mT sur l’aimantation rémanente à saturation ( $ARI_{100mT}/J_{rs}$ ) pour les sondages 2 et 3 effectués sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux). Ces paramètres sont aussi indiqués pour la scorie prélevée dans la fosse du sondage 2 (scorie 2) et celles échantillonnées dans la fosse du sondage 3 (scories 3).

Les résultats sont très similaires entre les deux sondages. On remarque en effet que :

- Les cycles d’hystérésis sont d’autant plus hauts que l’on descend en profondeur (Figures 4.118 et 4.119) : cela indique que les aimantations à saturation ( $J_s$ ) et les aimantations

rémanentes à saturation ( $J_{rs}$ ) croissent avec la profondeur tout comme la susceptibilité (Figure 4.121). Cette dernière dépend donc à la fois de la concentration en grains magnétiques des échantillons et de leur taille ;

- Aucun comportement dit « taille de guêpe » (Tauxe *et al.*, 1996) n'est observé ce qui suggère une homogénéité dans les coercitivités. Ces dernières semblent cependant augmenter légèrement entre la couche superficielle et les fosses (Figure 4.121), les échantillons issus des fosses montrent d'ailleurs des cycles d'hystérésis un peu plus ouverts, ce qui est peut être lié à la présence d'un peu d'hématite comme en témoignent les courbes thermomagnétiques. Cependant les coercitivités restent suffisamment basses pour que les porteurs de l'aimantation dans les fosses soient des minéraux ferrimagnétiques ;
- Les valeurs du rapport  $J_{rs}/\chi$  suivent l'évolution de la susceptibilité et l'on constate que ce rapport diminue pour les échantillons les plus profonds (Figure 4.121). Les courbes d'ARI montrent également une croissance du moment magnétique depuis la couche superficielle jusque dans les fosses. Globalement, 95 % de la saturation de tous les échantillons est atteinte à 300 mT, ce qui correspond à la coercitivité maximale de la magnétite.

Les scories prélevées ne montrent pas les mêmes cycles d'hystérésis<sup>7</sup> selon qu'elles proviennent du sondage 2 ou 3 (Figure 4.120).

Celle issue du sondage 2 est caractérisée par des aimantations à saturation et rémanente à saturation particulièrement élevées et un cycle d'hystérésis qui sature pour un champ inférieur à 100 mT : cela est caractéristique de gros grains monodomaines pour un matériau très magnétique, probablement ferromagnétique. Ce cycle, de part son très fort moment magnétique, traduit très certainement la présence de fer métal, que nous pensons avoir observé d'un point de vue macroscopique dans la scorie issue du sondage 2.

Les scories du sondage 3 montrent un cycle qui ne sature pas et qui se ferme pour un champ compris entre 100 et 200 mT, les champs coercitifs sont aussi plus élevés que pour la scorie du sondage 2 (Figures 4.120) : il s'agit d'un mélange de grains de tailles différentes de magnétite, probablement monodomaines et polydomaines. L'augmentation relative des champs coercitifs pour le mélange de scories issues du sondage 3 peut aussi être liée à la présence davantage d'hématite que dans la fosse du sondage 2 (Figure 4.121). Des minéraux dia/paramagnétiques sont également présents en quantité non négligeable.

Les valeurs des paramètres issus des cycles d'hystérésis pour les différentes scories sont du même ordre de grandeur que celles obtenues pour les remplissages des deux fosses, ce qui indique que des scories y sont bien présentes (Figure 4.121).

Les paramètres d'hystérésis précisés dans la figure 4.121 ont été placés dans un diagramme de Day (Day *et al.*, 1977) ainsi que dans un diagramme indiquant le rapport  $J_{rs}/\kappa$  en fonction de  $H_{cr}$  (Figures 4.122, 4.123 pour le sondage 2 et 4.124, 4.125 pour le sondage 3).

---

7. Les cycles d'hystérésis des échantillons de scories étant suffisamment explicites, nous avons choisi de ne pas présenter les courbes d'ARI correspondantes.

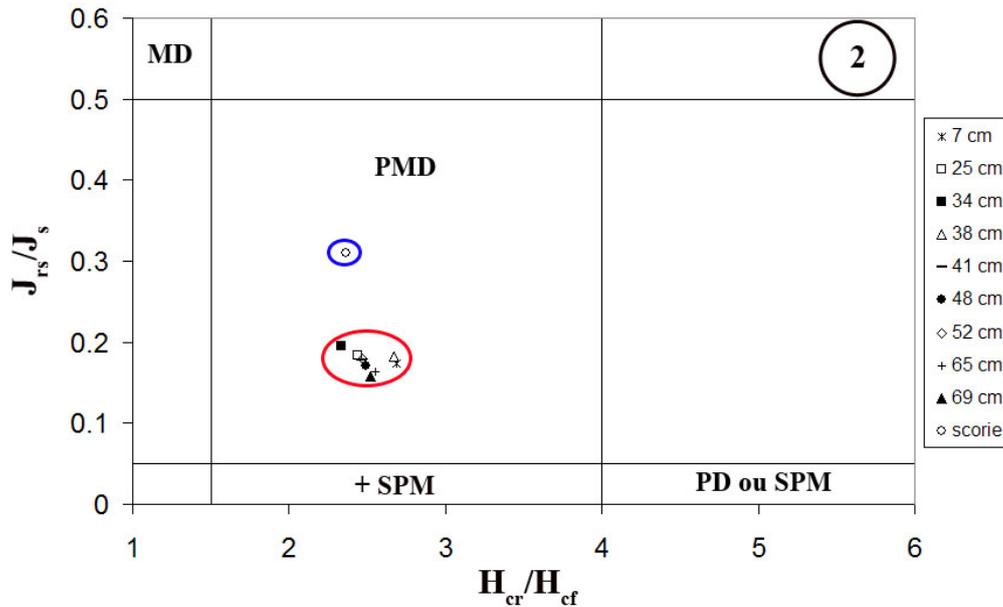


FIGURE 4.122 – Diagramme de Day (Day *et al.*, 1977) indiquant la répartition des échantillons du sondage 2 du Quartier des Arènes à Levroux, en fonction des rapports  $J_{rs}/J_s$  et  $H_{cr}/H_{cf}$ . Le point correspondant à une scorie est entouré en bleu, tandis que le reste des points est entouré en rouge. MD : monodomaine ; PMD : pseudo-monodomaine ; PD : polydomaine ; SPM : superparamagnétique.

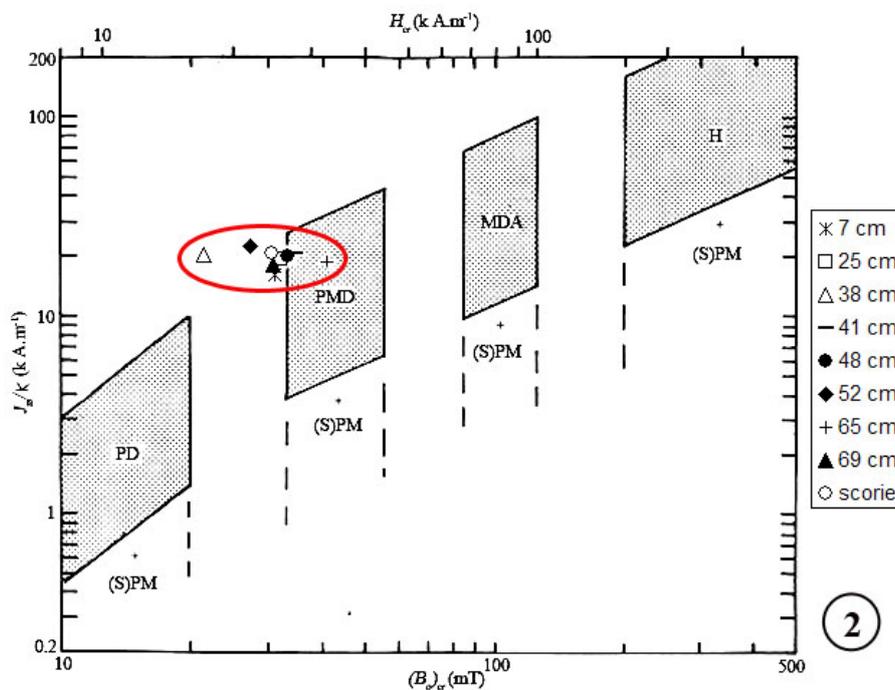


FIGURE 4.123 – Diagramme de la représentation du rapport  $J_{rs}/k$  en fonction de  $H_{cr}$  (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986) pour quelques échantillons du sondage 2 effectué sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux). Les magnétites polydomaines (MD pour « multidomain » en anglais), pseudo-monodomaines (PSD pour « pseudo single-domain » en anglais) et monodomaines allongées (ESD pour « elongated single-domain » en anglais) se situent dans la moitié gauche du diagramme. L'hématite (H) se situe en haut à droite du diagramme. Les mélanges contenant des grains (super)paramagnétiques se situent davantage dans la partie inférieure.

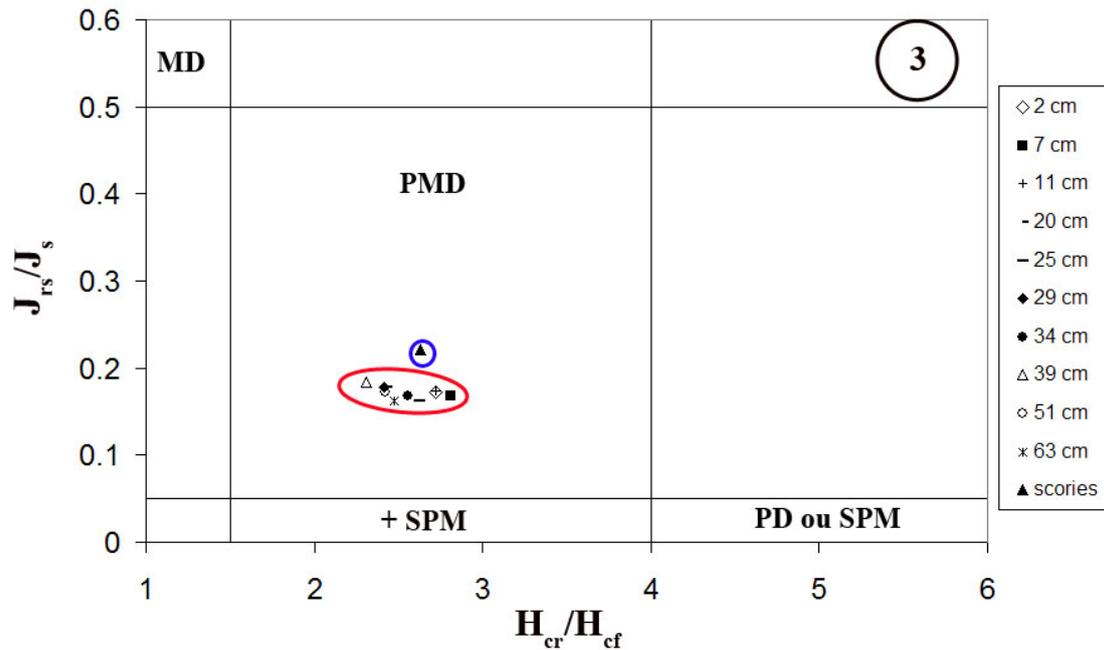


FIGURE 4.124 – Diagramme de Day (Day *et al.*, 1977) indiquant la répartition des échantillons du sondage 3 du Quartier des Arènes à Levroux, en fonction des rapports  $J_{rs}/J_s$  et  $H_{cr}/H_{cf}$ . Le point correspondant à un mélange de scories est entouré en bleu, tandis que le reste des points est entouré en rouge. MD : monodomaine ; PMD : pseudo-monodomaine ; PD : polydomaine ; SPM : superparamagnétique.

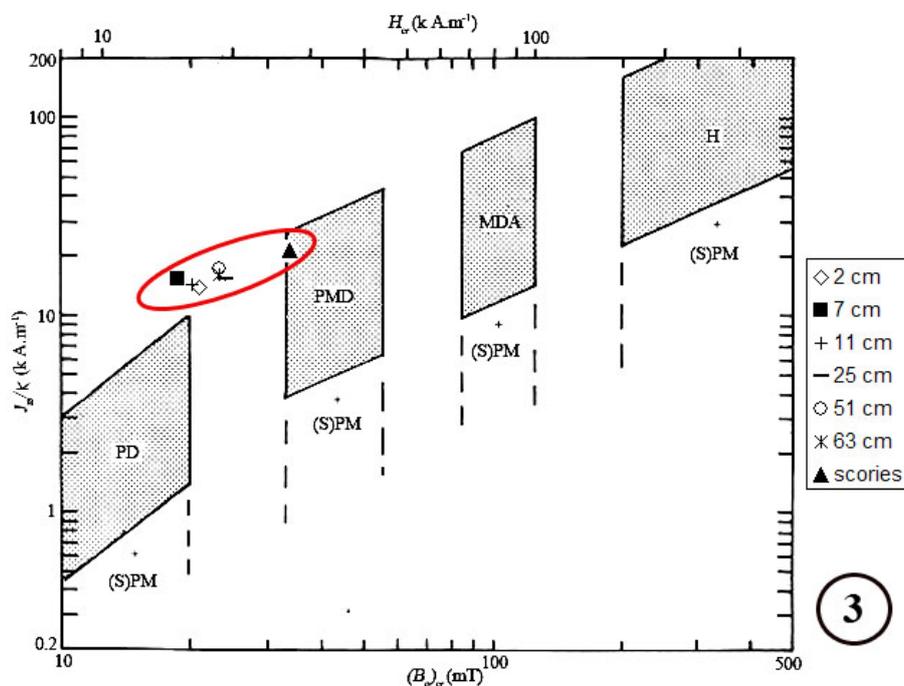


FIGURE 4.125 – Diagramme de la représentation du rapport  $J_{rs}/k$  en fonction de  $H_{cr}$  (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986) pour quelques échantillons du sondage 3 effectué sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux). Les magnétites polydomaines (MD pour « multidomain » en anglais), pseudo-monodomaines (PSD pour « pseudo single-domain » en anglais) et monodomaines allongées (ESD pour « elongated single-domain » en anglais) se situent dans la moitié gauche du diagramme. L'hématite (H) se situe en haut à droite du diagramme. Les mélanges contenant des grains (super)paramagnétiques se situent davantage dans la partie inférieure.

On constate que l'ensemble des échantillons sont groupés dans la catégorie pseudo-monodomaine (PMD) avec  $0,15 < J_{rs}/J_s < 0,2$  et  $2 < H_{cr}/H_{cf} < 3$  pour les diagrammes de Day. Ceci traduit probablement un mélange de grains monodomaines (MD) et polydomaines (PD) (Dunlop, 2002a, 2002b), ces derniers étant certainement plus nombreux puisque l'ensemble des points se situe davantage vers les PD que vers les MD, comme cela est visible sur les deux types de diagrammes. De plus grandes variations s'observent pour le rapport  $H_{cr}/H_{cf}$ , tandis que le rapport  $J_{rs}/J_s$  reste homogène sur les diagrammes de Day. Ce même comportement s'observe sur les diagrammes des figures 4.123 et 4.125 mais les variations sont liées au champ coercitif rémanent plus qu'au rapport  $J_{rs}/\kappa$ .

Si l'on regarde plus précisément la répartition des valeurs avec la profondeur, il semblerait que la couche superficielle (les trente à quarante premiers centimètres) montre un rapport  $H_{cr}/H_{cf}$  un peu plus grand que le remplissage des fosses. D'autre part, la scorie du sondage 2 a tendance à se détacher de l'ensemble des échantillons et à se rapprocher des gros grains monodomaines (Figure 4.122). C'est moins le cas pour le mélange de scories du sondage 3 qui reste centré dans les pseudo-monodomaines avec un rapport  $J_{rs}/J_s$  proche des échantillons du même sondage visible sur le diagramme de Day correspondant (Figure 4.124). Par contre, ce mélange de scories se dirige plus vers la droite du diagramme sur la figure 4.125 : ceci est probablement lié à la présence d'un peu plus d'hématite. Ces résultats confirment ceux des courbes thermomagnétiques.

Enfin, nous avons tenté d'estimer la concentration et la taille des grains de magnétite présents dans les échantillons des sondages 2 et 3 à l'aide de leurs valeurs de susceptibilité volumique et d'aimantation rémanente à saturation (Figure 4.126).

Les échantillons du sondage 2 semblent constitués de grains de magnétite de l'ordre de 4 à 8  $\mu m$ . La concentration en magnétite de ces échantillons croît avec la profondeur : elle est de 0,1 % pour la couche superficielle et de 3 % pour l'échantillon à 52 cm, puis rediminue un peu plus profondément (2 % à 65 cm et 69 cm). L'évolution de la concentration en magnétite le long du sondage 2 suit celle de la susceptibilité, ainsi que celle de  $J_s$  et de  $J_{rs}$  (Figure 4.121) : la susceptibilité magnétique du sondage 2 semble donc plus fortement corrélée à la quantité de magnétite monodomaine qu'à sa taille. La scorie issue de la fosse du sondage 2 indique la même taille de grains de magnétite que les échantillons de la fosse du même sondage. Par contre, sa concentration en magnétite est beaucoup plus forte et atteint 8 %.

Les échantillons du sondage 3 montrent les mêmes tendances que celles du sondage 2 : on se situe toujours dans la catégorie 4-8  $\mu m$  (sauf pour le mélange de scories qui se trouve entre 2 et 4  $\mu m$ ) et la concentration en grains de magnétite croît avec la profondeur, tout comme la susceptibilité ainsi que  $J_s$  et  $J_{rs}$  (Figure 4.121). Comme pour le sondage 2, la susceptibilité magnétique du sondage 3 semble plus fortement corrélée à la quantité de magnétite monodomaine qu'à sa taille. Mais les concentrations maximales en magnétite du sondage 3 sont bien inférieures à celles du sondage 2, en particulier pour les scories (moins de 1 % contre 8 %), ce qui confirme les résultats précédemment acquis.

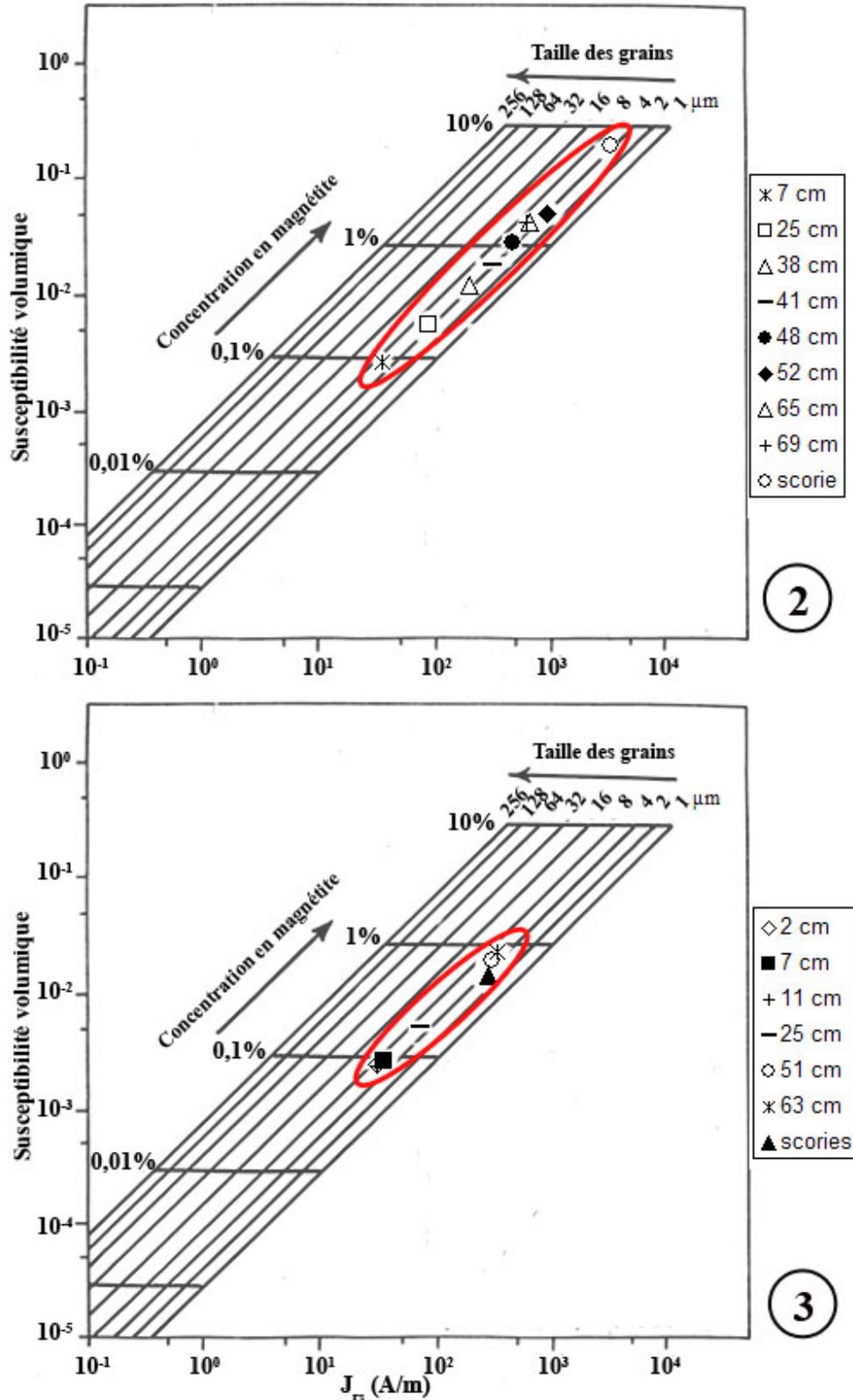


FIGURE 4.126 – Diagrammes bilogarithmiques indiquant la relation entre susceptibilité magnétique volumique ( $\kappa$ ) et aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ) pour quelques échantillons du sondage 2 (diagramme du haut) et du sondage 3 (diagramme du bas), effectués sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux). La grille sur laquelle sont placés les points pour notre étude est établie pour de la magnétite pure. L'amplitude de  $\kappa$  renseigne sur la concentration en magnétite tandis que le rapport  $\kappa/J_{rs}$  renseigne sur la taille des grains (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986).

#### 4.2.2.4.2.1.4 Mesures de la viscosité magnétique dans le domaine temporel

Des mesures de la viscosité magnétique dans le domaine temporel ont été réalisées sur des échantillons des sondages 2 et 3 à l'aide d'un MVM (cf chapitre 3 pour le mode opératoire).

Les résultats obtenus pour quelques échantillons de ces sondages sont présentés dans les figures 4.127 et 4.128. La viscosité magnétique d'une scorie issue du sondage 2 a également été mesurée dans le domaine temporel (Figure 4.127).

Les échantillons des sondages 2 et 3 montrent des droites dont la pente est proche de  $t^{-1,1}$  (Figures 4.127 et 4.128). Ces droites ne se distinguent que par leur amplitude et donc par l'abondance en grains visqueux composant les différents échantillons. Cela rejoint ce qui a déjà été observé pour le paramètre  $\chi_{fd}(\%)$  et le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  (Figure 4.101). Les grains, responsables de la viscosité pour la gamme de temps considérée, sont donc les mêmes pour les sondages 2 et 3 et ceci quelque soit la profondeur.

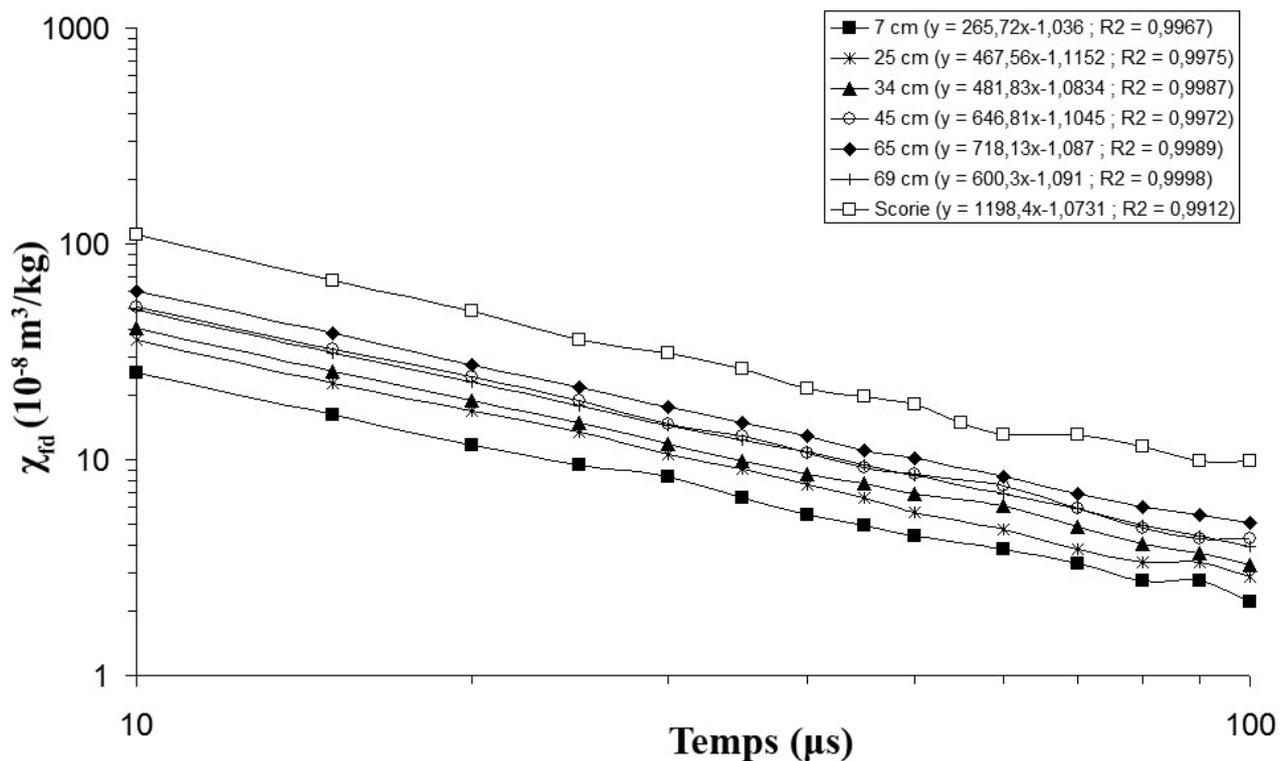


FIGURE 4.127 – Figure illustrant l'évolution de la viscosité magnétique dans le domaine temporel pour des échantillons et des scories du sondage 2 (Quartier des Arènes, Levroux). L'équation des droites et le coefficient de régression sont indiqués pour les différents échantillons en haut à droite de la figure.

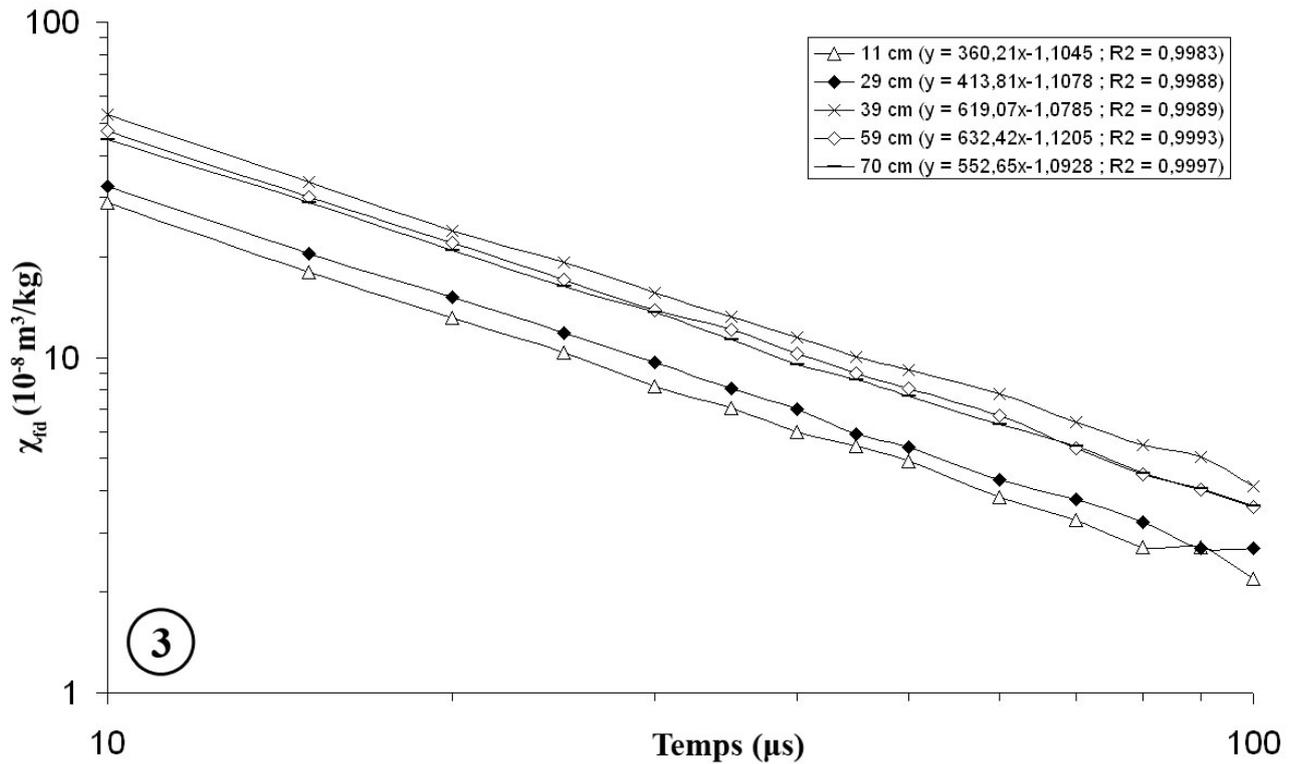


FIGURE 4.128 – Figure illustrant l'évolution de la viscosité magnétique dans le domaine temporel pour des échantillons du sondage 3 (Quartier des Arènes, Levroux). L'équation des droites et le coefficient de régression sont indiqués pour les différents échantillons en haut à droite de la figure.

#### 4.2.2.4.2.2 Analyses chimiques

##### 4.2.2.4.2.2.1 Mesures de la teneur en éléments chimiques

Une analyse chimique des teneurs en carbone et en matière organiques, en fer et en phosphore a été effectuée sur des échantillons des sondages 2 et 3 (Figure 4.129).

La figure 4.129 indique que :

- Les valeurs obtenues pour les différents éléments chimiques sont du même ordre de grandeur pour la couche superficielle des sondages 2 et 3 (Figure 4.129) que celles obtenues pour le sondage 1 (Figure 4.110). L'homogénéité de la couche superficielle est donc une fois de plus confirmée ;
- Le remplissage des fosses des sondages 2 et 3 est moins riche en carbone et en matière organiques que la couche superficielle ;
- Les fosses sont caractérisées par un taux de fer (échangeable, non libre et total) jusqu'à près de huit fois plus fort que celui de la couche superficielle et par un taux de phosphore jusqu'à deux fois plus important. Le fort taux de fer et sa croissance en profondeur sont corrélables aux quantités de scories trouvées dans les fosses des sondages 2 et 3 et indiquent que l'on est en présence de rejets issus d'un atelier métallurgique. La légère augmentation de la teneur en phosphore avec la profondeur suggère quelques apports en excréments dans les deux fosses. Ceci n'est pas étonnant puisque les fouilles archéologiques menées sur la parcelle 304 dans les années 1980 ont révélé la présence de nombreux os animaux (Buchsenschutz *et al.*, 2000).

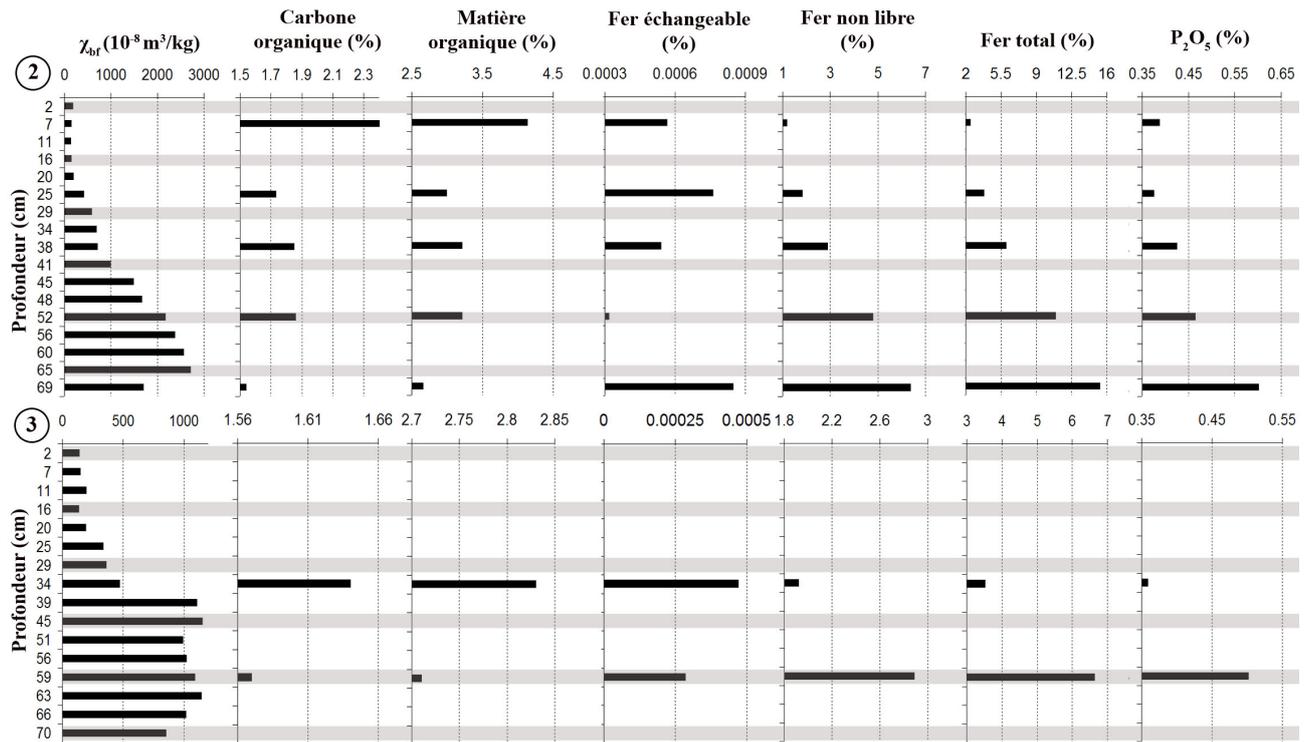


FIGURE 4.129 – Figure illustrant l'évolution de la susceptibilité magnétique massique à basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), des teneurs en carbone et matière organiques, en fer échangeable, non libre et total ainsi qu'en phosphore total pour des échantillons des sondages 2 et 3 effectués sur la parcelle L1 (Quartier des Arènes, Levroux).

Malgré le fait que les teneurs en éléments chimiques évoluent de la même façon pour les deux sondages, on remarque qu'elles sont systématiquement plus élevées pour le sondage 2 que pour le sondage 3. Les zones où se situent les sondages 2 et 3 montrent donc le même type d'occupation mais une intensité moindre de l'anthropisation pour la zone du sondage 3 que pour celle du sondage 2.

#### 4.2.2.4.2.2 Observations au microscope électronique à balayage (MEB)

Le sondage 2 est, avec le sondage 3, celui qui montre le plus de minéraux brillants en mode rétrodiffusé. Il s'agit d'un mélange de minéraux de tailles différentes : on observe de petits comme de gros minéraux de plusieurs dizaines de micromètres. La figure 4.130 montre par exemple un oxyde de fer fibreux composé de petites aiguilles de  $2 \mu m$  de long environ. La figure 4.131 montre un oxyde de fer d'environ  $20 \mu m$  de côté associé à des silicates. Du fer, sous forme de baguette, a également été trouvé.

Le sondage 3 montre lui aussi de nombreux minéraux brillants, de tailles variées, dans une matrice silicatée et carbonatée (Figures 4.132 et 4.133). Du fer, d'une vingtaine de micromètres de côté, a été trouvé (Figure 4.133), ainsi que de nombreux oxydes de fer allongés et creux, dont la paroi est parsemée de sphérules. Leur taille est variable mais elle est de l'ordre de plusieurs dizaines de micromètres comme le montre la figure 4.134. Dans l'échantillon étudié pour la fosse du sondage 3, plusieurs oxydes de fer en feuillets ont aussi été observés (Figure 4.135). Au milieu des lamelles, de petits octaèdres ( $600 \text{ nm}$  de côté environ), parfaitement cristallisés et très riches en fer sont visibles.

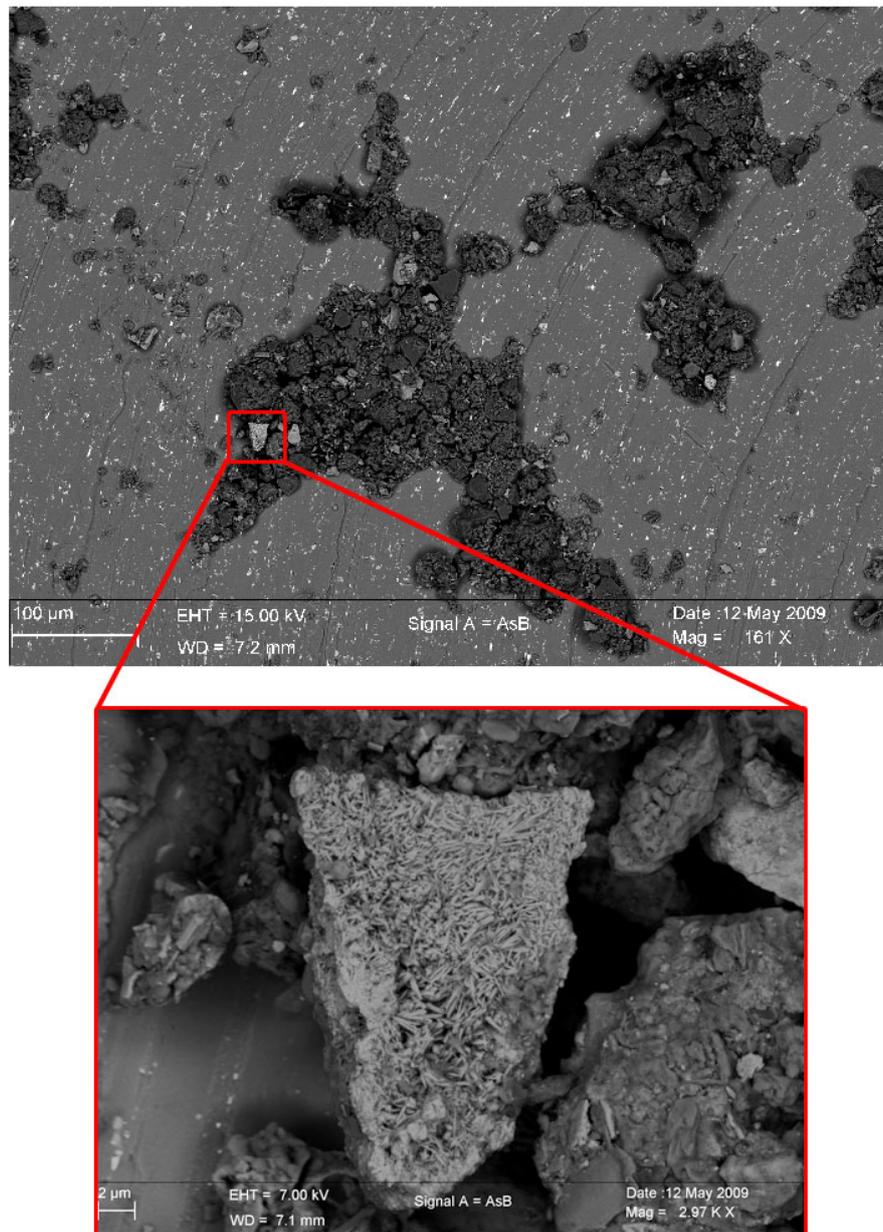


FIGURE 4.130 – Photographie d'un échantillon de la fosse du sondage 2 (Quartier des Arènes, Levroux) réalisée au MEB en mode retrodiffusé. De nombreux minéraux brillants sont visibles, leur taille est de l'ordre de quelques dizaines de micromètres comme en témoigne l'oxyde de fer fibreux encadré en rouge.

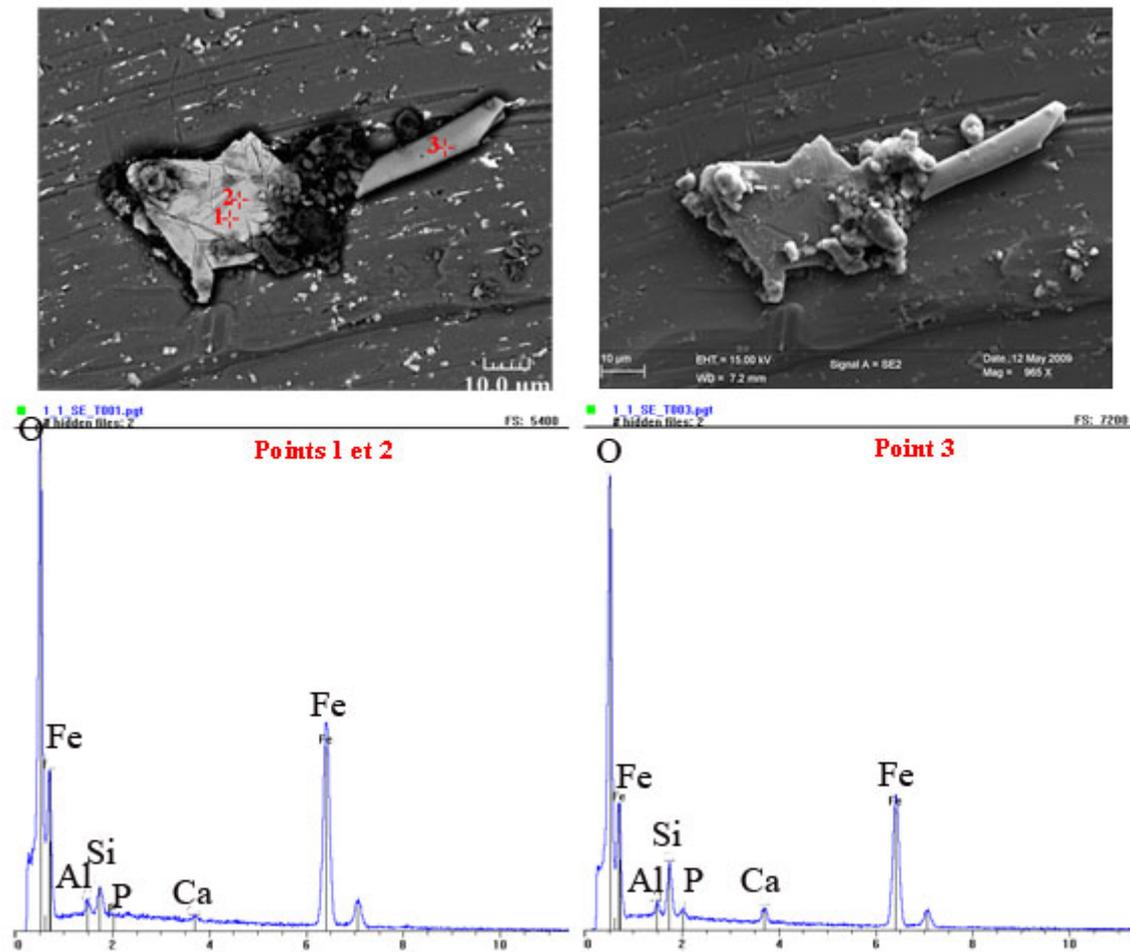


FIGURE 4.131 – Photographie d’un oxyde de fer issu de la fosse du sondage 2 (Quartier des Arènes, Levroux) réalisée au MEB en mode retrodiffusé à gauche et en électrons secondaires à droite, accompagnée d’une analyse chimique. Le minéral le plus brillant (points 1 et 2) correspond à un oxyde de fer de 20  $\mu\text{m}$  de côté environ. La baguette sur la droite (point 3) est moins riche en fer, mais davantage en silice, calcium et phosphore.

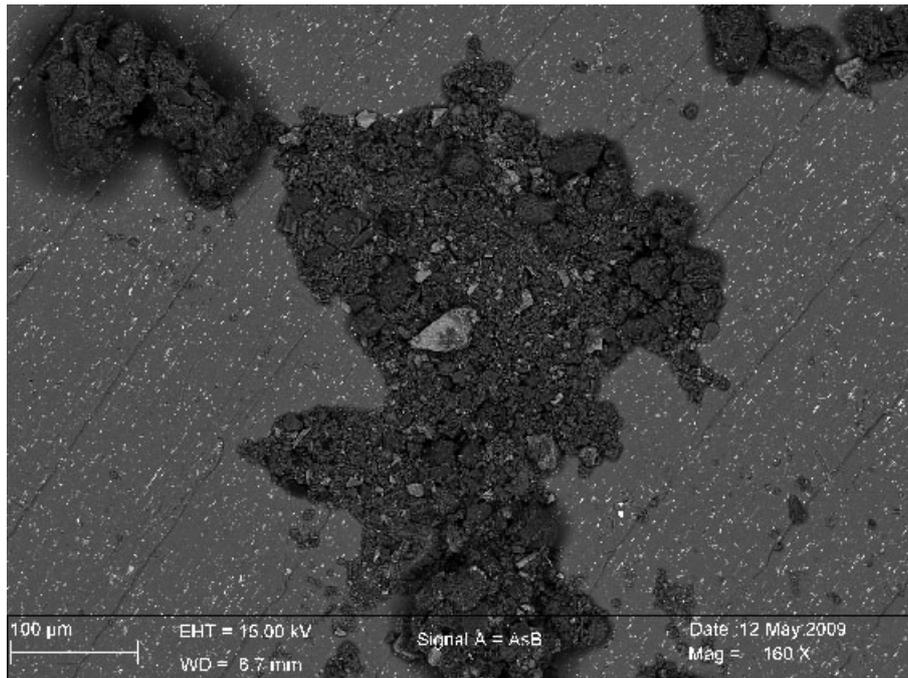


FIGURE 4.132 – Photographie d'un échantillon du sondage 3 (Quartier des Arènes, Levroux) réalisée au MEB en mode retrodiffusé. Ce dernier contient de nombreux minéraux brillants de l'ordre de quelques dizaines de micromètres, comme pour le sondage 2.

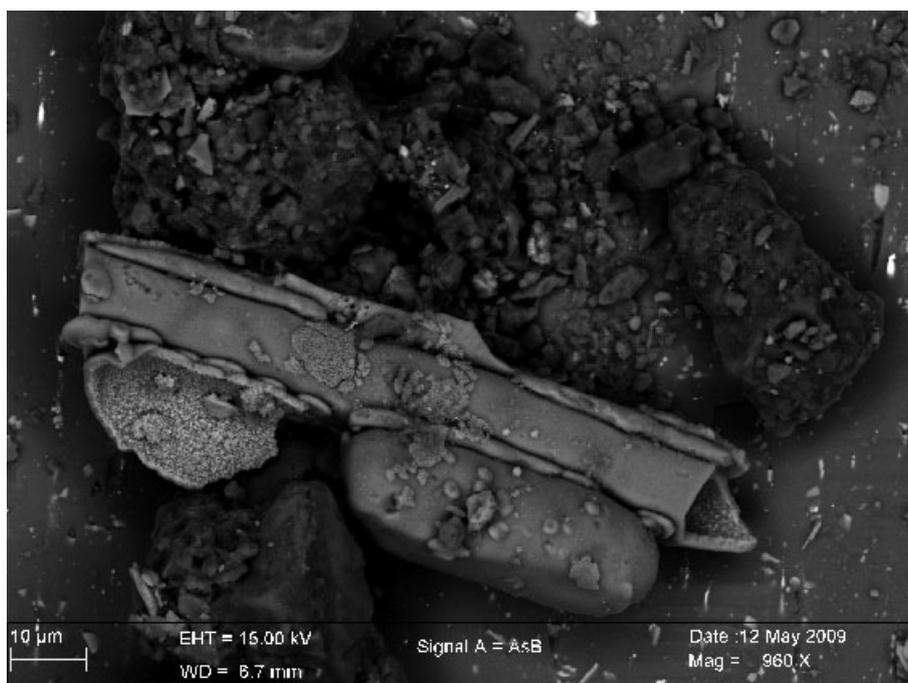


FIGURE 4.134 – Photographie d'un oxyde de fer issu de la fosse du sondage 3 (Quartier des Arènes, Levroux) réalisée au MEB en mode retrodiffusé. Sa taille est d'environ  $10 \times 60 \mu\text{m}$ , sa structure est creuse et ses parois sont parsemées de petites sphérules.

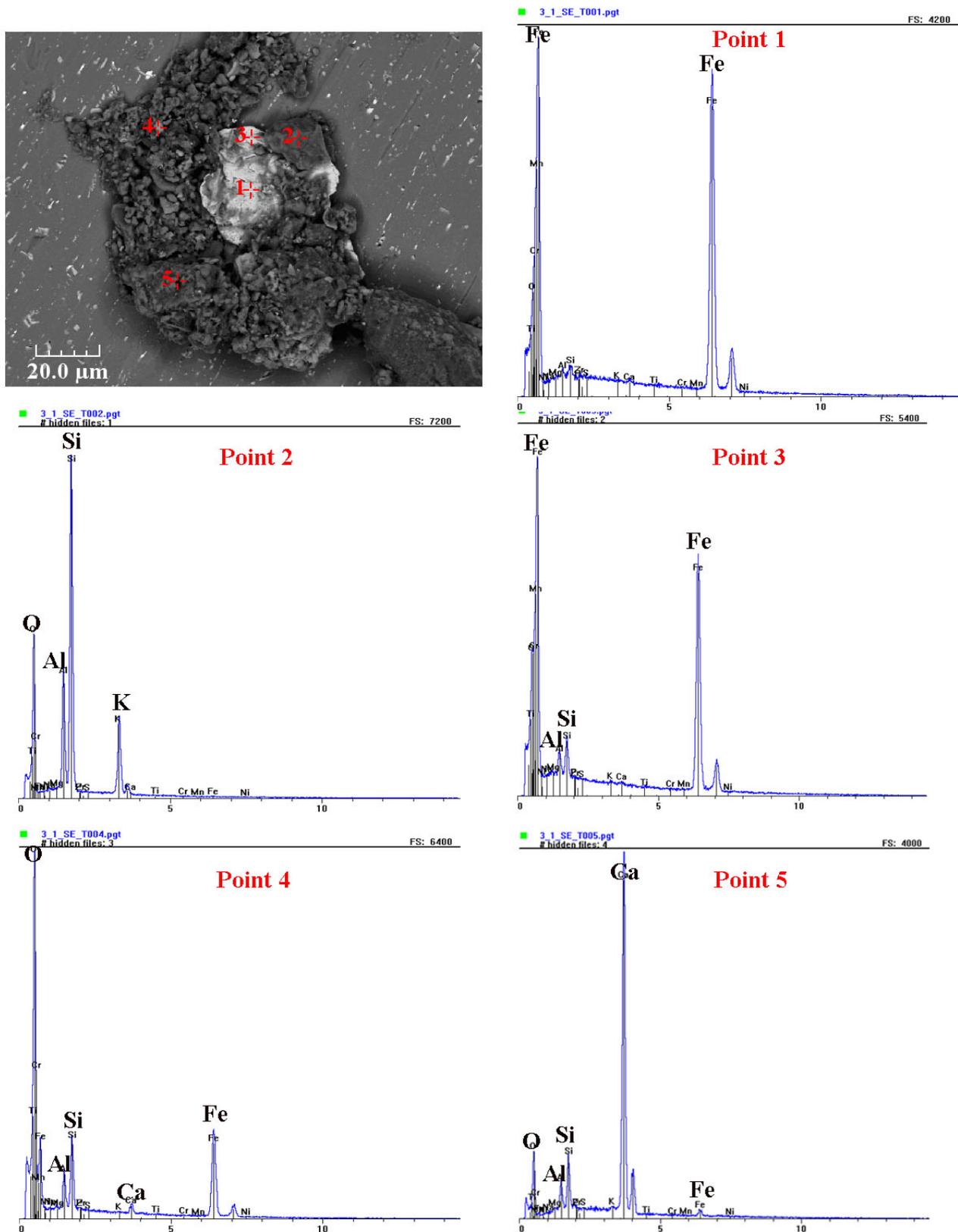


FIGURE 4.133 – Photographie réalisée au MEB (mode retrodiffusé) d'un oxyde de fer issu de la fosse du sondage 3 (Quartier des Arènes, Levroux) associé à des silicates et des carbonates. L'analyse chimique effectuée montre que le minéral le plus brillant (points 1 et 3) correspond à du fer pris dans une matrice riche en silicates (feldspaths, point 2; minéral plus riche en fer et moins en silice, point 4) et en carbonates (point 5).

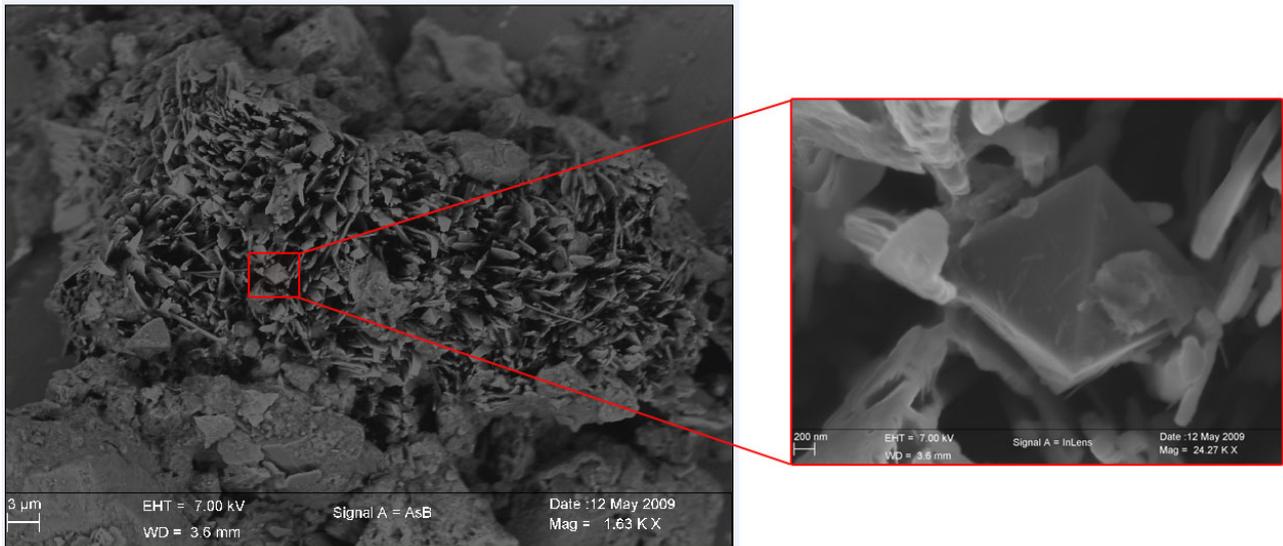


FIGURE 4.135 – Photographie d'un oxyde de fer en feuillets issu du sondage 3 (Quartier des Arènes, Levroux) réalisée au MEB en mode retrodiffusé. Ce oxyde montre la présence d'octaèdres très riches en fer d'environ 600 nm de côté.

#### 4.2.2.4.2.3 Analyses à la microsonde électronique

À l'oeil nu et à la loupe binoculaire, un échantillon du sondage 2 prélevé à 52 cm de profondeur montre un certain nombre de structures opaques pouvant correspondre à des oxydes, hydroxydes ou sulfures de fer. Des masses noires et des structures rouges plus ou moins poreuses (Figure 4.136) sont présentes ainsi que de nombreuses structures en baguettes opaques de quelques micromètres de long (Figure 4.137).

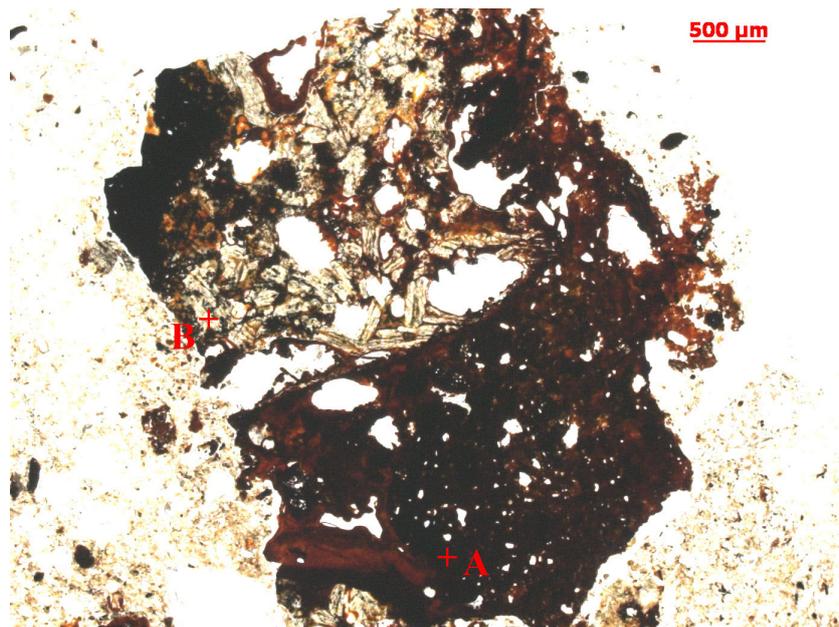


FIGURE 4.136 – Photographie d'une structure rouge (fosse du sondage 2, Quartier des Arènes, Levroux) réalisée à la loupe binoculaire. Point A : probablement magnétite; Point B : moins riche en fer, plus proche de la maghémite/hématite mélangé à des silicates.

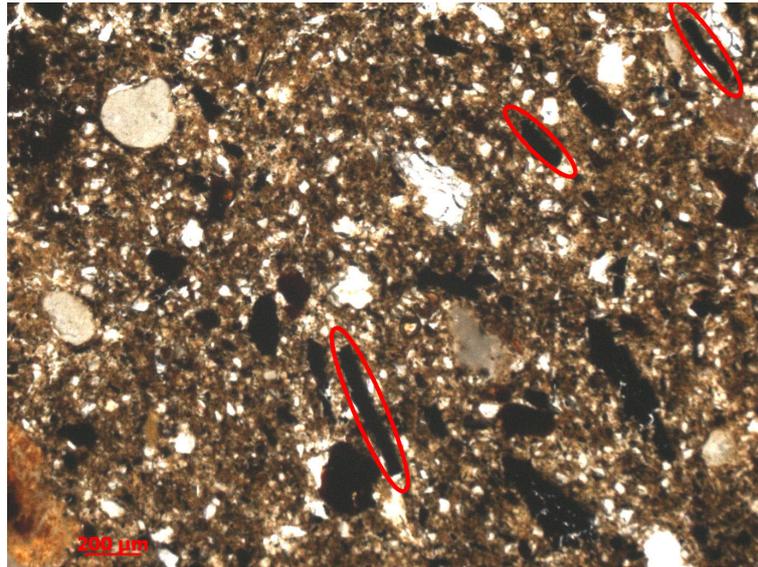


FIGURE 4.137 – Photographie réalisée à la loupe binoculaire de baguettes de magnétite trouvée dans l'échantillon prélevé à 52 cm dans la fosse du sondage 2 (Quartier des Arènes, Levroux).

L'analyse chimique de quelques structures de l'échantillon prélevé dans la fosse du sondage 2 est illustrée par le tableau<sup>8</sup> ci-dessous (Figure 4.13).

	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>	<b>E</b>	<b>F</b>	<b>G</b>
MgO	0,017	0,015	0,06	0	0	0,02	0,093
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,002	0,132	0,017	0,07	0,079	0,108	0,272
TiO <sub>2</sub>	0,017	0,033	0,028	0,018	0,008	0,027	0,115
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,038	0,012	0,016	0,001	0	0	0
MnO	0	0,021	0,04	0	0,014	0,009	0,044
<b>FeO</b>	<b>90,968</b>	<b>86,538</b>	<b>95,382</b>	<b>95,97</b>	<b>93,667</b>	<b>86,103</b>	<b>95,745</b>
SiO <sub>2</sub>	0,06	1,756	0	0,068	0,002	0,235	0,116
Total	91,101	88,507	95,543	96,128	93,771	86,501	96,384

TABLE 4.13 – Composition chimique (en pourcentage de poids d'oxydes d'éléments majeurs) de quelques structures présentes dans l'échantillon prélevé à 52 cm de profondeur dans la fosse du sondage 2.

Parmi les structures observées à la loupe binoculaire, nous avons distingué une structure rouge de quelques millimètres de côté (Figure 4.136). Une analyse a été faite sur la partie foncée (point A) et sur la partie plus claire (point B). L'analyse chimique (tableau 4.13) montre que le point A est plus riche en FeO que le point B qui est lui plus riche en SiO<sub>2</sub> et en Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Le point A a donc une composition proche de celle d'une magnétite (cf partie 3.7.3.2 du chapitre 3), alors que le point B ressemble plus à de l'hématite/maghémite mélangé à des silicates (cf partie 3.7.3.2 du chapitre 3).

De nombreuses baguettes ont aussi été observées (Figure 4.137). Leurs tailles varient de quelques micromètres à quelques dizaines voir centaines de micromètres de long (100 à 200  $\mu\text{m}$  de long pour 20  $\mu\text{m}$  de large environ pour les plus grandes). Elles se distinguent par leur brillance en imagerie par électrons rétrodiffusés. Elles montrent une composition analogue à celle de C, D mais aussi F (Figure 4.13). La très forte teneur en fer des baguettes analysées en C et D fait penser à de la magnétite. Par contre, celles ayant une composition proche de

8. Nous rappelons que des mesures à la microsonde ont été effectuées sur un échantillon étalon de magnétite et un autre d'hématite (cf chapitre 3). Elles servent de référence à laquelle nos résultats doivent être comparés.

celle obtenue en F sont moins riches en fer et par conséquent plus proche de la composition d'hématite/maghémite (cf partie 3.7.3.2 du chapitre 3).

En plus des structures citées précédemment, de nombreux petits oxydes d'une dizaine de micromètres (15 à 30  $\mu\text{m}$  environ) sont présents et ont une composition analogue à celle de D et G : ils sont donc proches de la composition d'une magnétite. On les retrouve assez souvent dans des structures dont la matrice est de la fayalite : il s'agit de scories. Parmi les éléments brillants en imagerie par électrons rétrodiffusés, nous avons aussi détecté une galène de 20  $\mu\text{m}$  de côté, ainsi que des phosphates de terres rares (monazites) de 15  $\mu\text{m}$  de côté et des zircons.

L'échantillon du sondage 3 prélevé à 70 cm de profondeur ressemble à celui du sondage 2. Il montre des masses noires souvent millimétriques, des structures rouges et de très nombreuses baguettes opaques comme en témoigne la figure 4.138.

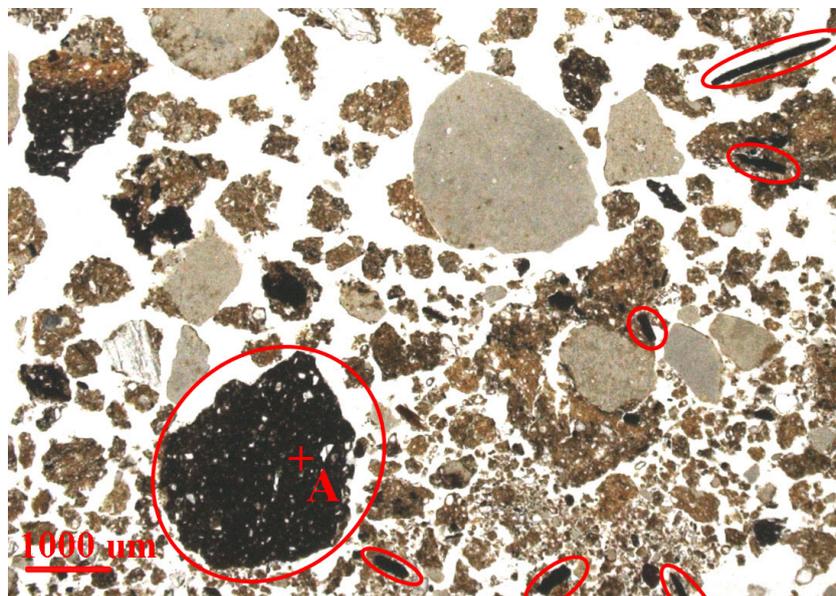


FIGURE 4.138 – Photographie réalisée à la loupe binoculaire d'une partie de l'échantillon prélevé à 70 cm de profondeur dans la fosse du sondage 3 (Quartier des Arènes, Levroux).

	A	B	C	D	E	F
	37	48	40	65	63	62
MgO	0.043	0	0	0.012	0.058	0
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.096	0.215	0.009	0.61	0.631	0.091
TiO <sub>2</sub>	0.01	0.038	0.023	0.045	0.045	0
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0	0.012	0	0	0.018	0.023
MnO	0.003	0.021	0.023	0.023	0.046	0.098
<b>FeO</b>	<b>89.39</b>	<b>86.532</b>	<b>95.542</b>	<b>93.867</b>	<b>79.816</b>	<b>100.401</b>
SiO <sub>2</sub>	0.006	0.394	0	0.066	4.281	0.051
Total	89.548	87.212	95.598	94.623	84.895	100.664

TABLE 4.14 – Composition chimique (en pourcentage de poids d'oxydes d'éléments majeurs) de quelques structures présentes dans l'échantillon prélevé à 70 cm de profondeur dans la fosse du sondage 3.

Le point A sur la structure noire millimétrique (Figure 4.138) confirme qu'il s'agit de magnétite (Tableau 4.14) (cf partie 3.7.3.2 du chapitre 3).

Les points B, C et D correspondent à des analyses chimiques réalisées sur des baguettes de tailles variables. Leurs compositions chimiques se rapprochent de la maghémite/hématite (point B, teneur en FeO inférieure à 90 %, sans contamination par d'autres éléments) et de la magnétite (points C et D, avec une teneur en FeO supérieure à 90 %). Il semblerait que globalement il y ait plus de baguettes de magnétite, mais les tailles sont du même ordre de grandeur.

Le point E correspond à une couronne entourant le point G (aucune photographie n'a pu être prise). Sa composition est proche de celle de la maghémite/hématite. Cette couronne entoure une bille de fer (structure d'environ  $50 \times 100 \mu\text{m}$ ). Un autre agrégat mêlant fer et probablement maghémite/hématite a été décelé pour les points F et G. Il s'agit d'une structure presque circulaire. Le composé en  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  a probablement une origine secondaire, issue de l'oxydation du fer.

D'autres structures ovales ou circulaires et de tailles variables ( $40 \mu\text{m}$ , voire  $50 \times 100$  à  $250 \mu\text{m}$ ) sont aussi présentes : il s'agit de magnétite ou de maghémite/hématite et quelque fois aussi d'un mélange des deux qui traduit la transformation progressive de l'un en l'autre.

#### 4.2.2.4.3 Étude d'une fosse avec chape de calcaire brûlé

Deux sondages (sondages 5 et 6, figure 4.100) ont été effectués au Nord-Est de la parcelle L2, dans la zone où se situe la plus grosse fosse identifiée par les différentes prospections géophysiques (Figures 4.98 et 4.99).

Les échantillons prélevés sur ces deux sondages sont de deux types. On distingue :

- Les échantillons de la couche superficielle (sur 30 cm) qui montrent les mêmes caractéristiques que ceux des sondages 1 et 4, ainsi que 2 et 3 sur cette profondeur (*terra fusca* (Duchauffour, 2001)) ;
- Des échantillons de couleur rouge-orangée à partir de 30 cm de profondeur : on rentre dans le remplissage de la fosse. Celui-ci est composé essentiellement de fragments de calcaire rouges-orangés et de terre de la même couleur, mais aucune scorie n'a été trouvée. Deux zones, situées à 34 cm de profondeur pour le sondage 5 et à 52 cm de profondeur pour le sondage 6, montrent la présence de calcaire très noirci sur 3 cm d'épaisseur environ. Cette couche noircie semble séparer la couche superficielle brune du remplissage rouge-orangé de la fosse. D'après Buchsenschutz *et al.* (2000), il pourrait s'agir d'une fosse avec chape, c'est-à-dire que sur un comblement classique de sédiment brun mêlé à du mobilier repose une épaisse couche constituée de petits blocs de calcaire. Les dépôts de couches très brûlées, qui interrompent ou recouvrent les sédiments habituels, ont été observés à différentes reprises sur la parcelle 304, mais ils sont difficiles à interpréter (Buchsenschutz *et al.*, 2000).

Les mesures de la susceptibilité magnétique et de sa dépendance fréquentielle ont été réalisées sur les deux sondages. Étant donné la similarité des résultats malgré un décalage en profondeur, nous avons choisi d'effectuer le reste des études en laboratoire sur un seul sondage : nous avons choisi arbitrairement le sondage 5.

#### 4.2.2.4.3.1 Étude des propriétés magnétiques

##### 4.2.2.4.3.1.1 Mesures de la susceptibilité magnétique et de sa dépendance fréquentielle

Les valeurs de la susceptibilité magnétique et de sa dépendance fréquentielle, ainsi que celles du taux de conversion, pour les sondages 5 et 6 sont résumées dans la figure 4.139 (cf chapitre 3 pour le mode opératoire).

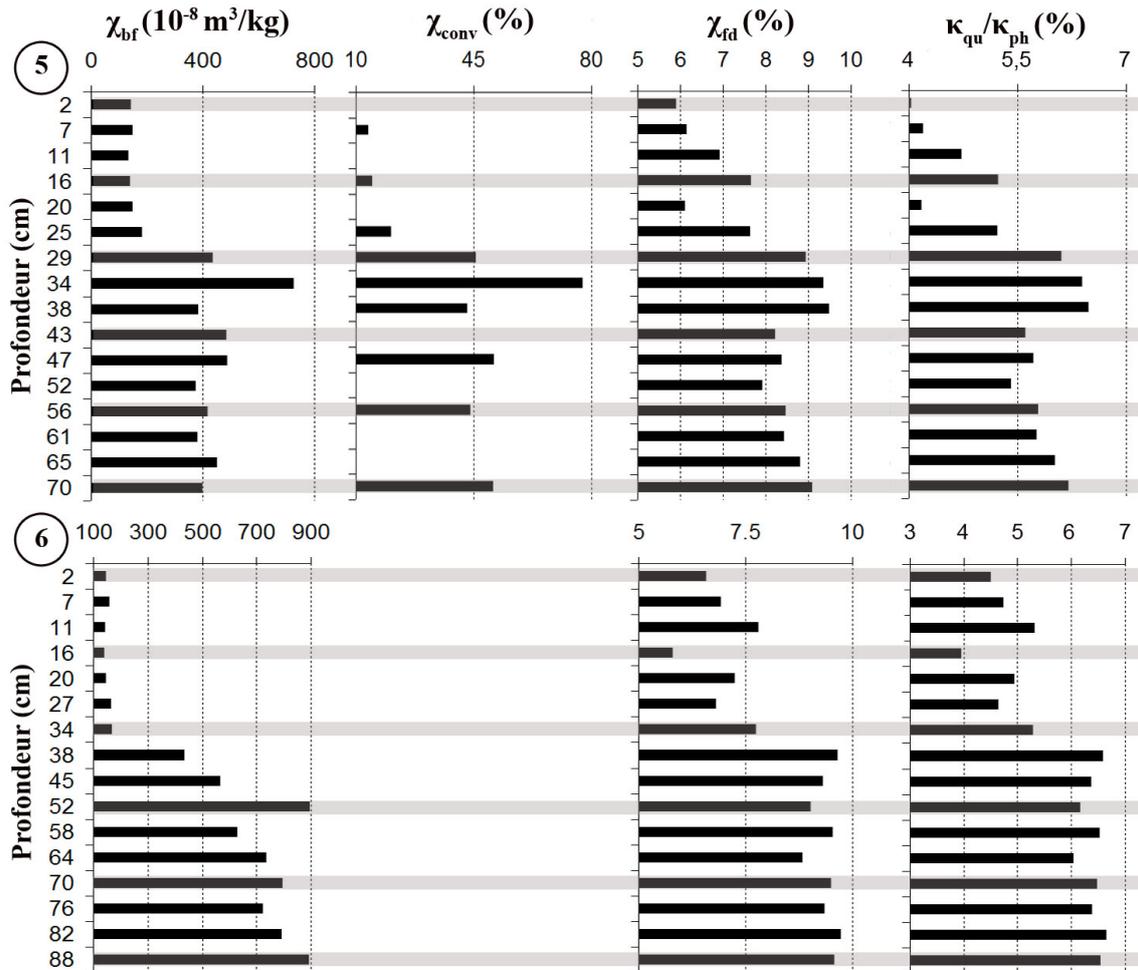


FIGURE 4.139 – Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), le taux de conversion ( $\chi_{conv}$ ), la dépendance fréquentielle de la susceptibilité ( $\chi_{fd}(\%)$ ) et le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  pour les sondages 5 et 6 effectués sur la parcelle L2 (Quartier des Arènes, Levroux).

Les sondages 5 et 6 montrent un changement franc dans les valeurs de susceptibilité au-delà de 30-40 cm de profondeur. On passe en effet d'environ  $150 \times 10^{-8} m^3/kg$  au double, voire même à  $800 \times 10^{-8} m^3/kg$  au-delà de 30 à 40 cm de profondeur. Cela ressemble à ce que l'on a pu observer pour les sondages 2 et 3, même si l'intensité des valeurs est plus faible ici. Par contre, à la différence des fosses de la parcelle L1, le  $\chi_{fd}(\%)$  et le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  sont ici plus faibles en surface qu'en profondeur. On passe en effet d'environ 6 à 8 % en surface pour le  $\chi_{fd}(\%)$  à plus de 8 % au-delà de 30 à 40 cm de profondeur : les échantillons de la couche superficielle contiendraient une quantité significative de grains de magnétite de petite taille responsables de la viscosité magnétique, tandis que le remplissage de la fosse du sondage 5 en contiendrait au moins 50 % (Dearing *et al.*, 1996). Le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  passe quant à lui de moins de 5,5 % à

plus de 5,5 % au-delà de 30-40 cm de profondeur. Les valeurs du  $\chi_{conv}$  et la relation linéaire entre  $\chi_{bf}$  et  $\chi_{conv}$  (Figures 4.139 et 4.140) indiquent que les échantillons à partir de 29 cm de profondeur ont été assez fortement transformés, plus que ceux issus des fosses des sondages 2 et 3 de la parcelle L1, puisque leur taux de conversion atteint en moyenne 45 % contre 30 %.

Mais deux profondeurs se distinguent nettement des autres : il s'agit de la zone située à 34 cm de profondeur pour le sondage 5 et celle située à 52 cm de profondeur pour le sondage 6 (Figure 4.139). Nous avons déjà remarqué que les échantillons correspondant à ces deux profondeurs se distinguent des autres de part leur couleur noire, qui suggère d'ailleurs une chauffe en milieu réducteur et à une température supérieure à 500°C puisque leurs propriétés magnétiques sont très fortes. Ceci est confirmé par la valeur du taux de conversion de l'échantillon à 34 cm pour le sondage 5 qui montre un très fort  $\chi_{conv}$  de près de 80 %. Le fait que l'échantillon ait été particulièrement chauffé par rapport aux autres et qu'il existe une très bonne corrélation entre  $\chi_{bf}$  et  $\chi_{conv}$  ( $R^2 = 98 \%$ , figure 4.140), laissent supposer qu'une chauffe est à l'origine des plus fortes valeurs de susceptibilité, de  $\chi_{fd}(\%)$  et de  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  observées pour cet échantillon. La couleur rouge-orangée du reste du remplissage des deux fosses suggère également une chauffe, mais en milieu oxydant et probablement sous 400°C : ceci expliquerait les plus faibles valeurs de susceptibilité relative par rapport à la couche à 34 cm du sondage 5, mais de bien plus fortes valeurs que pour la couche superficielle.

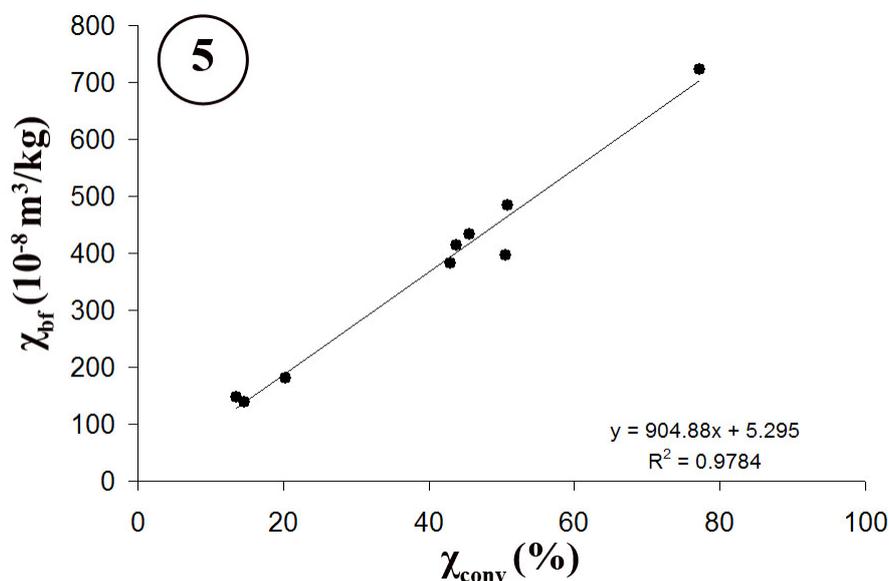


FIGURE 4.140 – Figure illustrant la relation entre  $\chi_{bf}$  et  $\chi_{conv}$  pour le sondage 5 effectué sur la parcelle L2 (Quartier des Arènes, Levroux). La pente et le coefficient de régression  $R^2$  de la droite de régression correspondante sont indiqués.

Ces résultats confirment l'importance du processus de chauffe dans l'augmentation de la susceptibilité magnétique et de sa dépendance fréquentielle, donc dans la production de grains visqueux (Le Borgne, 1955a ; Le Borgne, 1960a ; Le Borgne, 1960b ; Le Borgne, 1965 ; Taylor et Schwertmann, 1974 ; Maher et Taylor, 1988).

## 4.2.2.4.3.1.2 Mesures thermomagnétiques

La figure 4.141 illustre les courbes  $\kappa - T$  obtenues pour des échantillons du sondage 5 (cf chapitre 3 pour le mode opératoire).

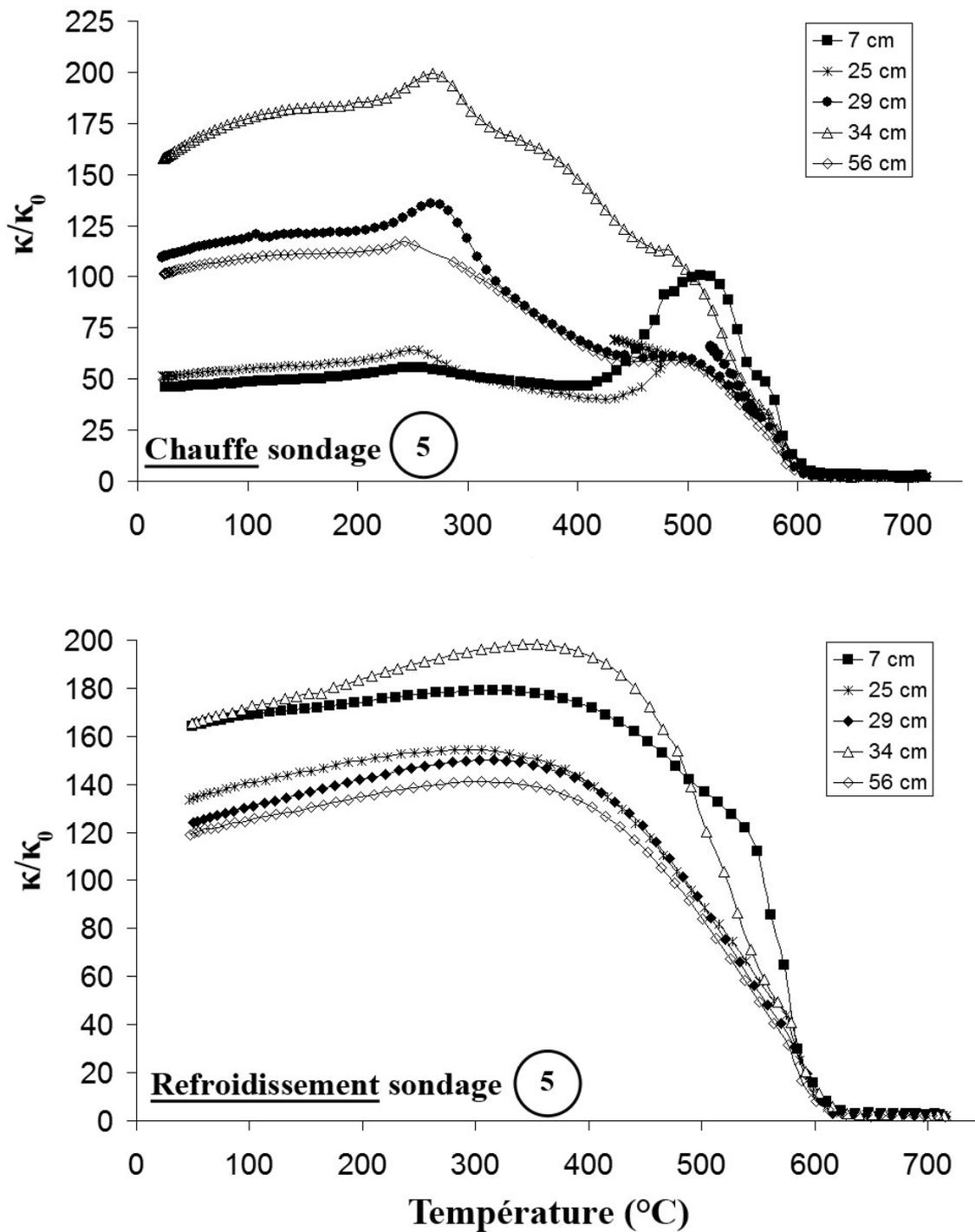


FIGURE 4.141 – Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air en cours de chauffe (figure du haut) et de refroidissement (figure du bas) pour cinq échantillons du sondage 5 (Quartier des Arènes, Levroux). La susceptibilité mesurée  $\kappa$  est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante  $\kappa_0$ .

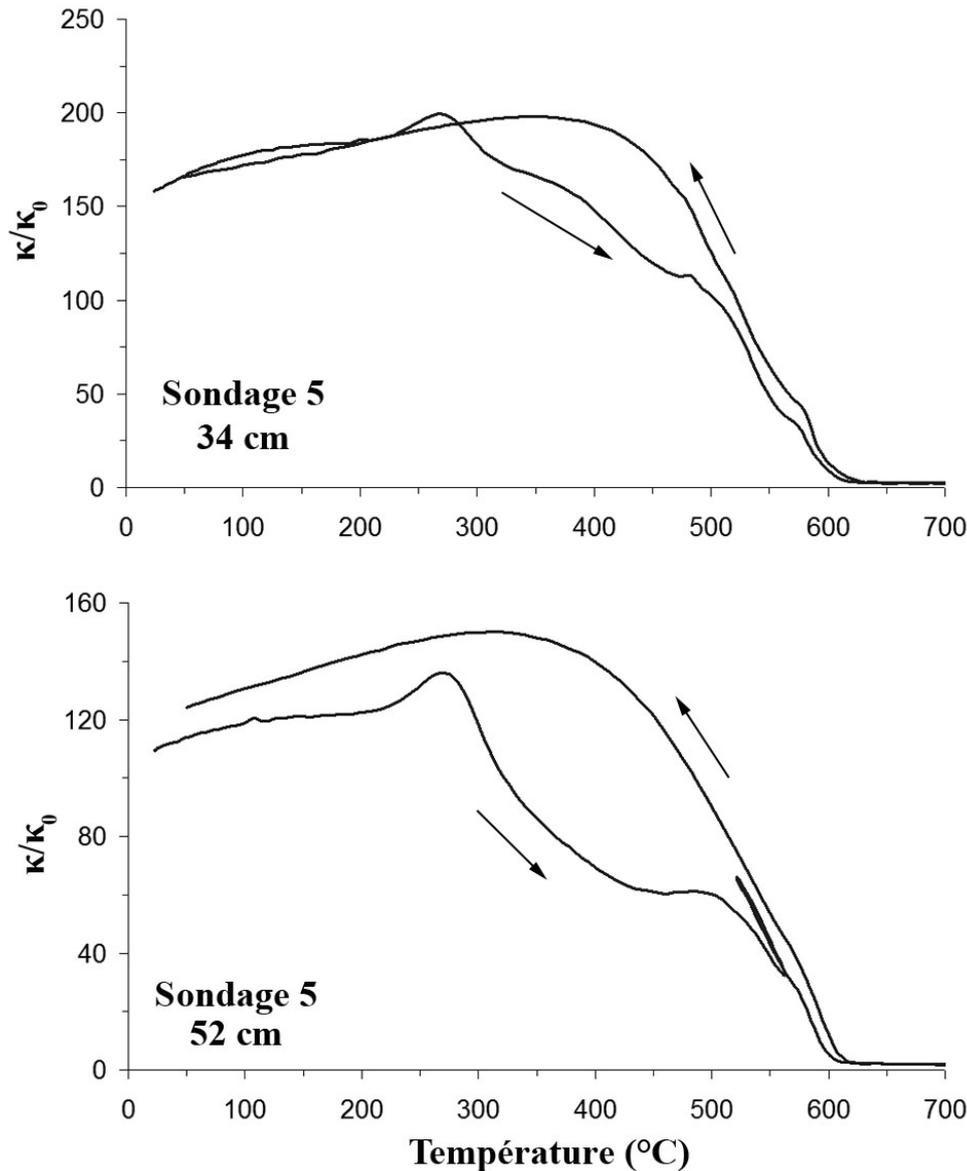


FIGURE 4.142 – Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air pour l'échantillon prélevé à 34 cm dans la fosse du sondage 5 (courbes du haut) et pour l'échantillon prélevé à 52 cm dans la même fosse (courbes du bas) (Quartier des Arènes, Levroux). Les flèches indiquent la chauffe et le refroidissement. La susceptibilité mesurée  $\kappa$  est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante  $\kappa_0$ .

L'échantillon le plus superficiel du sondage 5, situé à 7 cm de profondeur, montre un comportement identique à celui déjà observé pour les couches superficielles des autres sondages : il montre essentiellement la présence de magnétite, initiale (origine pédogénétique) ou produite en cours de chauffe, *a priori* monodomaine.

Mais le remplissage de la fosse du sondage 5 montre un comportement contraire à celui observé pour les fosses des sondages 2 et 3. En effet, on remarque que le pic autour de 550°C est de moins en moins marqué avec la profondeur, ce qui indique que les grains de magnétite appartenant à la gamme de taille correspondante disparaissent avec la profondeur, la lente décroissance entre 300 et 600 °C suggérant de plus que celle-ci est relativement peu abondante. L'absence de pic à 550°C s'observe à partir de 29 cm de profondeur. On remarque par contre que les échantillons issus de la fosse montrent une croissance de la susceptibilité entre 250 et 300°C plus importante qu'en surface. Cela est particulièrement visible à 29 cm et 34 cm de

profondeur où l'on suppose qu'une chauffe importante a eu lieu en conditions réductrices. Une forte décroissance de la susceptibilité est aussi visible depuis environ 275°C jusqu'à 600°C : on observe probablement ici la transformation de la maghémite, créée par déshydratation de la lépidocrocite, en hématite. La décroissance de  $\kappa$  généralement observée entre 550 et 600°C, sans pic autour de 550°C, traduit la présence de magnétite probablement polydomaine ou superparamagnétique. Les échantillons issus de la fosse montrent globalement une température de Curie proche de 550°C : la présence de magnétite substituée (titanomagnétites pauvres en titane?) est possible.

Les courbes  $\kappa - T$  obtenues au cours du refroidissement montrent une seule température de Curie proche de celle de la magnétite. Elles ne se superposent pas à celles obtenues pendant la chauffe excepté pour l'échantillon à 34 cm du sondage 5 pour lequel il y a quasi réversibilité des courbes de chauffe et de refroidissement (Figure 4.142). Cela signifie que pas ou peu de nouveaux minéraux ont été créés en cours de chauffe à plus de 600°C et que cet échantillon a dû être suffisamment chauffé pour se rapprocher de sa susceptibilité maximale ( $\chi_{max}$ ). Ce comportement est moins visible pour les autres échantillons de la fosse du sondage 5, mais il n'en est pas très loin non plus (Figure 4.142). Ceci confirme donc bien le fait que la fosse correspondant au sondage 5 est remplie de matériaux ayant été préalablement chauffés. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus pour le  $\chi_{conv}$  (Figure 4.139).

#### 4.2.2.4.3.1.3 Mesures d'hystérésis et d'aimantation rémanente isotherme (ARI)

La figure 4.143 illustre les cycles d'hystérésis et les courbes d'ARI acquies pour quelques échantillons du sondage 5 (cf chapitre 3 pour le mode opératoire). Les paramètres tirés des cycles d'hystérésis pour les échantillons de ce sondage sont présentés en parallèle des mesures de susceptibilité dans la figure 4.144.

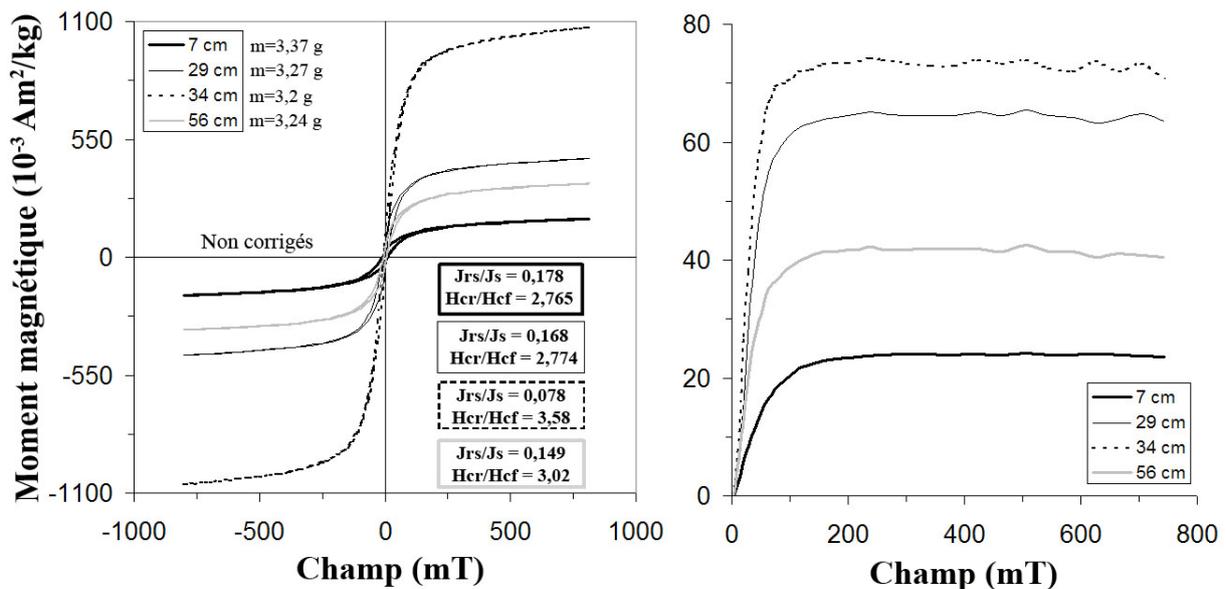


FIGURE 4.143 – Cycles d'hystérésis (non corrigés pour la contribution dia/paramagnétique) et courbes d'acquisition de l'aimantation rémanente isotherme pour les échantillons du sondage 5 prélevés à 7 cm, 29 cm, 34 cm et 56 cm de profondeur sur la parcelle L2 (Quartier des Arènes, Levroux).

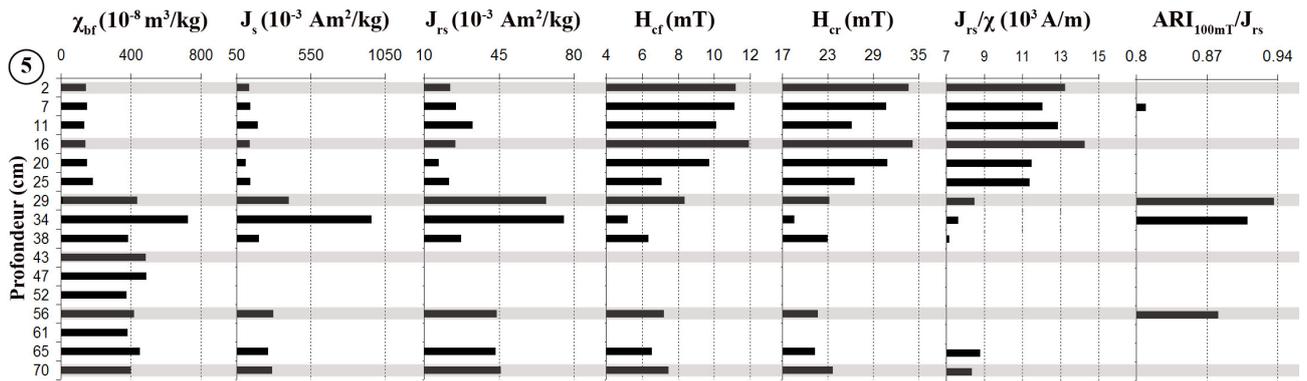


FIGURE 4.144 – Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), l'aimantation à saturation ( $J_s$ ), l'aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ), le champ coercitif ( $H_{cf}$ ), le champ coercitif rémanent ( $H_{cr}$ ), le rapport de l'aimantation rémanente à saturation sur la susceptibilité magnétique ( $J_{rs}/\chi$ ) et le rapport de l'aimantation rémanente isotherme à 100 mT sur l'aimantation rémanente à saturation ( $ARI_{100mT}/J_{rs}$ ) pour le sondage 5 effectué sur la parcelle L2 (Quartier des Arènes, Levroux).

Les résultats des figures 4.143 et 4.144 montrent que :

- Les cycles d'hystérésis sont plus hauts pour les échantillons issus de la fosse que pour ceux de la couche superficielle (Figure 4.143). Dans le remplissage de la fosse, c'est l'échantillon à 34 cm de profondeur qui montre le cycle le plus haut, or c'est aussi celui qui paraît être le plus chauffé. Ces résultats se traduisent par les plus fortes valeurs de  $J_s$  et de  $J_{rs}$  pour les échantillons les plus chauffés, corrélées aux plus fortes valeurs de susceptibilité et de  $\chi_{conv}$  (Figure 4.144) ;
- Aucun comportement dit « taille de guêpe » (Tauxe *et al.*, 1996) n'est observé ce qui suggère une homogénéité dans les coercitivités à une profondeur donnée. Ces dernières diminuent cependant de moitié quand on rentre dans la fosse (Figure 4.144), les échantillons issus de la fosse montrent d'ailleurs des cycles d'hystérésis fermés. Cette tendance, inverse de celle de la susceptibilité, peut traduire la présence de grains plus gros comme celle de grains superparamagnétiques (SPM) dans la fosse. Cette dernière hypothèse est à privilégier étant donné qu'un processus de chauffe est intervenu sur les matériaux remplissant la fosse et que de nombreuses études ont montré que ce phénomène engendre la création de grains magnétiques de petite taille (Taylor et Schwertmann, 1974 ; Maher et Taylor, 1988). Les grains SPM ne portent pas de rémanence mais une forte susceptibilité : cela implique donc que plus leur quantité est importante, plus les valeurs de champs coercitifs s'abaissent contrairement à celles de la susceptibilité. Ceci pourrait expliquer l'évolution du rapport  $J_{rs}/\chi$  pour le sondage 5. Cette hypothèse est également en accord avec les résultats obtenus pour le  $\chi_{fd}$  (%) et le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  qui indiquent une plus forte quantité de grains visqueux dans la fosse. De plus, les coercitivités restent suffisamment basses pour que les porteurs de l'aimantation dans la fosse soient des minéraux ferrimagnétiques, du type magnétite ;
- Les courbes d'ARI montrent que les échantillons les plus chauffés ont les moments magnétiques les plus élevés (Figure 4.143). Globalement, 96 % de la saturation des échantillons est atteinte à 300 mT, ce qui correspond à la coercitivité maximale de la magnétite. Cette valeur atteint plus de 98 % pour l'échantillon à 34 cm dès 100 mT, ce qui confirme le rôle joué par les grains superparamagnétiques.

Les paramètres d'hystérésis précisés dans la figure 4.144 ont été placés dans un diagramme

de Day (Figure 4.145) et dans un diagramme représentant  $J_{rs}/\kappa$  en fonction de  $H_{cr}$  (Figure 4.146).

Comme pour les sondages précédemment étudiés, les échantillons du sondage 5 sont situés dans la catégorie pseudo-monodomaine (Day *et al.*, 1977) (Figure 4.145).

Ils sont répartis de façon assez homogène selon le rapport  $J_{rs}/J_s$  mais leur distribution selon le rapport  $H_{cr}/H_{cf}$  est plus étalée que pour les autres sondages. Les échantillons sont globalement groupés autour d'un rapport  $H_{cr}/H_{cf}$  compris entre 2,5 et 3,5 mais les échantillons les plus superficiels se rapprochent de la catégorie monodomaine ( $H_{cr}/H_{cf}$  entre 2,5 et 3 et  $J_{rs}/J_s$  d'environ 0,2), tandis que les échantillons issus de la fosse (de 38 cm à 70 cm) se rapprochent plutôt de la catégorie polydomaine/superparamagnétique ( $H_{cr}/H_{cf}$  supérieur à 3 et  $J_{rs}/J_s$  d'environ 0,18) (Figures 4.145 et 4.146). Cela est cohérent avec les résultats précédents ainsi qu'avec les courbes thermomagnétiques obtenues (présence d'un pic de susceptibilité à 550°C pour les échantillons issus de la couche superficielle et pas dans la fosse).

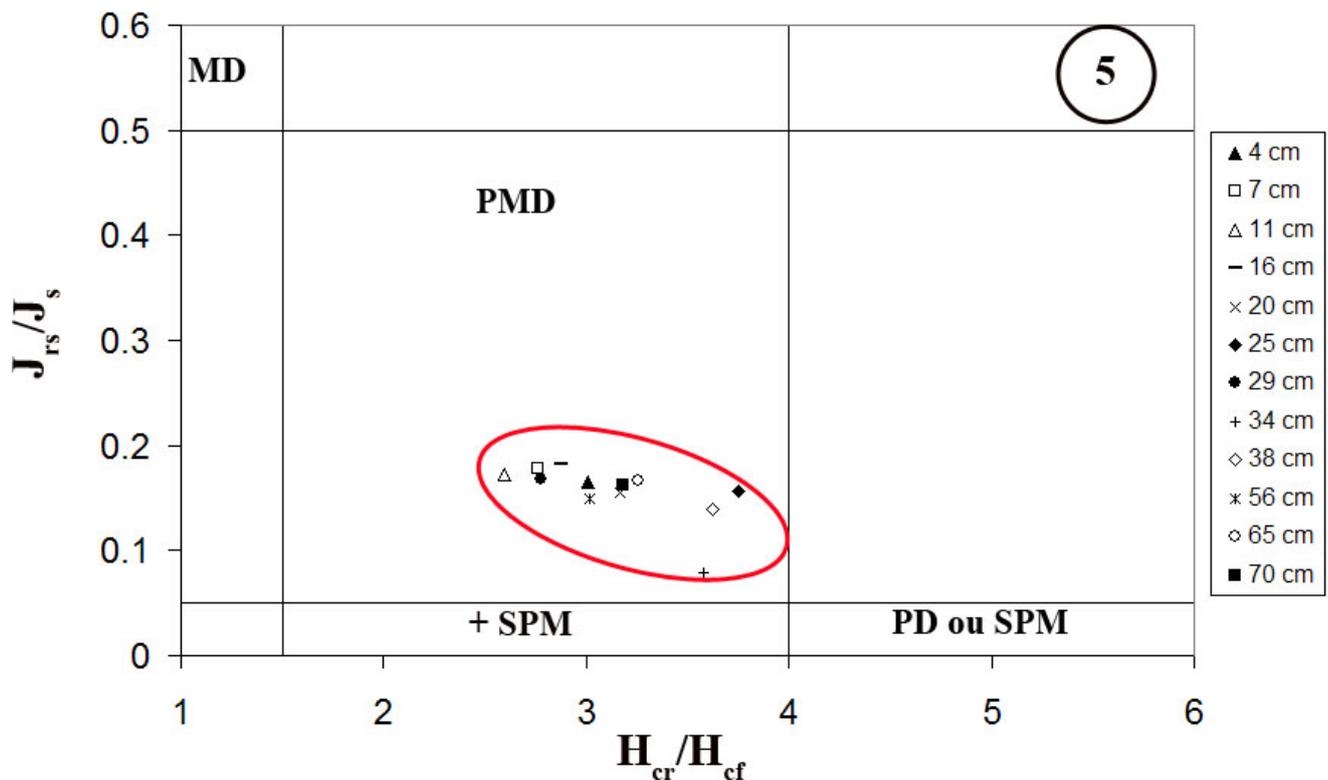


FIGURE 4.145 – Diagramme de Day (Day *et al.*, 1977) indiquant la répartition des échantillons du sondage 5 (Quartier des Arènes, Levroux) en fonction des rapports  $J_{rs}/J_s$  et  $H_{cr}/H_{cf}$ . MD : monodomaine ; PMD : pseudo-monodomaine ; PD : polydomaine ; SPM : superparamagnétique.

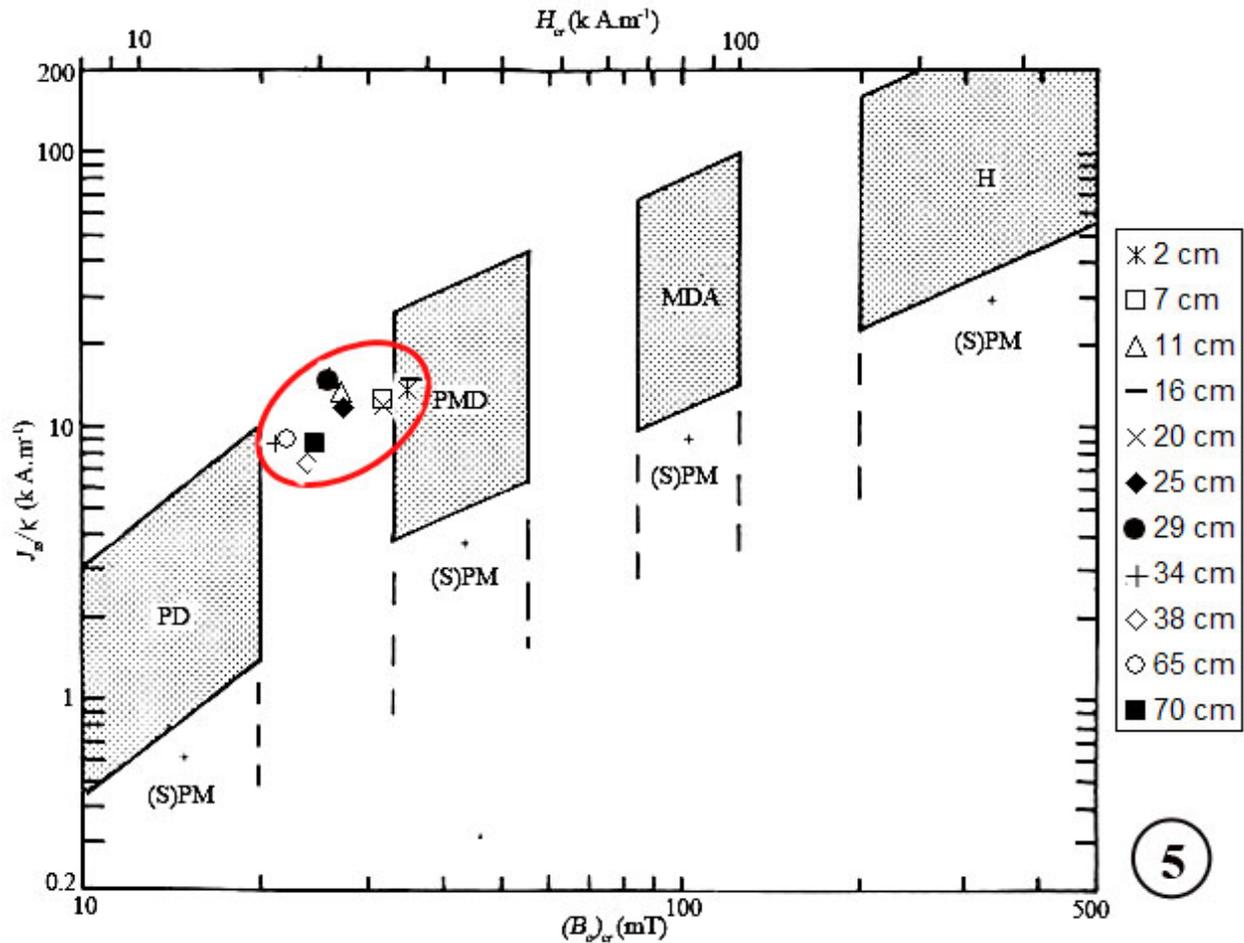


FIGURE 4.146 – Diagramme de la représentation du rapport  $J_{rs}/k$  en fonction de  $H_{cr}$  (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986) pour quelques échantillons du sondage 5 effectué sur la parcelle L2 (Quartier des Arènes, Levroux). Les magnétites polydomaines (MD pour « multidomain » en anglais), pseudo-monodomaines (PSD pour « pseudo single-domain » en anglais) et monodomaines allongées (ESD pour « elongated single-domain » en anglais) se situent dans la moitié gauche du diagramme. L'hématite (H) se situe en haut à droite du diagramme. Les mélanges contenant des grains (super)paramagnétiques se situent davantage dans la partie inférieure.

La figure 4.147 montre une différence très nette tant d'un point de vue de la concentration que de la taille des grains de magnétite entre les échantillons de la couche superficielle et ceux du remplissage de la fosse du sondage 5.

La couche superficielle contiendrait environ 0,1 % de magnétite d'une taille de  $8 \mu m$ , tandis que le remplissage de la fosse montre une concentration en magnétite jusqu'à dix fois plus forte pour l'échantillon le plus chauffé et une taille de grains plus grande d'après le diagramme. Étant donné qu'un mélange de grains monodomaines et superparamagnétiques a tendance à réagir de la même façon que des grains polydomaines du même matériau, et dans le contexte de ce sondage, ces résultats signent probablement la présence de grains superparamagnétiques dans le remplissage de la fosse, plus que de grains polydomaines.

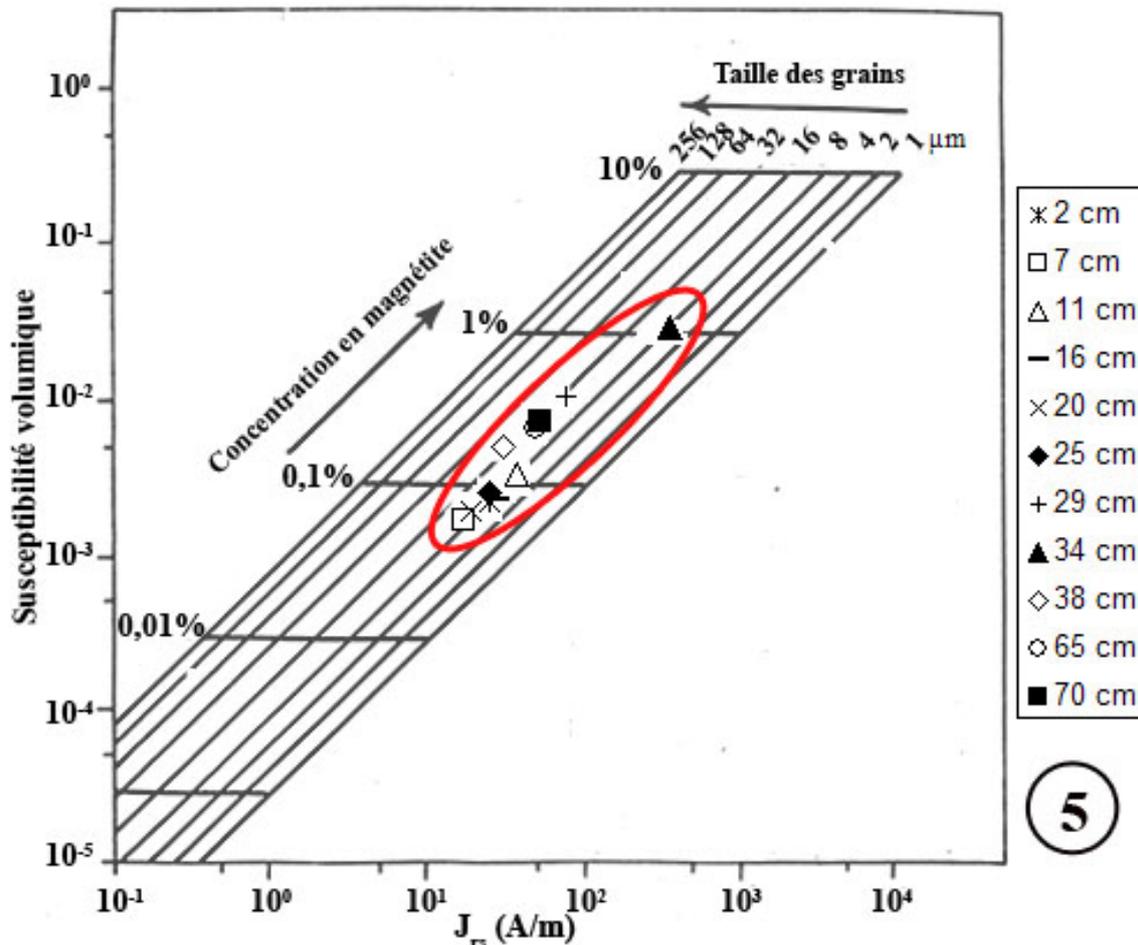


FIGURE 4.147 – Diagramme bilogarithmique indiquant la relation entre susceptibilité magnétique volumique ( $\kappa$ ) et aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ) pour quelques échantillons du sondage 5 effectué sur la parcelle L2 (Quartier des Arènes, Levroux). La grille sur laquelle sont placés les points pour notre étude est établie pour de la magnétite pure. L'amplitude de  $\kappa$  renseigne sur la concentration en magnétite tandis que le rapport  $\kappa/J_{rs}$  renseigne sur la taille des grains (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986).

#### 4.2.2.4.3.1.4 Mesures de la viscosité magnétique dans le domaine temporel

Des mesures de la viscosité magnétique dans le domaine temporel ont été réalisées sur des échantillons du sondage 5 à l'aide d'un MVM (cf chapitre 3 pour le mode opératoire).

Les résultats obtenus pour sept échantillons de ce sondage sont présentés dans la figure 4.148.

On constate que les sept échantillons étudiés montrent, comme pour les autres sondages effectués à Levroux, des droites dont la pente est proche de  $t^{-1,1}$ . Ces droites ne se distinguent que par leur amplitude et donc par l'abondance en grains visqueux composant les différents échantillons. Cela rejoint ce qui a déjà été observé pour le paramètre  $\chi_{fd}(\%)$  et le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  (Figure 4.139), à savoir que les zones les plus chauffées montrent la plus grande viscosité. L'uniformité de la loi de décroissance de l'aimantation rémanente visqueuse traduit l'uniformité de la distribution en taille de grains responsables de la viscosité pour la gamme de temps considérée, quelle soit la profondeur au sein du sondage 5.

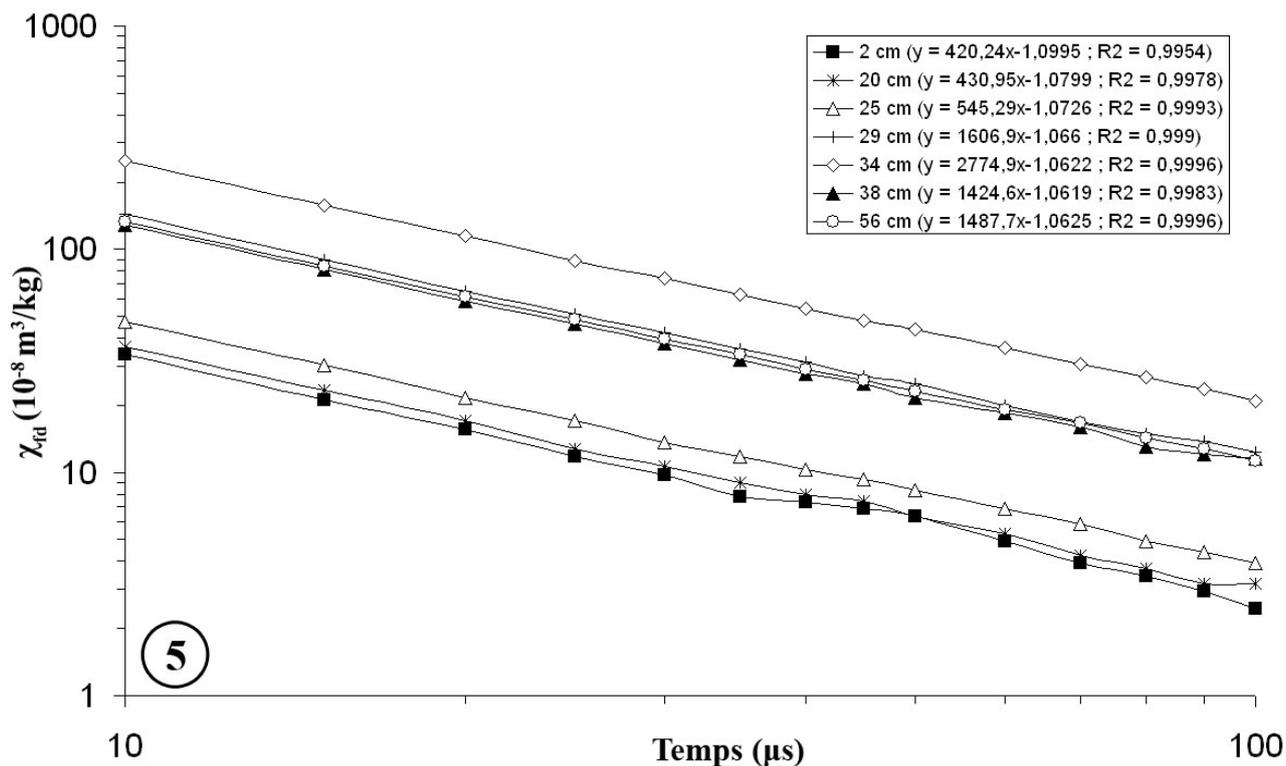


FIGURE 4.148 – Figure illustrant l’évolution de la viscosité magnétique dans le domaine temporel pour sept échantillons du sondage 5 (Quartier des Arènes, Levrux). L’équation des droites et le coefficient de régression sont indiqués pour les différents échantillons en haut à droite de la figure.

#### 4.2.2.4.3.2 Analyses chimiques

##### 4.2.2.4.3.2.1 Mesures de la teneur en éléments chimiques

Une analyse chimique des teneurs en carbone et en matière organiques, en fer et en phosphore a été effectuée sur des échantillons du sondage 5 (Figure 4.149).

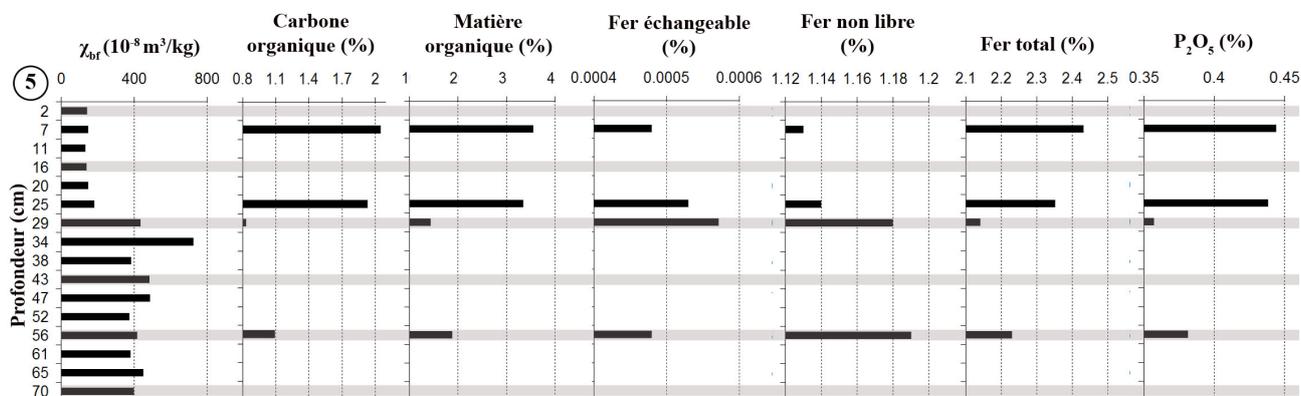


FIGURE 4.149 – Figure illustrant l’évolution de la susceptibilité magnétique massique à basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), des teneurs en carbone et matière organiques, en fer échangeable, non libre et total ainsi qu’en phosphore total pour des échantillons du sondage 5 effectué sur la parcelle L2 (Quartier des Arènes, Levrux).

La figure 4.149 montre que :

- Les valeurs obtenues pour les différents éléments chimiques du sondage 5 sont du même ordre de grandeur pour la couche superficielle (sur 30 à 40 cm de profondeur) que celles observées pour les sondages 1, 2, 3 et 4. Il y a donc une bonne homogénéité de cette couche sur les parcelles L1 et L2 ;
- La couche superficielle est plus riche en matière organique que le remplissage de la fosse. Cette observation a également été faite sur l'ensemble des sondages effectués ;
- Le sondage 5 montre une évolution des teneurs en fer différente selon le type de fer étudié. En effet, le fer total chute à partir de 29 cm et c'est le contraire pour les teneurs en fer non libre. Le fer échangeable montre une évolution plus proche de celle du fer non libre, mais l'intérieur de la fosse, à 56 cm de profondeur, montre une teneur équivalente à celle de la couche superficielle. Les échantillons qui semblent avoir été les plus chauffés se situent autour de 29-34 cm de profondeur et montrent les plus fortes teneurs en fer échangeable et en fer non libre. La plus faible teneur en fer total à cette profondeur du sondage indique qu'une partie du fer présent dans les échantillons n'est *a priori* pas prise en compte par les analyses. La faible teneur en fer total de la fosse du sondage 5 par rapport aux fosses des sondages 2 et 3 n'est pas surprenante puisque aucune scorie n'y a été trouvée ;
- La teneur en phosphore du sondage 5 montre la même évolution que celle du fer total, à savoir une chute de sa teneur dès 29 cm de profondeur. Le remplissage de la fosse est donc moins riche en phosphore que la couche superficielle, contrairement à ce qui est observé pour les sondages 2 et 3 (Figure 4.129). Ceci peut s'expliquer par le fait qu'il n'a pas été introduit de matériaux de type excréments dans le remplissage de la fosse, mais aussi que les échantillons de la fosse ont bien subi une chauffe et qu'une diminution des taux de phosphore, de carbone et de matière organiques, paraît normale puisqu'ils se dégradent pendant la combustion.

#### 4.2.2.4.3.2.2 Observations au microscope électronique à balayage (MEB)

Le sondage 5 ressemble au sondage 1, peu de minéraux de numéro atomique plus lourd que les carbonates et silicates, tels que les (hydr)oxydes et sulfures de fer, sont visibles (Figure 4.150).

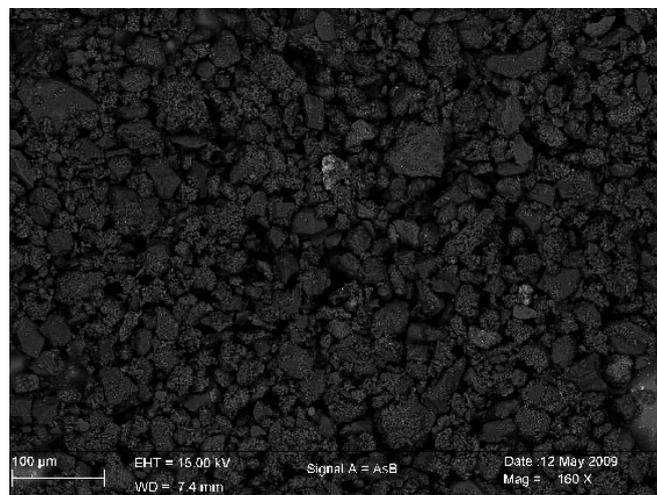


FIGURE 4.150 – Photographie d'un échantillon issu de la fosse du sondage 5 (Quartier des Arènes, Levroux) réalisée à la loupe binoculaire. Comme pour le sondage 1, peu de minéraux de type oxydes ou sulfures de fer sont visibles, probablement du fait de leur très petite taille.

Quelques ilménites et titanomagnétites d'environ  $10\ \mu\text{m}$  de long ont été repérées dans une matrice silicatée et carbonatée (Figure 4.151). Or, l'observation macroscopique des échantillons de la fosse suggère qu'ils ont été chauffés et des études ont montré que la chauffe des sols entraîne généralement la formation de grains de petite taille, superparamagnétiques (Taylor et Schwertmann, 1974; Maher et Taylor, 1988). Puisqu'il s'avère que le remplissage de la fosse du sondage 5 a bien été chauffé, il est normal de ne pas observer beaucoup de gros oxydes puisqu'ils doivent avoir une taille de l'ordre de la dizaine à vingtaine de nanomètres.

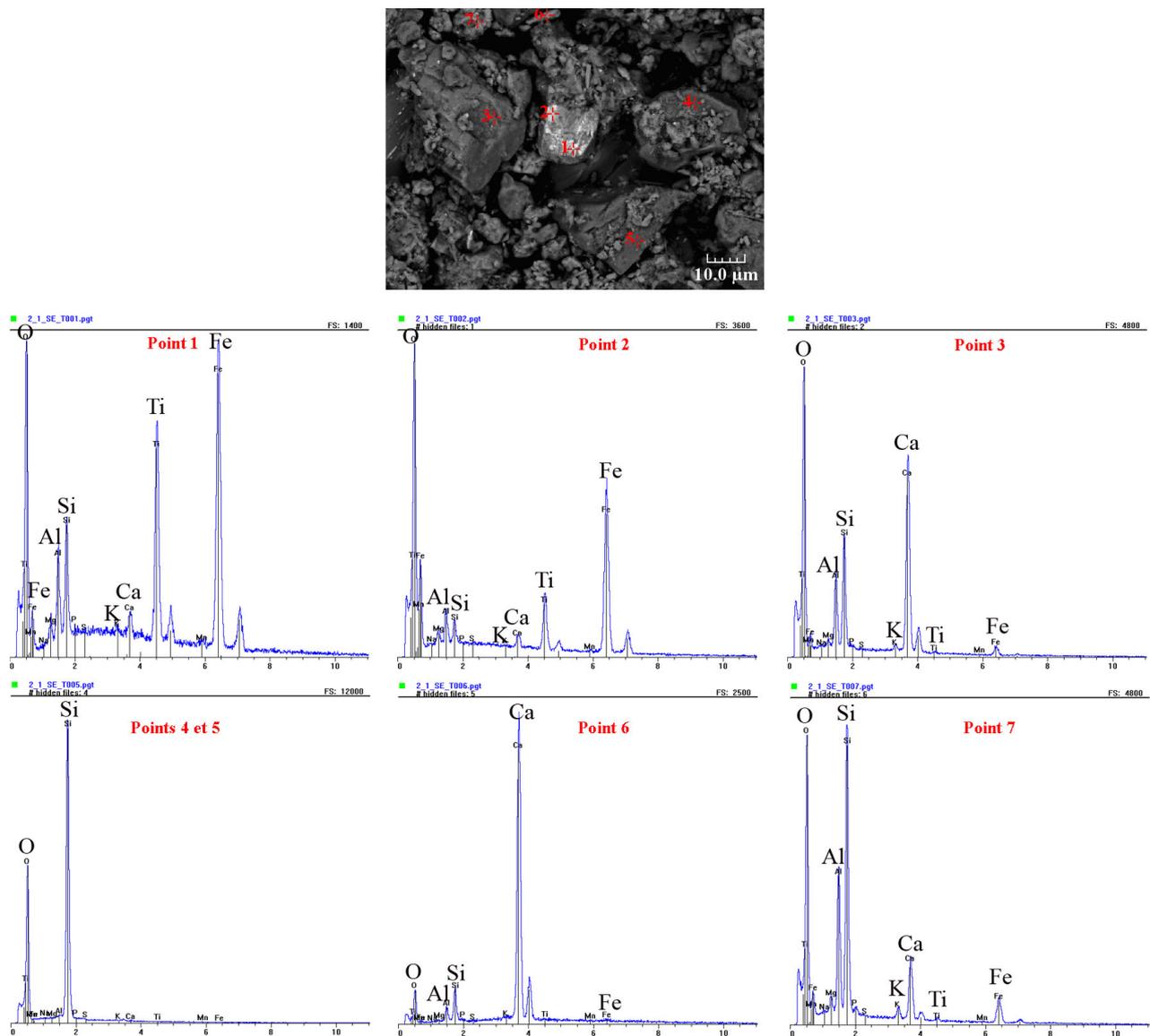


FIGURE 4.151 – Photographie d'une titanomagnétite (points 1 et 2) de  $10\ \mu\text{m}$  de côté issue de la fosse du sondage 5 (Quartier des Arènes, Levroux) réalisée à la loupe binoculaire. Elle est associée à des silicates (feldspaths, points 3 et 7; quartz, points 4 et 5) et à des carbonates (point 6).

#### 4.2.2.4.3.2.3 Analyses à la microsonde électronique

À l'oeil nu et à la loupe binoculaire, l'échantillon prélevé à 29 cm dans la fosse du sondage 5 montre beaucoup moins de grosses structures opaques que ceux des sondages 2 et 3 et peu de baguettes noires.

La figure 4.152 présente un gros oxyde de fer dont la composition du point A est donnée dans le tableau 4.15. On remarque que la teneur en fer est bien plus basse que celle observée pour une magnétite ou une hématite (cf partie 3.7.3.2 du chapitre 3) et qu'il y a présence d'alumine et de silice en quantité non négligeable. Il ne s'agit donc pas d'un oxyde de fer pur mais d'un mélange avec des silicates. Cela n'est pas visible à la loupe binoculaire, mais le point A correspond à une masse noire de quelques micromètres associée à une matrice feldspathique (orthose essentiellement). Des zircons sont aussi souvent présents dans cette matrice.

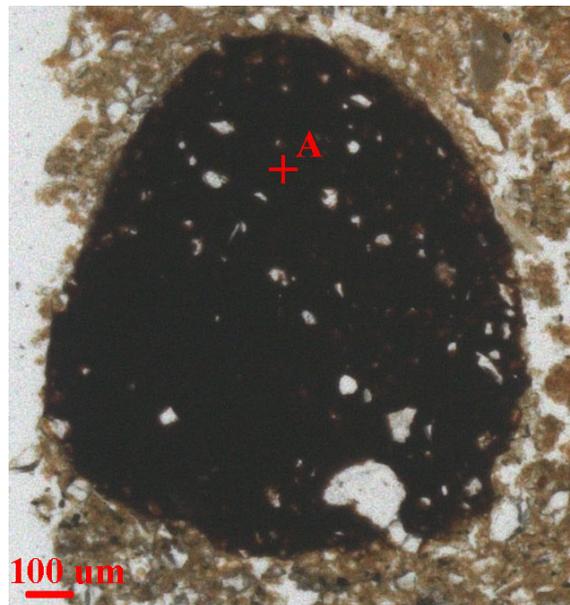


FIGURE 4.152 – Photographie réalisée à la loupe binoculaire d'un gros oxyde de fer dans un échantillon prélevé à 29 cm de profondeur (fosse du sondage 5, Levroux).

La figure 4.153 montre une masse grise riche en quartz dans laquelle quelques minéraux opaques ont été trouvés. Parmi eux, une petite baguette (point B, figure 4.153 et tableau 4.15) de  $20 \times 50 \mu m$  a été trouvée ainsi qu'une petite structure circulaire de  $10 \mu m$  environ (point C, figure 4.153 et tableau 4.15). La baguette (point B) montre comme pour le point A une teneur en FeO majoritaire mais une contamination par Si et Al. Il en est de même pour la structure circulaire (point C) mais elle montre une teneur en fer un peu plus importante que le point B et est moins contaminée par Al et Si.

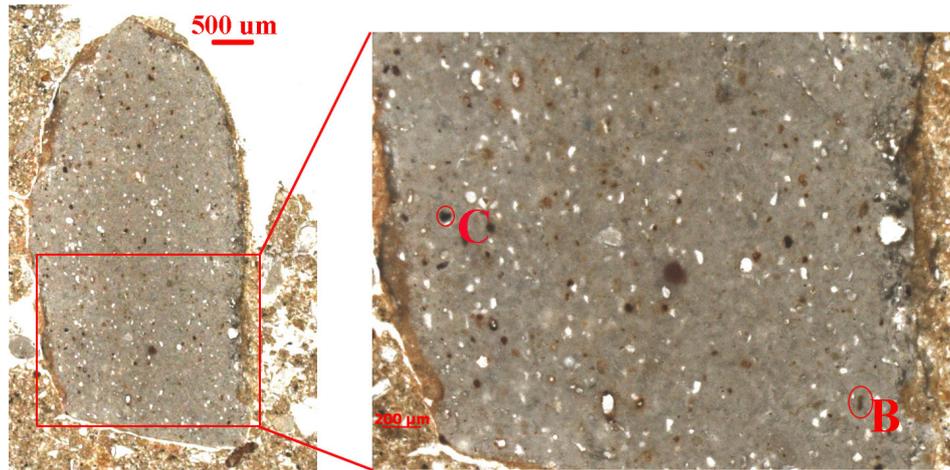


FIGURE 4.153 – Photographie réalisée à la loupe binoculaire d’une partie de l’échantillon prélevé à 29 cm de profondeur dans la fosse du sondage 5 (Quartier des Arènes, Levroux). Point B : petite baguette de composition proche de l’hématite/maghémite; Point C : structure de  $10\ \mu\text{m}$  de diamètre également proche de la composition de l’hématite/maghémite.

Enfin, la figure 4.154 montre la présence de deux masses opaques distinctes :

- Une structure triangulaire (point D) située dans la partie supérieure de la figure 4.154. D’après le tableau 4.15, il s’agirait de magnétite (cf partie 3.7.3.2 du chapitre 3) polydomaine ;
- Une structure allongée constituée en partie de zircons. Le point E est situé au niveau d’une baguette de  $20 \times 50\ \mu\text{m}$  riche en fer mais contaminée par Al et Si (Figures 4.154 et 4.15).

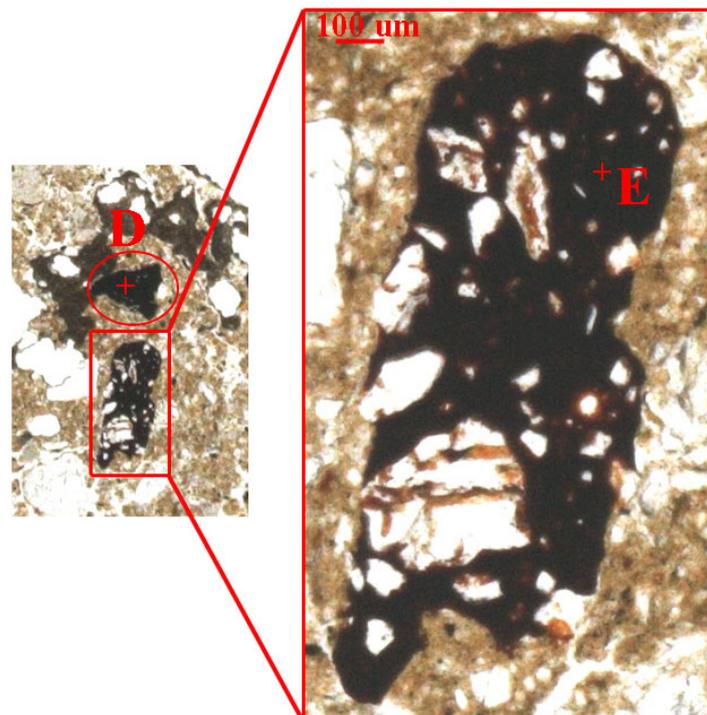


FIGURE 4.154 – Photographie réalisée à la loupe binoculaire d’une magnétite (point D) et d’un oxyde de fer plus riche en silice et aluminium (point E) pour un échantillon prélevé à 29 cm de profondeur dans la fosse du sondage 5 (Quartier des Arènes, Levroux).

	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>	<b>E</b>
MgO	0.24	0.186	0.134	0	0.046
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5.853	2.258	1.721	0.055	4.089
TiO <sub>2</sub>	0.065	0.07	0.058	0.032	0.058
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.038	0.042	0.032	0.016	0.032
MnO	0.64	0	0.053	0	0.589
<b>FeO</b>	<b>65.33</b>	<b>76.1</b>	<b>78.698</b>	<b>94.918</b>	<b>72.766</b>
SiO <sub>2</sub>	3.348	3.744	3.265	0	3.132
Total	75.515	82.4	83.961	95.02	80.712

TABLE 4.15 – Composition chimique (en pourcentage de poids d'oxydes d'éléments majeurs) de quelques structures présentes dans un échantillon prélevé à 29 cm de profondeur dans la fosse du sondage 5.

#### 4.2.2.5 Synthèse concernant le site laténien de Levroux

Les études menées à la fois sur le terrain et en laboratoire sur les parcelles 304, 15 et 90 du village gaulois des Arènes à Levroux se placent dans la continuité des travaux de prospections et de fouilles menées entre 1971 et 1988. Les structures archéologiques du village gaulois qui subsistent à Levroux sont constituées essentiellement de fosses creusées dans le substrat calcaire, et dont la profondeur peut atteindre jusqu'à 130 cm, se prêtant bien à l'approfondissement de l'étude des propriétés magnétiques des différents horizons. Leur remplissage, bien plus susceptible et conducteur que le substrat et la couche superficielle, se traduit sur les cartes géophysiques par de fortes anomalies compactes bien individualisées et aisément détectables. Quelques anomalies linéaires, un peu plus susceptibles et conductrices que l'encaissant, mais beaucoup moins que les fosses, sont aussi été détectées : le prolongement du fossé gallo-romain *R 271*, découvert au Nord de la parcelle 304 dans les années 1980 a ainsi été clairement mis en évidence par les différents types de prospection au Sud de la parcelle.

Les prospections ont montré que les remplissages des différentes structures n'étaient pas identiques et ont permis de choisir une localisation pertinente pour chacun des prélèvements sur lesquels ont été réalisées les études en laboratoire. À côté des structures dont le remplissage a des caractéristiques proches de celles d'un sol superficiel, deux types de fosses se distinguent par leur remplissage : d'une part des fosses remplies de matériaux « métallurgiques », avec présence de scories (parcelle L1), et d'autre part une fosse contenant du matériel fortement chauffé, coiffé par une chape constituée de calcaire brûlé (parcelle L2).

Les fosses remplies de matériel métallurgique (sondages 2 et 3, parcelle L1) sont caractérisées par les plus fortes valeurs de susceptibilité observées à Levroux (de 1 000 jusqu'à  $3\,000 \times 10^{-8} m^3/kg$  pour les zones les plus riches en scories), mais aussi par les plus faibles valeurs relatives de viscosité magnétique ( $\chi_{fd}(\%)$  et  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  sont de l'ordre de 1 %). Ces résultats établis à la fois par les mesures sur le terrain et les études en laboratoires confirment des observations déjà publiées par Dabas (1989) pour le site de métallurgie du fer de Minot (Côte d'or).

En comparaison, la fosse avec chape de calcaire brûlé (sondages 5 et 6, parcelle L2) montre au contraire de plus faibles valeurs de susceptibilité même si elles restent très fortes (de 400 jusqu'à  $900 \times 10^{-8} m^3/kg$ ), et les plus fortes valeurs relatives de viscosité ( $\chi_{fd}(\%)$  est compris entre 8 et 10 % et le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  est compris entre 5,5 et 6,5 %). Ces résultats sont en accord avec les études antérieures qui ont montré que le processus de chauffe entraîne la formation de grains de petite taille jouant un rôle prépondérant dans la viscosité magnétique (Le Borgne, 1960a et 1960b; Taylor et Schwertmann, 1974; Maher et Taylor, 1988).

Les grains responsables de la viscosité observée dans la gamme 1-100  $\mu s$  semblent être les mêmes partout, remplissages des fosses ou couche superficielle : la pente de décroissance de l'aimantation en fonction du temps après une coupure brutale du champ est toujours proche de  $t^{-1,1}$  pour les mesures en laboratoire comme pour les mesures de terrain. Seule l'abondance des grains visqueux varie comme l'attestent les paramètres  $\chi_{fd}(\%)$  et  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$ . Le porteur principal de la rémanence est également le même pour l'ensemble des échantillons étudiés en laboratoire : il s'agit de la magnétite. Ce sont sa quantité et la taille de ses grains qui semblent jouer le plus grand rôle dans le signal magnétique enregistré.

L'ensemble des résultats obtenus confirme que les propriétés magnétiques permettent de caractériser le remplissage des structures en creux de ce site du second Âge du Fer : deux types de fosses ont ainsi pu être identifiés en relation avec les types d'activité auxquels elles étaient associées.

### 4.2.3 Les Terres Noires post gallo-romaines de Metz (France)

#### 4.2.3.1 Présentation du site d'étude

La ville de Metz, située au Nord-Est de la France (département de la Moselle) (Figure 4.155), occupe une position unique au croisement des grands axes européens de circulation et à proximité de grandes villes telles que Luxembourg, Nancy, Sarrebruck. Ancienne capitale du royaume d'Austrasie et berceau de la dynastie carolingienne, Metz témoigne par la richesse de son patrimoine d'une histoire commencée il y a 3 000 ans.



FIGURE 4.155 – Localisation de la ville de Metz au sein du département de la Moselle (région Lorraine).

L'étude du passé archéologique de la ville de Metz a réellement commencé en 1902-1903 avec la découverte d'un édifice monumental de  $148 \times 124$  m dans le quartier Metz-centre (Figure 4.156) : il s'agit d'un amphithéâtre gallo-romain daté de la fin du  $I^{er}$  siècle ou du début du  $II^{ieme}$  siècle. Jusqu'à présent, les archéologues le pensaient à l'écart de la trame urbaine, mais une opération de fouille menée par l'Inrap entre mars 2006 et mai 2008 dans cette zone a révélé que l'amphithéâtre s'inscrit en fait dans un quartier antique ayant été occupé du  $II^{ieme}$  au  $VI^{ieme}$  siècles. L'étude dirigée par Franck Gama sur  $12\,500$  m<sup>2</sup> a été réalisée dans le cadre de la construction d'un parking sous le parvis du futur Centre Pompidou-Metz et de la voie Est-Ouest de la ZAC du Quartier de l'amphithéâtre (Figure 4.157). Les fouilles ont révélé la présence de nombreuses traces d'occupation antique. À partir du  $V^{ieme}$  siècle, on note ainsi la présence d'importantes fosses dépotoirs particulièrement riches en matériel divers : verre décoré, outils de tissage, pots en céramique, déchets de métallurgie (scories et fragments de four), rejets de boucherie, cornes de cervidés travaillées, peignes en os finement décorés et objets en métal. Ces différents éléments suggèrent la proximité d'un quartier artisanal diversifié.

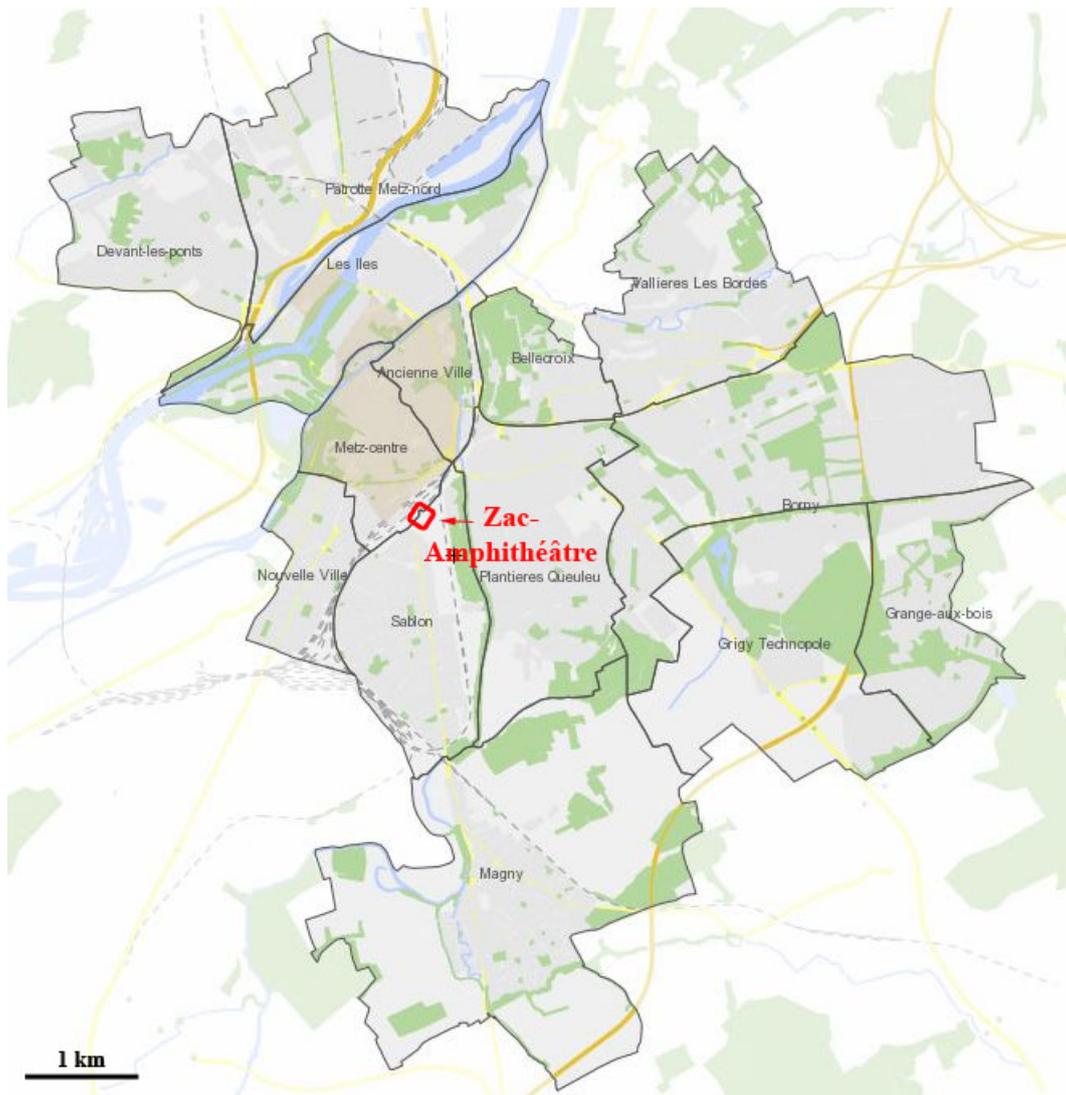


FIGURE 4.156 – Localisation de la ZAC du Quartier de l'Amphithéâtre dans la ville de Metz.

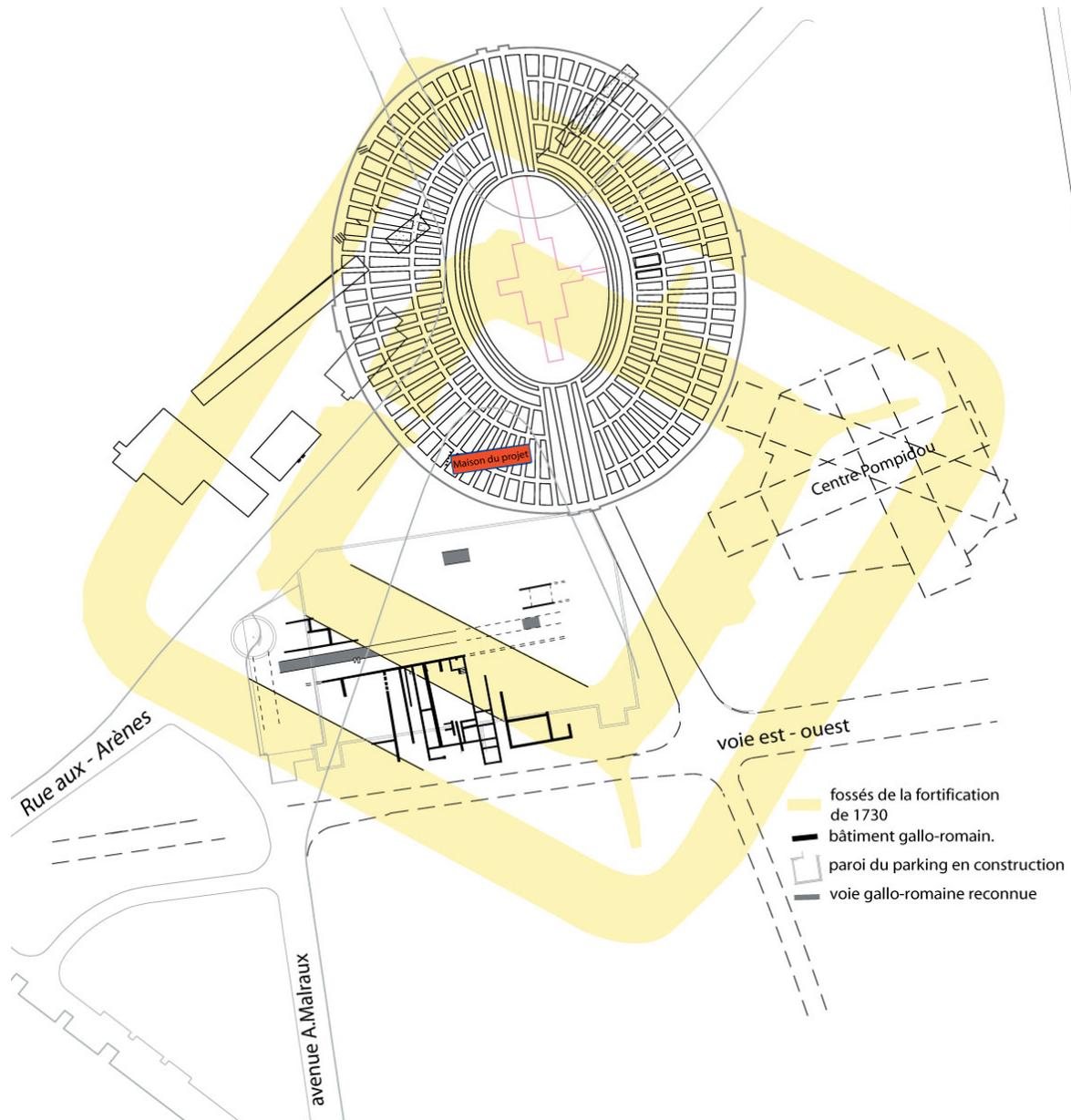


FIGURE 4.157 – Résultats provisoires de l'opération archéologique « Zac-Amphithéâtre » à Metz datant d'octobre 2006 (croquis sans échelle ; source : Inrap).

Outre cette densité de vestiges antiques, les seules traces d'occupation visibles du *VI<sup>ème</sup>* au *XIII<sup>ème</sup>* siècles correspondent à une mise en culture de l'ensemble du site se traduisant par une accumulation de compost et le développement sur quelques quatre-vingt centimètres d'épaisseur de couches sombres, les « Terres Noires » (Figure 4.158). Véritables archives du sous-sol dont la lecture s'avère plus compliquée que celles laissées par l'Antiquité ou les siècles postérieurs, les Terres Noires de Metz sont l'objet de la présente étude.

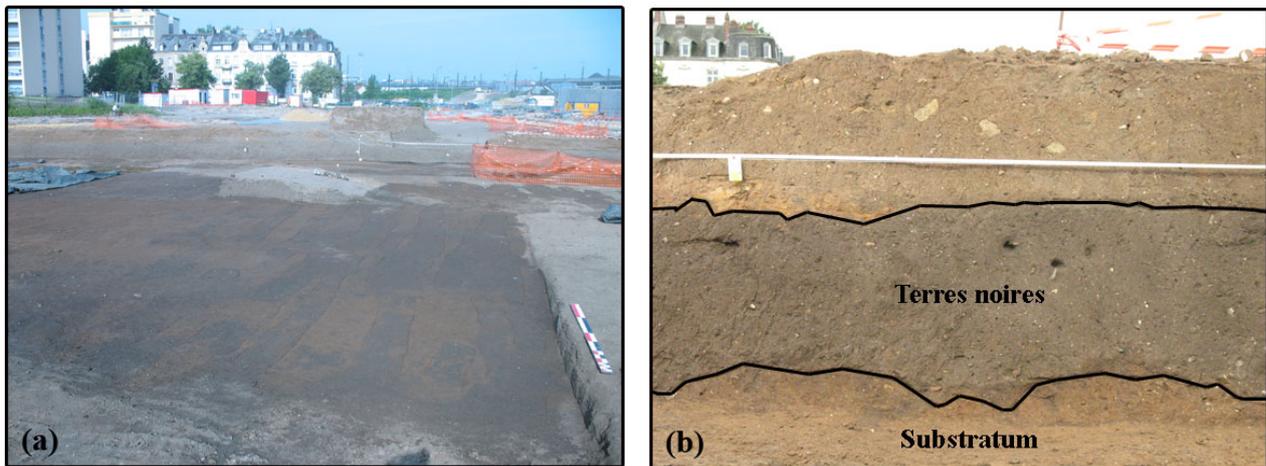


FIGURE 4.158 – (a) : Photographie illustrant le premier décapage de la ZAC-Amphithéâtre de Metz. Les zones noires correspondent aux Terres Noires datant du *VI<sup>ème</sup>* – *XIII<sup>ème</sup>* siècle tandis que les zones orangées correspondent au substratum sous-jacent plus ancien (*ante* gallo-romain) ; (b) : Photographie d'une coupe située sur la ZAC-Amphithéâtre. Les Terres Noires apparaissent très nettement entre deux couches plus claires (cliché : Q. Borderie).

#### 4.2.3.2 Études en laboratoire

Les échantillons étudiés en laboratoire proviennent de trois secteurs de 16  $m^2$  (61, 63 et 71) du site de la ZAC-Amphithéâtre de Metz prélevés respectivement par Anne Gebhardt (Inrap), Stéphane Alix (Inrap), Stéphane Augry (Inrap) et Quentin Borderie (doctorant Paris I) (Figure 4.159). Les secteurs d'étude des Terres Noires 61 et 63 sont globalement distribués selon un transect Sud-Est/Nord-Ouest, admettant un pendage vers l'Est, en direction du cours actuel de la Seille. Seul le secteur 71, plus au Sud-Ouest, s'éloigne de cette direction principale. Les structures archéologiques découvertes à la base des niveaux de Terres Noires sont principalement gallo-romaines ou alto-médiévales (fosses au remplissage organique et détritique dans les secteurs 71, 61). Les trois secteurs ont été échantillonnés verticalement et par passes.

Des échantillons ont été prélevés « en vrac » et en blocs non perturbés. Les premiers ont servi aux mesures des propriétés magnétiques, et aux analyses chimiques réalisées au laboratoire de l'INRA d'Arras. Les seconds ont servi à l'élaboration de lames minces pour une analyse micromorphologique. Celles-ci ont été étudiées par un micromorphologue italien, Cristiano Nicosia (Nicosia, 2008), c'est pourquoi il ne nous a pas été possible de réaliser d'étude à la microsonde électronique. La micromorphologie permet d'acquérir beaucoup d'informations concernant les caractéristiques pédologiques des échantillons étudiés, ainsi que les inclusions anthropiques et biologiques. Une interprétation quant à l'origine et à la mise en place des dépôts est alors possible.

Dans cette partie, nous présentons les résultats des analyses chimiques et micromorphologiques, puis ceux des propriétés magnétiques, obtenus pour le substratum alluvial et les trois secteurs de la ZAC-Amphithéâtre de Metz. L'ordre de présentation des résultats diffère de celui utilisé pour les autres sites car les analyses micromorphologiques sont les premières à avoir été réalisées dans le cadre de l'étude de la ZAC-Amphithéâtre de Metz et que la sélection des échantillons étudiés s'est faite à partir des résultats fournis par Cristiano Nicosia.



FIGURE 4.159 – Localisation des trois secteurs d'étude au sein de la ZAC-Amphithéâtre de Metz.

#### 4.2.3.2.1 Étude du substratum (*ante gallo-romain*)

Le substratum alluvial a été échantillonné dans la partie inférieure de la paroi Ouest du secteur 63 (Figure 4.160). Ce secteur (cf partie 4.2.3.2.2) se situe dans la partie la plus occidentale de la zone située sous le futur Centre Pompidou-Metz (Figure 4.159).

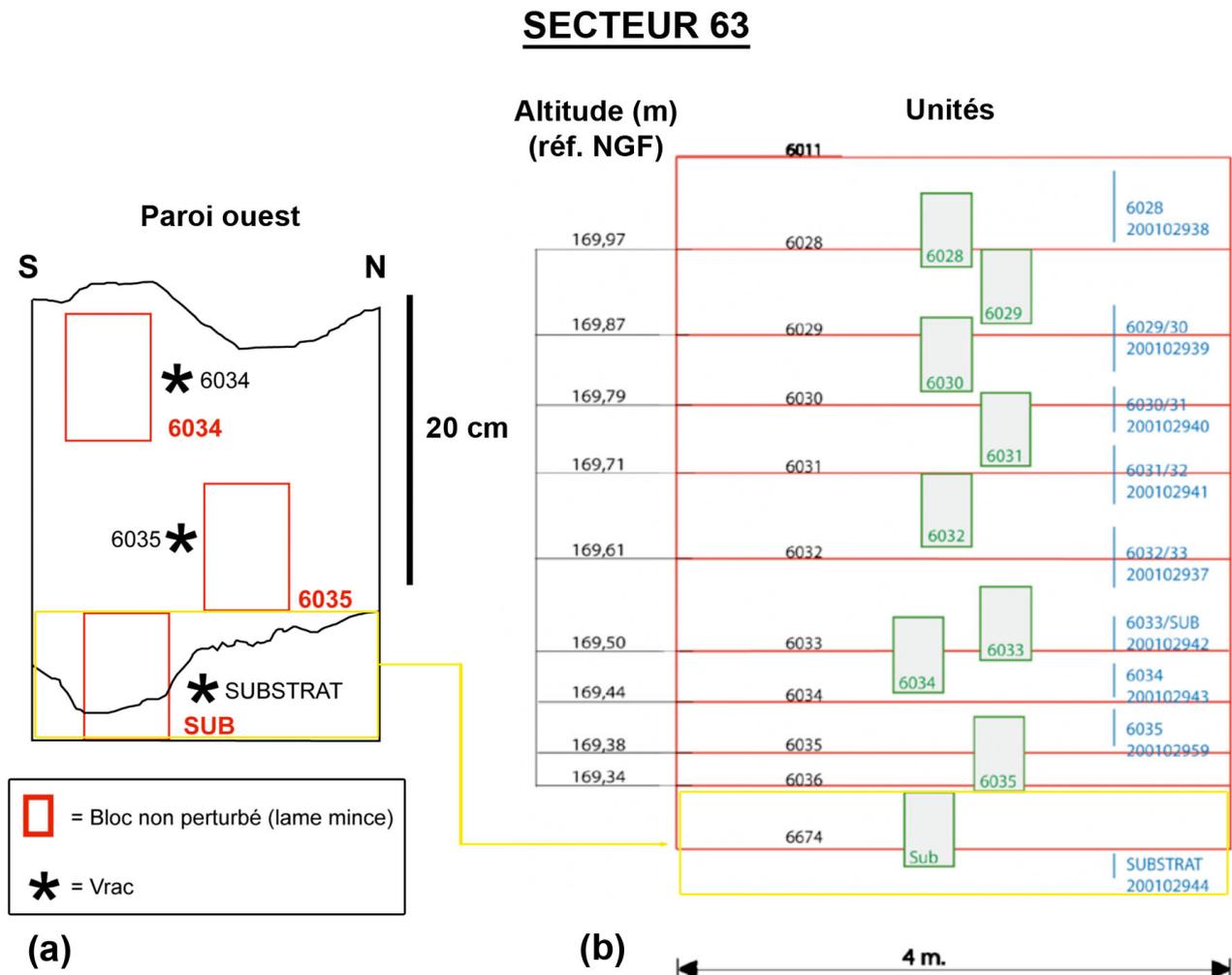


FIGURE 4.160 – (a) : Positionnement des prélèvements effectués dans le secteur 63 sur la paroi Ouest (par Stéphane Alix). Le substratum alluvial se situe à la base de la séquence et est encadré en jaune; (b) : Positionnement altimétrique de tous les échantillons prélevés dans le secteur 63 (en vrac, pour les lames minces (carrés verts) et pour les analyses chimiques (en bleu)) (étude effectuée par Stéphane Alix) (Nicosia, 2008). La position du substratum alluvial est encadrée en jaune.

##### 4.2.3.2.1.1 Étude micromorphologique du substratum alluvial

###### 4.2.3.2.1.1.1 Caractéristiques pédologiques

L'étude de la lame mince correspondant au substratum alluvial a mis en évidence les caractéristiques pédologiques suivantes (Nicosia, 2008) :

- Une microstructure à chenaux;

- Une texture plutôt sableuse (bien qu'il y ait 25 % de limons/sables très fins) ;
- Des revêtements d'argile de 40-60  $\mu m$  (5-10 %), des nodules d'(hydr)oxydes de fer de 100-400  $\mu m$  (5-7,5 %) et des revêtements ferromanganiques de 40-160  $\mu m$  juxtaposés à des hypo-revêtements de fer (5-7,5 %).

#### 4.2.3.2.1.1.2 Inclusions d'origine anthropique et biogénique

Les observations macroscopiques faites sur le terrain ont montré la présence de quelques inclusions d'origine anthropique, ce qui n'est pas le cas de l'étude micromorphologique réalisée en laboratoire sur une lame mince de cette unité. Les uniques traits pouvant être liés à une activité anthropique sont de minces revêtements d'argile associés à des charbons fins observés dans un autre échantillon issu du substratum (unité 7849, secteur 72 non étudié) et qui dérivent probablement de la perturbation et de l'érosion de la surface du sol par l'homme (défrichage, mise en culture, creusement).

#### 4.2.3.2.1.1.3 Analyses chimiques

Le substratum alluvial montre des valeurs très faibles de tous les éléments chimiques mesurés (elles sont de deux à dix fois plus faibles que les taux mesurés pour les Terres Noires sus-jacentes, cf parties suivantes). Ces valeurs sont indiquées dans le tableau 4.16.

Unité	Carbone organique (%)	Matière organique (%)	Fer non libre (%)	$P_2O_5$ (%)
<b>Substratum (paroi ouest secteur 63)</b>	0,160	0,270	0,794	0,715

TABLE 4.16 – Tableau illustrant les teneurs en carbone et matière organiques, en fer non libre ainsi qu'en phosphore total pour le substratum alluvial échantillonné à la base de la paroi Ouest dans le secteur 63 de la ZAC-Amphithéâtre (Metz) (Nicosia, 2008).

#### 4.2.3.2.1.1.4 Interprétations de ces résultats

Selon l'analyse micromorphologique (Nicosia, 2008), l'échantillon étudié en lame mince provenant du substratum alluvial correspond à un dépôt alluvial argilo-sableux pédogénéisé mis en place par la Seille. Il s'agit plus précisément d'un horizon *Bt* hydromorphe, c'est-à-dire un horizon pédologique intéressé par le lessivage et l'hydromorphie. Le transport d'argiles fines dans les horizons *B*, plus tassés que les horizons supérieurs, conduit à une plus faible porosité et provoque le ralentissement de la circulation des eaux de gravité. Ce processus, uni à l'action de la nappe, conduit à la formation de nombreux traits pédologiques tels que des nodules d'(hydr)oxydes de fer, des revêtements ferromanganiques ainsi que des revêtements et des remplissages de goethite, qui révèlent des conditions de mauvais drainage. Au niveau microscopique, des nodules concentriques d'(hydr)oxydes de fer ont été observés. Les revêtements d'argile illuviale semblent fortement remaniés par les phénomènes vertiques\*, et ils sont dans certains cas inclus dans des nodules d'(hydr)oxydes de fer.

Le substratum alluvial de la ZAC-Amphithéâtre à Metz se serait mis en place en trois étapes :

1. Dépôt du sédiment alluvial ;
2. Décarbonatation ;
3. Lessivage des argiles, hydromorphie, caractères vertiques.

D'après l'analyse micromorphologique, le substratum alluvial du site correspond donc à un horizon pédogénétique naturel, modérément altéré et en position primaire, c'est-à-dire non remanié ou mis en place par l'homme. Mais comme nous l'avons déjà dit, quelques objets d'origine anthropique ont été observés dans cet horizon sur le terrain. Deux explications possibles s'offrent donc à nous pour expliquer ce paradoxe :

- Soit le substratum alluvial du site a été anthropisé, même légèrement, mais cela n'apparaît pas dans l'échantillon analysé au microscope car il n'est pas suffisamment représentatif de l'horizon considéré ;
- Soit le substratum alluvial du site n'a pas été « volontairement » anthropisé et l'observation macroscopique d'inclusions anthropiques sur le terrain est liée à un remaniement des horizons supérieurs par la végétation (racines) et par la faune (bioturbation), ou bien par l'homme par des activités de creusement dans des horizons anthropisés déposés sur le substratum au début de l'occupation du site (*I<sup>er</sup>-II<sup>ième</sup>* siècles).

Cette dernière hypothèse est peut être à privilégier si l'on se réfère aux revêtements d'argile associés à des charbons fins trouvés dans l'unité 7849 du secteur 72. Se placer dans le cas de cette hypothèse signifierait que le substratum s'est mis en place avant le début de l'occupation du site au *I<sup>er</sup>-II<sup>ième</sup>* siècles.

#### 4.2.3.2.1.2 Étude des propriétés magnétiques du substratum alluvial

Deux échantillons issus du substratum alluvial de la ZAC-Amphithéâtre ont été étudiés d'un point de vue de leurs propriétés magnétiques. Les mesures de viscosité magnétique dans le domaine temporel pour ces deux échantillons ne sont pas présentées car leur signal est relativement faible et qu'il est par conséquent difficile d'obtenir un rapport signal sur bruit correct.

##### 4.2.3.2.1.2.1 Mesures de la susceptibilité magnétique et de sa dépendance fréquentielle

Les mesures de la susceptibilité magnétique et de sa dépendance fréquentielle, ainsi que celle du taux de conversion des deux échantillons du substratum sont indiquées dans le tableau 4.17 (cf chapitre 3 pour le mode opératoire).

Unité	$\chi_{bf}(10^{-8} m^3/kg)$	$\chi_{conv}(\%)$	$\chi_{fd}(\%)$	$\kappa_{qu}/\kappa_{ph}(\%)$
<b>Substratum 1</b>	36,89	0,68	5,47	3,73
<b>Substratum 2</b>	27,39	0,31	4,90	3,35

TABLE 4.17 – Tableau récapitulatif la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), le taux de conversion ( $\chi_{conv} = \chi_{bf}/\chi_{max}$ ), la dépendance fréquentielle de la susceptibilité ( $\chi_{fd}(\%)$ ) et le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  pour les deux échantillons du substratum alluvial récoltés dans la zone de la ZAC-Amphithéâtre (Metz).

Les deux échantillons étudiés montrent une susceptibilité assez faible de l'ordre de 30 à 40  $\times 10^{-8} m^3/kg$ . Les valeurs du  $\chi_{fd}(\%)$  et du rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  sont de l'ordre de 5 % et 3-4 %

respectivement : le substratum du site contient donc une quantité non négligeable de grains de magnétite responsables de la viscosité magnétique et dont la taille se situe à la frontière superparamagnétique/monodomaine ( $0,012-0,023 \mu\text{m}$ ) (Dearing *et al.*, 1996). Enfin, le taux de conversion ( $\chi_{conv}$ ) est très bas puisqu'il ne dépasse pas même 1 %, ce qui peut s'expliquer par une absence de chauffe et une très faible activité biologique (horizon B). On remarque également que malgré des valeurs très proches, l'échantillon substratum 1 montre les valeurs les plus élevées pour les quatre paramètres étudiés.

#### 4.2.3.2.1.2 Mesures thermomagnétiques

Les échantillons substratum 1 et 2 ont été chauffés sous air depuis la température ambiante jusqu'à  $700^\circ\text{C}$  avec un incrément de  $20^\circ\text{C}/\text{minute}$ , puis refroidis à la même vitesse (cf chapitre 3 pour le mode opératoire). Les courbes  $k - T$  correspondantes sont visibles sur la figure 4.161.

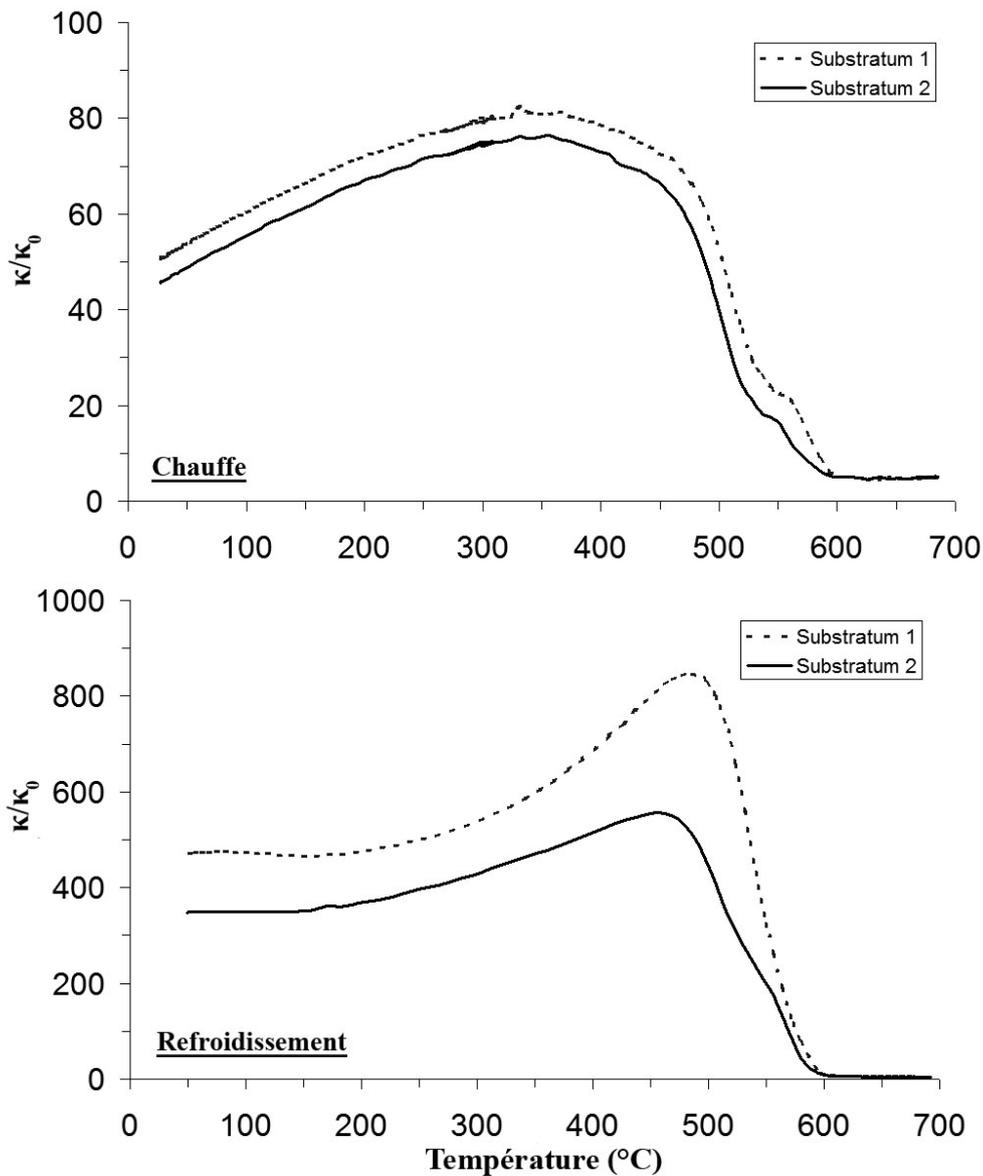


FIGURE 4.161 – Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air en cours de chauffe (figure du haut) et de refroidissement (figure du bas) pour les deux échantillons du substratum alluvial (ZAC-Amphithéâtre, Metz). La susceptibilité mesurée  $\kappa$  est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante  $\kappa_0$ .

On remarque que les courbes  $\kappa - T$  des deux échantillons sont les mêmes en cours de chauffe comme au cours du refroidissement (Figure 4.161) : la susceptibilité augmente progressivement de la température ambiante jusqu'à environ 350°C. Un refroidissement partiel entre 270 et 300°C montre la superposition des courbes pendant la chauffe et le refroidissement, ce qui indique qu'il n'y a pas de transformation minéralogique jusqu'à 300°C et que l'augmentation de la susceptibilité est probablement liée au déblocage progressif de particules ferrimagnétiques de petite taille (à la limite superparamagnétique/monodomaine) du fait de l'augmentation de l'agitation thermique. La susceptibilité diminue ensuite régulièrement jusqu'à 600°C où elle atteint sa plus faible valeur. La dernière rupture de pente indique la présence de magnétite ( $T_c$  d'environ 580°C) mais pic autour de 550°C n'est observé : de la magnétite polydomaine est donc probablement présente. La seule différence entre les courbes réside dans le fait que le substratum 1 montre une susceptibilité magnétique globalement plus forte que le substratum 2, mais la différence n'est pas grande.

Les courbes des deux échantillons au cours du refroidissement (Figure 4.161, courbes du bas) ont la même forme mais ne se superposent pas à celles obtenues pendant la chauffe et montrent une susceptibilité bien plus forte, ce qui indique la néoformation de minéraux ferrimagnétiques secondaires. Les deux courbes indiquent une température de Curie proche de 580°C, ce qui signifie que de la magnétite, plus ou moins substituée, s'est formée.

#### 4.2.3.2.1.2.3 Mesures d'hystérésis et d'aimantation rémanente isotherme (ARI)

Nous avons choisi de présenter arbitrairement le cycle d'hystérésis et la courbe d'ARI obtenus pour l'échantillon substratum 2 (Figure 4.162), étant donné que substratum 1 et 2 montrent globalement les mêmes propriétés magnétiques (cf chapitre 3 pour le mode opératoire).

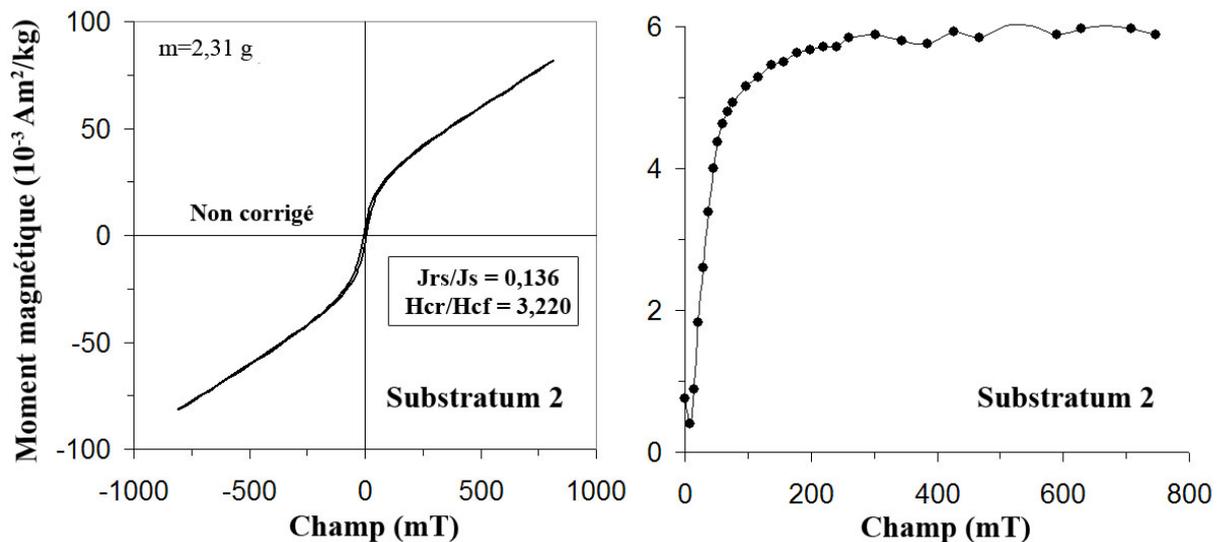


FIGURE 4.162 – Cycle d'hystérésis (non corrigé pour la contribution dia/paramagnétique) et courbe d'acquisition de l'aimantation rémanente isotherme pour l'échantillon substratum 2 récolté dans la zone de la ZAC-Amphithéâtre (Metz).

Les cycles d'hystérésis des deux échantillons étudiés sont semblables : la composante dia/paramagnétique est assez importante (de l'ordre de  $85 \times 10^{-8} m^3/kg$ ) et les cycles sont fermés traduisant la présence de minéraux relativement gros de coercitivités basses (Figure 4.162). L'absence de comportement dit « taille de guêpe » (Tauxe *et al.*, 1996) reflète probablement la présence de

minéraux magnétiques de coercitivités proches. Les courbes d'ARI des deux échantillons sont très semblables : la saturation est atteinte pour un champ modéré, de l'ordre de 200 mT, ce qui indique que la rémanence est portée par des minéraux ferrimagnétiques, très vraisemblablement de la magnétite.

Les valeurs des paramètres d'hystérésis déduits des cycles sont indiquées dans le tableau 4.18. On remarque que les deux échantillons montrent des valeurs très proches pour les quatre paramètres d'hystérésis, ce qui traduit une homogénéité dans la distribution en taille de grains (Figure 4.18). Cette distribution est illustrée par le diagramme de Day de la figure 4.163 qui montre que les deux échantillons se situent dans la catégorie des grains pseudo-monodomaines (Day *et al.*, 1977). Cependant, ils se situent davantage vers les polydomaines que vers les monodomaines, ce qui est confirmé par la figure 4.164 où l'échantillon substratum 1 rentre même dans la catégorie polydomaine. Ceci est en accord avec les courbes thermomagnétiques obtenues en cours de chauffe qui montrent la présence de magnétite polydomaine pour les deux échantillons (Figure 4.161).

Pour finir, les échantillons du substratum montrent une concentration en magnétite de l'ordre de 0,05 % et une taille (polydomaine) de 16  $\mu\text{m}$ . Nous allons voir dans les parties qui suivent avec l'étude des Terres Noires des secteurs 63, 61 et 71 que ces dépôts contiennent davantage de magnétite et en grains plus fins que ceux du substratum.

Unité	$J_s$ ( $10^{-3} \text{ Am}^2/\text{kg}$ )	$J_{rs}$ ( $10^{-3} \text{ Am}^2/\text{kg}$ )	$H_{cf}$ (mT)	$H_{cr}$ (mT)	$J_{rs}/\chi$ ( $10^3 \text{ A/m}$ )
<b>Substratum 1</b>	28,43	5,37	6,73	18,93	7,79
<b>Substratum 2</b>	25,72	4,32	7,29	23,96	8,6

TABLE 4.18 – Tableau récapitulant l'aimantation à saturation ( $J_s$ ), l'aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ), le champ coercitif ( $H_{cf}$ ), le champ coercitif rémanent ( $H_{cr}$ ) et le rapport de l'aimantation rémanente à saturation sur la susceptibilité magnétique ( $J_{rs}/\chi$ ) pour les deux échantillons du substratum alluvial récoltés dans la zone de la ZAC-Amphithéâtre (Metz).

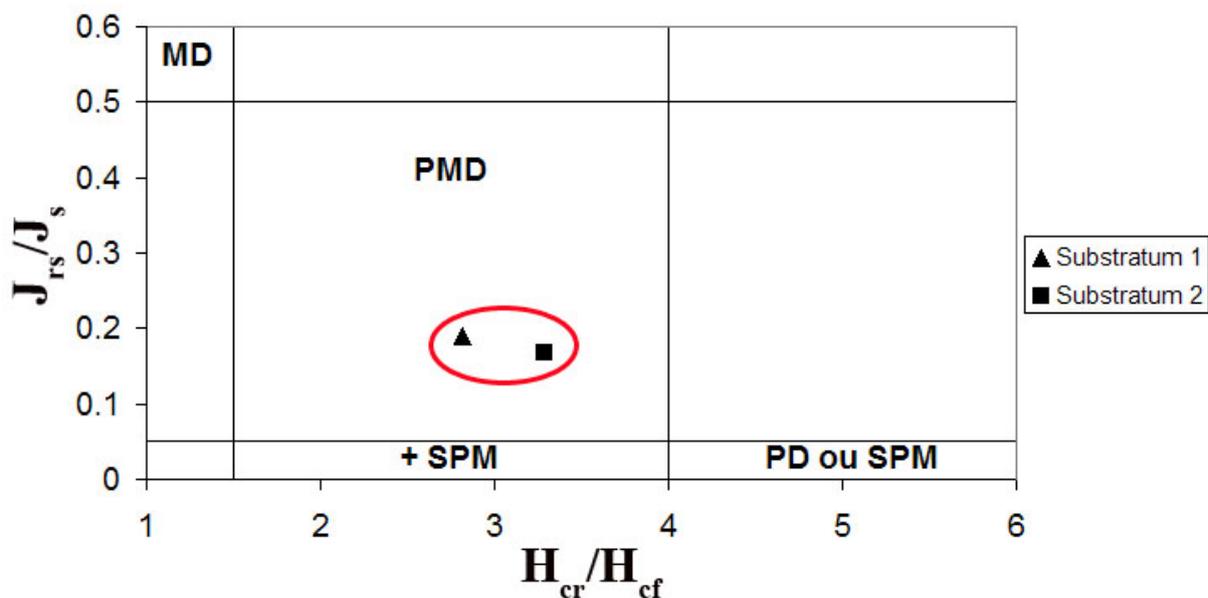


FIGURE 4.163 – Diagramme de Day (Day *et al.*, 1977) indiquant la répartition des deux échantillons du substratum alluvial en fonction des rapports  $J_{rs}/J_s$  et  $H_{cr}/H_{cf}$ . MD : monodomaine ; PMD : pseudo-monodomaine ; PD : polydomaine ; SPM : superparamagnétique.



#### 4.2.3.2.2 Étude des couches archéologiques du secteur 63

Le secteur 63 se situe dans la partie la plus occidentale de la zone située sous le futur parking du Centre Pompidou-Metz (Figure 4.159). Le carré d'étude fait 4 m de côté. Deux parois ont été étudiées sur ce carré (Figure 4.166) :

- La paroi Nord, d'une hauteur de 50 cm, qui comprend les unités 6028 à 6033 (partie supérieure de la séquence, altitudes NGF comprises entre 169,97 et 169,50 m) ;
- La paroi Ouest, d'une hauteur de 30 cm, qui comprend les unités 6034, 6035 et le substrat (partie inférieure de la séquence, altitudes NGF comprises entre 169,44 et 169,28 m).

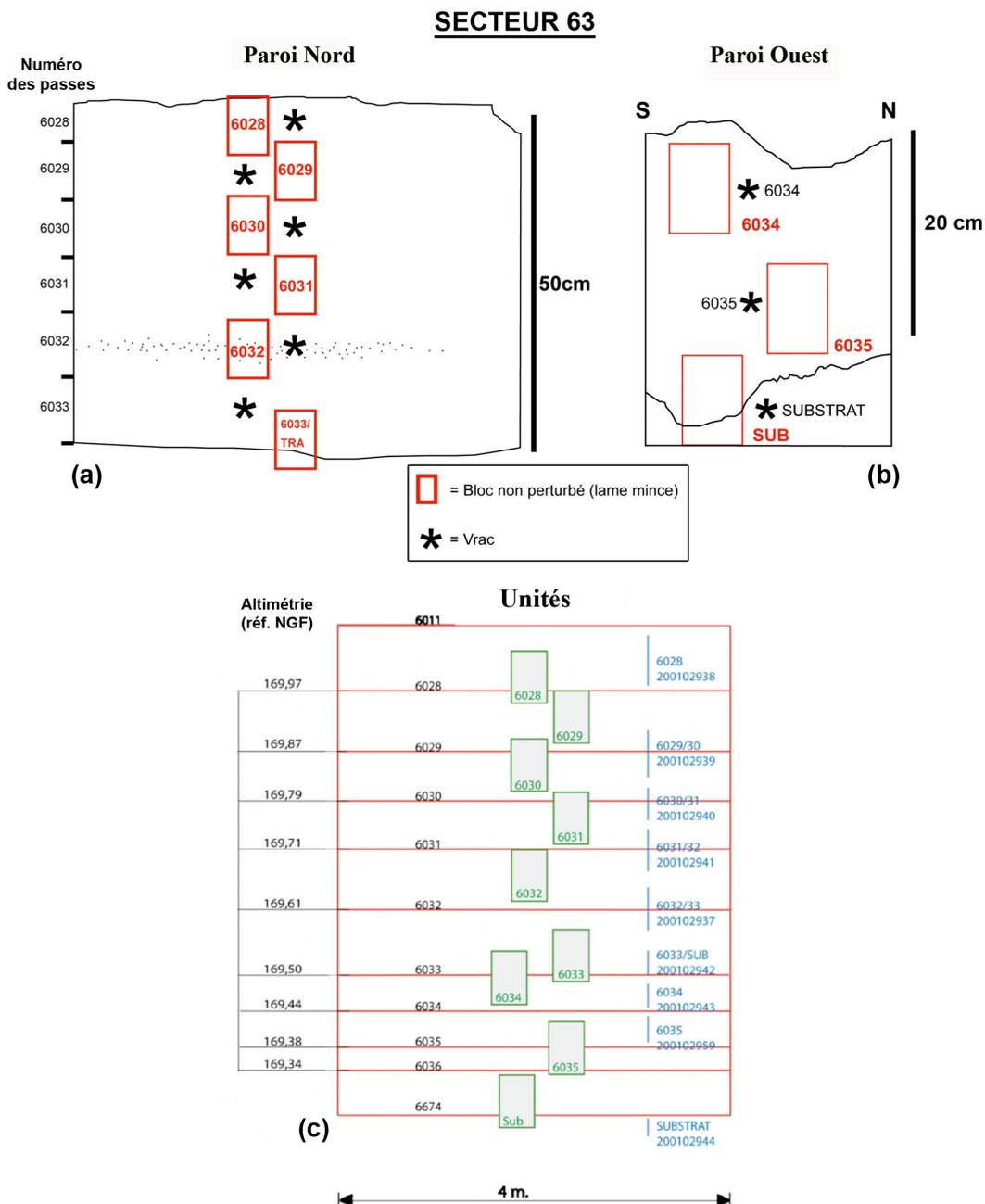


FIGURE 4.166 – (a) et (b) : Positionnement des prélèvements effectués dans le secteur 63 sur les parois Nord et Ouest respectivement (par Stéphane Alix) ; (c) : Positionnement altimétrique de tous les échantillons prélevés dans le secteur 63 (en vrac, pour les lames minces (carrés verts) et pour les analyses chimiques (en bleu)) (Nicosia, 2008).

Une étude de la répartition chronologique des tessons\* de céramiques trouvés dans les différentes unités (Tableau 4.19) montre que les passes 6028 et 6029 (partie supérieure de la séquence) sont riches en tessons datés de l'époque moderne et contemporaine, tandis que les unités sous-jacentes 6033 à 6036 sont riches en tessons datés du Bas Empire.

	<i>Haut-empire</i>	<i>Bas-empire</i>	<i>Haut Moyen-âge</i>	<i>Moyen-âge</i>	<i>Moderne et contemporain</i>
6028	1	5			23
6029	1	3			6
6030	1	12			5
6031	3	22			16
6032	5	17	1		2
6033	3	11			2
6034	1	31			4
6035	2	34			
6036	1	28			

TABLE 4.19 – Répartition chronologique des tessons trouvés dans les différentes unités du secteur 63 (Zac-Amphithéâtre, Metz). La période présentant le plus de tessons a été surlignée en jaune pour chaque unité (Nicosia, 2008).

#### 4.2.3.2.2.1 Étude micromorphologique du secteur 63

L'étude des lames minces a permis d'identifier les principales caractéristiques pédologiques des Terres Noires des deux coupes du secteur 63, ainsi que les types d'inclusions d'origine anthropique et biogénique.

##### 4.2.3.2.2.1.1 Caractéristiques pédologiques

Deux ensembles se distinguent d'un point de vue pédologique (Nicosia, 2008) :

- Les passes 6028, 6029 et 6030 (partie supérieure de la séquence) montrent une microstructure à chenaux dominants, ou bien grenue\* grossière ou encore polyédrique sub-anguleuse\*, où les chenaux constituent la porosité dominante. Ceci est caractéristique d'un accroissement rapide de l'épaisseur du dépôt et d'une activité modérée de la faune et des racines pendant des périodes de stabilité de la surface et de pédogenèse ;
- Les passes sous-jacentes 6033, 6034 et 6035 (partie inférieure de la séquence) montrent une microstructure grenue fine juxtaposée à une microstructure à entassement de grains et de microagrégats, plus ou moins exprimées. Ces microstructures sont le résultat d'une activité de bioturbation par les vers de terre et probablement aussi du travail du sol.

La texture des unités du secteur 63, principalement sableuse (sables de quartz et de feldspath), est relativement homogène sur toute la séquence même si les unités 6028 à 6030 présentent une texture légèrement plus fine et limoneuse que la base de la séquence. Des graviers calcaires et siliceux sont présents sur tout le profil.

Toutes les unités montrent une couleur sombre proche du noir (10YR 2/2, 10YR 2/3 ou 10YR 3/2 selon la charte de couleur de Munsell). Ceci est lié en grande partie aux nombreux

charbons fragmentés ( $<10-15 \mu m$ ) présents dans les Terres Noires de façon générale. La présence de nodules d'(hydr)oxydes de fer, issus de processus d'oxydo-réduction, joue aussi un certain rôle dans la couleur de ces dépôts. Ils sont bien répartis sur l'ensemble de la séquence sauf dans sa partie inférieure où leur quantité diminue. Ils ne se sont pas formés *in situ* mais sont entrés dans le dépôt après sa formation. En effet, ce type de nodules est caractéristique du substratum naturel du site qui a dû être soumis au moins temporairement à des conditions réductrices (mouvements de nappe). Cela indique donc que les Terres Noires du secteur 63 ont incorporé du matériel issu du substratum naturel.

#### 4.2.3.2.2.1.2 Inclusions d'origine anthropique et biogénique

Le comptage sur les lames minces a aussi mis en évidence de nombreuses inclusions, anthropiques et biogéniques, dans les unités du secteur 63. Globalement, on distingue la présence de (Nicosia, 2008) :

- Charbons de bois de feuillus fragmentés ( $< 10-15 \mu m$ ) (15-25 %) et grossiers ( $> 0,5 mm$ ) très nombreux sur toute la séquence. La fragmentation de certains charbons peut avoir une origine biologique mais aussi anthropique (vidanges de foyers, rejets d'activités artisanales liées au feu ...);
- D'os, brûlés ou non et parfois altérés par la digestion;
- Matériaux de construction tels que du mortier, dérivant *a priori* de la désagrégation de structures construites, et des briques, très abondantes sur toute la séquence;
- Cendres de bois en quantité modeste;
- Agrégats phosphatés très abondants à la base de la séquence. Ils se forment dans les étables ou dans des zones de concentration d'animaux à partir d'excréments formant des croûtes phosphatiques et utilisées comme fumier. Certains des fragments observés montre une morphologie semblable à celle de fragments de fumier décrits par MacPhail (1994) pour des sols où se pratique l'horticulture en contexte urbain;
- Vivianite (assez fréquente à la base de la séquence, puis diminution dans la partie supérieure) qui est un phosphate de fer se mettant en place en milieu réducteur (phase de mauvais drainage). Dans le contexte lié au Terres Noires, ce phosphate de fer a pu se mettre en place dans des milieux tels que des latrines, des fosses à fumier, des dépôts d'ordures ou encore sur des zones de concentration du bétail (étables ...);
- Bionodules calcaires produits par des vers de terre très fréquents sur l'ensemble de la séquence. Leur origine est secondaire, ce qui signifie que le matériel présent dans les Terres Noires dérive en partie d'horizons enrichis en déchets anthropiques et en agrégats phosphatés;
- Inclusions de fragments de sol très fréquentes à la base de la séquence. Ces inclusions concernent des agrégats issus du substratum alluvial naturel du site (probablement exhumé pendant des opérations de creusement et d'apport de matériel) et des agrégats du même type mélangés à du fumier.

L'importance relative des inclusions anthropiques et biogéniques comptées dans les lames minces est récapitulée dans le tableau 4.20.

Echantillon	Charbon fragmenté (<10-15 µm)	Charbon grossier (>0,5 mm)	Cendre	Os	Mortier	Brique	Céramique	Agrégat phosphaté	Vivianite	Bionodule calcaire
<b>6028</b> (169,97 m)	+	+++	++	++	++	++	++	++	-	++
<b>6029</b> (169,87 m)	+	+++	++	++	++	++	++	+	-	++
<b>6030</b> (169,79 m)	+	+++	+	++	++	++	+	+	-	++
<b>6031</b> (169,71 m)	++	+	+	++	+	+++	+	++	+	+
<b>6032</b> (169,61 m)	+	+	-	+	+	+	+	++	+	+
<b>6033</b> (169,50 m)	++	+	-	+	+	++	+	+++	++	++
<b>6034</b> (169,44 m)	++	++	-	+	+	+++	+	+++	++	+
<b>6035</b> (169,38 m)	+	++	-	+	+	+++	+	+++	++	+

TABLE 4.20 – Tableau récapitulant l'importance relative des inclusions anthropiques et biogéniques comptées dans les lames minces pour les échantillons des parois Nord et Ouest du secteur 63 (Nicosia, 2008). Signification des symboles : +++ = forte quantité; ++ = quantité moyenne; + = quantité faible; - = aucune quantité. Les quantités les plus importantes sont surlignées en jaune pour chaque type d'inclusion (voir l'annexe IV pour le détail des comptages).

#### 4.2.3.2.2.1.3 Analyses chimiques

L'analyse chimique effectuée (Figure 4.167) montre une forte augmentation de la teneur de tous les éléments étudiés pour les unités 6034 et 6035 de la paroi Ouest. Cette augmentation indique un apport en matériel lié à des rejets d'activités domestiques (ordures, cendres de foyers, excréments humains et animaux). Tous ces matériaux sont très riches en carbone ainsi qu'en phosphore. La teneur en fer de ces deux unités reflète probablement celle du phosphore puisque nous avons vu précédemment que les augmentations de la teneur en vivianite de ces deux unités sont corrélées à des augmentations de la quantité et de la taille des agrégats phosphatés. La teneur en fer est aussi influencée par la présence de nombreux nodules d'(hydr)oxydes de fer dans ces unités.

Pour les unités de la paroi Nord, les teneurs en carbone et matière organiques augmentent du bas de la séquence vers le haut. Cette augmentation peut être liée à des processus pédogénétiques (formation d'un horizon de surface d'un sol) dans la partie supérieure du profil. La teneur en phosphore augmente également vers le haut de la séquence (mais moins que pour les unités 6034 et 6035) et doit être liée à l'apport de matériaux du type excréments. En revanche, la teneur en fer diminue du bas vers le haut du profil. Cette tendance est corrélée à une disparition progressive de la vivianite depuis l'unité 6033 jusqu'à l'unité 6028 où elle disparaît totalement.

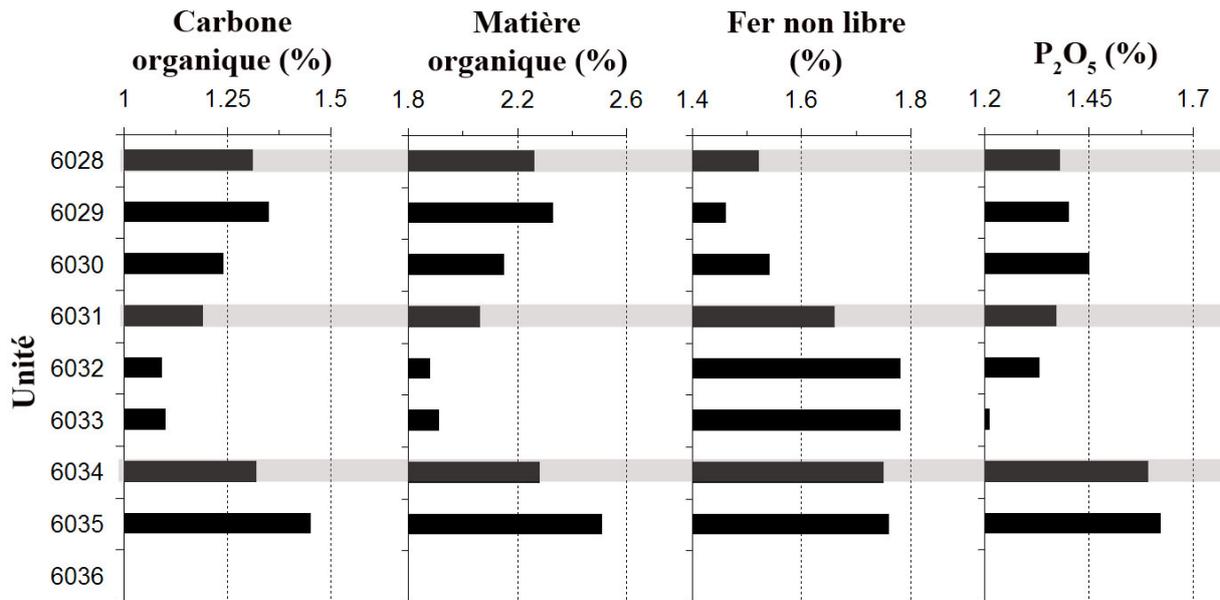


FIGURE 4.167 – Figure illustrant les teneurs en carbone et matière organiques, en fer non libre ainsi qu'en phosphore total pour les échantillons de Terres Noires récoltés dans le secteur 63 de la ZAC-Amphithéâtre (Metz).

#### 4.2.3.2.2.1.4 Interprétations de ces résultats

Les résultats de l'analyse micromorphologique effectuée sur les échantillons du secteur 63 permettent de découper la séquence en quatre parties (Nicosia, 2008) :

- L'unité 6035 (base de la séquence, paroi Ouest) peut être interprétée selon lui comme un horizon agricole (horticulture) associé à l'usage intensif du fumier. En effet, les nombreux agrégats phosphatés observés sont caractéristiques des aires de concentration du bétail. À cela s'ajoute la présence de nombreux phytolites\* et de fragments de matériel provenant des substrats alluviaux naturels du site. Leur utilisation se faisait probablement dans le fond des étables (Langohr, 2001). Des excréments de carnivores et omnivores sont aussi présents ainsi que des sédiments anthropiques, en particulier des déchets d'activités domestiques (charbons, cendres, coquilles d'oeuf, fragments d'os et de matériel de construction). La forte désagrégation microstructurale de cette unité est à mettre en relation avec des pratiques agricoles (travail à la bêche) associées à des amendements, ou encore à une forte bioturbation syn- et post-dépositionnelle liée aux vers de terre.

La gestion du sol de l'unité 6035 fait penser aux sols de type « plaggen » (Langohr, 2001). Ces sols, communément rencontrés dans le Nord-Ouest de l'Europe (Davidson *et al.*, 2006), sont caractérisés par la présence d'un horizon *Ap* exceptionnellement épais et riche en matières organiques associé à l'usage de fumier, lui-même lié au parage du bétail. L'association des inclusions observées dans les lames minces de l'unité 6035 (fumier, déchets d'activités domestiques, excréments animaux) et leur utilisation pour les cultures (en particulier l'horticulture), est décrit dans les études géoarchéologiques en contexte médiéval et post-médiéval (MacPhail, 1994 ; Davidson *et al.*, 2006).

- Les unités 6034 (paroi Ouest) et 6033, 6032, 6031 (paroi Nord) montrent un changement dans les processus de formation des dépôts. Elles présentent encore les traces d'une utilisation à des fins agricoles, mais on relève un changement dans les apports. En effet, une plus forte augmentation de rejets d'activité domestique et de matériel de construction, et en

moindre quantité, de déchets d'activités artisanales utilisés en association au fumier produit dans les étables, a été observée. Ceci pourrait correspondre à un sol plus « urbanisé » (Davidson *et al.*, 2006). De plus, l'observation pendant l'échantillonnage d'une lentille de sable jaune d'origine alluviale suggère que l'augmentation de l'épaisseur du dépôt entre les unités 6034 et 6031 s'est aussi produite par de petits apports de sédiments alluviaux de façon occasionnelle ou saisonnière. Ces sédiments ont été par la suite remaniés au sein du dépôt par l'activité biologique et les pratiques agricoles.

- Les unités 6030, 6029 et la base de l'unité 6028 sont caractérisées par une microstructure polyédrique sub-anguleuse (6030) qui passe ensuite à grenue grossière (6029), une forte diminution des déjections d'enchytréides\* qui se concentrent habituellement dans les dix premiers centimètres du sol, une augmentation progressive des bionodes calcaires produits par les vers de terre dans la partie superficielle du sol et une texture légèrement plus fine que les unités sous-jacentes.

L'interprétation micromorphologique déduite de ces observations indique :

- Une augmentation rapide de l'épaisseur du dépôt liée par exemple à des apports en sédiments, au creusement et au remaniement du sol, au démantèlement d'édifices, à des rejets d'activités domestiques ;
- L'interruption des pratiques agricoles comme l'indique la forte diminution des agrégats phosphatés (fumier) tant dans leur nombre que dans leur taille ;
- Une domination des processus pédogénétiques, probablement liée à la végétation (MacPhail, 1994).

La partie supérieure de l'unité 6028 indique, comme pour les unités 6029 et 6030, un accroissement rapide des rejets d'activités domestiques, particulièrement riches en cendres et fragments de céramique. Seule la microstructure à chenaux différencie cette unité des deux unités sous-jacentes. Elle indique la mise en place de processus post-dépositionnels de bioturbation et de pédogenèse.

L'analyse micromorphologique a donc mis en évidence des occupations différentes du sol dans le secteur 63 selon les passes : activité agricole (horticulture) pour l'unité 6035, activité agricole pour les unités 6034 à 6031 mais à caractère plus « urbain », absence d'activité agricole et domination de la pédogenèse pour les unités 6030 à 6028. Ces différences d'occupation du sol sont-elles visibles d'un point de vue des propriétés magnétiques ?

#### 4.2.3.2.2.2 *Étude des propriétés magnétiques des Terres Noires du secteur 63*

##### 4.2.3.2.2.2.1 **Mesures de la susceptibilité magnétique et de sa dépendance fréquentielle**

Les mesures de la susceptibilité et de sa dépendance fréquentielle, ainsi que celles du taux de conversion, pour les échantillons du secteur 63, sont récapitulées dans la figure 4.168 (cf chapitre 3 pour le mode opératoire).

Les valeurs de la susceptibilité magnétique mesurées pour les unités du secteur 63 sont comprises entre 100 et  $180 \times 10^{-8} m^3/kg$ , mais la majorité des valeurs est comprise entre 120 et  $160 \times 10^{-8} m^3/kg$  (Figure 4.168). Ces valeurs sont donc bien plus fortes que celles mesurées pour les échantillons issus du substratum alluvial du site (cf partie 4.2.3.2.1.2.1). La susceptibilité augmente depuis l'unité 6036 à 6034 puis diminue progressivement quand on remonte la séquence depuis l'unité 6034.

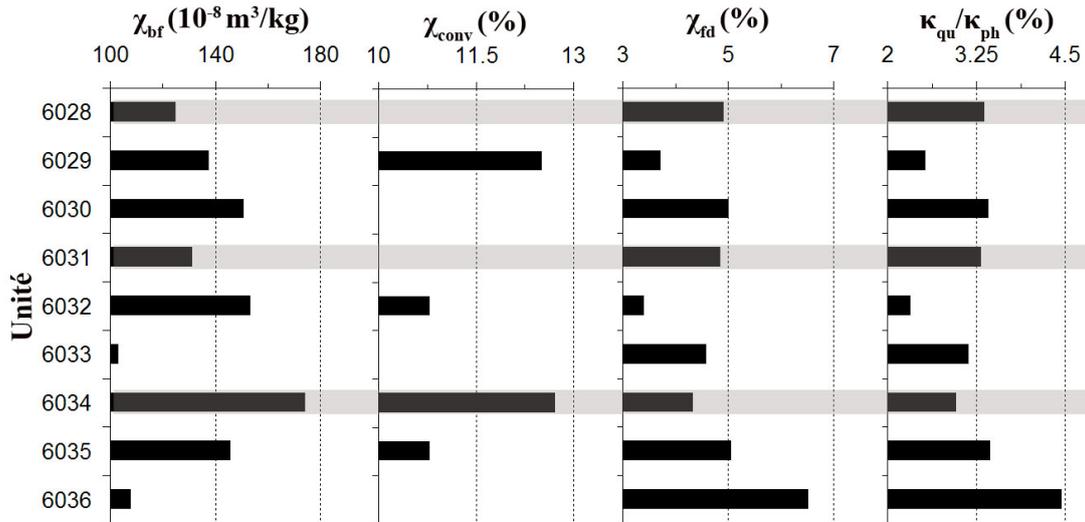


FIGURE 4.168 – Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), le taux de conversion ( $\chi_{conv}$ ), la dépendance fréquentielle de la susceptibilité ( $\chi_{fd}$ (%)) et le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  pour les échantillons de Terres Noires récoltés dans le secteur 63 de la ZAC-Amphithéâtre (Metz).

Les valeurs du  $\chi_{fd}$ (%) varient entre 3,5 et 6,5 % environ, avec une moyenne autour de 4 à 5 % (Figure 4.168). Les valeurs sont relativement homogènes pour ce paramètre malgré la plus forte valeur de l'unité 6036. Il en est de même pour le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  qui varie de la même façon que le  $\chi_{fd}$ (%) et dont les valeurs sont comprises entre 2,5 et 4,5 % environ. Ces résultats signifient que les Terres Noires du secteur 63 sont composées d'une quantité non négligeable de grains dont la taille se situe à la limite superparamagnétique/monodomaine et qui jouent un rôle dans la viscosité magnétique (Dearing *et al.*, 1996). Ces valeurs sont de l'ordre de grandeur de celles mesurées sur les échantillons du substratum alluvial (cf partie 4.2.3.2.1.2.1).

Les valeurs du taux de conversion obtenues pour les quatre unités étudiées, quoique beaucoup plus élevées que pour le substratum, ne sont pas très importantes et sont comprises entre 11 % et près de 13 % (Figure 4.168). Elles sont également hétérogènes le long du profil. Le potentiel magnétique de ces échantillons est loin d'avoir été utilisé. Les unités du secteur 63 n'ont donc pas été beaucoup transformées, ni soumises à de fortes chauffes.

#### 4.2.3.2.2.2 Courbes thermomagnétiques

Les unités 6030, 6031, 6034 et 6036 ont été chauffées sous air depuis la température ambiante jusqu'à 700°C avec un incrément de 20°C/minute, puis refroidies à la même vitesse (cf chapitre 3 pour le mode opératoire). Les courbes  $k - T$  correspondantes sont visibles sur la figure 4.169.

Trois types de courbes  $\kappa - T$  sont visibles en cours de chauffe :

- Les unités 6030 (haut de la séquence) et 6036 (bas de la séquence) montrent le même type de courbe  $\kappa - T$  : une légère décroissance progressive de  $\kappa$  entre 300 et 450°C et deux ruptures de pente sont visibles à partir de 525°C pour les deux courbes. Les températures de Curie sont de 550°C et 580°C ce qui indique la présence probable de titanomagnétite et de magnétite.
- L'unité 6031 montre une courbe  $\kappa - T$  très proche de celle des deux unités précédentes sauf que la chute de la susceptibilité après 500°C est moins forte que pour les unités 6030 et 6036 et qu'un seul point de Curie est visible. Sa valeur traduit la présence de

magnétite plus ou moins substituée. La non-réversibilité des courbes au cours du refroidissement partiel indique qu'il ne s'agit pas d'un pic d'Hopkinson autour de 500°C et que des transformations minéralogiques ont lieu. La présence de magnétite monodomaine d'origine bactérienne est cependant une hypothèse à considérer étant donné le contexte environnemental de mise en place de cette unité.

- L'unité 6034 montre une courbe  $\kappa - T$  en cours de chauffe caractérisée par une susceptibilité à température ambiante trois fois plus importante que les autres unités de la séquence. Elle montre également une augmentation progressive de la susceptibilité depuis la température ambiante jusqu'à 550°C environ, et la présence d'un pic assez large vers 550°C (grains assez gros?), suivie d'une chute brutale de  $\kappa$  après cette température. Sa température de Curie, de l'ordre de 580°C indique la présence de magnétite.

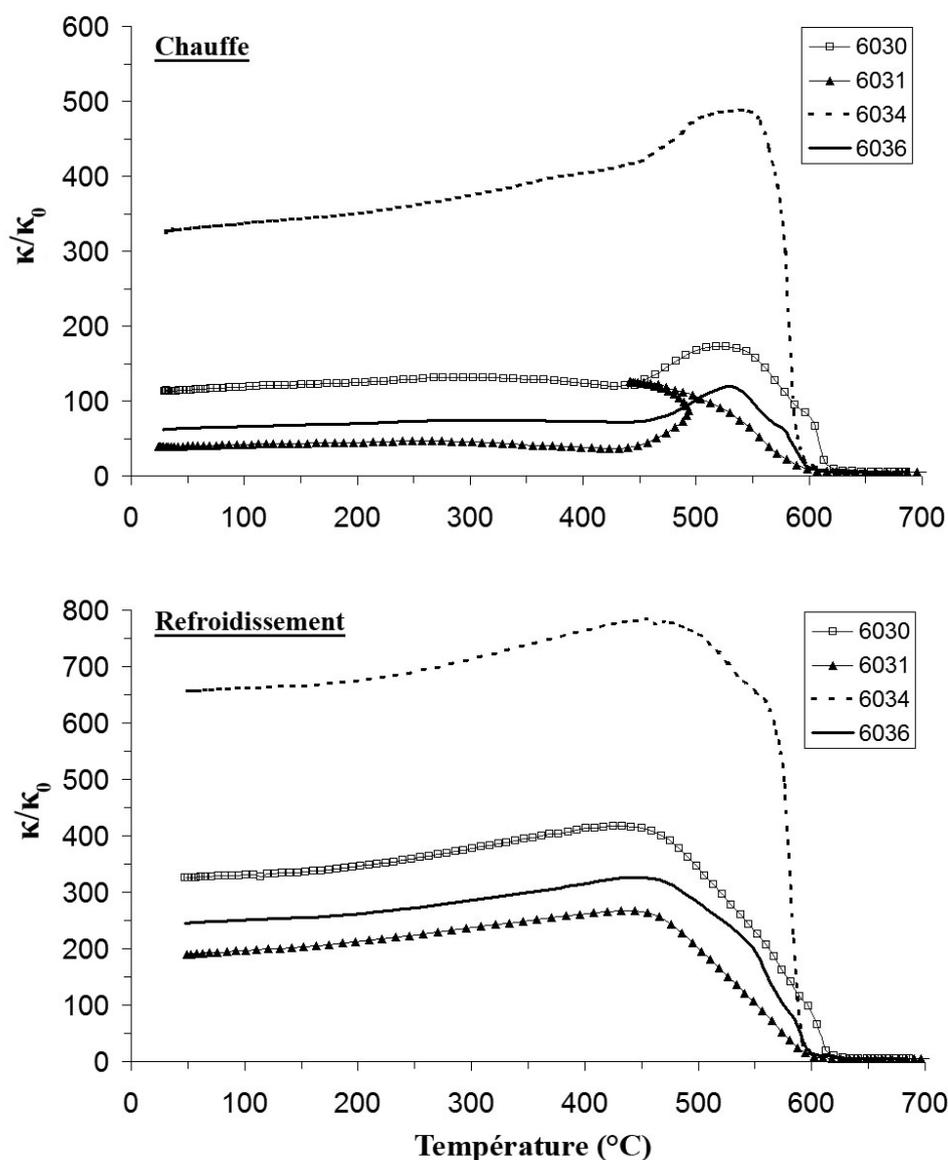


FIGURE 4.169 – Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air en cours de chauffe (figure du haut) et de refroidissement (figure du bas) pour quelques unités du secteur 63 (ZAC-Amphithéâtre, Metz). La susceptibilité mesurée  $\kappa$  est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante  $\kappa_0$ .

Les courbes  $\kappa - T$  obtenues pendant le refroidissement sont systématiquement au-dessus des courbes obtenues en cours de chauffe : il y a donc néoformation de minéraux ferrimagnétiques secondaires pendant la chauffe. Les températures de Curie pointent généralement pour de la magnétite, issue probablement de l'altération de minéraux argileux riches en fer, ainsi que pour des titanomagnétites pauvres en Ti (unité 6036).

#### 4.2.3.2.2.3 Mesures d'hystérésis et d'aimantation rémanente isotherme (ARI)

La figure 4.170 illustre les cycles d'hystérésis et les courbes d'ARI obtenus pour l'unité 6032 du secteur 63 (cf chapitre 3 pour le mode opératoire).

Toutes les unités du secteur 63 montrent le même comportement : la composante dia/paramagnétique est de l'ordre de  $60 \times 10^{-9} m^3/kg$  et les cycles sont un peu plus ouverts que pour les échantillons du substratum, mais ils restent suffisamment fermés pour traduire la présence de minéraux de coercitivités basses (Figure 4.170). L'absence de comportement dit « taille de guêpe » (Tauxe *et al.*, 1996) reflète probablement la présence de minéraux magnétiques de coercitivités proches. Les courbes d'ARI généralement observées pour les autres unités du secteur ressemblent à celle de l'unité 6032 (Figure 4.170) qui indique que la saturation est atteinte pour un champ modéré, de l'ordre de 100-200 mT : la rémanence est donc portée par des minéraux ferrimagnétiques. Comme pour les échantillons du substratum, il semble que la magnétite soit le principal minéral porteur de l'aimantation pour les unités du secteur 63.

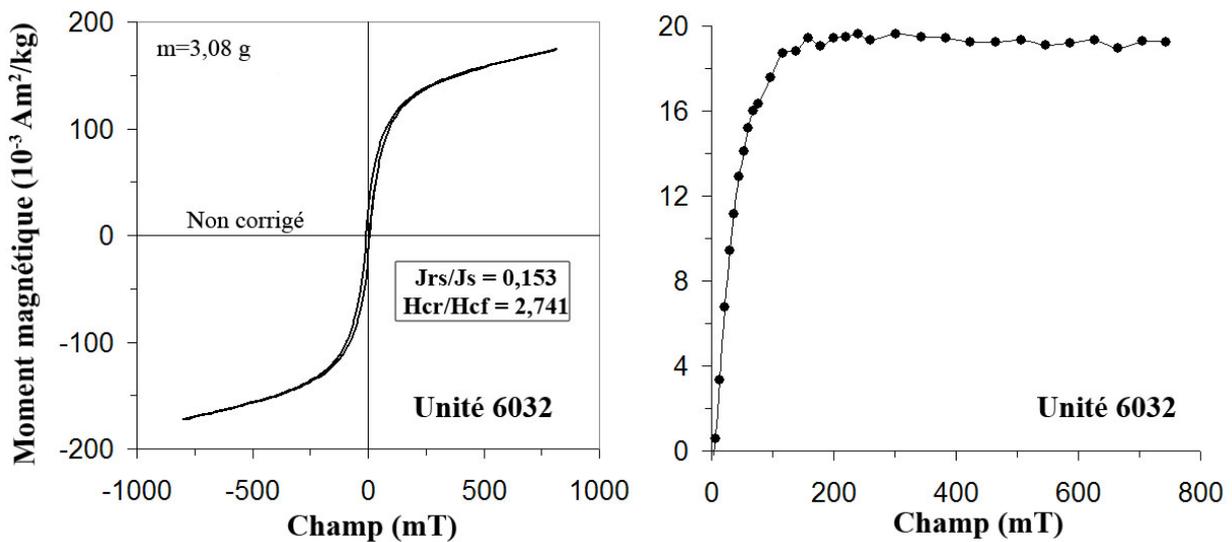


FIGURE 4.170 – Cycle d'hystérésis (non corrigé pour la contribution dia/paramagnétique) et courbe d'acquisition de l'aimantation rémanente isotherme pour l'unité 6032 du secteur 63 de la ZAC-Amphithéâtre (Metz).

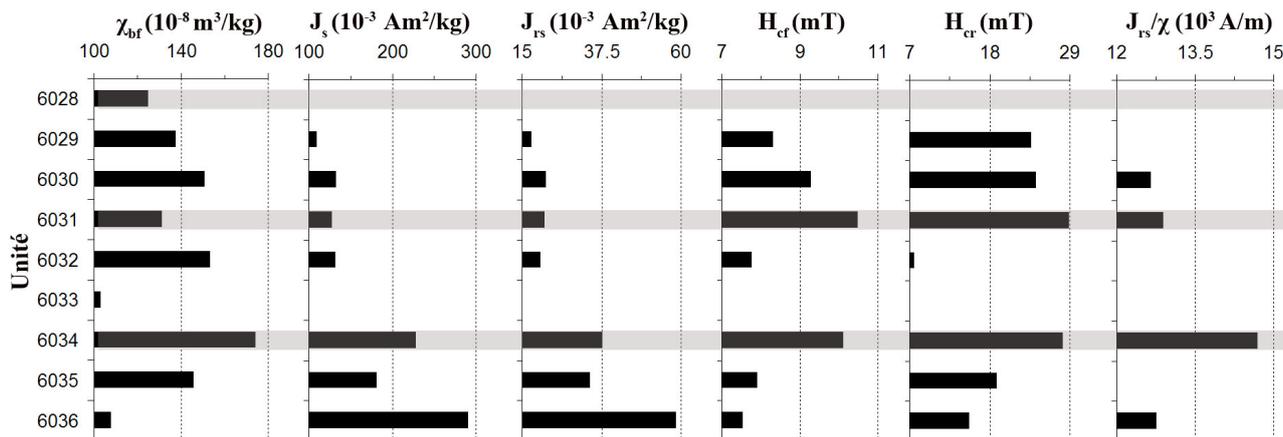


FIGURE 4.171 – Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), l'aimantation à saturation ( $J_s$ ), l'aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ), le champ coercitif ( $H_{cf}$ ), le champ coercitif rémanent ( $H_{cr}$ ) et le rapport de l'aimantation rémanente à saturation sur la susceptibilité magnétique ( $J_{rs}/\chi$ ) pour les échantillons de Terres Noires récoltés dans le secteur 63 de la ZAC-Amphithéâtre (Metz).

Les paramètres d'hystérésis déduits des cycles pour l'ensemble des unités du secteur 63 sont indiqués dans la figure 4.171.

Les paramètres  $J_s$  et  $J_{rs}$  montrent la même tendance le long de la séquence, à savoir de fortes valeurs pour les unités situées à la base de la séquence (6036 à 6034), et des valeurs deux fois moindres pour les unités supérieures (Figure 4.171). Cette tendance est la même que celle observée pour le  $\chi_{fd}$ (%) et le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  (Figure 4.168). Par contre, les paramètres  $H_{cf}$  et  $H_{cr}$  montrent globalement la même tendance que celle de la susceptibilité avec une croissance depuis l'unité 6036 à 6034, suivie d'une décroissance depuis l'unité 6034 jusqu'à l'unité 6029. Les valeurs du champ coercitif rémanent ( $H_{cr}$ ) sont caractéristiques de la magnétite monodomaine pour une taille de grains comprise entre 0,031 et 0,036  $\mu\text{m}$  (Hunt *et al.*, 1995; Roberts, 1995; Maher, 1988) et sont comparables à ceux observés pour le substratum alluvial (Tableau 4.18).

La répartition des différentes unités selon leur distribution en taille de grains est illustrée par les figures 4.172 et 4.173. Les unités du secteur 63 se situent dans la catégorie pseudo-monodomaine (Day *et al.*, 1977) mais les points s'éloignent de la catégorie polydomaine par rapport aux échantillons du substratum. Cela n'est pas surprenant si l'on se réfère aux courbes thermomagnétiques des échantillons du secteur 63 (Figure 4.169) qui indiquent la présence de magnétite *a priori* plus fine.

La figure 4.174 indique que les grains de magnétite présents dans les unités du secteur 63 sont plus petits que pour le substratum (4 à 8  $\mu\text{m}$  ici contre plus du double) et que la concentration en ces grains est également deux fois plus forte. Malgré une valeur moyenne autour de 0,1 %, la concentration en magnétite semble décroître depuis la base jusqu'en haut de la séquence. Cette tendance est la même que celle observée pour les paramètres  $J_s$  et  $J_{rs}$ , ainsi que pour le taux de fer non libre.

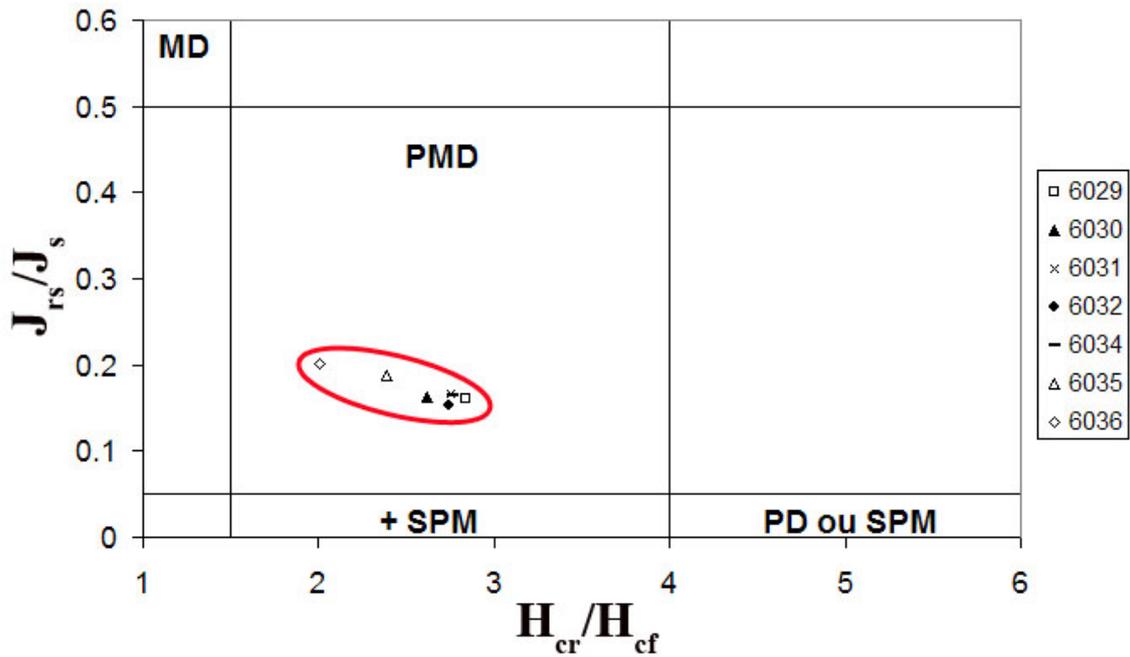


FIGURE 4.172 – Diagramme de Day (Day *et al.*, 1977) indiquant la répartition des unités du secteur 63 en fonction des rapports  $J_{rs}/J_s$  et  $H_{cr}/H_{cf}$ . MD : monodomaine; PMD : pseudo-monodomaine; PD : polydomaine; SPM : superparamagnétique.

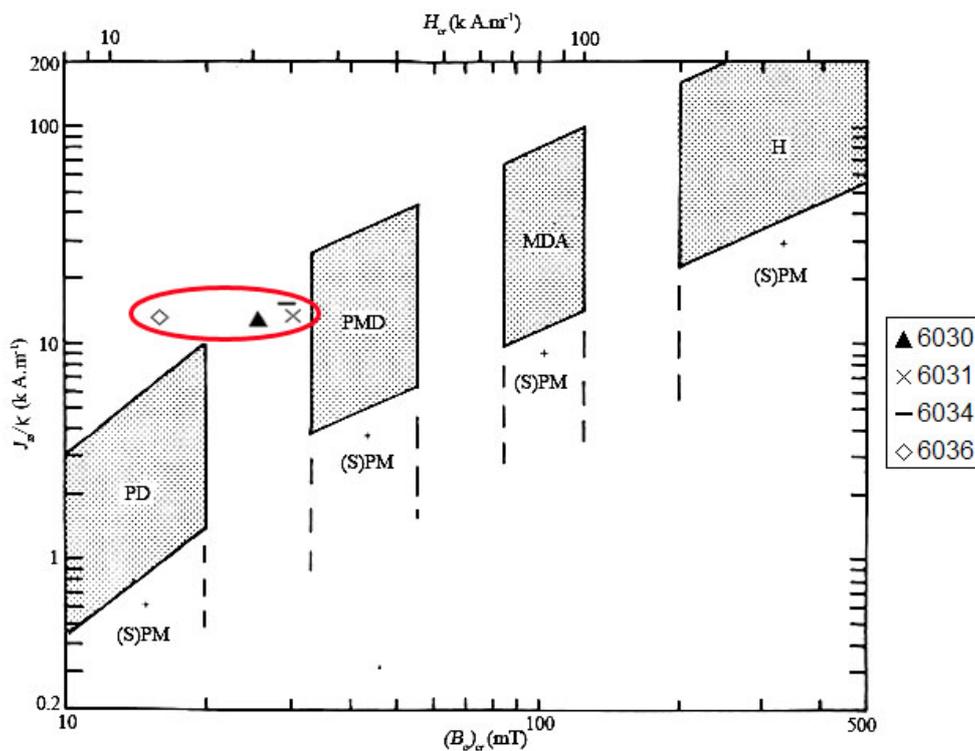


FIGURE 4.173 – Diagramme de la représentation du rapport  $J_{rs}/k$  en fonction de  $H_{cr}$  (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986) pour les échantillons de Terres Noires récoltés dans le secteur 63 de la ZAC-Amphithéâtre (Metz). Les magnétites polydomaines (MD pour « multidomain » en anglais), pseudo-monodomaines (PSD pour « pseudo single-domain » en anglais) et monodomaines allongées (ESD pour « elongated single-domain » en anglais) se situent dans la moitié gauche du diagramme. L'hématite (H) se situe en haut à droite du diagramme. Les mélanges contenant des grains (super)paramagnétiques se situent davantage dans la partie inférieure.

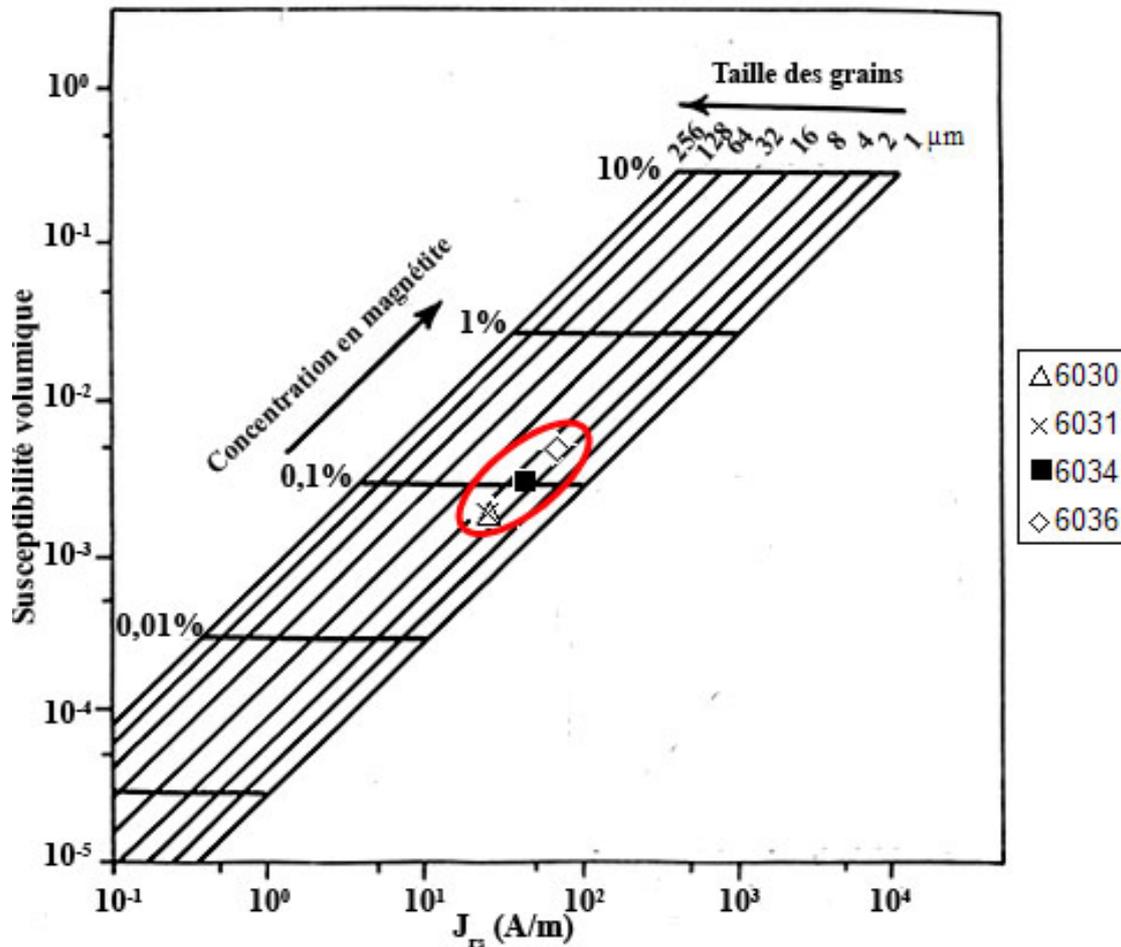


FIGURE 4.174 – Diagramme bilogarithmique indiquant la relation entre susceptibilité magnétique volumique ( $\kappa$ ) et aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ) pour quelques unités du secteur 63 (ZAC-Amphithéâtre, Metz). La grille sur laquelle sont placés les points pour notre étude est établie pour de la magnétite pure. L'amplitude de  $\kappa$  renseigne sur la concentration en magnétite tandis que le rapport  $\kappa/J_{rs}$  renseigne sur la taille des grains (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986).

#### 4.2.3.2.2.4 Mesures de la viscosité magnétique dans le domaine temporel

Des mesures de la viscosité magnétique dans le domaine temporel ont été réalisées sur toutes les unités du secteur 63 à l'aide d'un MVM (cf chapitre 3 pour le mode opératoire).

Les résultats obtenus pour quatre unités représentatives (7093, 7097, 7100 et 7102) sont présentés dans la figure 4.175.

Les unités du secteur 63 montrent toutes les mêmes droites que celles illustrées par la figure 4.175. Leur pente est en  $t^{-1,1}$ . Les unités se différencient les unes des autres par les amplitudes (donc par l'abondance des grains magnétiques visqueux), comme nous l'avons déjà vu avec le  $\chi_{fd}(\%)$  et le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$ . L'uniformité de la loi de décroissance pour les unités du secteur 63 traduit donc l'uniformité de la fonction de répartition des particules intervenant dans le phénomène de viscosité pour la gamme de temps considérée (10-100  $\mu s$ ).

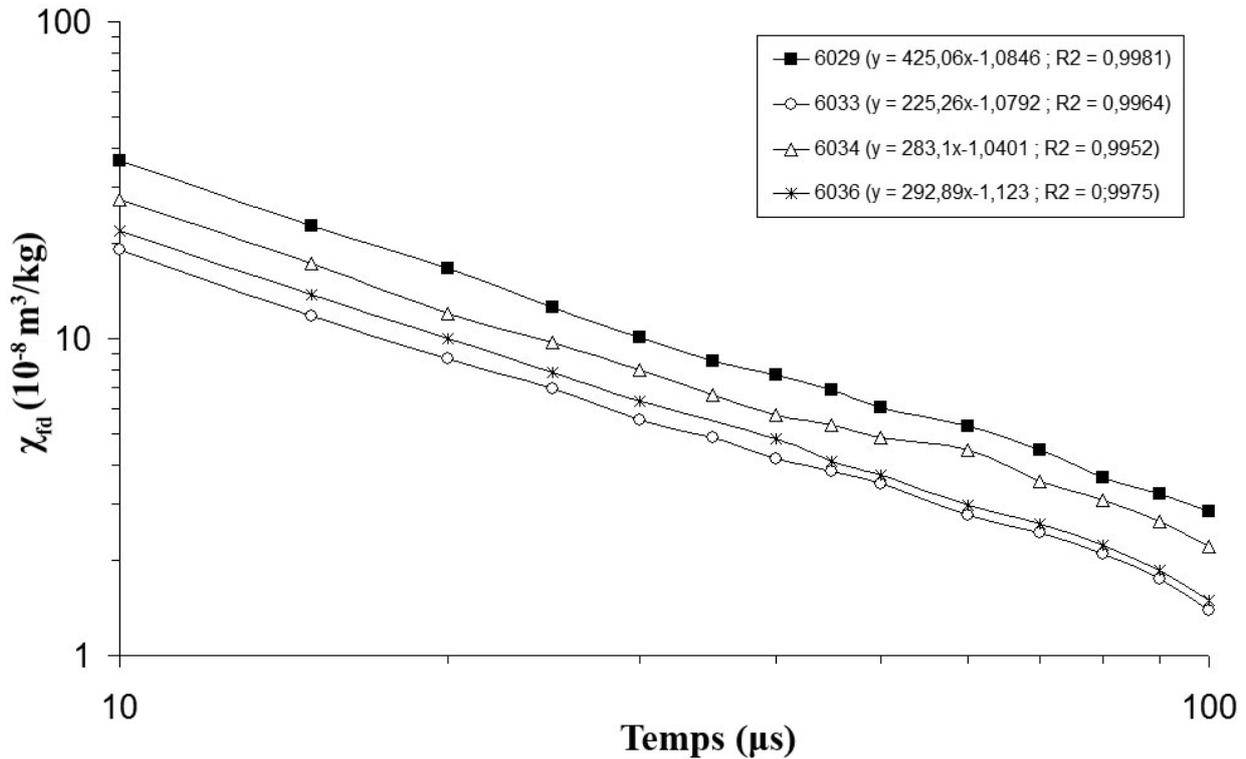


FIGURE 4.175 – Figure illustrant la viscosité magnétique dans le domaine temporel de quelques unités du secteur 63. L'équation des droites et le coefficient de corrélation sont indiqués pour les différentes unités en haut à droite de la figure.

#### 4.2.3.2.3 Étude des Terres Noires du secteur 61

Le secteur 61 se situe à une vingtaine de mètres au Sud-Est du secteur 63 (Figure 4.159). Le carré d'étude fait 3,5 m de côté. La paroi étudiée sur ce carré, d'une hauteur d'environ 70 cm, comprend dix-neuf unités (Figure 4.176). Certaines zones situées à la même altitude ont été échantillonnées deux fois (par exemple les unités 6054 et 6055 situées toutes les deux à 169,26 m, figure 4.176 (b)). Dans ce cas, nous n'avons pris en compte qu'un seul échantillon sur les deux. Les analyses micromorphologique et chimique ont été réalisées sur des regroupements d'unités. Sept grands regroupements ont été effectués (Figure 4.176), mais la présentation de l'ensemble des résultats pour ce secteur sera faite individuellement pour chaque unité.

Une étude de la répartition chronologique des tessons du secteur 61 (Tableau 4.21) montre que les unités 6023 et 6027 (partie supérieure de la séquence) sont riches en tessons modernes et contemporains, tandis que les unités sous-jacentes 6038 à 6061 alternent entre des tessons datant du Haut Empire\* et du Bas Empire.

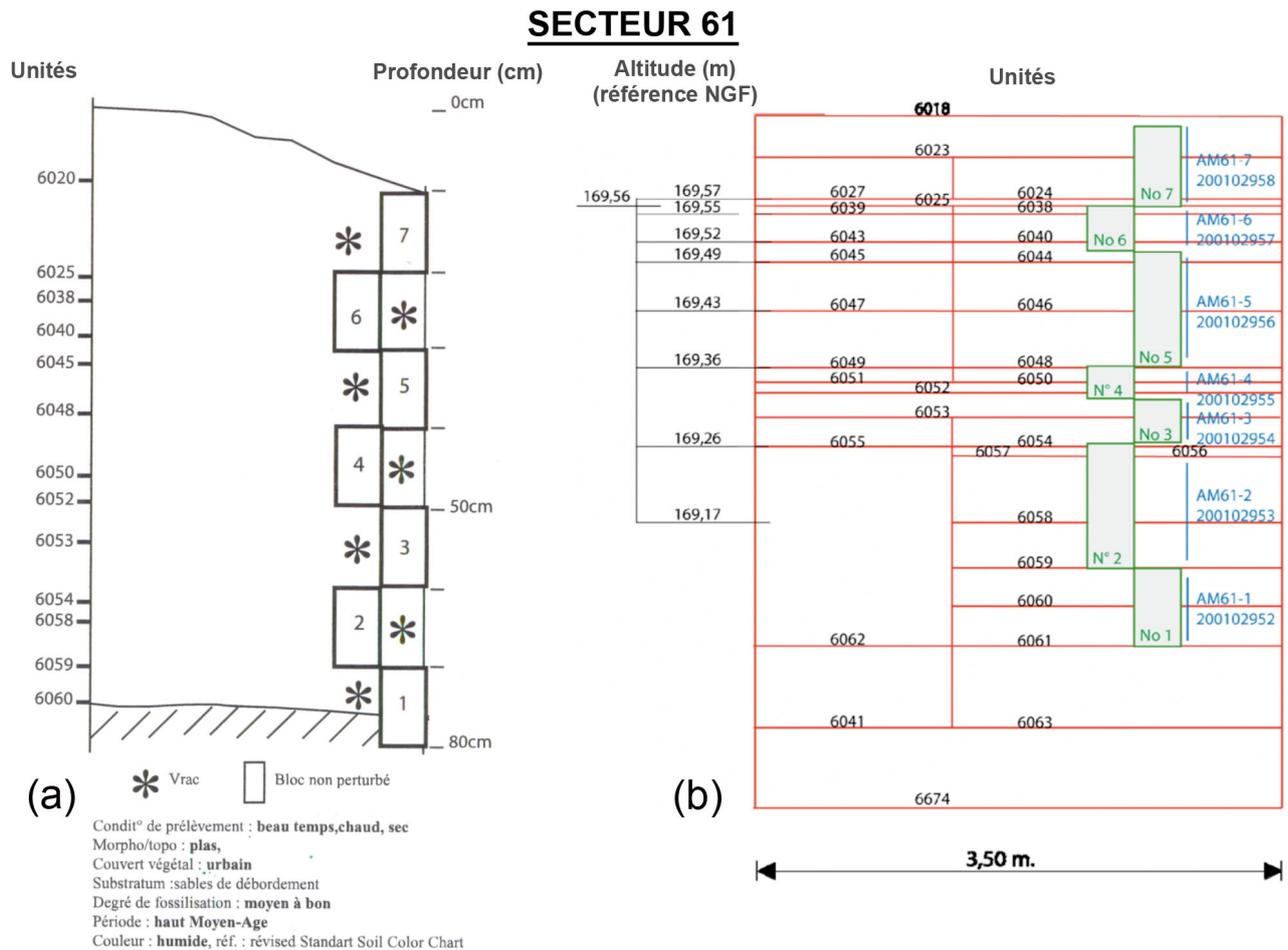


FIGURE 4.176 – (a) : Positionnement des prélèvements effectués dans le secteur 61 ; (b) : Positionnement altimétrique des échantillons prélevés dans le secteur 61 (en vrac, pour les lames minces (carrés verts) et pour les analyses chimiques (en bleu)). Pour ce secteur, certains échantillons ont été regroupés par passes de deux ou trois dans le cadre des études de lames minces et des analyses chimiques (Nicosia, 2008).

	<i>Haut-empire</i>	<i>Bas-empire</i>	<i>Haut Moyen-âge</i>	<i>Moyen-âge</i>	<i>Moderne et contemporain</i>
6023	3	5			104
6024	5	5			22
6025	11	13			196
6027	1	5			33
6038	9	10			1
6039		1			
6040	5	8			
6043	7	7			
6044	10	5			4
6045	3	3			
6046	3	12			
6047	6	2			
6048	8	8			
6049	3	3			
6050	5	21			3
6051	4	2			
6052	11	7			4
6053	8	23			
6054	16	27			
6055	7	4			
6056	5	19			1
6058	15	11	1		
6059	19	20	1		
6060	28	20	1		
6061	25	11	3		

TABLE 4.21 – Répartition chronologique des tessons trouvés dans les différentes unités du secteur 61. La période présentant le plus de tessons a été surlignée en jaune pour chaque unité (Nicosia, 2008).

#### 4.2.3.2.3.1 Étude micromorphologique du secteur 61

L'étude des lames minces a permis d'identifier les principales caractéristiques pédologiques des Terres Noires récoltées sur la paroi du secteur 61, ainsi que les types d'inclusions d'origine anthropique et biogénique.

##### 4.2.3.2.3.1.1 Caractéristiques pédologiques

Trois types de microstructure sont observés pour les unités du secteur 61 (Nicosia, 2008) :

- Les unités 6025 à 6045 (partie supérieure de la séquence) montrent une structure très « ouverte » (juxtaposition de microstructures moniques grossières à entassement de grains et de microagrégats, et grenues fines) ;
- L'unité 6048 est caractérisée par une structure grenue dominante et par l'augmentation de déjections d'enchytréides ;
- Les unités sous-jacentes 6050 à 6060 (partie inférieure de la séquence) montrent une

microstructure massive ou à chenaux juxtaposée à une microstructure polyédrique sub-anguleuse.

La texture des unités du secteur 61 est un peu plus limoneuse que celle des unités du secteur 63 qui apparaît plus sableuse. L'unité 6025, située dans la partie supérieure de la séquence, montre une augmentation du pourcentage de limon et de sable moyen. La texture est donc un peu plus fine dans la partie supérieure de la séquence et un peu plus sableuse à sa base. Des inclusions de sédiments provenant du substratum naturel (sables alluviaux) ont été observées en grande quantité dans la partie supérieure de la séquence. Associée à la présence de ces inclusions, on note une augmentation de la quantité en nodules d'oxyhydroxydes de fer se formant dans le substratum alluvial soumis à des conditions d'hydromorphie.

#### 4.2.3.2.3.1.2 Inclusions d'origine anthropique et biogénique

Comme pour les unités du secteur 63, de nombreuses inclusions d'origine anthropique et biogénique caractérisent les échantillons du secteur 61. Globalement, on trouve (Nicosia, 2008) :

- Des poussières de charbons (15-20 %) et des charbons grossiers de bois de feuillus qui sont responsables au moins en partie de la couleur sombre des Terres Noires de ce secteur (couleur brun noir, 10YR 2/2 généralement) ;
- Des os, souvent brûlés mais peu altérés par des processus de digestion ;
- Des matériaux de construction tels que des briques et du mortier non-altéré en quantité importante sur l'ensemble du profil ;
- Des cendres assez fréquentes constituées principalement d'agrégats très petits qui dérivent d'une combustion à basse température (par exemple celle des foyers domestiques) ;
- Des agrégats phosphatés peu nombreux et principalement de petite taille, sauf dans la partie supérieure de la séquence où les dimensions et les quantités augmentent et où l'on peut reconnaître de rares fragments de fumier ;
- Des bionodules calcaires en bien moins grande quantité que pour le secteur 63.

L'importance relative des différentes inclusions trouvées dans les unités du secteur 61 est résumée dans le tableau 4.22.

#### 4.2.3.2.3.1.3 Analyses chimiques

L'analyse chimique effectuée (Figure 4.177) montre une grande homogénéité des différents éléments pour les unités 6060 à 6025 (leur variation n'est que de 0,1-0,2 %). Par contre, les unités 6024 et 6023, situées dans la partie supérieure de la séquence, montrent des teneurs en carbone et phosphore sensiblement plus faibles que le reste de la séquence, tandis que la teneur en fer est plus élevée. Ces différences sont liées à l'apport de matériel provenant du substratum dans la partie supérieure de la séquence. En effet, les teneurs en carbone et matière organiques des unités 6023 et 6024 sont plus basses puisque le matériel du substratum qui les compose dérive d'horizons profonds du sol, donc moins soumis à l'activité biologique (végétation, faune). La teneur élevée en fer de ces deux unités provient au contraire de la forte quantité d'(hydr)oxydes de fer liée aux conditions d'hydromorphie du substratum et correspond à des nodules et à des revêtements ferromanganiques.

Echantillon	Charbon fragmenté (<10-15 $\mu\text{m}$ )	Charbon grossier (>0,5 mm)	Cendre	Os	Mortier	Brique	Agrégat phosphaté	Bionodule calcaire
<b>6023</b> (169,62 m)	+++	+++	+	+	+	+	++	-
<b>6024</b> (169,57 m)	+++	+++	+	+	+	+	++	-
<b>6025</b> (169,56 m)	+++	+++	+	+	+	++	++	
<b>6040</b> (169,52 m)	+++	+++	++	+	+	++	++	+
<b>6044</b> (169,49 m)	++	++	++	+	+	++	++	++
<b>6046</b> (169,43 m)	++	++	++	+	+	++	++	++
<b>6048</b> (169,36 m)	++	++	++	++	++	++	++	++
<b>6050</b> (169,34 m)	++	++	+	++	++	+	++	++
<b>6052</b> (169,33 m)	++	++	+	++	++	+	++	+
<b>6053</b> (169,30 m)	++	++	+	++	++	+	++	+
<b>6054</b> (169,26 m)	++	++	+	+	++	+	+	+
<b>6056</b> (169,25 m)	++	++	+	+	++	+	+	+
<b>6058</b> (169,17 m)	++	++	+	+	++	+	+	+
<b>6059</b> (169,12 m)	++	++	+	+	++	+	+	+
<b>6060</b> (169,07 m)	++	++	+	+	++	+	+	+
<b>6061</b> (169,03 m)	++	++	+	+	++	+	+	+

TABLE 4.22 – Tableau récapitulant l'importance relative des inclusions anthropiques et biogéniques comptées dans les lames minces pour les échantillons du secteur 61 (Nicosia, 2008). Signification des symboles : +++ = forte quantité; ++ = quantité moyenne; + = quantité faible; - = aucune quantité. Les quantités les plus importantes sont surlignées en jaune pour chaque type d'inclusion (voir l'annexe IV pour le détail des comptages).

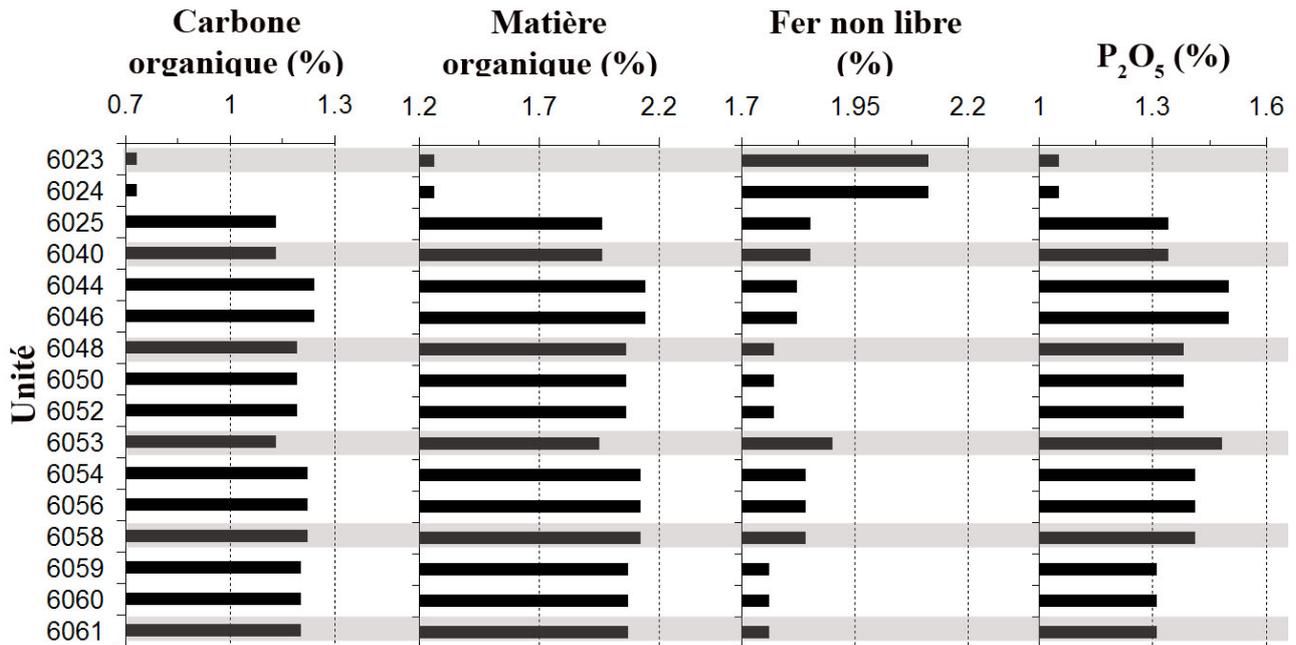


FIGURE 4.177 – Figure illustrant les teneurs en carbone et matière organiques, en fer non libre ainsi qu’en phosphore total pour les échantillons de terres noires récoltés dans le secteur 61 de la ZAC-Amphithéâtre (Metz).

#### 4.2.3.2.3.1.4 Interprétations de ces résultats

En se basant sur les analyses micromorphologiques des lames minces du secteur 61, il est possible de distinguer quatre grands ensembles d’unités (Nicosia, 2008) :

- Les unités 6060 à 6048 (base de la séquence) correspondent probablement à une surface extérieure aux habitations. Elles sont en effet caractérisées par une plus faible intensité de la fréquentation anthropique comme en témoignent les plus faibles quantités de cendres et de charbons pulvérisés. Les inclusions d’os et de céramique renvoient à des activités à caractère domestique. Un coprolithe de chien et un autre d’humain ont également été observés, tandis que les agrégats phosphatés liés aux pratiques agricoles sont absents.
- Les unités 6048 à 6044 correspondent probablement à une zone de passage, externe aux habitations, caractérisée par un degré d’anthropisation plus élevé que les unités sous-jacentes 6060 à 6048. En effet, des déchets d’activités domestiques (os, cendres) ont été observés ainsi que la présence de surfaces de piétinement comme en témoignent des vides planaires sub-horizontaux. Ces unités se terminent par une période de stabilité de la surface et la formation d’un horizon organo-minéral (*Ah*), lié à un humus de type Mull, comme en témoignent l’augmentation des bionodules, la structure granulaire fine et les déjections d’enchytréides.
- Les unités 6044 à 6038 sont composées d’une série d’apports de matériel issu du substratum naturel (sables alluviaux). Des fragments de fumier ont aussi été observés même si leur quantité est bien plus faible que pour les horizons associés aux pratiques agricoles (cf secteur 63). La structure de ces unités est particulièrement « ouverte » et désagrégée, et l’activité biologique y est très forte. Deux interprétations sont possibles pour ces unités : il peut s’agir d’un remblai de matériel hétérogène à l’intérieur duquel sont mélangés des sédiments issus de l’horizon agricole et du substratum ; il peut aussi s’agir d’un horizon

agricole *in situ* caractérisé par l'utilisation de fumier mélangé à du matériel du substratum, comme cela a été observé pour l'unité 6035 de la paroi Ouest du secteur 63. Cette seconde interprétation semble plus probable si l'on s'appuie sur le fait que les unités de ces deux secteurs appartiennent à la même période (Haut/Bas empire) comme en témoignent les tessons de céramique trouvés (Tableaux 4.19 et 4.21).

- L'unité 6025 (partie supérieure de la séquence) contient beaucoup de sédiments issus du substratum alluvial et se distingue des unités sous-jacentes par une discontinuité nette probablement liée à des opérations de creusement et de remaniement des matériaux.

#### 4.2.3.2.3.2 Étude des propriétés magnétiques des Terres Noires du secteur 61

##### 4.2.3.2.3.2.1 Mesures de la susceptibilité magnétique et de sa dépendance fréquentielle

Les valeurs de la susceptibilité magnétique et de sa dépendance fréquentielle, ainsi que celles du taux de conversion, pour les unités du secteur 61, sont résumées dans la figure 4.178 (cf chapitre 3 pour le mode opératoire).

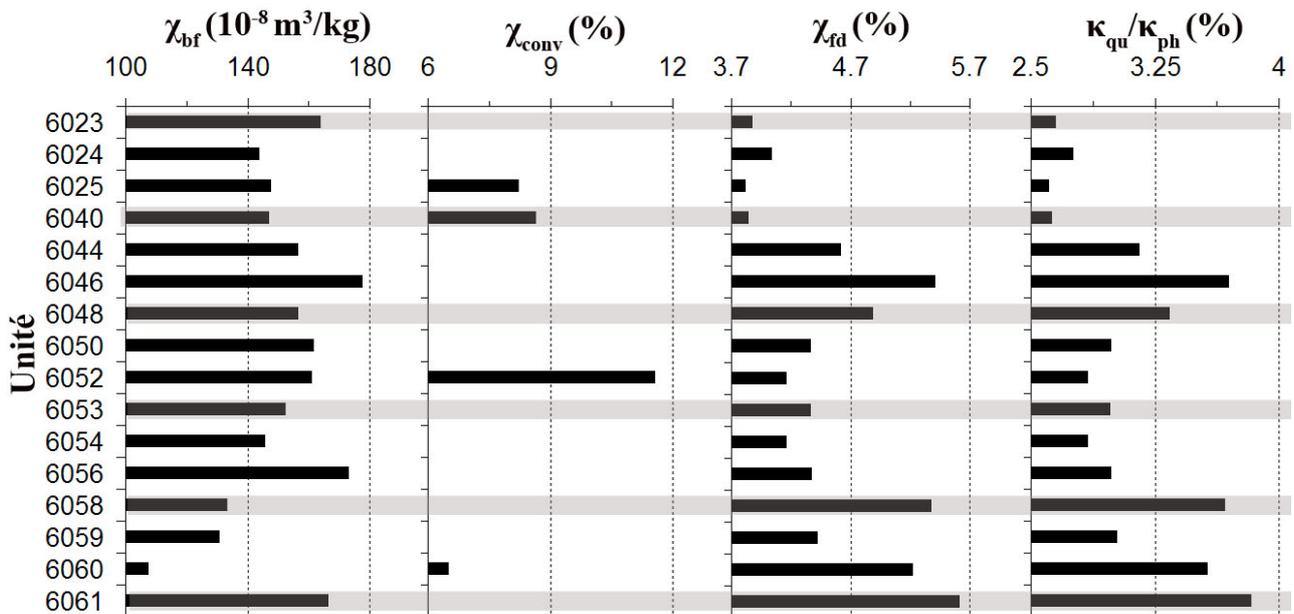


FIGURE 4.178 – Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), le taux de conversion ( $\chi_{conv}$ ), la dépendance fréquentielle de la susceptibilité ( $\chi_{fd}$ (%)) et le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  pour les échantillons de Terres Noires récoltés dans le secteur 61 de la ZAC-Amphithéâtre (Metz).

La susceptibilité magnétique basse fréquence mesurée pour les unités du secteur 61 est comprise entre  $100$  et  $180 \times 10^{-8} m^3/kg$  (Figure 4.178). Une majorité d'unités se situe entre  $130$  et  $160 \times 10^{-8} m^3/kg$  comme pour le secteur 63. Malgré quelques augmentations locales de la susceptibilité (unités 6061, 6056, 6046 et 6023), deux tendances se dégagent de l'évolution de  $\chi_{bf}$  : la susceptibilité augmente progressivement depuis la base de la séquence jusqu'à son milieu (unité 6060 jusqu'à 6052-6050), puis elle montre la tendance inverse du milieu jusque dans la partie supérieure de la séquence.

Le taux de conversion montre la même tendance que celle de la susceptibilité pour les quatre

échantillons étudiés. Les valeurs observées pour le secteur 61 sont de l'ordre de grandeur de celles obtenues pour le secteur 63 même si elles sont ici un peu plus faibles ( $8\% < \chi_{conv} < 12\%$ ).

Le  $\chi_{fd}(\%)$  et le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  ne montrent pas la même évolution que  $\chi_{bf}$ . Plusieurs groupes d'unités se distinguent (Figure 4.178) :

- Malgré la plus faible valeur des deux paramètres pour l'unité 6059, les unités 6061 à 6058 montrent les valeurs les plus fortes de la séquence pour le  $\chi_{fd}(\%)$  et le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  (5 % et 3,5 % respectivement) ;
- Les unités 6056 à 6050 montrent des valeurs assez homogènes et plus faibles que les unités sous-jacentes, de l'ordre de 4,5 % pour le  $\chi_{fd}(\%)$  et 3 % pour le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  ;
- Une augmentation sensible des deux paramètres a lieu entre les unités 6048 et 6044 ;
- La partie supérieure de la séquence (unités 6040 à 6023) montre les plus faibles valeurs de l'ordre de 4 % pour le  $\chi_{fd}(\%)$  et 2,7 % pour le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$ .

Ces résultats indiquent que les unités 6061 à 6058 et 6048 à 6044 contiennent davantage de grains jouant un rôle dans la viscosité magnétique que les autres unités. De plus, les groupements d'unités effectués sur la base des valeurs du  $\chi_{fd}(\%)$  et du rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  ressemblent à ceux déduits de l'interprétation micromorphologique. Ainsi, les unités supérieures de la séquence (6023 à 6025) contenant beaucoup de sédiments issus du substratum alluvial seraient les plus pauvres en grains magnétiques jouant un rôle dans la viscosité magnétique. Les unités sous-jacentes (6044 à 6048), caractérisées par le plus fort degré d'anthropisation de la séquence, sont parmi les plus riches en grains visqueux. Les unités 6050 à 6061, regroupées selon l'analyse micromorphologique comme correspondant à une surface extérieure aux habitations caractérisée par une plus faible intensité de l'impact anthropique, semblent constituées d'une quantité intermédiaire de grains visqueux. Cependant, les unités à la base de la séquence sont plus riches en ce type de grains, alors qu'elles ne montrent pas une anthropisation spécialement forte.

Pour résumer, il semble donc que le degré d'anthropisation joue un rôle non négligeable sur la quantité de grains intervenant dans la viscosité magnétique. Les valeurs du  $\chi_{bf}$ , qui montrent une tendance différente de celle des paramètres de viscosité, doivent trouver leur origine en partie dans la taille des grains magnétiques mais surtout dans la nature et la quantité des oxydes et/ou sulfures de fer.

#### 4.2.3.2.3.2.2 Mesures thermomagnétiques

La figure 4.179 illustre les courbes  $\kappa - T$  obtenues pour sept unités du secteur 61 chauffées sous air depuis la température ambiante jusqu'à  $700^\circ\text{C}$  avec un incrément de  $20^\circ\text{C}/\text{min}$  puis refroidies à la même vitesse (cf chapitre 3 pour le mode opératoire).

Toutes les unités du secteur 61 étudiées montrent le même type de courbes  $\kappa - T$  à la chauffe comme au refroidissement. Elles sont toutes caractérisées par la présence d'un pic de susceptibilité vers  $500^\circ\text{C}$  visible à la chauffe. Les différentes unités se distinguent les unes des autres seulement par leur susceptibilité initiale et la hauteur du pic à  $500^\circ\text{C}$ . Malgré une certaine difficulté à corrélérer ces deux paramètres avec l'altitude des unités, il semble que les unités 6023 et 6024 situées dans la partie supérieure de la séquence montrent les plus fortes susceptibilités à température ambiante et les plus hauts pics, par opposition aux unités situées à la base de la séquence (6053 et 6060 par exemple). Il est aussi à noter que les courbes  $\kappa - T$  obtenues pour les unités du secteur 61 montrent des pics à  $500^\circ\text{C}$  plus fins et plus hauts que ceux observés pour

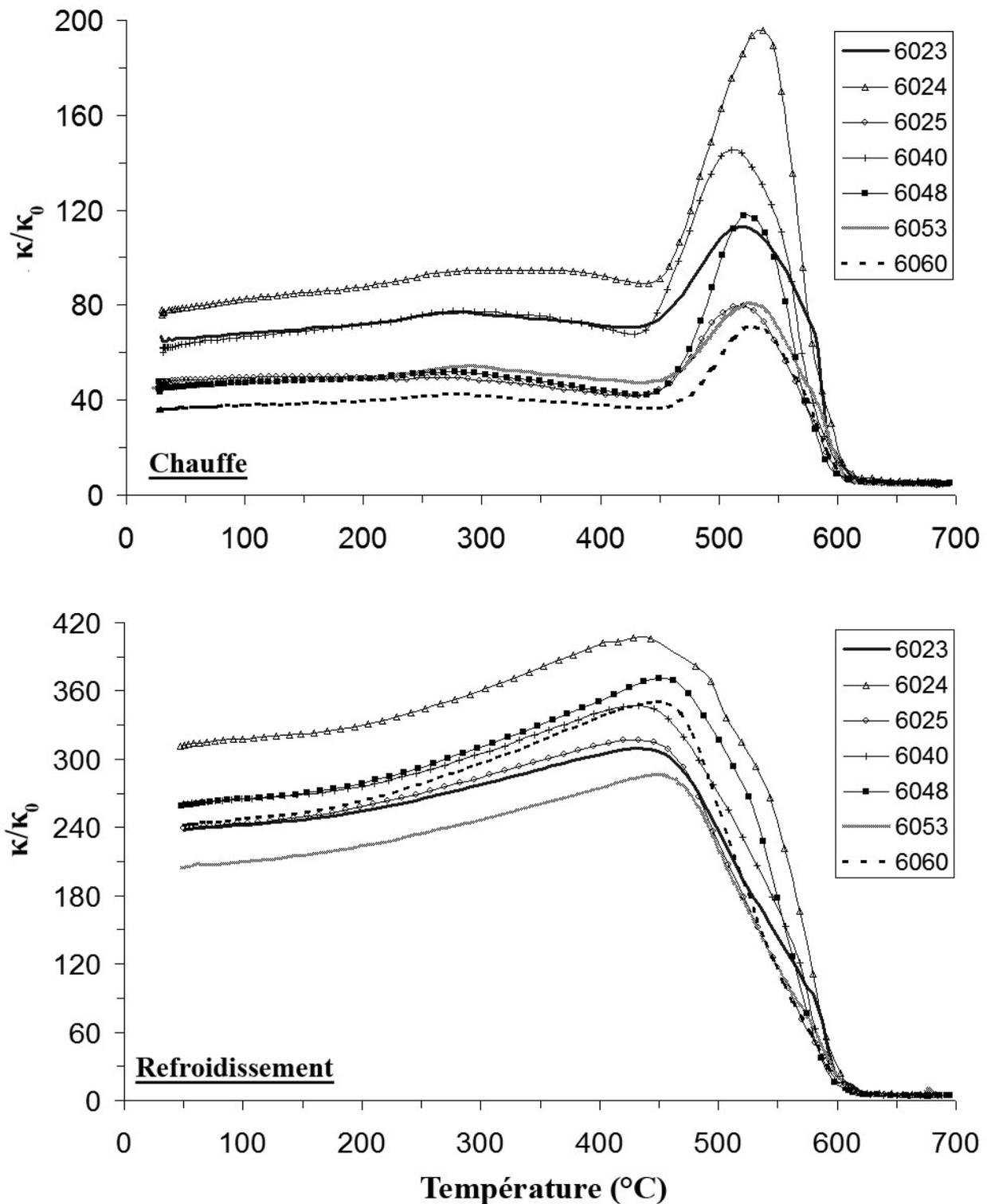


FIGURE 4.179 – Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air en cours de chauffe (figure du haut) et de refroidissement (figure du bas) pour quelques unités du secteur 61 (ZAC-Amphithéâtre, Metz). La susceptibilité mesurée  $\kappa$  est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante  $\kappa_0$ .

les unités du secteur 63. La présence de magnétite en grains un peu plus fins pour le secteur 61 n'est donc pas à exclure. D'après le contexte de formation de ces unités et l'omniprésence de la pédogenèse, la présence de magnétite monodomaine d'origine bactérienne est à envisager.

Les courbes  $\kappa - T$  obtenues au cours du refroidissement sont systématiquement au-dessus de celles obtenues pendant la chauffe : il y a donc néoformation de minéraux ferrimagnétiques secondaires pendant la chauffe. Une seule température de Curie est identifiable pour toutes les courbes : il s'agit de celle de la magnétite (plus ou moins substituée). Cependant, il est important de noter que l'ordre des différentes unités n'est plus le même qu'au cours de la chauffe. L'unité 6024 domine les autres d'un point de vue de la susceptibilité mais on trouve juste en dessous l'unité 6048 et non plus l'unité 6040 par exemple. Ce ne sont donc pas les unités les plus susceptibles et les plus riches en capacité de formation de magnétite par une chauffe qui produisent le plus de magnétite secondaire.

#### 4.2.3.2.3.2.3 Mesures d'hystérésis et d'aimantation rémanente isotherme (ARI)

La figure 4.180 illustre le cycle d'hystérésis et la courbe d'ARI acquis pour l'unité 6040 du secteur 61.

Les cycles d'hystérésis obtenus pour les différentes unités du secteur 61 ressemblent à celui de l'unité 6040 et à ceux des unités 63 : le cycle n'est pas très ouvert et la contribution dia/paramagnétique est de l'ordre de  $60 \times 10^{-3} m^3/kg$ . Aucun comportement dit « taille de guêpe » n'a été observé : les minéraux magnétiques présents dans les différentes unités présentent donc la même gamme de coercitivité. La courbe d'ARI de l'unité 6040 est également représentative de l'ensemble des unités du secteur 61. Sa saturation pour des champs modérés, de l'ordre de 200 mT, signe la présence de minéraux ferrimagnétiques en tant que porteurs de la rémanence. La magnétite est une fois de plus le minéral magnétique dominant.

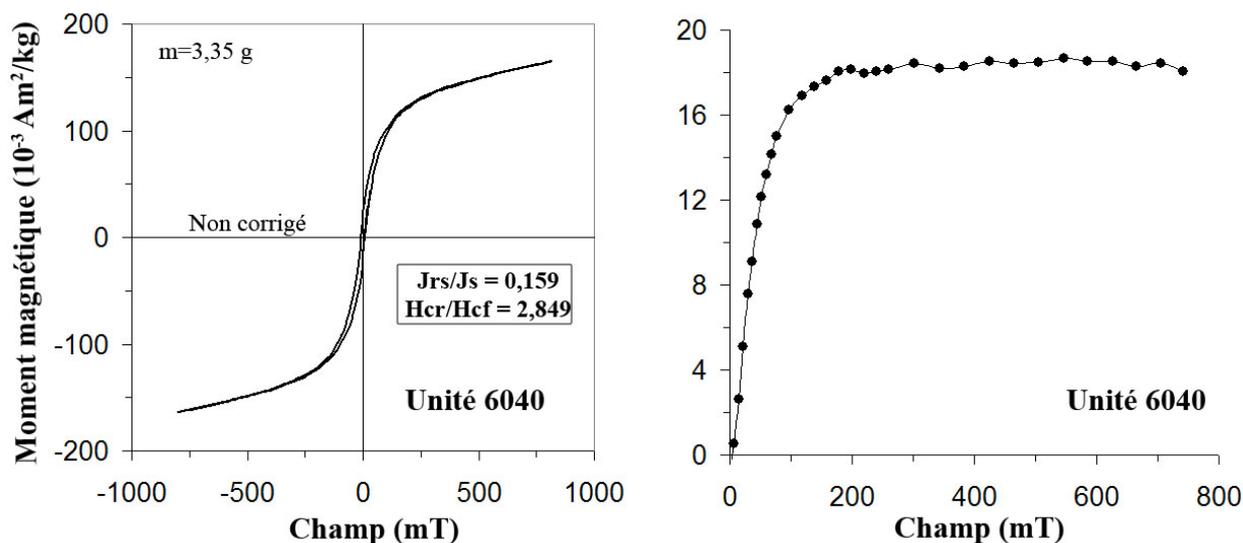


FIGURE 4.180 – Cycle d'hystérésis (non corrigé pour la contribution dia/paramagnétique) et courbe d'acquisition de l'aimantation rémanente isotherme pour l'unité 6040 du secteur 61 de la ZAC-Amphithéâtre (Metz).

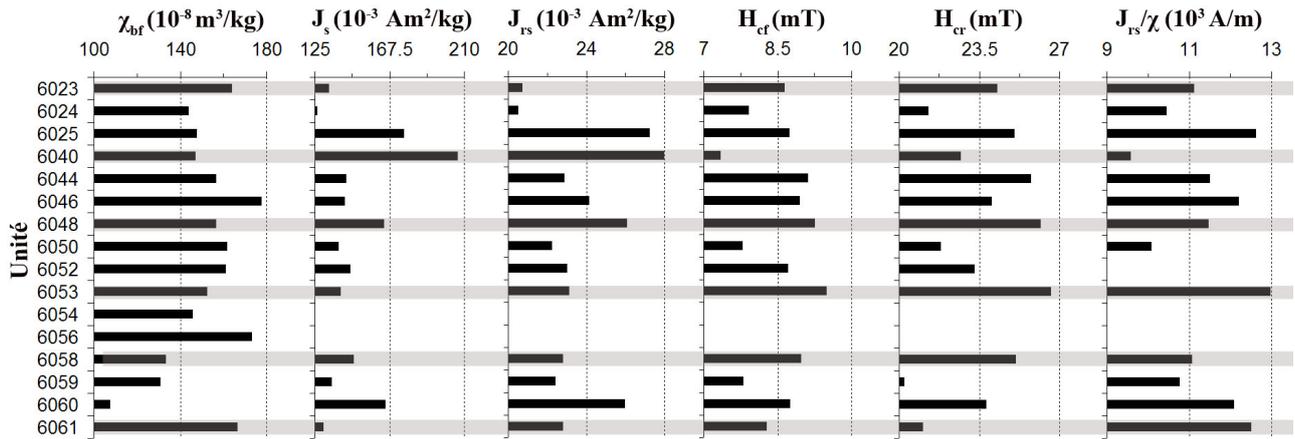


FIGURE 4.181 – Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), l'aimantation à saturation ( $J_s$ ), l'aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ), le champ coercitif ( $H_{cf}$ ), le champ coercitif rémanent ( $H_{cr}$ ) et le rapport de l'aimantation rémanente à saturation sur la susceptibilité magnétique ( $J_{rs}/\chi$ ) pour les échantillons de Terres Noires récoltés dans le secteur 61 de la ZAC-Amphithéâtre (Metz).

La figure 4.181, qui illustre les paramètres déduits des cycles d'hystérésis des différentes unités du secteur 61, montre que les paramètres  $J_s$  et  $J_{rs}$  ont les mêmes variations, tandis que les paramètres  $H_{cf}$  et  $H_{cr}$  en ont d'autres. Pour les paramètres d'aimantation comme pour ceux du champ, les valeurs sont très hétérogènes le long de la séquence du secteur 61 et leur interprétation est difficile.

Cependant, quelques unités semblent se distinguer des autres. Les unités 6061 à 6048 montrent des valeurs de  $J_s$  et de  $J_{rs}$  assez homogènes de l'ordre de  $150 \times 10^{-3} \text{ Am}^2/\text{kg}$  et  $23 \times 10^{-3} \text{ Am}^2/\text{kg}$  respectivement. À partir de l'unité 6048, une augmentation de ces paramètres a lieu, suivie d'une décroissance progressive qui permet de retrouver les valeurs obtenues à la base de la séquence. Une forte augmentation des deux paramètres a lieu à partir de l'unité 6040 pour retomber au plus bas dans la partie supérieure de la séquence (unités 6023 et 6024). Les groupements d'unités effectués sur la base des paramètres  $J_s$  et de  $J_{rs}$  ressemblent à ceux déduits de l'interprétation micromorphologique.

Ces groupements d'unités ne sont par contre pas visibles si l'on se base sur les paramètres  $H_{cf}$  et  $H_{cr}$  car les valeurs sont très hétérogènes. Cependant, une évolution de ces paramètres proche de celle de la susceptibilité magnétique est probable. Comme pour le substratum alluvial et le secteur 63, les valeurs de  $H_{cr}$  pour l'ensemble des unités du secteur 61 sont proches de celles obtenues pour de la magnétite monodomaine dont la taille des grains est comprise entre  $0,031$  et  $0,036 \mu\text{m}$  (Hunt *et al.*, 1995 ; Roberts, 1995 ; Maher, 1988).

Les figures 4.182 et 4.183 indiquent que les grains de magnétite présents dans les différentes unités du secteur 61 ont, comme pour les unités du secteur 63 et du substratum, une taille comprise au sein des pseudo-monodomains.

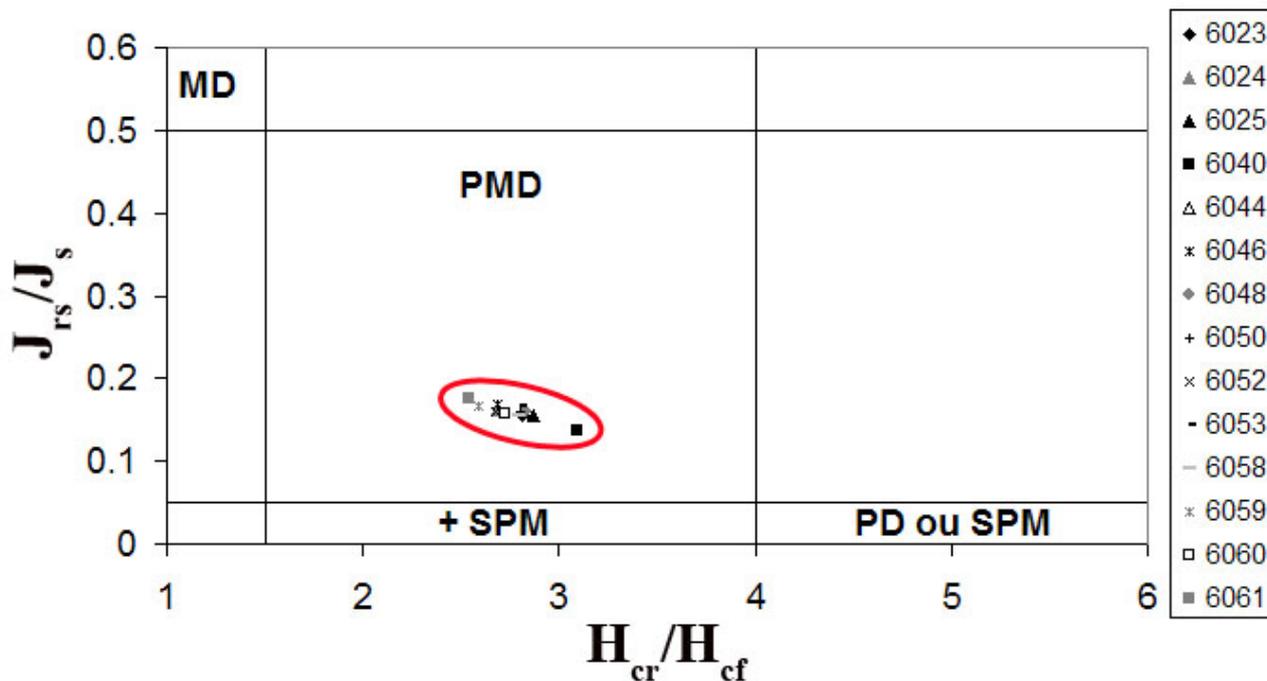


FIGURE 4.182 – Diagramme de Day (Day *et al.*, 1977) indiquant la répartition des unités du secteur 61 en fonction des rapports  $J_{rs}/J_s$  et  $H_{cr}/H_{cf}$ . MD : monodomaine ; PMD : pseudo-monodomaine ; PD : polydomaine ; SPM : superparamagnétique.

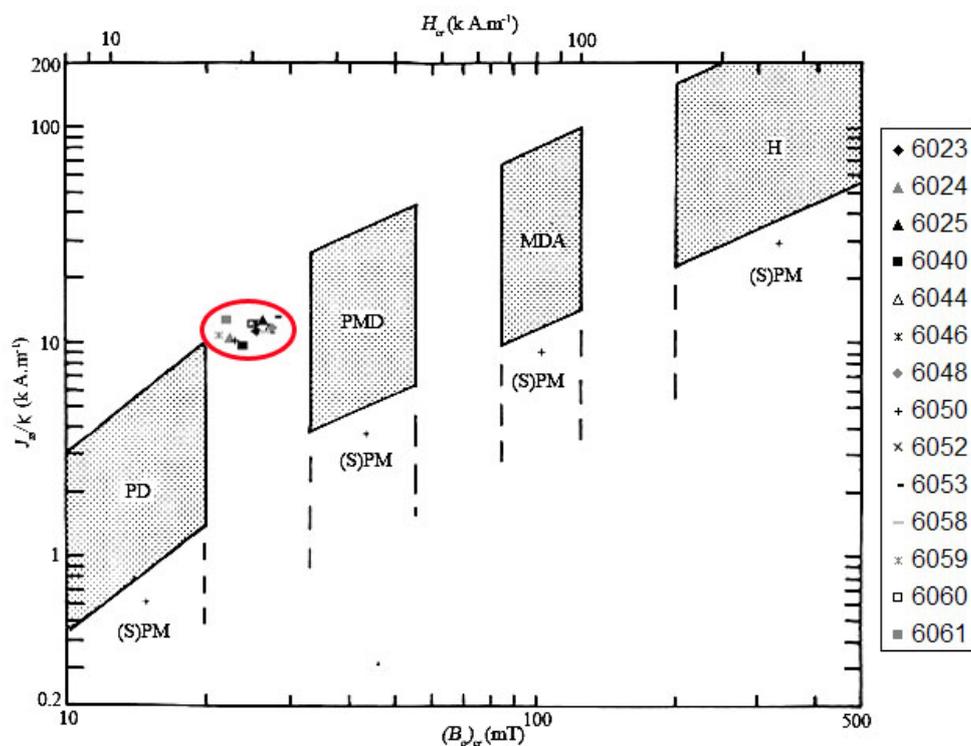


FIGURE 4.183 – Diagramme de la représentation du rapport  $J_{rs}/k$  en fonction de  $H_{cr}$  (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986) pour les échantillons de terres noires récoltés dans le secteur 61 de la ZAC-Amphithéâtre (Metz). Les magnétites polydomaines (MD pour « multidomain » en anglais), pseudo-monodomaines (PSD pour « pseudo single-domain » en anglais) et monodomaines allongées (ESD pour « elongated single-domain » en anglais) se situent dans la moitié gauche du diagramme. L'hématite (H) se situe en haut à droite du diagramme. Les mélanges contenant des grains (super)paramagnétiques se situent davantage dans la partie inférieure.

La figure 4.184 indique une homogénéité dans la concentration ( $\sim 0,1\%$ ) comme dans la taille des grains de magnétite ( $\sim 8\ \mu\text{m}$ ) pour les unités du secteur 61. Ces résultats sont semblables à ceux obtenus pour les unités du secteur 63.

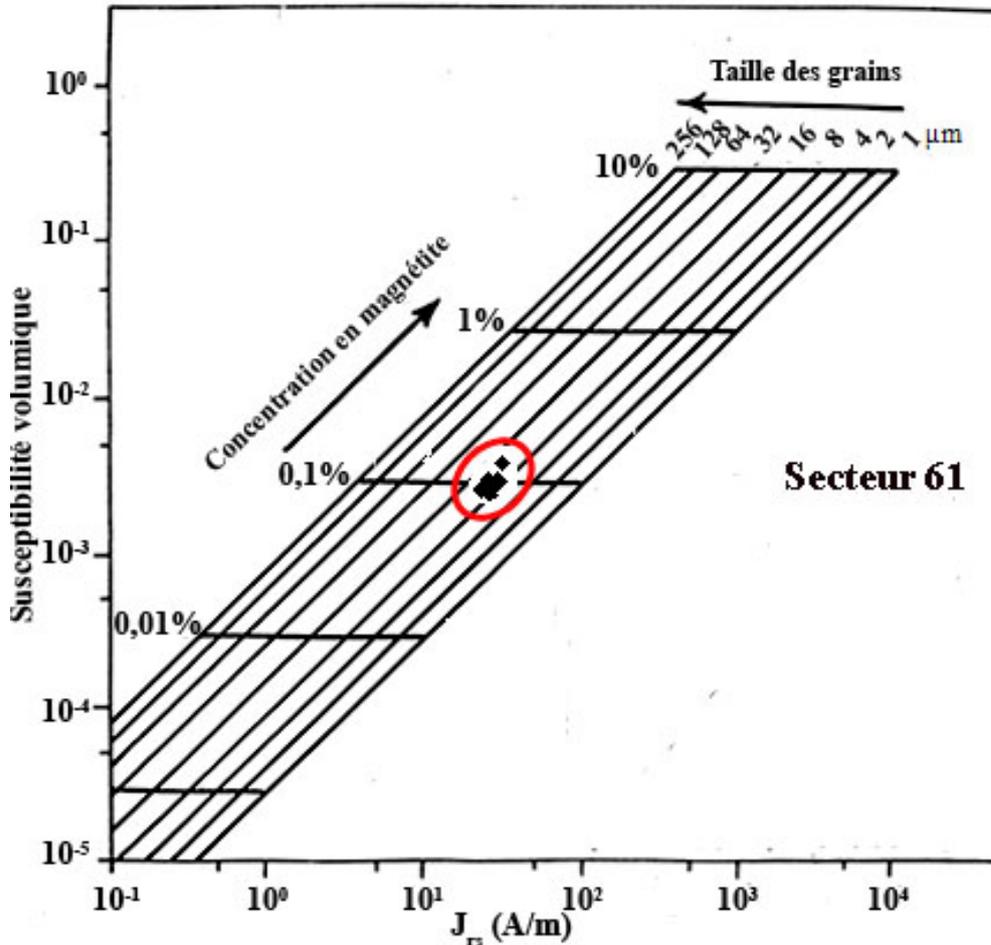


FIGURE 4.184 – Diagramme bilogarithmique indiquant la relation entre susceptibilité magnétique volumique ( $\kappa$ ) et aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ) pour les unités du secteur 61 (ZAC-Amphithéâtre, Metz). La grille sur laquelle sont placés les points pour notre étude est établie pour de la magnétite pure. L'amplitude de  $\kappa$  renseigne sur la concentration en magnétite tandis que le rapport  $\kappa/J_{rs}$  renseigne sur la taille des grains (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986).

#### 4.2.3.2.3.2.4 Mesures de la viscosité magnétique dans le domaine temporel

Des mesures de la viscosité magnétique dans le domaine temporel ont été réalisées sur toutes les unités du secteur 61 à l'aide d'un MVM (cf chapitre 3 pour le mode opératoire).

Les résultats obtenus pour quatre unités représentatives (6024, 6040, 6046 et 6056) sont présentés dans la figure 4.185.

Les unités du secteur 61 montrent, comme pour celles du secteur 63, les mêmes droites que celles illustrées par la figure 4.185. Leur pente est en  $t^{-1,1}$ . L'amplitude (donc par l'abondance des grains magnétiques visqueux) de l'unité 6024 se différencie des autres passes, plus groupées. Ceci confirme les valeurs du  $\chi_{fd}(\%)$  et du rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  précédemment obtenues (Figure 4.178). Les grains, responsables de la viscosité pour la gamme de temps considérée, sont donc les mêmes dans l'ensemble des unités du secteur 61.

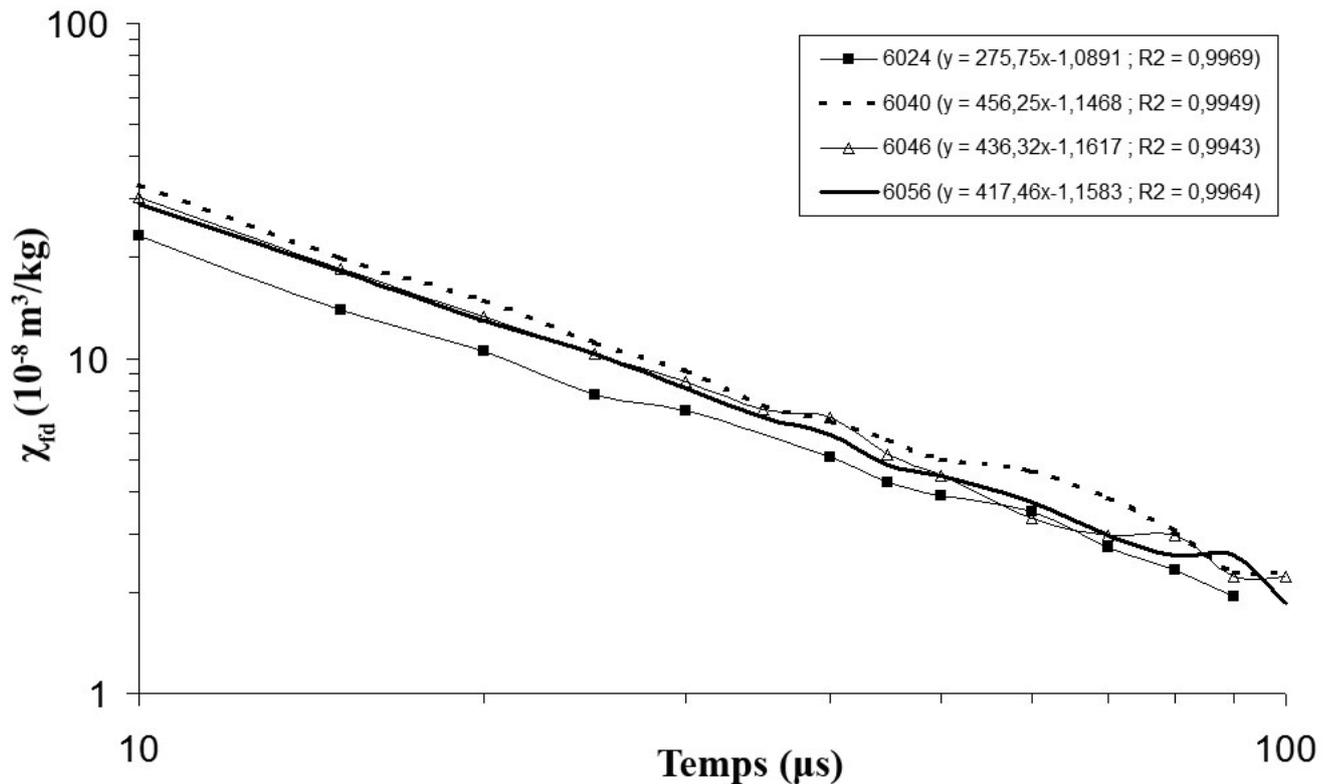


FIGURE 4.185 – Figure illustrant la viscosité magnétique dans le domaine temporel de quelques unités du secteur 61. L'équation des droites et le coefficient de corrélation sont indiqués pour les différentes unités en haut à droite de la figure.

#### 4.2.3.2.4 Étude des Terres Noires du secteur 71

Le secteur 71 se situe à une trentaine de mètres au Sud des secteurs 63 et 61 (Figure 4.159). Le carré d'étude fait 4 m de côté. La paroi étudiée sur ce carré, d'une hauteur d'environ 80 cm, comprend treize unités (Figure 4.186). Parmi elles, dix nous ont été fournies pour les études en laboratoire, à savoir les unités 7094 à 7103.

Une étude de la répartition chronologique des tessons de céramiques du secteur 71 (Tableau 4.23) montre que les unités 7093 à 7099 et l'unité 7101 (partie supérieure et milieu de la séquence) sont plus riches en tessons datant du Moyen Âge, tandis que l'on se place plutôt dans la période du Haut Moyen Âge pour l'unité 7100 et dans le Haut Empire pour les unités 7102 et 7103 correspondant à la base de la séquence.

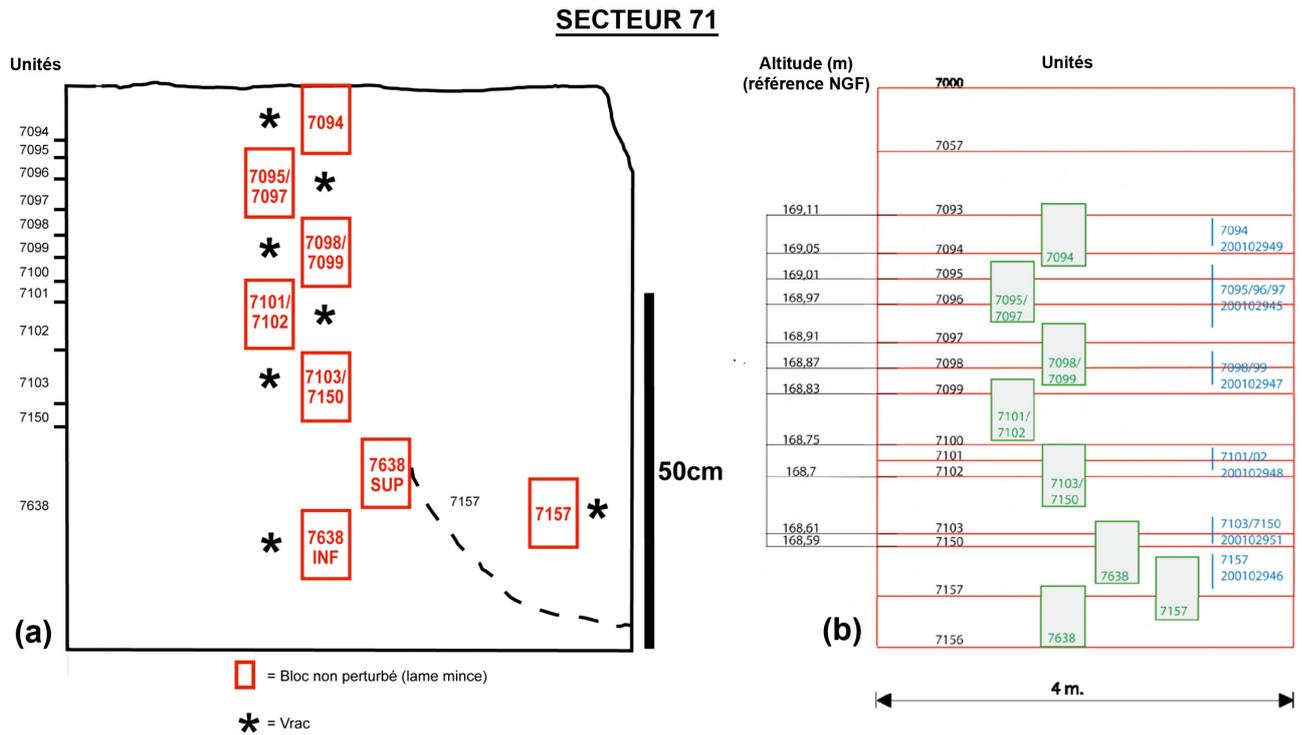


FIGURE 4.186 – (a) : Positionnement des prélèvements effectués dans le secteur 71 ; (b) : Positionnement altimétrique des échantillons prélevés dans le secteur 71 (en vrac, pour les lames minces (carrés verts) et pour les analyses chimiques (en bleu)). Pour ce secteur, certains échantillons ont été regroupés par passes de deux dans le cadre des études de lames minces et les analyses chimiques.

	<i>Haut-empire</i>	<i>Bas-empire</i>	<i>Haut Moyen-âge</i>	<i>Moyen-âge</i>	<i>Moderne et contemporain</i>
7093	14	1		25	13
7094	8		4	40	12
7095	2	3		19	5
7096	11	4	2	23	4
7097	4	9	6	15	3
7098	6	9	7	27	26
7099	9	5	6	24	10
7100	4	7	10	6	2
7101	8	3	10	13	7
7102	21	8	13	16	4
7103	25		2	3	

TABLE 4.23 – Répartition chronologique des tessons de céramiques trouvés dans les différentes unités du secteur 71 et classification selon la période historique concernée. La période présentant le plus de tessons a été surlignée en jaune pour chaque unité (Nicosia, 2008).

#### 4.2.3.2.4.1 Étude micromorphologique du secteur 71

L'étude des lames minces a permis d'identifier les principales caractéristiques pédologiques des Terres Noires de la paroi du secteur 71, ainsi que les types d'inclusions d'origine anthropique et biogénique.

##### 4.2.3.2.4.1.1 Caractéristiques pédologiques

Deux types de microstructure s'observent pour les unités étudiées dans le secteur 71 (Nicosia, 2008) :

- Les unités 7101 à 7103 montrent une structure grenue fine juxtaposée aux microstructures moniques grossières et à entassement de grains et de microagrégats ;
- Les unités 7098-7099 et 7094-7097 montrent une structure grenue grossière dominante, à la différence près que les unités 7094 à 7097 montrent en plus une microstructure polyédrique sub-anguleuse. Les agrégats de l'ensemble de ces unités sont faiblement poreux. Des plages de microstructure massive sont aussi présentes, avec quelques fois des vides planaires horizontaux.

Les unités du secteur 71 ont une texture essentiellement sableuse (sables de quartz et de feldspaths), même si les unités 7095 à 7098 montrent une texture légèrement plus limoneuse et une couleur de la masse du fond moins sombre que la base de la séquence plus riche en graviers arrondis calcaires et siliceux.

##### 4.2.3.2.4.1.2 Inclusions d'origine anthropique et biogénique

Les inclusions d'origine anthropique et biogénique sont aussi nombreuses dans cette séquence. Globalement, le comptage effectué sur les lames minces des unités du secteur 71 a mis en évidence la présence de (Nicosia, 2008) :

- Charbons fragmentés ( $< 10\text{-}15\ \mu\text{m}$ ) (10-20 %) et grossiers ( $> 0,5\ \text{mm}$ ) de bois de feuillus. Ils sont nombreux dans la séquence comme pour les secteurs 63 et 61 ;
- D'os de petite dimension, brûlés ou altérés, dérivant probablement de restes culinaires ;
- Cendres distribuées de façon homogène le long de la séquence ;
- Matériaux de construction nombreux tels que des fragments de mortier (non-altérés) et des briques ;
- Quelques rares fragments de céramiques et de scories ;
- Agrégats phosphatés d'abondance et de taille différente selon la position dans la séquence. Ils sont dans tous les cas très rares et de très petite taille dans la partie supérieure de la séquence où la vivianite est également presque totalement absente ;
- Bionodules de calcaire assez présents surtout dans la partie supérieure du profil.

Le tableau 4.24 récapitule l'importance relative des différentes inclusions d'origine anthropique et biogénique trouvées dans les unités du secteur 71.

Echantillon	Charbon fragmenté (<10-15 $\mu\text{m}$ )	Charbon grossier (>0,5 mm)	Cendre	Os	Mortier	Brique	Céramique	Scorie	Agrégat phosphaté	Vivianite	Bionodule calcaire
7093 (169,11 m)	+	+	+	+	+	+	-	-	+	-	++
7094 (169,05 m)	+	+	+	+	+	+	+	+	+	-	++
7095 (169,01 m)	+	++	+	++	+	+	-	-	+	-	++
7096 (169,97 m)	+	++	+	++	+	+	-	-	+	-	++
7097 (169,91 m)	+	++	+	++	+	+	+	-	+	-	++
7098 (169,87 m)	+	++	+	++	+	+	-	-	++	++	++
7099 (169,83 m)	+	+	++	++	+	+	-	-	++	++	++
7100 (169,75 m)	+	+	++	+	+	+	+	-	++	++	++
7101 (169,725 m)	++	++	++	+	++	++	++	+	++	++	++
7102 (169,70 m)	++	++	++	+	++	++	++	-	++	++	++
7103 (169,61 m)	++	++	++	+	++	++	++	-	++	++	+

TABLE 4.24 – Tableau récapitulant l'importance relative des inclusions anthropiques et biogéniques comptées dans les lames minces pour les échantillons du secteur 71 (Nicosia, 2008). Signification des symboles : +++ = forte quantité; ++ = quantité moyenne; + = quantité faible; - = aucune quantité. Les quantités les plus importantes sont surlignées en jaune pour chaque type d'inclusion (voir l'annexe IV pour le détail des comptages).

#### 4.2.3.2.4.1.3 Analyses chimiques

L'analyse chimique effectuée (Figure 4.187) (Nicosia, 2008) montre une tendance générale d'augmentation des teneurs en carbone et matière organiques depuis la base de la séquence vers le haut. Ces données peuvent être associées au développement d'un sol dans la partie supérieure de la séquence. Cette hypothèse s'appuie sur la présence de microstructures grenue grossière et polyédrique sub-anguleuse dans l'intervalle entre les unités 7101 à 7094 et sur l'augmentation des bionodules calcaires dans l'intervalle 7102-7095.

Par contre, l'évolution de la teneur en phosphore est irrégulière et donc difficilement interprétable. Elle ne suit pas l'évolution de la teneur en agrégats phosphatés ni celle en vivianite\* le long du profil. Cela est probablement lié à une distribution hétérogène de ces inclusions dans les différents échantillons.

Le fer non libre montre une évolution inverse de celle observée pour le carbone et la matière organiques : sa quantité est bien plus élevée pour les unités 7101 à 7103 situées à la base de la séquence que pour les unités supérieures. Cette évolution semble être corrélée à l'évolution de la vivianite le long du profil puisque ce phosphate de fer disparaît en remontant la séquence à partir de l'unité 7095. La teneur en fer suit également la diminution de la quantité et de la taille des agrégats phosphatés quand on remonte le profil.

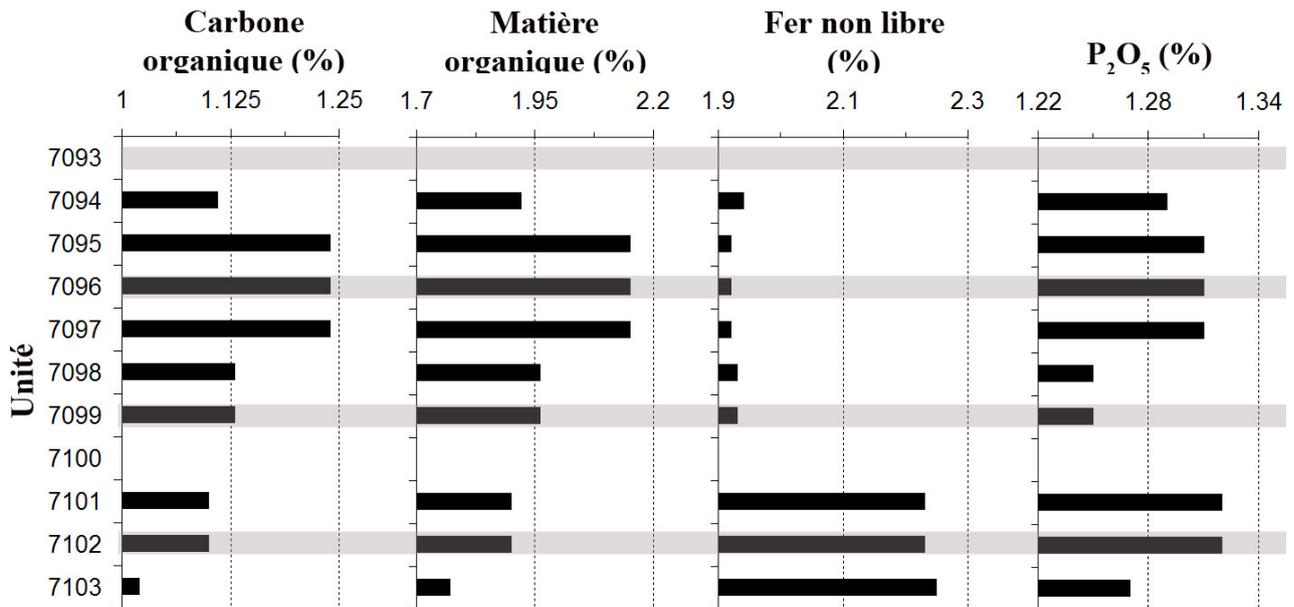


FIGURE 4.187 – Figure illustrant les teneurs en carbone et matière organiques, en fer non libre ainsi qu'en phosphore total pour les échantillons de terres noires récoltés dans le secteur 71 de la ZAC-Amphithéâtre (Metz).

#### 4.2.3.2.4.1.4 Interprétations de ces résultats

La mise en commun des résultats de l'analyse micromorphologique permet de distinguer deux grands ensembles parmi les unités du secteur 71 (Nicosia, 2008) :

- Les unités 7103 à 7101 (base de la séquence) correspondent probablement à un nouvel apport en sédiments anthropiques lié à des pratiques agricoles (horticulture) à caractère « urbain » telles que les unités 6034, 6033, 6032 et 6031 du secteur 63. Mais elle sont d'époque plus récente si l'on se base sur la chronologie des tessons de céramiques étudiés sur les deux secteurs (Tableaux 4.19 et 4.23). Cette interprétation s'explique tout d'abord par la présence d'une microstructure « ouverte » dans ces unités : il existe donc un brassage lié à l'activité biologique et probablement à des pratiques agricoles. L'apport de matériel est quant à lui indiqué par l'augmentation de certaines inclusions (graviers calcaires et siliceux, charbons, fragments de mortier, brique, céramique). De plus, la forte concentration en agrégats phosphatés, en fragments d'excréments de carnivores/omnivores et en vivianite traduit la présence de fumier dérivant du parcage d'herbivores.
- Les unités supérieures 7099 à 7094 semblent elles aussi correspondre à un nouvel apport en matériaux. Cette interprétation est fondée sur : 1) le changement de texture et de couleur de ces unités ; 2) l'augmentation des quantités d'os, de charbons grossiers et de fragments de coquilles ; 3) la forte diminution tant en nombre qu'en taille des agrégats phosphatés corrélée à la rareté de la vivianite ; 4) la microstructure massive ou avec des vides planaires liée à un piétinement.

Ces unités ont dû se former par l'accumulation de remblais issus de zones où les déchets dérivant d'activités domestiques (vidanges de foyers, restes culinaires) étaient initialement stockés. Des traces de piétinement sont visibles même si le remplissage semble s'être fait rapidement. On enregistre ensuite la formation d'un sol dans la partie supérieure du profil (unités 7095 à 7097) qui pourrait correspondre à une phase d'abandon de la zone avec

formation d'un horizon superficiel organo-minéral ( $A_1$  ou  $Ah$ , humus de type Mull) riche en déjections de vers de terre, en biondules et en coquilles de gastéropodes (MacPhail, 1994; Courty *et al.*, 1989).

#### 4.2.3.2.4.2 Étude des propriétés magnétiques des Terres Noires du secteur 71

##### 4.2.3.2.4.2.1 Mesures de la susceptibilité magnétique et de sa dépendance fréquentielle

Les valeurs de la susceptibilité magnétique et de sa dépendance fréquentielle, ainsi que celles du taux de conversion, pour les unités du secteur 71, sont résumées dans la figure 4.188 (cf chapitre 3 pour le mode opératoire).

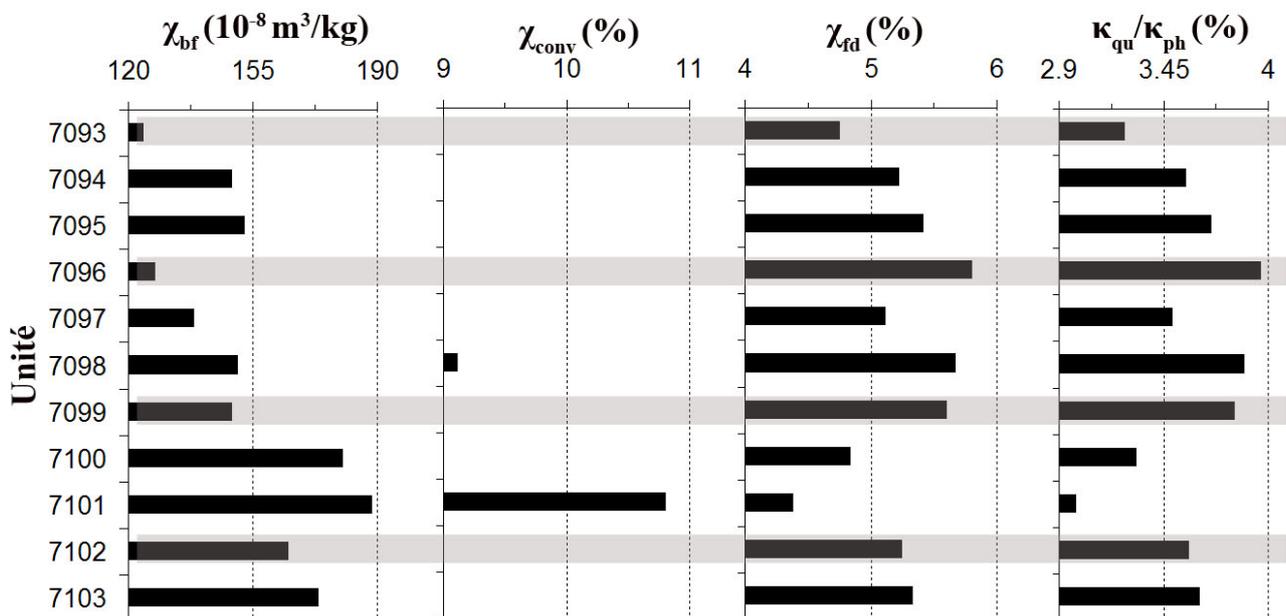


FIGURE 4.188 – Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), le taux de conversion ( $\chi_{conv}$ ), la dépendance fréquentielle de la susceptibilité ( $\chi_{fd}$ ) et le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  pour les échantillons de Terres Noires récoltés dans le secteur 71 de la ZAC-Amphithéâtre (Metz).

La susceptibilité magnétique basse fréquence mesurée pour les unités du secteur 71 est comprise entre 120 et  $190 \times 10^{-8} m^3/kg$  (Figure 4.188). Ces valeurs de l'ordre de grandeur de celles mesurées pour les secteurs 63 et 61.

La figure 4.188 montre globalement une décroissance de  $\chi_{bf}$  depuis la base de la séquence jusque dans sa partie supérieure. Cette tendance est relativement proche de l'évolution du fer non libre, mais elle est l'inverse de celle obtenue pour les taux de carbone et de matière organiques (Figure 4.187). Dans cette évolution globale de la susceptibilité, on observe tout de même une rupture entre les unités situées à la base de la séquence (7103 à 7100) pour lesquelles le  $\chi_{bf}$  est supérieur à  $155 \times 10^{-8} m^3/kg$ , et les couches supérieures pour lesquelles le  $\chi_{bf}$  est inférieur à cette valeur. Ce regroupement d'unités, basé sur les valeurs de leur susceptibilité, est cohérent avec l'interprétation micromorphologique établie par Cristiano Nicosia (Nicosia, 2008).

Les valeurs du taux de conversion sont comprises entre 9 et 11 % environ et sont de l'ordre

de grandeur de celles mesurées pour les deux autres secteurs (Figure 4.188). Seules deux unités (7098 et 7101) ont pu être étudiées pour ce paramètre, il est donc impossible de mettre en évidence une tendance particulière le long de la séquence. Cependant on observe que l'unité 7101 montre à la fois une susceptibilité et un taux de conversion plus élevés que l'unité 7098.

Contrairement au  $\chi_{bf}$ , le  $\chi_{fd}\%$  et le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  sont irréguliers et donc difficilement interprétables (Figure 4.188). Mais les histogrammes de ces deux paramètres ressemblent à celui obtenu pour le taux de phosphore. Les valeurs sont comprises comme pour les deux autres secteurs entre 4,5 et 5,8 % pour le  $\chi_{fd}\%$  et entre 3 et 4 % pour le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  : les Terres Noires étudiées sur le secteur 71 sont donc composées d'une quantité non négligeable de grains visqueux. Mais la corrélation de ces valeurs avec l'analyse micromorphologique réalisée n'est pas évidente.

#### 4.2.3.2.4.2.2 Mesures thermomagnétiques

La figure 4.189 illustre les courbes  $\kappa - T$  obtenues pour sept unités du secteur 71 chauffées sous air depuis la température ambiante jusqu'à 700°C avec un incrément de 20°C/min puis refroidies à la même vitesse (cf chapitre 3 pour le mode opératoire).

Toutes les unités du secteur 71 étudiées montrent le même type de courbes  $\kappa - T$  à la chauffe comme au refroidissement que celui observé pour les unités du secteur 61. Des pics de susceptibilité à 550°C, non-réversibles, sont systématiquement visibles à la chauffe. Ils sont suivis de la chute brutale de la susceptibilité au-delà de cette température, ce qui traduit la présence de magnétite. Cependant on remarque qu'il n'y a pas de grande différence entre la hauteur de ces pics pour les différentes unités du secteur 71, malgré une susceptibilité à température ambiante différente selon les unités. Les unités du secteur 71 semblent donc être constituées globalement du même stock initial de minéraux, mais en quantité différente.

Les courbes  $\kappa - T$  indiquent la néoformation de magnétite secondaire plus ou moins substituée. L'ordre des différentes unités n'est plus le même qu'au cours de la chauffe, ce qui confirme le fait qu'elles ne contiennent pas la même quantité de minéraux riches en fer.

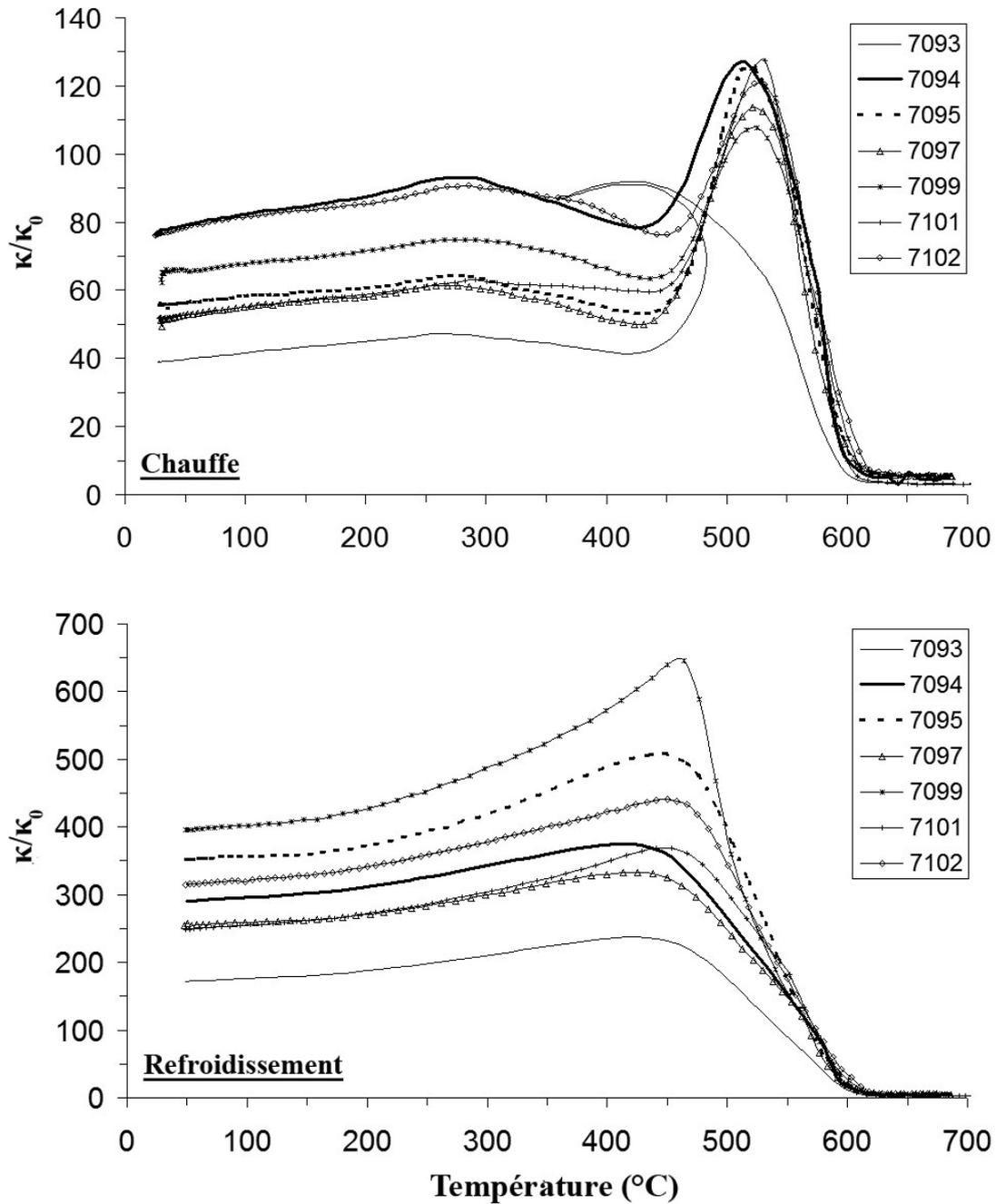


FIGURE 4.189 – Courbes de la susceptibilité magnétique en fonction de la température acquises sous air en cours de chauffe (figure du haut) et de refroidissement (figure du bas) pour quelques unités du secteur 71 (ZAC-Amphithéâtre, Metz). La susceptibilité mesurée  $\kappa$  est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante  $\kappa_0$ .

## 4.2.3.2.4.2.3 Mesures d'hystérésis

Étant donné que les cycles d'hystérésis et les courbes d'ARI sont très semblables à ceux obtenus pour les secteurs 63 et 61, nous avons décidé de ne pas les présenter dans cette partie. En revanche, les paramètres d'hystérésis obtenus pour les différentes unités du secteur 61 sont illustrés par la figure 4.190 (cf chapitre 3 pour le mode opératoire).

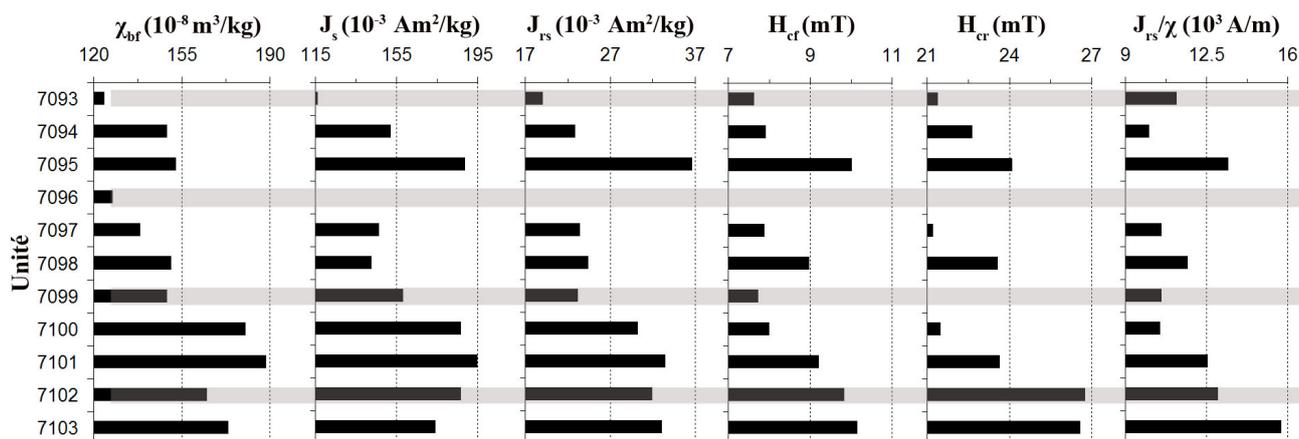


FIGURE 4.190 – Figure récapitulant la susceptibilité basse fréquence ( $\chi_{bf}$ ), l'aimantation à saturation ( $J_s$ ), l'aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ), le champ coercitif ( $H_{cf}$ ), le champ coercitif rémanent ( $H_{cr}$ ) et le rapport de l'aimantation rémanente à saturation sur la susceptibilité magnétique ( $J_{rs}/\chi$ ) pour les échantillons de Terres Noires récoltés dans le secteur 71 de la ZAC-Amphithéâtre (Metz).

On remarque que l'ensemble des quatre paramètres d'hystérésis mesurés ( $J_s$ ,  $J_{rs}$ ,  $H_{cf}$  et  $H_{cr}$ ), ainsi que le rapport  $J_{rs}/\chi$ , montrent globalement la même tendance que celle de la susceptibilité magnétique : leur valeur décroît de la base au sommet de la séquence (Figure 4.190). Seule l'unité 7095 se distingue du reste de la séquence de part ses fortes valeurs pour l'ensemble des paramètres. Une fois de plus, la gamme de valeurs pour le champ coercitif rémanent correspond à celle de la magnétite monodomaine dont la taille des grains est comprise entre 0,031 et 0,036  $\mu\text{m}$  (Hunt *et al.*, 1995 ; Roberts, 1995 ; Maher, 1988).

Le diagramme de Day (Day *et al.*, 1977) correspondant au secteur 71 (Figure 4.191) montre, comme pour l'ensemble des échantillons étudiés sur le site de la ZAC-Amphithéâtre à Metz, que les unités sont groupées dans la partie basse de la catégorie pseudo-monodomaine. Leur position dans le diagramme exprimant  $J_{rs}/\kappa$  en fonction de  $H_{cr}$  (Figure 4.192) est la même que pour le secteur 61.

La figure 4.193 indique une certaine homogénéité dans la concentration (0,1 %) comme dans la taille des grains de magnétite (4 à 8  $\mu\text{m}$ ) pour les unités du secteur 71. Ces résultats sont semblables à ceux obtenus pour les unités du secteur 63 et 61.

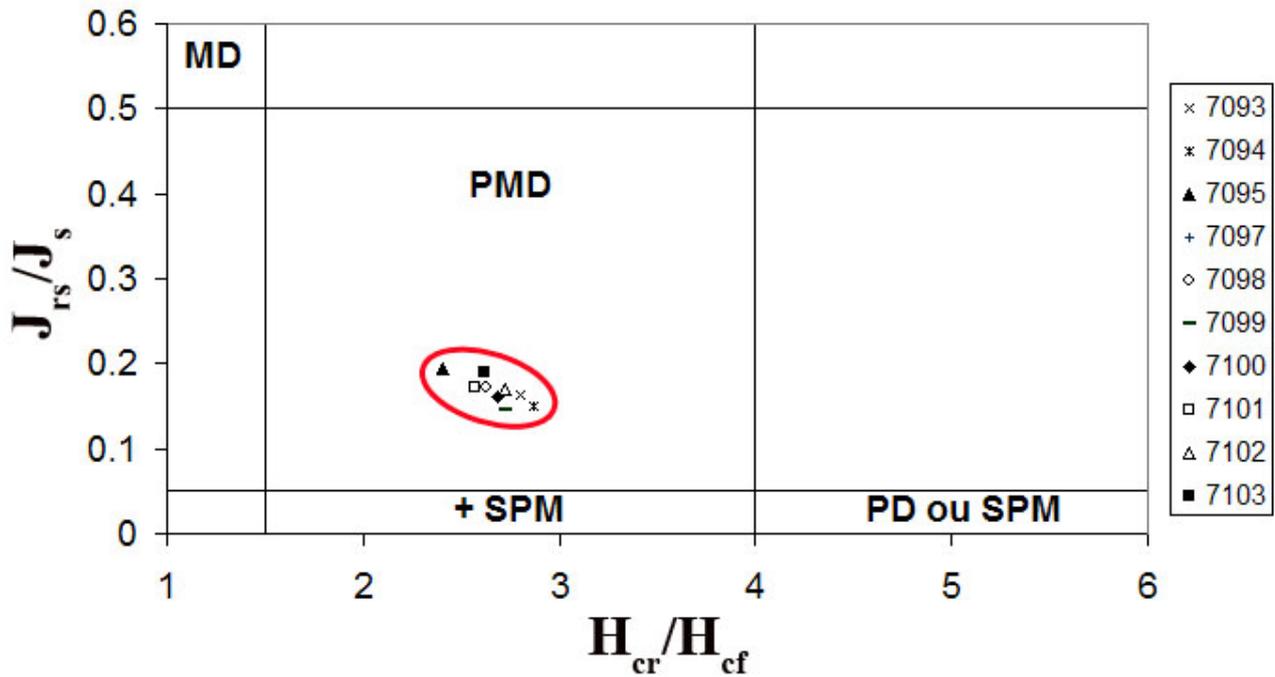


FIGURE 4.191 – Diagramme de Day (Day *et al.*, 1977) indiquant la répartition des unités du secteur 71 en fonction des rapports  $J_{rs}/J_s$  et  $H_{cr}/H_{cf}$ . MD : monodomaine; PMD : pseudo-monodomaine; PD : polydomaine; SPM : superparamagnétique.

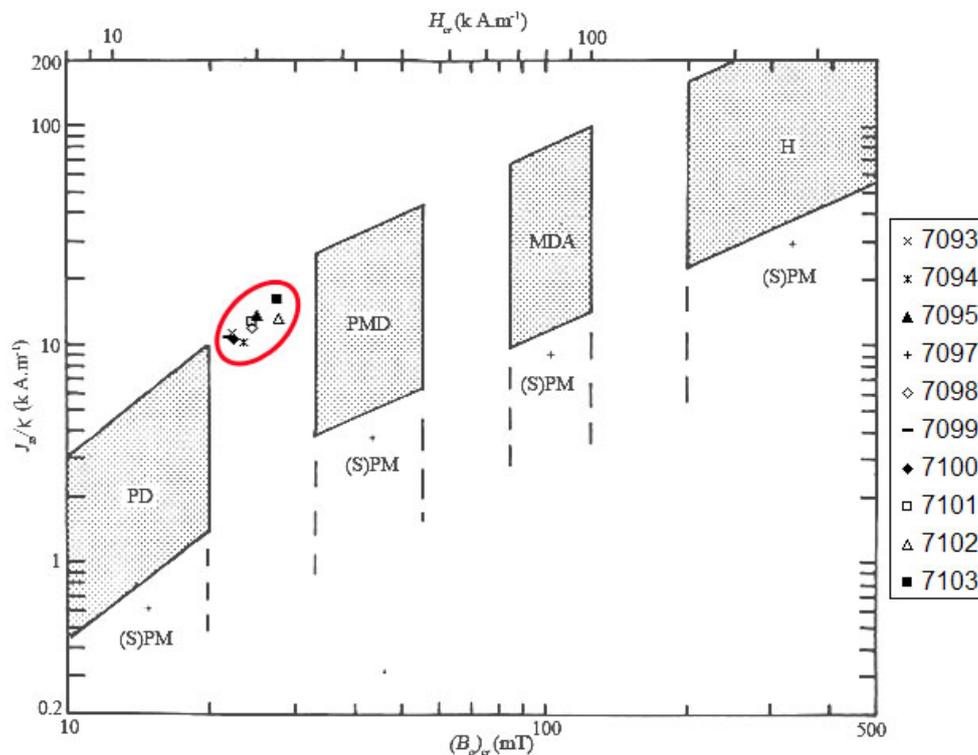


FIGURE 4.192 – Diagramme de la représentation du rapport  $J_{rs}/k$  en fonction de  $H_{cr}$  (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986) pour les échantillons de Terres Noires récoltés dans le secteur 71 de la ZAC-Amphithéâtre (Metz). Les magnétites polydomaines (MD pour « multidomain » en anglais), pseudo-monodomaines (PSD pour « pseudo single-domain » en anglais) et monodomaines allongées (ESD pour « elongated single-domain » en anglais) se situent dans la moitié gauche du diagramme. L'hématite (H) se situe en haut à droite du diagramme. Les mélanges contenant des grains (super)paramagnétiques se situent davantage dans la partie inférieure.

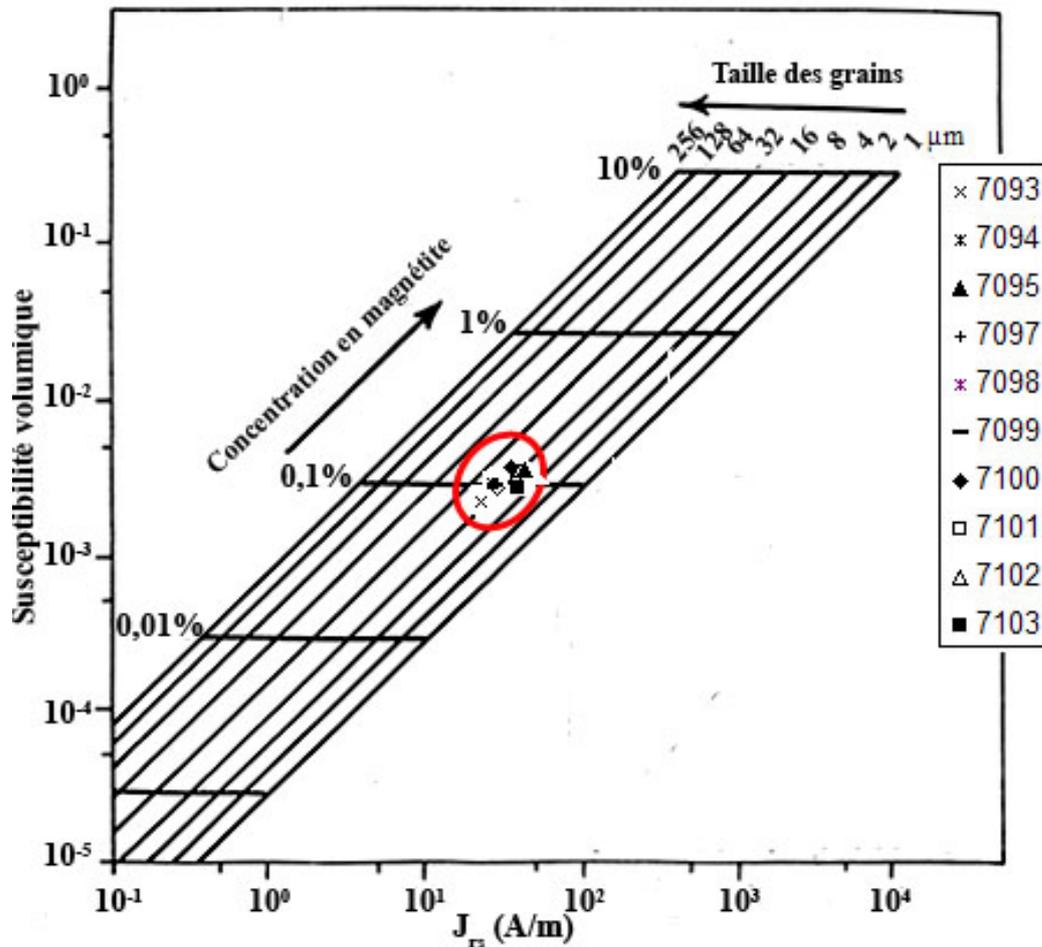


FIGURE 4.193 – Diagramme bilogarithmique indiquant la relation entre susceptibilité magnétique volumique ( $\kappa$ ) et aimantation rémanente à saturation ( $J_{rs}$ ) pour les unités du secteur 71 (ZAC-Amphithéâtre, Metz). La grille sur laquelle sont placés les points pour notre étude est établie pour de la magnétite pure. L'amplitude de  $\kappa$  renseigne sur la concentration en magnétite tandis que le rapport  $\kappa/J_{rs}$  renseigne sur la taille des grains (modifié d'après Thompson et Oldfield, 1986).

#### 4.2.3.2.4.2.4 Mesures de la viscosité magnétique dans le domaine temporel

Des mesures de la viscosité magnétique dans le domaine temporel ont été réalisées sur toutes les unités du secteur 71 à l'aide d'un MVM (cf chapitre 3 pour le mode opératoire).

Les résultats obtenus pour quatre unités représentatives (7093, 7097, 7100 et 7102) sont présentés dans la figure 4.194.

Les unités du secteur 71 montrent, comme pour celles du secteur 63 et 61, les mêmes droites que celles illustrées par la figure 4.194. Leur pente est en  $t^{-1,1}$ . Les unités se différencient les unes des autres par les amplitudes (donc par l'abondance des grains magnétiques visqueux), comme nous l'avons déjà vu avec le  $\chi_{fd}(\%)$  et le rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  (Figure 4.188). Les grains, responsables de la viscosité pour la gamme de temps considérée, sont donc les mêmes dans l'ensemble des unités du secteur 71.

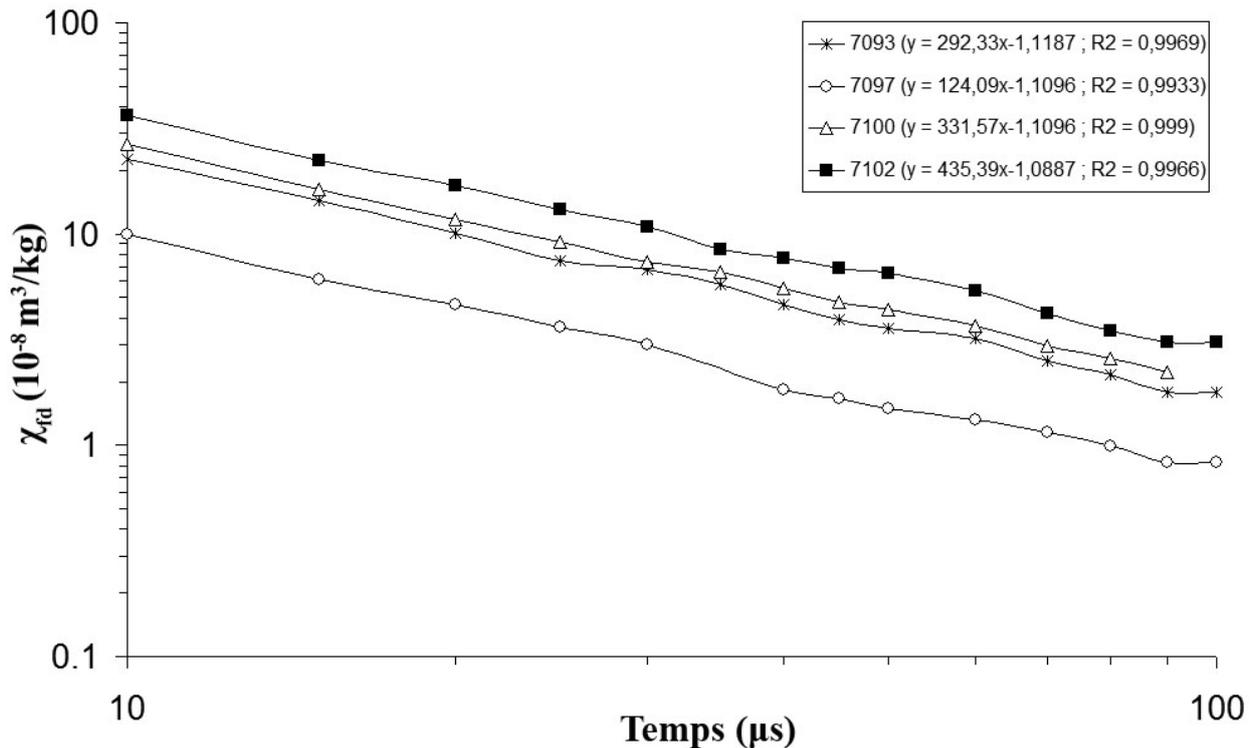


FIGURE 4.194 – Figure illustrant la viscosité magnétique dans le domaine temporel de quelques unités du secteur 71. L'équation des droites et le coefficient de corrélation sont indiqués pour les différentes unités en haut à droite de la figure.

#### 4.2.3.3 Synthèse concernant les Terres Noires de Metz

Les Terres Noires de la ZAC-Amphithéâtre à Metz semblent uniformes d'un point de vue macroscopique et se distinguent très nettement du substratum alluvial sous-jacent. Elles ont en effet une couleur noire par opposition au substratum brun-orangé. Ceci est lié à leur forte teneur en matière organique par opposition au substratum pour lequel les taux en éléments chimiques mesurés sont jusqu'à dix fois plus faibles que dans les Terres Noires. Le substratum est également pauvre voire stéril en inclusions anthropiques, par opposition aux Terres Noires qui sont le résultat de divers processus liés à des activités anthropiques et post-dépositionnelles.

L'analyse micromorphologique a en effet révélé que l'accroissement des dépôts de Terres Noires présents à Metz est essentiellement lié à l'apport en matériaux d'origine domestique, artisanale, de construction ainsi qu'à l'apport en sédiments du substratum naturel. Les Terres Noires correspondent donc à des sols enrichis progressivement en sédiments (surtout anthropiques) organiques et riches en minéraux naturels qui sont mobilisés par l'activité biologique (Cammass, 2004). Cette dernière, essentiellement liée à la bioturbation par la faune du sol, est très forte sur les séquences étudiées et entraîne le remaniement du dépôt, la disparition des structures sédimentaires et des limites entre les unités stratigraphiques, ainsi que la fragmentation de certains inclusions telles que les charbons de bois. Les pratiques agricoles/horticoles sont également responsables du remaniement des dépôts et de la redistribution en profondeur de matériaux d'époques différentes. Cependant aucune trace de travail à la charrue n'a été observée ce qui suggère un travail de la terre à la main, probablement à la bêche (Nicosia, 2008).

L'étude micromorphologique a mis en évidence cinq types d'occupation du sol concernant

les Terres Noires de la ZAC-Amphithéâtre à Metz (Figure 4.195) (Nicosia, 2008) :

1. Des horizons agricoles à caractère horticole (en rouge sur la figure 4.195) caractérisés par l'usage intensif de fumier, issu de zones de concentration du bétail, mélangé à du sol. Cette technique est semblable à celle utilisée pour les sols à plaggen (Langohr, 2001).
2. Des horizons agricoles à caractère horticole semblables à ceux des sols à plaggen, mais plus « urbains » du fait de l'apport abondant en déchets anthropiques (en bleu sur la figure 4.195).
3. Des structures agricoles en fosse (en noir sur la figure 4.195) : le remplissage est constitué de matériaux issus du substratum et mélangés à des déchets d'origine anthropique. La différence avec le type de culture précédent (n°2) découle surtout sur une graduation entre les deux grands types de matériaux utilisés liée au remaniement.
4. Des zones extérieures aux habitations, comme des jardins par exemple, caractérisées par des rejets anthropiques (en jaune sur la figure 4.195).
5. Des remblais de terre dans la partie la plus superficielle faisant suite aux dépôts médiévaux (en vert sur la figure 4.195). Ils contiennent des tessons de céramiques d'époque moderne et contemporaine.

Les différents groupes d'unités cités précédemment sont occasionnellement séparés par des périodes de stabilité de la surface et par la formation d'horizons de type organo-minéral *Ah* ou *A<sub>0</sub>*\*. Ce type de pédogenèse est associé aux terrains vagues (Devos *et al.*, 2007), aux prés non loin des habitations et aux zones colonisées par une végétation à caractère rudéral\* (MacPhail, 1994).

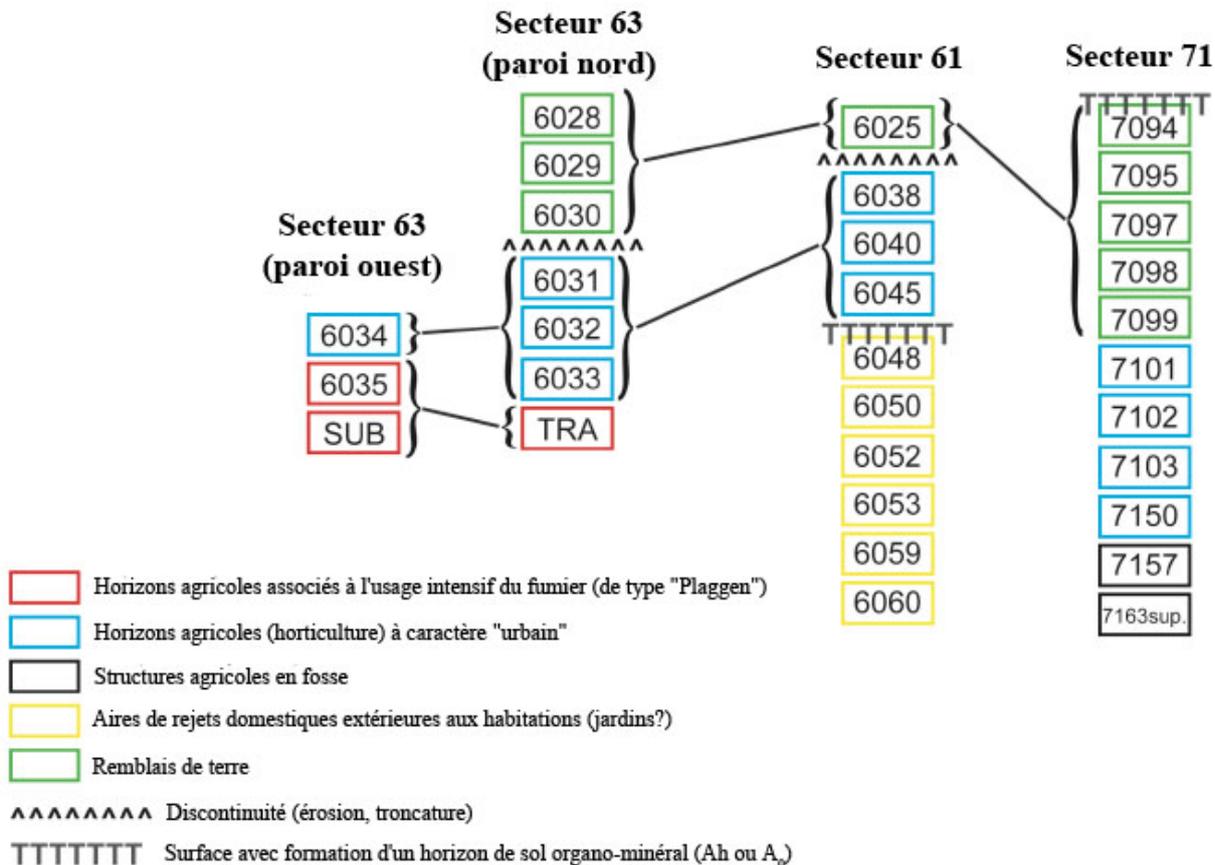


FIGURE 4.195 – Synthèse de l'interprétation micromorphologique concernant les échantillons récoltés dans les secteurs 63, 61 et 71 de la ZAC-Amphithéâtre à Metz (Nicosia, 2008).

L'étude des propriétés magnétiques des Terres Noires de la ZAC-Amphithéâtre à Metz a également révélé une homogénéité des différents secteurs, par opposition au substratum alluvial du site. En effet, les unités des secteurs étudiés montrent toutes :

- Une susceptibilité magnétique comprise entre  $100$  et  $200 \times 10^{-8} m^3/kg$  (contre  $30$  à  $40 \times 10^{-8} m^3/kg$  pour le substratum) ;
- Un taux de conversion de l'ordre de  $10$  % (contre moins de  $1$  % pour le substratum) ;
- Des paramètres d'hystérésis situés dans la même gamme de valeurs d'un secteur à l'autre des Terres Noires (ces paramètres sont bien plus faibles pour le substratum, surtout  $J_s$  et  $J_{rs}$ ) ;
- Une concentration en magnétite de l'ordre de  $0,1$  % (contre la moitié pour le substratum) et des grains monodomaines de taille comprise entre  $4$  et  $8 \mu m$  (contre  $16 \mu m$  pour le substratum).

D'autres paramètres au contraire sont comparables entre les Terres Noires et le substratum. C'est le cas :

- Du  $\chi_{fd}$ (%) et du rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  montrant des valeurs moyennes comprises entre  $3$  et  $7$  % et entre  $2$  et  $4$  % ;
- Des grains magnétiques qui font partie de la catégorie pseudo-monodomaines (diagramme de Day) et des cycles d'hystérésis quiaturent pour des champs modérés de l'ordre de  $200$  mT indiquant la présence de minéraux ferrimagnétiques comme porteurs de la rémanence, tant pour les Terres Noires que pour le substratum ;
- Des droites de l'évolution du  $\chi_{fd}$  avec le temps dont les pentes sont toutes en  $t^{-1,1}$ , ce qui signifie que les Terres Noires de Metz et le substratum alluvial montrent la même distribution en taille de grains.

Ces résultats montrent donc que les Terres Noires de Metz se distinguent du substratum alluvial moins par la taille des grains magnétiques et par leur nature que par leur concentration et la présence de magnétite monodomaine. L'amplification des propriétés magnétiques trouve son origine dans les apports anthropiques tels que les cendres, les excréments, le fumier, les micro-charbons mais on ne peut écarter les éléments tels que le zinc, le cadmium, le cuivre et le plomb qui dérivent d'activités artisanales (Davidson *et al.*, 2006). La forte teneur en éléments chimiques nutritifs et le bon drainage favorisent le développement bactérien et la production de magnétite monodomaine dans ces dépôts par opposition au substratum pauvre en matériaux d'origine anthropique et fréquemment soumis à des phases d'hydromorphie.

Mais l'établissement d'une distinction au sein même des Terres Noires serait beaucoup plus complexe, d'autant plus qu'il a été montré que leur organisation de ces dépôts est très largement remaniée par les animaux et par l'homme.

Les regroupements d'unités mis en évidence par l'analyse micromorphologique (Figure 4.195) ne pourraient pas être établis sur la seule base de l'étude des propriétés magnétiques. Cependant, on remarque que :

- Les horizons agricoles à caractère « urbain » (en bleu sur la figure 4.195) ont tendance à montrer les valeurs parmi les plus fortes de susceptibilité mais aussi des paramètres  $J_s$  et  $J_{rs}$  (vrai pour les secteurs 61 et 71). Les teneurs en fer sont aussi parmi les plus fortes, par opposition aux teneurs en carbone et matière organiques. Les tendances observées pour les horizons agricoles à caractère « urbain » sont aussi visibles pour les horizons agricoles associés à l'usage intensif du fumier (en rouge sur la figure 4.195). Cependant, le nombre

- d'unités étudié pour ce type d'horizons est trop faible pour être statistiquement parlant ;
- Les remblais situés dans la partie supérieure des séquences (en vert sur la figure 4.195) montrent parmi les valeurs les plus faibles de la susceptibilité, ainsi que des paramètres  $J_s$  et  $J_{rs}$ . Les teneurs en fer peuvent ici montrer les valeurs les plus faibles (secteurs 63 et 71) comme les plus fortes (secteur 61) contrairement aux trois autres éléments mesurés ;
  - Les zones de rejets domestiques extérieures aux habitations (en jaune sur la figure 4.195) montrent des valeurs intermédiaires de ces paramètres, sauf pour la susceptibilité qui est maximale pour les unités concernées du secteur 61.

En conclusion, on peut dire que les Terres Noires de la ZAC-Amphithéâtre de Metz apparaissent comme des dépôts homogènes d'un point de vue macroscopique, malgré les nombreux processus mis en jeu si l'on en croît les analyses micromorphologique et chimique. La caractérisation de ces dépôts à partir de leurs propriétés magnétiques est aisée si on les compare avec le substratum sous-jacent mais deviendrait très complexes entre les Terres Noires. Le fort remaniement de ces dépôts par l'activité biologique et le travail agricole, ainsi que l'hétérogénéité des échantillons au sein d'une même unité, doivent expliquer au moins en partie la difficulté à distinguer des horizons au sein même des Terres Noires.



# Conclusion

Le présent travail avait pour objectif de contribuer à la caractérisation du type d'occupation des sols à partir de leurs propriétés magnétiques et donc de compléter, et si possible de confirmer, les études menées dans ce domaine depuis une soixantaine d'années afin de dégager une vue synthétique sur cette question complexe.

De façon générale, les résultats obtenus dans cette étude pour les sites pristines comme pour les sites archéologiques sont parfaitement cohérents avec ceux déjà publiés. Les valeurs de susceptibilité magnétique obtenues au cours de notre étude, très diversifiées d'un site à l'autre, peuvent atteindre de  $10 \times 10^{-8} m^3/kg$  à  $3\,000 \times 10^{-8} m^3/kg$ , les sols anthropisés montrant toujours une augmentation relative de la susceptibilité magnétique dans un contexte géologique défini.

Malgré de grandes différences de nature entre les sites choisis, les mesures de la viscosité magnétique dans le domaine temporel ont toutes donné la même pente de décroissance de l'aimantation rémanente visqueuse avec le temps dans la gamme  $1 \mu s$ - $100 \mu s$ , à savoir  $t^{-1,1}$ . La répartition en taille, et vraisemblablement les grains eux-mêmes, responsable de la viscosité est donc la même pour tous les sols des sites étudiés, indépendamment du type et du degré d'anthropisation. Par contre, les quantités de ces grains visqueux, dont la taille se situe à la limite superparamagnétique/monodomaine, varient largement.

Ce travail a aussi confirmé que la chauffe d'une part, et la pédogenèse d'autre part, sont les deux mécanismes principaux responsables de l'augmentation de la susceptibilité magnétique des matériaux des sols.

On peut proposer une catégorisation en trois classes différentes pour les modifications du signal magnétique des sols :

1. Une classe « horizon A » où la pédogenèse en grande partie liée à l'activité bactérienne est la principale responsable, elle se caractérise par la présence d'un pic de susceptibilité autour de  $550^\circ C$  (grains de magnétite monodomaines non activés aux températures ordinaires) sur les courbes thermomagnétiques, une viscosité relative assez élevée et un taux de conversion en susceptibilité relativement faible.
2. Une classe « sols chauffés » où la chauffe est la principale responsable des caractéristiques magnétiques, à savoir absence de pic à  $550^\circ C$ , forte viscosité et taux de conversion relativement fort.
3. Une classe « résidus métallurgiques du fer » où, si les valeurs de susceptibilité peuvent être très élevées, la viscosité relative est très faible.

La séquence pristine loess/paléosols de Saint-Pierre-lès-Elbeuf relève complètement de la classe « horizon A » ce qui confirme que ce processus de modification des propriétés magnétiques est d'abord un mécanisme naturel, pédogénétique, actif dans les zones de moyenne latitude de l'Hémisphère Nord. Les paléosols développés en période chaude interglaciaire montrent de plus

fortes propriétés magnétiques que les loess déposés en période froide glaciaire. Malgré le fait que le pédocomplexe datant du Eémien/début du Weichsélien de la séquence étudiée sur ce site montre les plus fortes propriétés magnétiques de la séquence alors que sa mise en place n'est pas liée à des conditions pleinement interglaciaires, il a été montré que les horizons de ce pédocomplexe se sont développés pendant les périodes les plus chaudes (phase interglaciaire ou interstades en période glaciaire). Les plus fortes propriétés magnétiques de ces horizons (susceptibilités les plus fortes de la séquence, forte dépendance fréquentielle de la susceptibilité avec  $\chi_{fd}(\%)$  compris entre 8 et 12 % et  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  compris entre 6 et 8 %) seraient liées à la présence de maghémite et de magnétite ayant *a priori* une origine pédogénétique et dont la taille se situe à la limite superparamagnétique/monodomaine.

Au contraire, les horizons loessiques déposés pendant la période glaciaire du Pléniglaciaire Weichsélien suggèrent les plus faibles valeurs de susceptibilité, du  $\chi_{fd}(\%)$  et du rapport  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  (2 % environ) pour des loess calcaires mis en place pendant le stade isotopique marin 2 corrélé au plus fort taux de poussière. Dans ce cas, la faiblesse des principaux paramètres magnétiques est directement corrélable à une (quasi)absence de pédogenèse.

D'autres processus affectant les propriétés magnétiques ont également pu être mis en évidence sur cette séquence loess/paléosol. L'occurrence de phases d'hydromorphie se traduit ainsi par une forte chute de la susceptibilité et de sa dépendance fréquentielle, tandis que des phases de lessivage avec accumulation d'agrégats riches en matière organique, argiles et fer dans les horizons *Bt* se traduisent par une forte augmentation des propriétés magnétiques de ces horizons.

L'étude des téphras déposés dans les massifs des Vosges et du Jura a montré que ces dépôts naturels d'origine éolienne se distinguent clairement des sols de type « horizon A ». Ils se rapprocheraient plutôt des sols chauffés d'après leurs courbes thermomagnétiques, malgré des variations dans la dépendance fréquentielle de la susceptibilité et un plus grand étalement des valeurs de champs coercitifs.

L'étude des trois sites archéologiques présentés dans ce travail montre bien le poids des mécanismes intervenant dans l'augmentation de la susceptibilité.

Les propriétés magnétiques des horizons humifères rencontrés sur ces trois sites confirment systématiquement leur origine pédogénétique.

Pour la zone chauffée datant du Bronze ancien identifiée sur le site post-néolithique de Papferding, comme pour la fosse avec chape remplie de calcaire brûlé sur le site laténien de Levroux, les zones chauffées en conditions oxydantes montrent de très fortes valeurs de susceptibilité (jusqu'à quatre à sept fois plus importantes que la couche superficielle pour Levroux et jusqu'à vingt-cinq fois plus grande que l'encaissant à Papferding), ainsi qu'une dépendance fréquentielle supérieure ou égale à huit. Le signal magnétique est porté par de la magnétite en grains fins. Ces résultats, couplés au taux de conversion de la susceptibilité relativement forts enregistrés pour ces zones (30 % pour Papferding, 45 % pour Levroux), signifient que ces structures n'ont pas dues êtres chauffées au-delà de 400°C, soit la température d'un foyer domestique. Par contre, la couche noircie dans la fosse avec chape sur le site de Levroux qui a une susceptibilité jusqu'à deux fois celle des zones chauffées en conditions oxydantes et un taux de conversion de près de 80 % aurait été chauffée en conditions réductrices et pour des températures excédant 500°C.

Ces deux exemples montrent que la susceptibilité magnétique, ainsi que la quantité de grains dont la taille se situe à la limite superparamagnétique/monodomaine, sont nettement supérieures dans le cas d'un processus de chauffe que par la seule action pédogénétique.

En plus du rôle joué par le processus de chauffe et la pédogenèse sur les sites archéologiques étudiés, l'augmentation de la susceptibilité magnétique sur les sites d'âges contemporains ou postérieurs à l'apparition de la métallurgie est aussi conditionnée par les apports de fer. En effet, le site laténien de Levroux et le site urbain post gallo-romain de Metz, pourtant d'âge et d'occupation différents (le premier est un village ouvert à vocation artisanale, tandis que le second correspond à des dépôts de Terres Noires associés à l'horticulture), montrent la présence de scories issues d'activités métallurgiques. Plus que pour le site de Metz, où la quantité de scories retrouvée est faible, le rôle des scories (et peut-être des batitures) dans les propriétés magnétiques des sols sur sites archéologiques a été particulièrement mis en évidence à Levroux où les activités concernant la métallurgie du fer ont été très fréquentes au second Âge du Fer. Les scories de ce site se caractérisent par une très forte susceptibilité mais une très faible viscosité relative ( $\chi_{fd}(\%)$  et  $\kappa_{qu}/\kappa_{ph}$  d'environ 1 %) apparemment portée par de gros grains monodomaines de fer métal et de magnétite. Ces résultats établis à la fois par les mesures sur le terrain et les études en laboratoire confirment des observations déjà publiées par Dabas (1989) pour le site de métallurgie du fer de Minot (Côte d'or).

L'étude des propriétés magnétiques de remplissages datant du Bronze ancien sur le site de Papferding a montré une augmentation relative de la susceptibilité et de sa dépendance fréquentielle en relation avec les horizons les plus riches en témoins tels que des charbons de bois et des céramiques. Par contre, la présence sur ce même site de remplissages résultants probablement du billonnage à l'époque médiévale est difficilement identifiable via l'étude des propriétés magnétiques du fait de la grande humidité de la zone et des processus de gleyfication impliquant la dissolution des minéraux magnétiques et la perte de tout signal.

Sur le site urbain de Metz, la mise en valeur agricole des dépôts de Terres Noires est, au contraire, bien identifiable par l'étude de leurs propriétés magnétiques. Malgré un fort remaniement de ces dépôts par les animaux et par l'homme, les Terres Noires étudiées sont caractérisées par de fortes susceptibilités ( $100$  à  $200 \times 10^{-8} m^3/kg$ ), une dépendance fréquentielle moyenne à forte comprise entre 3 et 7 % et la présence quasi exclusive de magnétite monodomaine. Ces résultats, en relation avec l'apport d'amendements, témoignent d'un fort développement de l'activité bactérienne dans ces dépôts et l'importance de la production de magnétite.

Cependant, la différenciation entre les zones agricoles associées à l'usage intensif de fumier, celles à caractère plus « urbain », ou encore les aires de rejets domestiques extérieures aux maisons, n'est pas réalisable par les propriétés magnétiques. Dans ces trois cas, l'apport de matériel de type rejets domestiques et/ou de fumier favorise de façon indirecte la pédogenèse via l'activité bactérienne et par conséquent l'augmentation du signal magnétique. Mais l'apport de matériaux déjà magnétiques joue aussi directement sur les propriétés magnétiques globales des couches : l'apport de tessons ou de scories entraîne une augmentation de la susceptibilité magnétique, l'augmentation liée à l'apport de céramiques étant d'autant plus forte qu'elles ont été cuites dans des conditions réductrices.

Dans cette étude, le fort remaniement des Terres Noires et la grande variabilité des apports n'a pas permis de distinguer clairement la part des effets directs et indirects des amendements dans l'augmentation du signal magnétique de ces dépôts.

Ce travail s'est appuyé sur des mesures en laboratoire sur échantillons, il ne pouvait en être autrement pour la détermination de paramètres comme ceux du cycle d'hystérésis ou le taux de conversion de la susceptibilité. Ces analyses, comme les analyses chimiques ou minéralogiques, impliquent un gros travail qui ne pourra pas être déployé en routine pour une étude de sites archéologiques même si la complémentarité des études en laboratoire par rapport aux pros-

pections de terrain est incontestable : elles permettent des analyses ultérieures impossibles à réaliser sur site, alors que les prospections de terrain servent à une reconnaissance complète et précise de la surface étudiée, et à un choix raisonné des emplacements de prélèvements.

Il a été possible de mettre en oeuvre le couplage des deux approches sur le site des Arènes à Levroux où les conclusions des études en laboratoire retrouvent (tout en les débordant) celles qui avaient pu être avancées à partir de prospections magnétique et électromagnétique menées au préalable. Il convient maintenant de continuer à développer des outils qui permettent à partir de mesures rapides sur le terrain non seulement de mieux préciser la géométrie des structures archéologiques magnétiques, mais d'aller aussi loin que dans l'identification de leur remplissage et des modes d'occupation dont elles sont les témoins.

Le travail présenté dans ce mémoire se veut une contribution à cet objectif.

# Références

## A

- Aitken, M. J., G. Webster, A. Reeds, *Magnetic prospecting*, *Antiquity*, Vol. 32, 270-271, 1958.
- Antoine, P., *Le complexe de sols de St Sauflieu (Somme), micromorphologie et stratigraphie d'une coupe type du Début Weichsélien*, Publication du Centre d'Étude et de Recherches préhistoriques, Vol. 1, 51-59, 1989.
- Antoine, P., *Chronostratigraphie et environnement du Paléolithique du Bassin de la Somme*, Publication du Centre d'Étude et de Recherches préhistoriques, Vol. 2, 231, 1990.
- Antoine, P., *Nouvelles données sur la stratigraphie du Pléistocène supérieur de la France septentrionale*, Publication du Centre d'Étude et de Recherches préhistoriques, Vol. 3, 9-20, 1991.
- Antoine, P., A. V. Muneau, J. Sommé, *Réponse des environnements à l'évolution climatique du Début Glaciaire weichsélien : données de la France du Nord-Ouest*, *Quaternaire*, Vol. 5, 151-156, 1994.
- Antoine, P., J. P. Lautridou, J. Sommé, P. Auguste, J. P. Auffret, S. Baize, M. Clet-Pellerin, J. P. Coutard, Y. Dewolf, O. Dugué, F. Joly, B. Laignel, M. Laurent, M. Lavollé, P. Lebreton, F. Lécolle, D. Lefebvre, N. Limondin-Lozouet, A. V. Munaut, J. C. Ozouf, F. Quesnel, D. D. Rousseau, *Le Quaternaire de la France du Nord-Ouest : Limites et Corrélations*, *Quaternaire*, Vol. 9, 221-227, 1998.
- Antoine, P., D. D. Rousseau, J. P. Lautridou, C. Hatté, *Last interglacial-glacial climatic cycle in loess-palaeosol successions of north-western France*, *Boreas*, Vol. 28, 551-563, 1999.

## B

- Benech, C., A. Tabbagh, G. Desvignes, *Joint inversion of EM and magnetic data for near-surface studies*, *Geophysics*, Vol. 67, No. 6, 1 729-1 739, 2002.
- Berghausen, K., H. Krause, *Dokumentierter Denkmalverlust - Prospektion an der Viereckschanze von Papferding*, *Das archäologische Jahr in Bayern* 2006, 78-80, 2006.

- Bidegain, J. C., M. E. Evans, A. J. van Velzen, *A magnetoclimatological investigation of Pampean loess, Argentina*, Geophysical Journal Interior, Vol. 160, 55-62, 2005.
- Birks, H., S. Gulliksen, H. Haffidason, J. Mangerud, Velzen, *New Radiocarbon Dates for the Vedde Ash and the Saksunarvatn Ash from Western Norway*, Quaternary Research, Vol. 45, 119-127, 1996.
- Bossuet, G., H. Richard, M. Magny, M. Rossy, *Nouvelle occurrence du Laacher See Tephra dans le Jura central. Étang du Lautrey (France)*, Comptes rendus de l'Académie des Sciences, Paris, Vol. 325, 43-48, 1997.
- Brillante, O. G., *Magnétisme et diagnostic de la pollution particulaire métallique dans l'environnement*, Thèse de l'Université Paris Val de Marne (Paris XII), 222 pages, 1990.
- Buchenschutz, O., G. Coulon, M. Gratier, A. Hesse, J. Holmgren, N. Mills, D. Orssaud, A. Querrien, Y. Riailand, C. Soyer, A. Tabbagh, *L'évolution du canton de Levroux d'après les prospections et les sondages archéologiques, Levroux 1*, Revue Archéologique du Centre de la France, suppl. 1, FERACF/ADEL, Levroux, 182 pages, 1988.
- Buchenschutz, O., A. Colin, S. Krausz, M. Lévery, C. Soyer, A. Villard, *Le village celtique des Arènes à Levroux. Description des structures, Levroux 2*, Revue Archéologique du Centre de la France, suppl. 8, ARCHEA/ADEL, Levroux, 224 pages, 1993.
- Buchenschutz, O., A. Colin, S. Krausz, M. Lévery, C. Soyer, A. Villard, *Le village celtique des Arènes à Levroux. Synthèses, Levroux 5*, Revue Archéologique du Centre de la France, suppl. 19, FERACF/ADEL, Levroux, 329 pages, 2000.
- Buchenschutz, O., *L'âge du Fer à Levroux, de l'agglomération artisanale à l'oppidum*, Les Dossiers d'Archéologie, Vol. 326, 44-49, 2008.
- Butler, R. F., *Paleomagnetism : Magnetic Domains to Geologic Terranes*, Blackwell, Oxford, 319 pages, 1992.

## C

- Cammas, C., *Les « terres noires » urbaines du Nord de la France : première typologie pédosédimentaire*, Verslype L. et Brulet R. (ed.), *Terres noires dark earth. Actes de la table-ronde internationale tenue à Louvain-la-Neuve les 09 et 10 Novembre 2001*, Université catholique de Louvain, 43-56, 2004.
- Cammas, C., F. Champagne, C. David, B. Desachy, L. Guyard, *Le problème des « terres noires » sur les sites urbains tardo-antiques et médiévaux : réflexions et propositions méthodologiques à partir de l'exemple des fouilles du Collège de France à Paris*, Les Nouvelles de l'Archéologie, Vol. 61, 22-29, 1995.
- Campbell, A. S., U. Schwertmann and P. A. Campbell, *Formation of cubic phases on heating ferrihydrite*, Clay Minerals, Vol. 32, 615-622, 1997.

- Chang, S. B. R., J. L. Kirschvink, *Magnetofossils, the magnetisation of sediments, and the evolution of magnetite biomineralization*, Ann. Rev. Earth Planet. Sci., Vol. 17, 169-195, 1989.
- Chlalula, J., M. E. Evans, N. W. Rutter, *A magnetic investigation of a Late Quaternary loess/palaeosol record in Siberia*, Geophysical Journal International, Vol. 132, 128-132, 1998.
- Cliquet, D., J. P. Lautridou, *Chronostratigraphie des formations du Pléistocène moyen et supérieur et sites associés en Normandie*, In Molines, N., M. H. Moncel, J. L. Monnier, *Les premiers peuplements en Europe* (Actes du colloque international de Rennes, 2003), Oxford, Hadrian Books (BAR International Series; 1364), 53-62, 2005.
- Colani, C., M. J. Aitken, *Utilization of magnetic viscosity effects in soils for archaeological prospection*, Nature, Vol. 212, 1 446-1 447, 1966.
- Cook, J. C., S. L. Carts Jr., *Magnetic Effects and Properties of Typical Topsoils*, Journal of Geophysical Research, Vol. 67, No. 2, 815-828, 1962.
- Courty, M. A., P. Goldberg, R. I. Macphail, *Soil micromorphology in archaeology*, Cambridge Manuals in Archaeology, Cambridge University Press, 344 pages, 1989.
- Crowther, J., *Potential magnetic susceptibility and fractional conversion studies of archaeological soils and sediments*, Archaeometry, Vol. 45, 685-701, 2003.

## D

- Dabas, M., *Comportement magnétique des sols dans les domaines fréquentiel et temporel (ARV). Application à la prospection de sites archéologiques*, Thèse de doctorat de l'Université de Paris 6, Paris, 1989.
- Dabas, M., A. Jolivet, A. Tabbagh, *Magnetic susceptibility and viscosity in a weak time varying field*, Geophysical Journal International, Vol. 108, 101-109, 1992.
- Dabas, M., J. R. Skinner, *Time-domain magnetization of soils (VRM), experimental relationship to quadrature susceptibility*, Geophysics, Vol. 58, 326-333, 1993.
- Dansgaard, W., S. J. Johnsen, H. B. Clausen, D. Dahi-Jensen, N. S. Gundestrup, C. U Hammer, C. S. Hvidberg, J. P. Steffensen, A. E. Sveinbjornsdottir, J. Jouzel, G. Bond, *Evidence for general instability of past climate from a 250 Ka ice-core record*, Nature, Vol. 364, 218-220, 1993.
- Davidson, D. A., G. Dercon, M. Stewart, F. Watson, *The legacy of past urban waste disposal on local soils*, Journal of Archaeological Science, Vol. 33, 778-783, 2006.

- Davies, S., N. Branch, J. Lowe, C. Turney, *Towards a European tephrochronological framework for termination 1 and the Early Holocene*, Philosophical Transactions of the Royal Society of London, Series A, 767-802, 2002.
- Dawson, A. G., *Ice Age Earth - Late Quaternary geology and climate*, University of Cambridge, British Library, 279 pages, 1992.
- Day, R., M. D. Fuller, V. A. Schmidt, *Hysteresis properties of titanomagnetites : grain size and composition dependence*, Physics of the Earth and Planetary Interiors, Vol. 13, 260-267, 1977.
- Dearing, J. A., R. J. L. Dann, K. Hay, J. A. Lees, P. J. Loveland, B. A. Maher, *Frequency-dependent susceptibility measurements of environmental materials*, Geophysical Journal International, Vol. 124, 228-240, 1996.
- Demolon, A., *Dynamique du sol*, Ed. Dunod, Paris, 1948.
- Deng, C., N. J. Vidic, K. L. Verosub, M. J. Singer, Q. Liu, J. Shaw, R. Zhu, *Mineral magnetic variation of the Jiaodao Chinese loess/palaeosol sequence and its bearing on long-term climatic variability*, Journal of Geophysical Research, Vol. 110, 228-240, 2005.
- Devos, Y., L. Vrydaghs, C. Laurent, A. Degraeve, S. Modrie, *L'anthropisation du paysage bruxellois au 10e-13e siècle. Résultats d'une approche interdisciplinaire*, Medieval Europe Paris 2007 proceedings, 1-12, 2007.
- Duchaufour, P., *Introduction à la science du sol : sol, végétation, environnement*, 6<sup>e</sup> édition de l'Abrégée de pédologie, Dunod, 2001.
- Dugmore, A. J., G. Larsen, A. J. Newton, *Seven tephra isochrones in Scotland*, The Holocene, Vol. 5, 257-266, 1995.
- Dunlop, D. J., *Theory and application of the Day plot ( $M_{rs}/M_s$  versus  $H_{cr}/H_c$ ), 1. Application to data for rocks, sediments, and soils*, Journal of Geophysical Research, Vol. 107, 2002a.
- Dunlop, D. J., *Theory and application of the Day plot ( $M_{rs}/M_s$  versus  $H_{cr}/H_c$ ), 2. Theoretical curves and tests using titanomagnetite data*, Journal of Geophysical Research, Vol. 107, 2002b.
- Dunlop, D. J., Ö. Özdemir, *Rock Magnetism*, Cambridge University Press, 1997.

## E

- Engelmann, A., M. Frechen, *Datations TL/IRSL*, In : Antoine, P. (ed.) : *Le Quaternaire de la vallée de la Somme et du littoral picard*, Livret-guide de l'Excursion de l'Association Française pour l'Étude du Quaternaire dans le bassin de la Somme, 41-42, 1998.

Evans, M. E., F. Heller, *Environmental Magnetism*, Academic Press, The University of Birmingham, 312 pages, 2003.

Eyre, J. K., J. Shaw, *Magnetic enhancement of chinese loess - the role of  $\gamma Fe_2O_3$* , *Geophysical Journal International*, 256-271, 1994.

## F

Fassbinder, J. W. E., H. Stanjek, H. Vali, *Occurrence of magnetic bacteria in soil*, *Nature*, Vol. 343, No. 6254, 161-163, 1990.

Fassbinder, J. W. E., H. Stanjek, *Magnetic properties of biogenic soil greigite ( $F_3S_4$ )*, *Geophysical Research Letters*, Vol. 21, No. 22, 2 349-2 352, 1994.

Foster, E., *Operating instructions for the MVM magnetic viscosity meter*, Oxford, 2009.

Foucault, A., J. F. Raoult, *Dictionnaire de géologie*, 5<sup>e</sup> édition, Dunod, Paris, 2001.

## G

Galinié, H., *L'expression « terres noires », un concept d'attente*, In :Verslype et R. Brulet (dir.), *Terres noires dark earth. Actes de la table-ronde internationale tenue à Louvain-la-Neuve les 9 et 10 Novembre 2001*, Université catholique de Louvain, Nature, 1-11, 2004.

Gebhardt, A., *Dark earth : some results in rescue archaeological context in France*, Workshop Archaeological Soil Micromorphology Working Group, London, 4-6 march 1997. Round Table III : Dark Earth. Résumé, 1 page, 1997.

GRIP members, *Climate instability during the last interglacial period recorded in the GRIP ice core*, *Nature*, Vol. 364, 203-207, 1993.

## H

Hadjas, I., S. D. Bonani, A. F. Lottier, B. Zolitschka, C. Schlüchter, *Radiocarbon age of the Laacher See Tephra : 11,230+/-40 B.P.*, *Radiocarbon*, Vol. 37, No. 2, 149-154, 1995.

Haesaerts, P., *Les loess du Pléistocène Supérieur en Belgique ; comparaison avec les séquences de l'Europe Centrale*, *Bulletin de l'Association Française pour l'Étude du Quaternaire*, Vol. 22, 105-115, 1985.

Haesaerts, P., B. Van Vliet-Lanöe, *Phénomènes périglaciaires et sols fossiles observés à Maisières-Canal, à Harmignies et à Rocourt*, *Biultyn peryglacalny*, Vol. 28, 291-324, 1981.

Heathcote, C., *Application of magnetic and pulsed induction methods to geophysical prospecting at shallow depth*, University of Bradford, 342 pages, 1983.

Heller, F., L. Tunsheng, *Magnetism of chinese loess deposits*, Geophysical Journal of the Royal Astronomy Society, Vol. 77, 125-141, 1984.

Hoffmann, V., *Greigite ( $Fe_3S_4$ ) : magnetic properties and first domain observations*, Physics of the Earth and Planetary Interiors, Vol. 70, 288-301, 1992.

Hunt, C. P. , B. M. Moskowitz, S. K. Banerjee, *Magnetic properties of rocks and minerals*, In :*Rock Physics and Phase Relations, a Handbook of Physical Constants* (ed. T. J. Ahrens), 189-204, 1995.

## J

Joffe, I., R. Heuberger, *Hysteresis properties of distributions of cubic single-domain ferromagnetic particles*, Phil. Mag., Vol. 29, 1 051-1 059, 1974.

Jordanova, N., *Factors Determining Magnetic Enhancement of Burnt Clay from Archaeological Sites*, Journal of Archaeological Science, Vol. 28, 1 137-1 148, 2001.

Jordanova, D., J. Hus, R. Geeraerts, *Palaeoclimatic implications of the magnetic record from loess/palaeosol sequence Viatovo (NE Bulgaria)*, Geophysical Journal International, Vol. 171, 1 036-1 047, 2007.

Juvigné, E., P. Haesaerts, H. Metsdagh, S. Balescu, *Révision du stratotype loessique de Kesselt (Limbourg, Belgique)*, Comptes rendus de l'Académie des Sciences Paris, Vol. 323, Série IIa, 801-807, 1996.

## K

Kletetschka, G., S.K. Banerjee, *Magnetic stratigraphy of chinese loess as a record of natural fires*, Geophysical Research Letters, Vol. 22, No. 11, 1 341-1 343, 1995.

## L

Langohr, R., *L'anthropisation du paysage pédologique agricole de la Belgique depuis le Néolithique ancien - apports de l'archéopédologie*, Etude et gestion des sols, Vol. 8, No 2, 103-118, 2001.

Lautridou, J. P., J. Sommé, J. Heim, J. J. Puisségur, D. D. Rousseau, *La stratigraphie des loess et formations fluviatiles d'Achenheim (Alsace) : nouvelles données bioclimatiques et corrélations avec les séquences Pléistocènes de la France du Nord-Ouest*, Bulletin de l'Association Française pour l'Etude du Quaternaire, Vol. 22-23, 125-132, 1985.

Lautridou, J. P., J. Sommé, J. Heim, J. Maucorps, J. J. Puisségur D. D. Rousseau, A. Thévenin, B. Vliet-Lanöe, *Corrélations entre sédiments quaternaires continentaux et*

- marins (littoraux et profonds) dans le domaine France septentrionale-Manche*, Revue de Géologie dynamique et de Géographie physique, Vol. 27, 105-112, 1986.
- Le Borgne, E., *Sur la susceptibilité magnétique du sol*, Thèse d'état, Paris, 1955a.
- Le Borgne, E., *Susceptibilité magnétique anormale du sol superficiel*, Annales de Géophysique, Vol. 11, 399-419, 1955b.
- Le Borgne, E., *Influence du feu sur les propriétés magnétiques du sol et sur celles du schiste et du granite*, Annales de Géophysique, Vol. 16, No. 2, 159-195, 1960a.
- Le Borgne, E., *Etude expérimentale du traînage magnétique dans le cas d'un ensemble de grains magnétiques très fins dispersés dans une substance non magnétique*, Annales de Géophysique, Vol. 16, No. 4, 445-494, 1960b.
- Le Borgne, E., *The Relationship between the Magnetic Susceptibility and the History of Soils*, In : *Problems in Palaeoclimatology*, Interscience Publishers, 666-673, 1963.
- Le Borgne, E., *Les propriétés magnétiques du sol. Application à la prospection des sites archéologiques*, Archaeo-Physica, 1-20, 1965.
- Liu, X., P. Hesse, T. Rolph, *Origin of maghemite in chinese loess deposits : aeolian or pedogenic ?*, Physics of the Earth and Planetary Interiors, Vol. 112, 191-201, 1999.
- Liu, Q., M. J. Jackson, S. K. Banerjee, B. A. Maher, C. Deng, Y. Pan, R. Zhu, *Mechanism of the magnetic susceptibility enhancements of the Chinese loess*, Journal of Geophysical Research, Vol. 109, 2004.
- Liu, Q., C. Deng, Y. Yongjae, J. Torrent, M. J. Jackson, S. K. Banerjee, R. Zhu, *Temperature dependence of magnetic susceptibility in an argon environment : implications for pedogenesis of Chinese loess/palaeosols*, Geophysical Journal International, Vol. 161, 102-112, 2005.
- Longworth, G., M. S. Tite, *Mössbauer and magnetic susceptibility studies of iron oxides in soils from archaeological sites*, Archaeometry, Vol. 19, 3-14, 1977.

## M

- Macphail, R. I., *Soil and botanical studies of the « Dark Earth »*, In : Jones M. et Dimbleby G. W. (ed.), *The Environment of man : the Iron Age of the Anglo-Saxon period*, British Archaeological Reports, Oxford, 309-331, 1981.
- Macphail, R. I., *The reworking of urban stratigraphy by human and natural processes*, Hall A. R. et Kenward H. K. (ed.), *Urban-rural connections ; perspectives from environmental archaeology*, Oxbow Monograph 47, Oxford, 13-43, 1994.

- Macphail, R. I., « *Dark earth* » : recent studies of « *dark earth* » and « *dark earth like* » microstratigraphy in england, In : *Dark earth Terres Noires*, (Ed. Verslype), Louvain, Université catholique de Louvain, 2004.
- Macphail, R. I., M. A. Courty, *Interpretation and significance of urban deposits*, In : Edgren T., H. Jungner (ed.), *Proceedings of the third nordic conference on the application of scientific methods in archaeology*, Helsinki, 71-83, 1985.
- Macphail, R. I., H. Galinié, F. Verhaeghe, *A future for dark earth?*, *Antiquity*, Vol. 77, No. 296, 349-358, 2003.
- Maher, B. A., *Characterization of soils by mineral magnetic measurements*, *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, Vol. 42, 76-92, 1986.
- Maher, B. A., *Magnetic properties of some synthetic sub-micron magnetites*, *Geophysical Journal*, Vol. 94, 83-96, 1988.
- Maher, B. A., R. M. Taylor, *Formation of ultrafine-grained magnetite in soils*, *Nature*, Vol. 336, 368-370, 1988.
- Maher, B. A., R. Thompson, *Mineral magnetic record of the Chinese loess and paleosols*, *Geology*, Vol. 19, 3-6, 1991.
- Maher, B. A., R. Thompson, *Paleorainfall reconstructions from pedogenic magnetic susceptibility variations in the chinese loess and paleosols*, *Quaternary Research*, Vol. 44, 383-391, 1995.
- Mann, S., N. H. C. Sparks, R. B. Frankel, D. A. Bazylinski, H. W. Jannasch, *Bio-mineralization of ferrimagnetic greigite ( $Fe_3S_4$ ) and iron pyrite ( $FeS_2$ ) in a magnetotactic bacterium*, *Nature*, Vol. 343, 258-261, 1990.
- Marmet, E., M. Bina, N. Federoff, A. Tabbagh, *Relationships between Human Activity and the Magnetic Properties of Soils : A Case Study in the Medieval Site of Roissy-en-France*, *Archaeological Prospection*, Vol. 6, 161-170, 1999.
- Marmet, E., *Cartographie à large maille de la susceptibilité magnétique du sol pour une évaluation archéologique sur les grands tracés*, Thèse de Doctorat de l'Université de Paris 6, Paris, 2000.
- Martinson, D. G. , N. Pisias, J. D. Hays, J. Imbrie, T. C. Moore, N. J. Shackleton, *Age dating and the orbital theory of Ice Ages : development of a high-resolution 0 to 300,000-year chronostratigraphy*, *Quaternary Research*, Vol. 27, 1-29, 1987.
- Maury, R. C., R. Brousse, B. Villemant, J. L. Joron, H. Jaffrezic, M. Treuil, *Cristallisation fractionnée d'un magma basaltique alcalin : la série de la Chaîne des Puys (Massif Central, France)*, *Bulletin de Minéralogie*, Vol. 103, 250-266, 1980.

- Moskowitz, B. M., S. K. Banerjee, *A comparison of the magnetic properties of synthetic titanomaghemites and some oceanic basalts*, Journal of Geophysical Research, Vol. 86, II, 869-II, 882, 1981.
- Moskowitz, B. M., R. B. Frankel, D. A. Bazylinski, *Magnetic magnetic criteria for the detection of biogenic magnetite*, Earth and Planetary Science Letters, Vol. 120, 238-300, 1993.
- Mullins, C. E., *The magnetic properties of the soil and their application to archaeological prospecting*, PhD Thesis, Archaeo-Physika, Vol. 5, 145-347, 1974.
- Mullins, C. E., *Magnetic susceptibility of the soil and its significance in soil science - a review*, Journal of Soil Science, Vol. 28, 223-246, 1977.
- Mullins, C. E., M. S. Tite, *Magnetic Viscosity, Quadrature Susceptibility, and Frequency Dependence of Susceptibility in Single-Domain Assemblies of Magnetite and Maghemite*, Journal of Geophysical Research, Vol. 78, No. 5, 804-809, 1973a.
- Mullins, C. E., M. S. Tite, *Preisach Diagrams and Magnetic Viscosity Phenomena for Soils and Synthetic Assemblies of Iron Oxide Grains*, J. Geomag. Geoelectr. , Vol. 25, 213-229, 1973b.

## N

- Néel, L., *Théorie du traînage magnétique des ferromagnétiques en grains fins avec applications aux terres cuites*, Annales de Géophysique, Vol. 5, No. 2, 99-136, 1949.
- Nicosia, C., *Rapport préliminaire d'analyse micromorphologique*, Metz Z.A.C. Amphithéâtre (Moselle), 2008.

## O

- Oches, E., S. K. Banerjee, *Rock-magnetic proxies of climate change from loess-palaeosol sediments of the Czech Republic*, Stud. Geophys. Geodaet., Vol. 40, 287-301, 1996.
- Ottow, J. L. G., J. Weber, J. C. Hunch, *Effet de la taille des particules sur la réduction bactérienne des oxydes de fer*, Science du sol, Vol. 4, 305-314, 1981.
- Özdemir, Ö., S. K. Banerjee, *A preliminary magnetic study of soil from west-central Minnesota*, Earth and Planetary Science Letters, Vol. 59, No. 2, 393-403, 1982.
- Özdemir, Ö., S. K. Banerjee, *High temperature stability of maghemite*, Geophysical Research Letters, Vol. II, 161-164, 1984.

## P

- Pan, Y., N. Petersen, A. F. Davila, L. Zhung, M. Winkholfer, Q. Liu, M. Hanzlik, R. Zhu, *The detection of bacterial magnetite in recent sediments of lake Chiemsee (south Germany)*, Earth and Planetary Science Letters, Vol. 232, 109-123, 2005.
- Parry, L. G., *Magnetic properties of dispersed magnetite powders*, Phil. Mag., Vol. II, 303-312, 1965.
- Prévot, M., A. Mankinen, S. Grommé, A. Lecaille, *High paleointensities of the geomagnetic field from thermomagnetic study on rift valley pillow basalts from the mid-atlantic ridge*, Journal of Geophysical Research, 2 316-2 326, 1983.

## R

- Rahman, A. A., L. G. Parry, *Magnetization of multidomain magnetite particles*, Riv. Ital. Geofis., Vol. 22, 259-266, 1973.
- Roberts, A. P., *Magnetic properties of sedimentary greigite ( $Fe_3S_4$ )*, Earth and Planetary Science Letters, Vol. 134, 227-236, 1995.
- Rousseau, D. D., J. J. Puisségur, F. Lécalle, *West-European molluscs assemblages of isotopic stage 11 (Middle Pleistocene) : climatic implications*, Palaeogeography Palaeoclimatology Palaeoecology, Vol. 92, 15-29, 1992.
- Rousseau, D. D., N. Soutarmin, L. Gaume, P. Antoine, M. Lang, J. P. Lautridou, J. Sommé, L. Zöller, I. Lemeur, L. Meynardier, M. Fontugne, A. Wintle, *Histoire du Dernier cycle climatique enregistrée dans la séquence loessique d'Achenheim (Alsace, France), à partir de la susceptibilité magnétique*, Comptes rendus de l'Académie des Sciences Paris, Vol. 319, Série II, 551-558, 1994.
- Rousseau, D. D., L. Zöller, J. P. Valet, *Late Pleistocene climatic variations at Achenheim, France, based on magnetic susceptibility and TL*, Quaternary Research, Vol. 49, 255-263, 1998.
- Rummery, T. A., J. Bloemendal, J. Dearing, F. Oldfield, R. Thompson, *The persistence of fire-induced magnetic oxides in soils and lake sediments*, Annales de Géophysique, Vol. 35, No. 2, 103-107, 1979.

## S

- Schwarz, K., *Atlas der spätkeltischen Viereckschanzen Bayerns*, München, 1959.
- Scollar, I., A. Tabbagh, A. Hesse, I. Herzog, *Archaeological Prospecting and Remote Sensing*, Cambridge Presse (Ed.), tome 2, Cambridge, 1990.

- Schwertmann, U., *The effect of pedogenic environments on iron oxide minerals*, Advanced Soil Science, Vol. 1, 172-200, 1985.
- Schwertmann, U., R. M. Taylor, *Iron oxides*, In : Minerals in Soil Environments, 2nd édition (eds DIXON, J. B. et S. B. Weed), 379-438, 1989.
- Singer, M. J., P. Fine, *Pedogenic factors affecting magnetic susceptibility of northern california soils*, Soil Science, Soc. Am. J., Vol. 53, 1 119-1 127, 1989.
- Singer, M. J., K. L. Verosub, P. Fine, J. TenPas, *A conceptual model for the enhancement of magnetic susceptibility in soils*, Quaternary International, Vol. 34-36, 243-248, 1996.
- Solokov, L. A., L. S. Il'ina, T. S. Gendler, *Phase composition of iron compounds and the problems of tropical soil and weathering crust formation (by the example of Laos)*, Eurasian Soil Science, Vol. 30, No. 8, 883-897, 1997.
- Sommé, J., J. P. Lautridou, J. Heim, J. Maucorps, J. J. Puisségur, D. D. Rousseau, A. Thévenin, B. Van Vliet-Lanöe, *Le cycle climatique du pléistocène supérieur dans les loess d'Alsace à Achenheim*, Bulletin de l'Association Française pour l'Étude du Quaternaire, Vol. 25-26, 97-104, 1986.
- Sukopp, H., H. P. Blume, W. Kunick, *The soil, flora and vegetation of Berlin's waste lands*, In : Laurie, I.C. (ed.), *Nature in Cities*, J. Wiley, Chichester, 115-132, 1979.
- T
- Tabbagh, A., *Méthodes de prospection électromagnétique applicables aux problèmes archéologiques*, Archaeo-physika, Vol. 5, 349-437, 1974.
- Tabbagh, A., *What is the best coil orientation in the slingram electromagnetic prospecting method ?*, Archaeometry, Vol. 28, No. 2, 185-196, 1986.
- Tarling, D. H., F. Hrouda, *The Magnetic Anisotropy of Rocks*, Chapman et Hall, London, 217 pages, 1993.
- Tauxe, L., T. A. T. Mullender, T. Pick, *Pot-bellies, wasp-waists and superparamagnetism in magnetic hysteresis*, Journal of Geophysical Research, Vol. 95, 12 337-12 350, 1996.
- Taylor, R. M., U. Schwertmann, *Maghemite in soils and its origine : properties and observations on soils maghemites*, Minerals, Vol. 10, 1974.
- Taylor, R. M., B. A. Maher, P. G. Self, *Magnetite in soils : the synthesis of single-domain and superparamagnetic magnetite*, Clay Minerals, Vol. 22, 411-422, 1987.
- Tite, M. S., *Influence of geology on magnetic susceptibility of soils*, Archaeometry, Vol. 4, No. 2, 229-237, 1972.

- Tite, M. S., R. Linington, *Effects of climate on the magnetic susceptibility of soils*, Nature, Vol. 256, 565-566, 1975.
- Tite, M. S., C. E. Mullins, *Electromagnetic prospecting : a preliminary investigation*, Propezioni Archeologiche, Vol. 4, 95-102, 1969.
- Tite, M. S., C. E. Mullins, *Magnetic properties of soils*, Propezioni Archeologiche, Vol. 5, 111-112, 1970.
- Tite, M. S., C. E. Mullins, *Enhancement of the magnetic susceptibility of soils on archaeological sites*, Archaeometry, Vol. 13, No. 2, 209-219, 1971.
- Thiesson, J., A. Tabbagh, S. Flageul, *TDEM magnetic viscosity prospecting using a Slingram coil configuration*, Near Surface Geophysics, 363-374, 2007.
- Thompson, R., F. Oldfield, *Environmental Magnetism*, Allen and Unwin (Publishers) Ltd, Londres, 1986.
- Trigui, M., *Étude des susceptibilités magnétiques en champ alternatif et continu de carottes de la croûte océanique en vue de l'interprétation des diagraphies électromagnétiques et magnétiques*, Thèse de doctorat de l'Université de Paris 6, Paris, 1987.

## V

- Van den Bogaard, P., H. Schminckeh, *Laacher See tephra : A widespread isochronous late Quaternary tephra layer in central and northern Europe*, Geological Society of America Bulletin, Vol. 96, 1 554-1 571, 1985.
- Vannière, B., G. Bossuet, A. V. Walter-Simonnet, P. Ruffaldi, T. Adatte, M. Rossy, M. Magny, *High-resolution record of environmental changes and tephrochronological markers of the Mast Glacial-Holocene transition at Lake Lautrey (Jura, France)*, Journal of Quaternary Science, Vol. 19, 797-808, 2004.

## W

- Walter-Simonnet, A. V., G. Bossuet, A. L. Develle, C. Bégeot, P. Ruffaldi, M. Magny, T. Adatte, M. Rossy, J. P. Simonnet, J. L. de Beaulieu, B. Vannière, M. Thiviet, L. Millet, B. Regent, C. Wackenheim, *Chronologie et spatialisation de retombées de cendres volcaniques tardiglaciaires dans les massifs des Vosges et du Jura, et le Plateau Suisse*, Quaternaire, Vol. 19, 117-132, 2008.
- Wang, X., L. Huayu, X. Huifang, D. Chenglong, C. Tianhu, X. Wang, *Magnetic properties of loess deposits on the northeastern Qinghai-Tibetan Plateau : paleoclimatic implications for the Late Pleistocene*, Geophysical Journal International, Vol. 167, 1 138-1 147, 2006.

Wastergård, S., B. Wholfarth, D. A. Subetto, T. V. Sapelko, *Extending the known distribution of the Younger Dryas Vedde Ash into north-western Russia*, Journal of Quaternary Science, Vol. 15, 581-586, 2000.

Wohlfart, E. P., *Relations between different modes of acquisition of the remanent magnetization of ferromagnetic particles*, J. Appl. Phys., Vol. 29, 595-596, 1958.

## Z

Zhu, R. X., G. Matasova, A. Zykina, V. Sun, *Rock magnetic record of the last glacial-interglacial cycle from the Kurtak loess section, southern Siberia*, Geophysical Journal International, Vol. 152, 335-343, 2003.

## Annexe I : Description des techniques utilisées pour le dosage des éléments chimiques

L'ensemble des techniques utilisées sont disponibles à l'adresse suivante :

[http : //www.arras.inra.fr/pages/methode du las sols.htm](http://www.arras.inra.fr/pages/methode%20du%20las%20sols.htm)

Tous les échantillons ont été préalablement séchés à l'air et tamisés à 2 mm.

### Dosage du carbone organique (référence SOL-0403)

Le carbone organique a été dosé selon la norme NF ISO 10694. La méthode repose sur la transformation en dioxyde ( $CO_2$ ) de la totalité du carbone présent dans l'échantillon. La réaction s'effectue en portant ce dernier à environ 1 000°C en présence d'oxygène. Après séparation chromatographique, la quantité de gaz carbonique formée est quantifiée au moyen d'un catharomètre (conductibilité thermique).

Quand l'échantillon contient des quantités non négligeables de carbone minéral sous forme de carbonates, une correction ou un prétraitement de l'échantillon est nécessaire. Lorsque la détermination du calcaire total a été demandée sur l'échantillon, on va utiliser la teneur mesurée pour une éventuelle correction ( $C_{\text{minéral}} = 0,12 \times CaCO_3$ ). Dans le cas contraire, un prétraitement sera systématiquement appliqué. Par prétraitement on entend toute procédure utile à la quantification de la teneur en carbonates ou leur élimination avant analyse si nécessaire.

La prise d'essai est d'environ 50 mg d'échantillon broyé à 250  $\mu m$ .

### Dosage du fer échangeable (référence SOL-0718)

Le fer échangeable à la cobaltihexammine a été dosé par émission atomique en plasma induit d'argon (ICP-AES).

### Dosage du fer non libre (référence SOL-0908)

L'extraction du fer non libre s'est faite selon la méthode Mehra-Jackson proposée en 1960. Elle est encore appelée méthode CBD. L'extraction s'effectue à chaud en présence de citrate de sodium (C) comme complexant, hydrogénocarbonate (bicarbonate) de sodium (B) pour tamponner le  $pH$  et de dithionite de sodium (D) comme réducteur. D'après Jeanroy (1983), on dissout la totalité du fer présent sous forme d'oxydes et oxyhydroxydes (hématite, goethite, lépidocrocite) et moins de 5 % du fer présent dans les minéraux silicatés ferrifères (biotite, penninite, glauconite).

#### **Réactif :**

Solution d'extraction :

- tri-Citrate de sodium 0,267 mol/l;
- Hydrogénocarbonate de sodium 0,111 mol/l.

Solution réductrice :

- Dithionite de sodium à 200 g/l.

#### **Mode opératoire :**

À 0,500 g d'échantillon broyé à 250  $\mu m$ , ajouter 25 ml de la solution d'extraction. Porter à 80°C dans un bain marie. Ajouter 1,5 ml de la solution réductrice et laisser agir 30 minutes en agitant par intermittence. Après refroidissement, ajuster le volume à 50 ml, homogénéiser et filtrer. Les dosages s'effectuent sur l'extrait filtré. Le dosage du fer se fait par émission en plasma induit d'argon (ICP-AES).

Dosage du fer total HF (référence SOL-1007)

Le dosage du fer total s'est effectué par émission plasma en mode photonique (ICP-AES) selon la norme française en ISO 11885.

Dosage du phosphore ( $P_2O_5$ ) total HF (référence SOL-1007)

Le dosage du phosphore total s'est effectué par émission plasma en mode photonique (ICP-AES) selon la norme française en ISO 11885.

## Annexe II : Chronostratigraphie et chronologie archéologique du Quaternaire

Système Epoque		Divisions stratigraphiques	Inlandsis Scandinave	Glaciers alpins	Chronologie archéologique					
CENOZOÏQUE	QUATERNAIRE	<b>HOLOCENE</b>				Gallo-romains âge du Fer âge du Bronze Néolithique				
		Actuel	Subatlantique	Post-glaciaire	Post-glaciaire					
		2 700	Subboréal							
		4 700	Atlantique							
		8 000	Boréal							
		9 000	Préboréal							
		10 300 ans	<b>QUATERNAIRE</b>				Paléolithique supérieur			
		Pléist. Sup.	10 700	Dryas récent (III)	Weichsélien	Würm				
			11 700	Allerod						
			12 200	Dryas II						
			13 200	Bölling						
			15 000	Dryas ancien (I)						
			24 000	Pléniglaciaire Supérieur						
				Pléniglaciaire Moyen						
			50 000	Pléniglaciaire Inférieur				Eémien	Riss-Würm	Paléolithique moyen
				59 000						
			100 000	Pléist. Moyen			128 000 ans	Saalien	Riss	Paléolithique inférieur
		300 000			Holsteinien	Mindel-Riss				
		350 000			Elstérien	Mindel				
		650 000			Cromérien	Interglaciaire Günz-Mindel				
780 000 ans	Ménapien	Günz								
500 000	Pléist. Inf.	1 200 000	Waalien	Interglaciaire Donau-Günz	Industries archaïques					
			Eburonien							
			Tiglien							
1 Ma										

Les périodes chaudes (interglaciaires ou post-glaciaire) sont indiquées en rouge, tandis que les périodes froides (glaciaires) sont indiquées en bleu.

## Annexe III : Courbes thermomagnétiques obtenues pour les horizons du profil 2 (Papferding, Bavière)

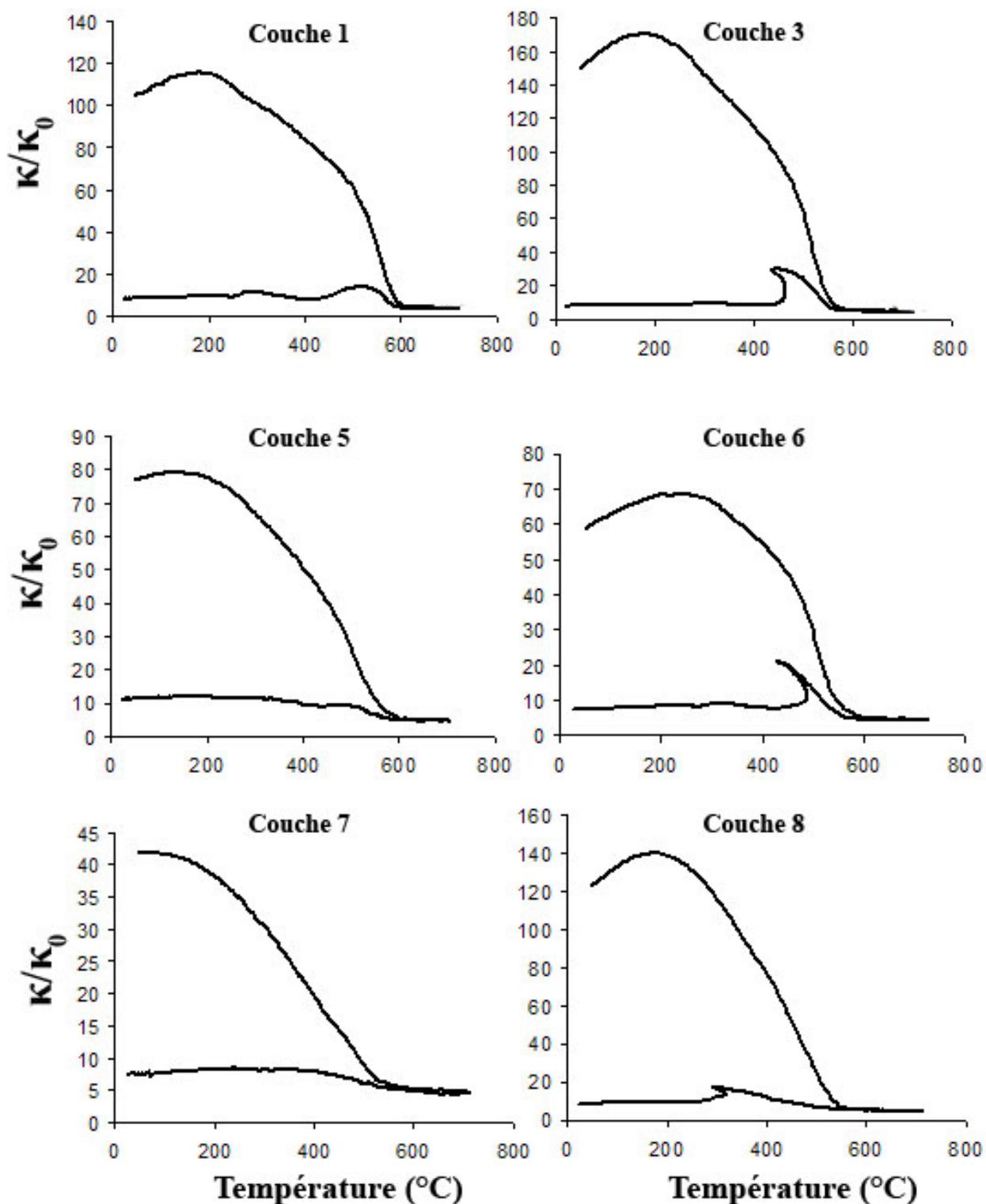


FIGURE 4.196 – Courbes K-T acquises sous air pour les échantillons des couches 1, 3, 5, 6, 7 et 8 du profil 2 prélevés sur le site de Papferding. La susceptibilité mesurée  $\kappa$  est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante  $\kappa_0$ .

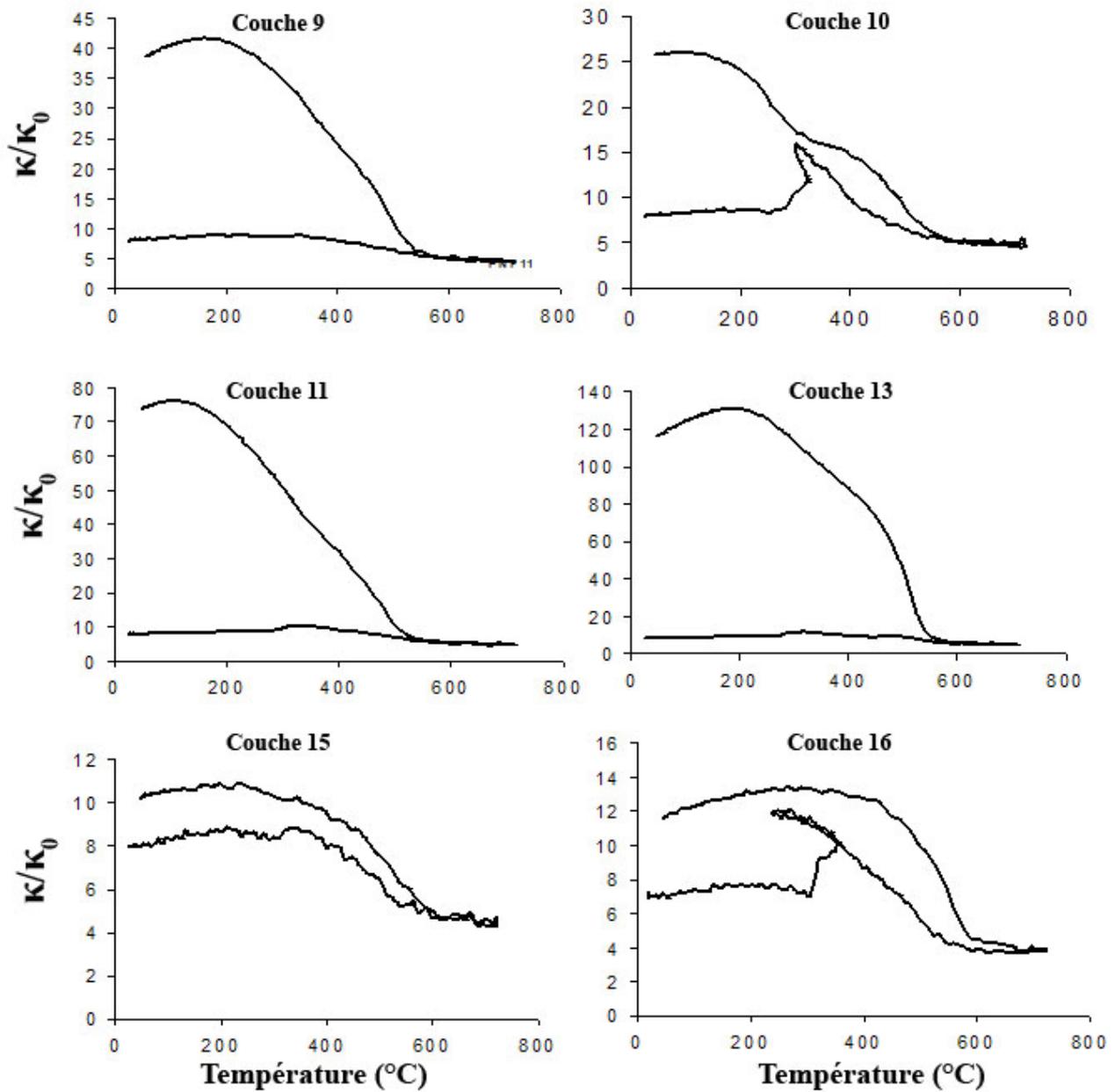


FIGURE 4.197 – Courbes K-T acquises sous air pour les échantillons des couches 9, 10, 11, 13, 15 et 16 du profil 2 prélevés sur le site de Papferding. La susceptibilité mesurée  $\kappa$  est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante  $\kappa_0$ .

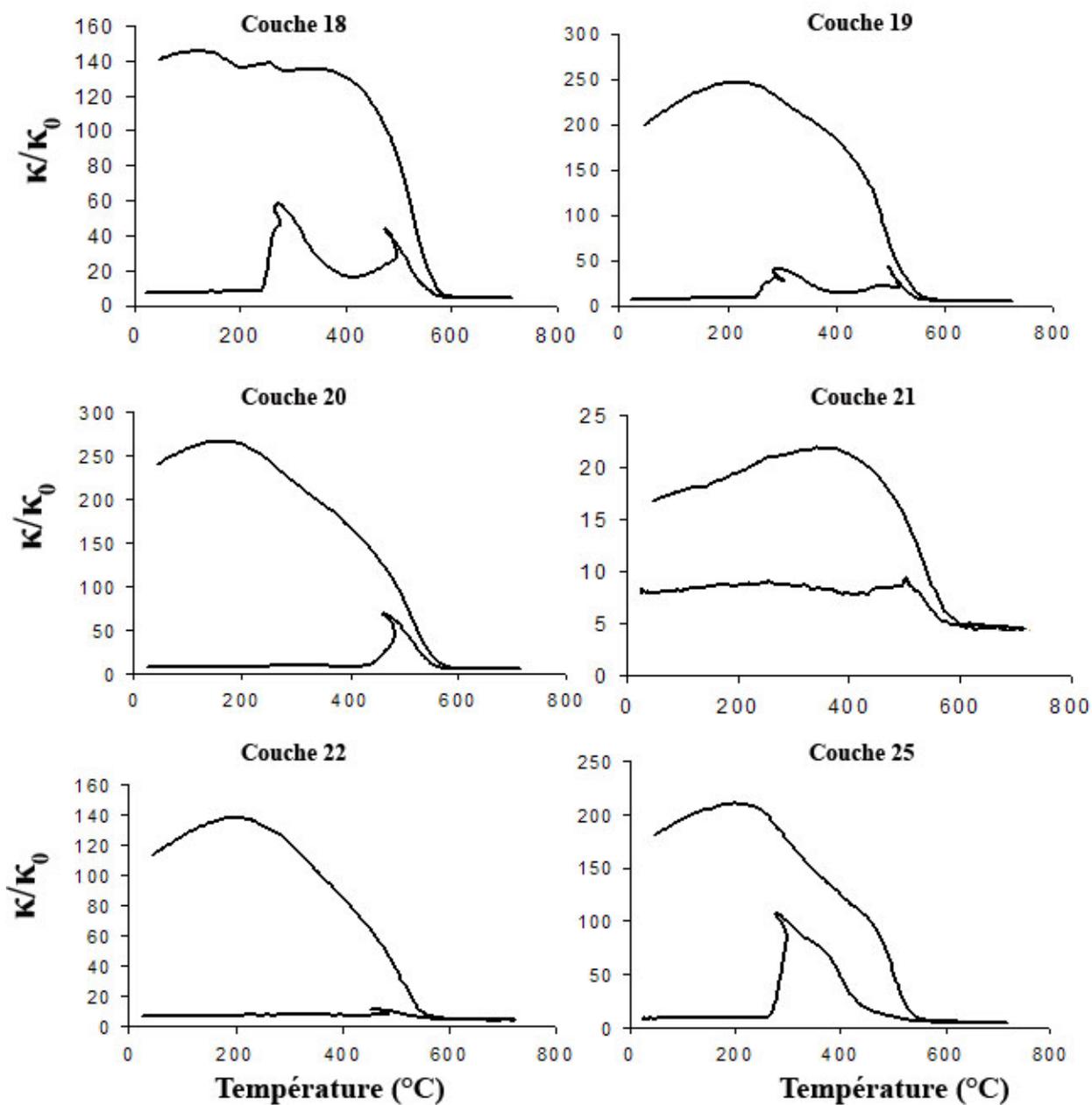


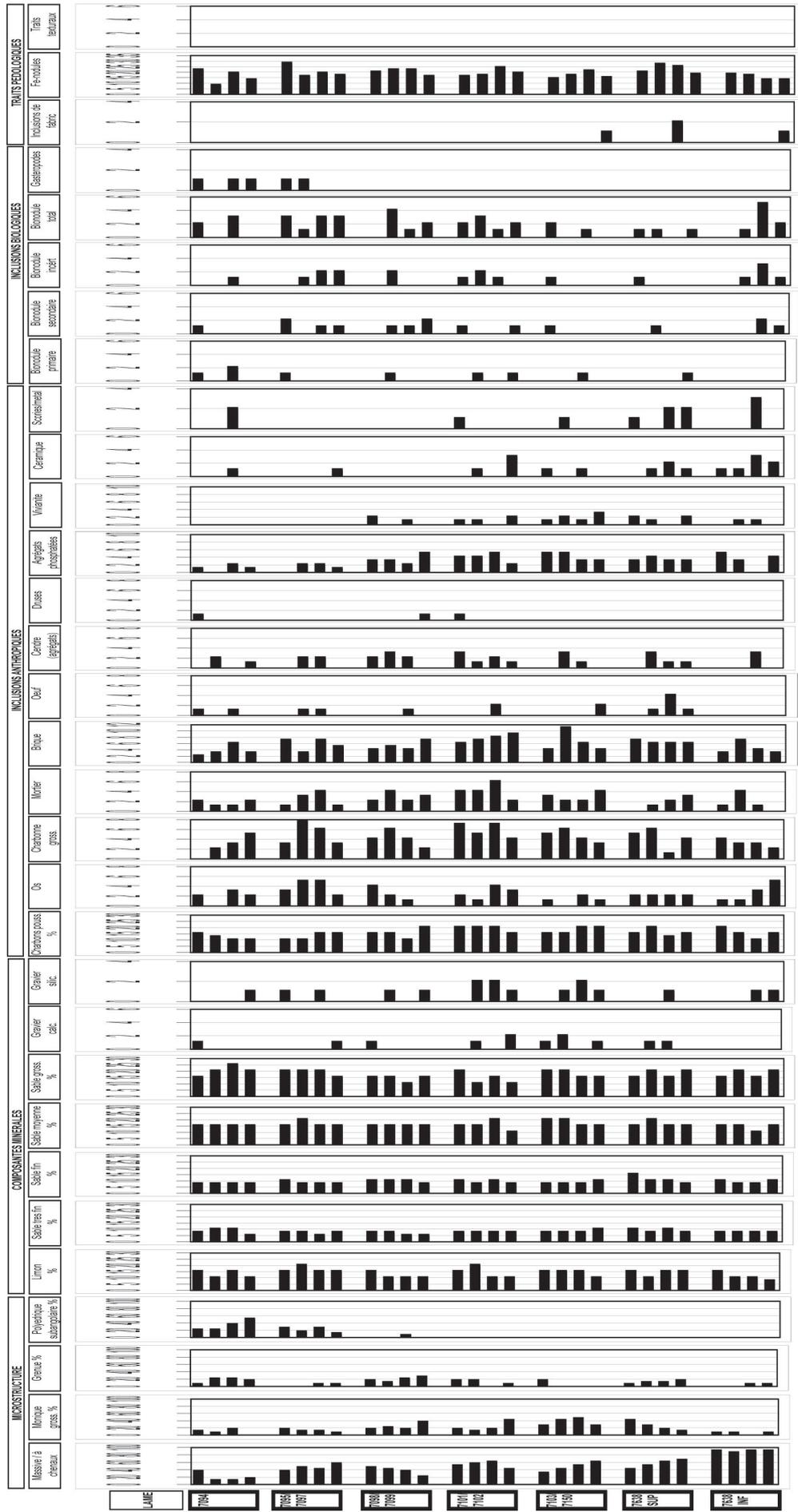
FIGURE 4.198 – Courbes K-T acquises sous air pour les échantillons des couches 18, 19, 20, 21, 22 et 25 du profil 2 prélevés sur le site de Papferding. La susceptibilité mesurée  $\kappa$  est normalisée par rapport à la susceptibilité à température ambiante  $\kappa_0$ .

**Annexe IV : Résultats du comptage des lames minces  
pour les secteurs 63, 61 et 71 de la ZAC-Amphithéâtre  
(Metz)**





Metz - Z.A.C. / Amphithéâtre  
CP 71 : résultats du comptage des lames.





# Lexique

## Section pédologie

Authigène : On appelle authigène un minéral qui a pris naissance dans la roche où il se trouve. Ce terme est utilisé surtout pour les minéraux ayant cristallisé au sein d'une roche sédimentaire. Le terme contraire est allogène.

Billon : La culture sur billons est une technique agricole utilisée pour limiter les effets d'une humidité ou pluviométrie importante ou pour permettre les cultures sur les sols trop argileux. Elle consiste à cultiver en rangées de petites buttes d'environ 15-20 centimètres de hauteur (6-8 pouces), préparées la saison précédente. Les buttes sont aplaties sur le dessus pour former une sorte de trapèze à pente douce évitant le ravinement en cas de fortes pluies. La permanence des billons a pour avantage de favoriser l'amélioration, avec le temps, des propriétés physiques, chimiques et biologiques du sol.

Brunification : Processus pédologique s'observant sur tous matériaux, bien drainés, non calcaires, mais libérant en quantité suffisante de l'argile et des oxydes de fer libres ; sur matériaux contenant des carbonates (mixtes), la phase de brunification suit celle de la carbonatation, après élimination progressive de la totalité de  $CaCO_3$ , et aussi d'une partie du calcium échangeable. L'horizon (B) brun, coloré par les oxydes de fer, étroitement liés aux argiles, prend un développement croissant.

Colluvion : Dépôt de bas de pente, relativement fin et dont les éléments ont subi un faible transport à la différence des alluvions.

Eluvial : Se dit du niveau d'un sol qui a subi un lessivage.

Enchytréide : Ver de terre de 2,5 à 35 mm en moyenne de taille, de couleur blanchâtre ou transparente.

Gélifluxion : Descente, sur un versant, de matériaux boueux ramollis par l'augmentation de la teneur en eau liquide provenant du dégel.

Gley/Pseudogley : Horizon d'un sol lié à la présence permanente (gley) ou temporaire (pseudogley) d'une nappe d'eau et caractérisé par des teintes grisâtres, bleuâtres ou verdâtres dues à la présence de fer réduit.

Gyttja : Tourbe sédimentaire riche en éléments nutritifs, constitué surtout de débris de

plancton et d'autres plantes et animaux, et de vase. Il est déposé dans l'eau et à l'état finement divisé.

**Horizon  $A_0$**  : C'est un sous-horizon de l'horizon éluvial  $A$  ( $A$  contient de la matière organique et ses substances solubles ont été, au moins en partie, lessivées).  $A_0$  est un horizon organique à structure originelle modifiée ou détruite (plus de 30 % de matière organique).

**Horizon  $Ah$**  : C'est un sous-horizon de l'horizon éluvial  $A$ .  $Ah$  est un horizon mixte contenant en mélange de matière organique (moins de 30 %) et de matière minérale.

**Horizon  $Ap$**  : C'est un sous-horizon de l'horizon éluvial  $A$ .  $Ap$  est un horizon humifère labouré, homogénéisé, à la limite inférieure nette.

**Horizon  $B$**  : L'horizon illuvial ou d'accumulation  $B$  est l'horizon dans lequel s'accumulent les substances dissoutes dans l'horizon  $A$ .

**Horizon  $Go$**  : L'horizon  $Go$  correspond à un gley oxydé à taches et concrétions.

**Horizon  $Gr$**  : L'horizon  $Gr$  correspond à un gley réduit, gris verdâtre à fer ferreux dominant.

**Horticulture** : L'horticulture désigne la branche professionnelle de l'agriculture consacrée à la production intensive de plantes pour l'alimentation ou la plantation d'agrément dans les jardins publics ou privés. Horticulture s'oppose à agriculture au sens de culture extensive de plein champ (*ager* = le champ).

**Hydromorphie** : L'hydromorphie est une qualité d'un sol. Un sol est dit hydromorphe lorsqu'il est régulièrement saturé d'eau (généralement en hiver). La vie microbienne est alors « noyée » et la présence d'eau a également des conséquences physico-chimiques.

**Illuvial** : Se dit de l'horizon d'un sol qui a subi une accumulation.

**Lessivage** : Le lessivage est un processus d'entraînement mécanique par les eaux de gravité, des particules fines dispersées (en général argiles fines et hydroxydes de fer qui leur sont liés) depuis des horizons supérieurs (éluviaux : appauvris et partiellement décolorés) vers les horizons profonds (illuviaux : enrichis et de ce fait, plus colorés).

**Malacofaune** : Faune composée de mollusques.

**Mor** : Type d'humus de nature feuilletée et fibreuse formé en milieu biologiquement peu actif, acide, sur roches siliceuses et sous végétation résineuse, connu par exemple dans les podzols. Il offre des horizons  $L$  (litière) et  $A_0$  (horizon éluvial de surface) composés de matière organique fraîche, peu transformés, superposés au sol minéral. Lorsque l'humus présente une activité biologique légèrement plus importante mais suffisamment faible pour que ce dernier soit qualifié de peu actif, on parle de moder.

**Mull**: Type d'humus de nature grumeleuse et brunâtre, formé en milieu biologiquement actif et oxygéné, à pH proche de la neutralité. Il est caractérisé par une décomposition rapide des litières. L'humification est importante, elle engendre une structure aérée, en agrégats de différentes dimensions, qui constituent l'horizon mixte (*Ah*) bien distinct de l'horizon *L* (litière).

**Nuancier de Munsell**: C'est un système d'identification des couleurs. C'est un espace tridimensionnel qui fournit la teinte (5R par exemple pour du rouge), l'intensité (0 pour le noir, 10 pour le blanc) et la saturation (elle commence au gris (0), les limites supérieures variant de couleurs en couleurs). La couleur se voit alors attribuer son identifiant définitif, par exemple : 5RP 8/2 pour un rose pâle.

**Pédogenèse**: Processus amenant à la formation des sols à partir d'une roche-mère.

**Permafrost**: Partie d'un cryosol constamment gelé et, dès lors, imperméable.

**Phytolithes**: Les phytolithes ou phytolithaires sont des particules micrométriques d'opale provenant de l'accumulation de silice dans les tissus des plantes, qui précipite dans et entre les cellules des plantes vivantes. En effet, les plantes puisent les éléments nécessaires à leur croissance (et la silice) grâce à leurs racines dans le sol. Elles les restituent ensuite dans les sols lors de leur mort naturelle ou si elles sont détruites par des feux ; ces éléments sont alors de nouveau absorbés par d'autres végétaux.

Certains phytolithes acquièrent une morphologie comparable à celle de la cellule dans laquelle ils précipitent, ce qui leur confèrent une valeur taxonomique. Les phytolithes forment donc une mémoire de la végétation dont ils sont originaires.

Les phytolithes offrent un précieux outil aux chercheurs pour reconstituer l'histoire de l'environnement. En effet, la fraction des phytolithes qui n'est pas dissoute dans le sol y subsiste sous forme fossile. Or, à partir des différents aspects de ces phytolithes fossilisés, il est possible d'identifier le type de végétation dont ils sont issus. De ce fait, les phytolithes constituent des indicateurs paléoenvironnementaux fiables.

**Plaggen**: Type de sol créé en Europe pendant le Moyen Âge par l'extraction de tourbe dans des zones extérieures utilisée comme litière pour le bétail ; la litière mélangée aux excréments et à l'urine était ensuite répandue dans les champs comme fertilisant. Cette technique permettait de créer un sol agricole fertile qui pouvait atteindre jusqu'à 1 m d'épaisseur, contrairement à la couche arable actuelle qui ne dépasse pas généralement 30 cm.

**Podzolisation**: Elle apparaît sous l'influence d'un mor ou d'un moder, produisant des quantités massives de composés organiques solubles, ou pseudosolubles complexants, qui migrent en profondeur sur les matériaux sableux ; ils provoquent l'altération par complexolyse des minéraux argileux et entraînent sous la forme de complexes mobiles les ions  $Al^{3+}$  et  $Fe^{3+}$  libérés.

**Pseudomycélium**: Filonnets blanchâtres de calcite des chernozems.

**Rudéral**: Se dit d'une plante qui pousse dans les décombres.

***Structure*** : En pédologie, la structure est la façon selon laquelle s'arrangent naturellement et durablement les particules élémentaires en formant ou non des agrégats.

L'agrégat est le résultat de l'organisation naturelle des constituants, ce en quoi il est fondamentalement différent d'un fragment lequel résulte de la brisure d'un objet préexistant. Tous les mécanismes et processus de la pédogenèse (actions physiques, chimiques et biologiques) concourent à transformer des matériaux à structure lithologique (roche et dépôts) en matériaux à structure pédologique.

- Structure massive (ou continue) : absence d'agrégats, horizon cohérent, pouvant être plus ou moins induré par des ciments.
- Structure grenue : agrégats à formes nettement arrondies, plus ou moins sphériques, peu ou non poreux, à faces courbes, sans arêtes ni orientation préférentielle.
- Structure prismatique : agrégats à arêtes nettement anguleuses et/ou faces planes, allongés suivant une orientation préférentielle verticale.
- Structure polyédrique sub-angleuse : agrégats avec plusieurs types de faces ou d'arêtes, ou à formes mal définies, arêtes souvent émoussées.
- Structure granulaire : Matériel constitué en grande partie d'amas millimétriques globulaires (déjections de la mésofaune du sol) plus ou moins remaniés mais toujours individualisés.

***Till*** : Mot anglais désignant un dépôt morainique non consolidé.

***Vertique*** : Relatif au vertisol, sol fertile sujet à de fortes différenciations saisonnières (grande sécheresse puis extrême humidité) courant dans les régions tropicales et continentales. Les sols vertiques sont des sols à argile gonflante, incorporation profonde, par mouvements vertiques, de complexes organo-métalliques très stables, de couleur foncée, intégration du fer résultant d'altération dans les argiles de néoformation et dans les composés humiques très polymérisés.

***Vivianite*** : Phosphate  $Fe_3(PO_4)_2 \cdot 8H_2O$  du système monoclinique, en cristaux prismatiques allongés à clivage parfait, bleu transparent. Il est présent dans certaines roches sédimentaires riches en matière organique (exemple : diatomite), et peut constituer une pellicule (irisations « queue de paon ») sur les quartz de filons métallifères.

## Section géologie

Augite : Pyroxène ferromagnésien formant généralement des cristaux noirs.

Basalte : Roche magmatique effusive très commune, les basaltes, avec les andésites à pyroxène, constituant 95 % des laves continentales et océaniques.

C'est une roche noire, microlithique, à verre peu abondant et en général non bulleuse, comportant des plagioclases et des clinopyroxènes, accompagnés selon les cas de d'olivine, d'hypersthène, de magnétite, d'ilménite; il peut s'y ajouter, en faible pourcentage, soit du quartz, soit des feldspathoïdes.

Les laves basaltiques sont très fluides; émises à 1 100°-1 200°C, elles se solidifient vers 1 000°C en donnant des coulées prismées, cordées, ou à surface scoriacée, pouvant couvrir des milliers de  $km^2$ ; elles peuvent former des volcans-boucliers de grande taille, parfois à lac de lave (à 1 200°C). Emises sous l'eau, elles constituent aussi des tufs, des scories, et des bombes fusiformes.

Basalte alcalin : Basaltes sous-saturés, mélanocrates, à olivine abondante, labrador, augite peu calcique et titanifère, avec souvent un peu de feldspathoïde et de mélilite. Ils sont surtout présents dans les volcans continentaux, et parfois dans des arcs insulaires.

Brèche : Toute roche formée pour 50 % au moins d'éléments anguleux de roches de dimension  $> 2$  mm pris dans un ciment (microbrèche pour des éléments de 1/16 mm à 2 mm). La brèche est monogénique, si tous les éléments sont de même nature, polygénique dans le cas contraire. On connaît des brèches sédimentaires, tectoniques et volcaniques.

Clastique : S'applique à une roche constituée surtout de fragments de roches, de minéraux ou de fossiles. Le terme est souvent utilisé comme suffixe (ex : bioclastique, pyroclastique, ...).

Cône de scorie : Relief conique plus ou moins important se formant autour de la cheminée d'un volcan par l'accumulation de scories. Ces dernières correspondent à des fragments de lave vacuolaire et, par suite, de faible densité, à surface irrégulièrement poreuse, hérissée d'arêtes et de pointes, apparaissant dans les projections volcaniques ou sur les coulées dont la surface est craquelée.

Eruption phréatomagmatique : Phénomène volcanique explosif engendré par le contact des eaux souterraines superficielles et d'un magma.

Eruption plinienne : Phénomène volcanique explosif comme celui qui, en 79, coûta la vie à Pline l'Ancien et fut relaté par son neveu Pline le Jeune.

Granite : Roche magmatique plutonique très commune grenue, de teinte claire avec les minéraux essentiels suivants, constituant 80 % de la roche : quartz, feldspath alcalin et plagioclase. Les minéraux accessoires et secondaires sont très variés : mica, amphibole, pyroxène (rare), sphène, apatite, zircon, tourmaline, cordiérite parfois, ... La composition chimique est en moyenne :  $SiO_2 = 73-74$  %,  $Al_2O_3 = 13-14$  %,  $Na_2O+K_2O = 8-9$  %, oxydes Fe, Mn, Mg, Ca = 2-3 %.

Haüyne : Minéral de couleur bleue du groupe des feldspathoïdes.

Jadéite : Pyroxène alcalin, constituant essentiel de roches métamorphiques de HP et BT. Tenace et inaltérable comme le jade, dont il a les utilisations, il s'en distingue par une plus grande fusibilité.

Maar : Lac occupant un cratère en forme de cuvette large de quelques dizaines à quelques centaines de mètres, entouré d'un rempart mince et bas de débris volcaniques (tufs, ponces, cendres), il s'agit d'un cratère d'explosion couronnant souvent un diatrème.

Phonolite : Roche magmatique effusive, grise à verdâtre, à structure microlithique fluidale, à verre peu abondant, à débit en dalles sonores, à patine blanchâtre et cassure à éclat gras, avec feldspath et felspathoïde. Ce sont des laves visqueuses, donnant des coulées épaisses, parfois à débit prismatique plus ou moins grossier, des dômes, dykes et filons.

Rhyolite : Roche magmatique effusive, riche en verre, de teinte claire (leucocrate), à microlithes et phénocristaux rares : quartz souvent bipyramidé et corrodé (quartz rhyolitique), feldspath (ex. sanidine), amphibole et biotite.

Sanidine : Type de feldspath potassique.

Sphène : Nésosilicate  $CaTi[SiO_4](O, OH, F)$  (avec traces de Na, Fe, et terres rares) du système monoclinique, en cristaux souvent automorphes à bords tranchants (forme en « toit de maison »), à macles fréquentes, à éclat adamantin, jaune de miel, brun, rougeâtre, polychroïque. C'est un minéral accessoire répandu dans de nombreuses roches magmatiques (granites, diorites, syénites, et les laves correspondantes), et roches métamorphiques (le plus souvent à amphiboles); son altération est facile en leucoxène.

Spinelle : Oxyde  $MgAl_2O_4$  du système cubique, en cristaux octaédriques souvent maclés, à éclat vitreux. Ce sont des minéraux instables en présence de quartz, et ne se trouvant que dans les roches magmatiques basiques ou ultrabasiques et des roches métamorphiques sans quartz. Le groupe des spinelles comporte, outre les spinelles proprement dits, ds oxydes du système cubique comme la magnétite  $Fe^{2+}Fe_2^{3+}O_4$  et la chromite  $Fe^{2+}Cr_2O_4$ .

Stratovolcan : Volcan dont le cône est édifié par l'alternance plus ou moins régulière de coulées de lave et de couches pyroclastiques (c'est-à-dire formées de projections, tels que des cendres, des lapillis, ...).

Tourbe : Roche combustible légère, brûnâtre, surtout formée de l'accumulation de mousses.

Trachy-andésite : Roche magmatique effusive, gris clair à gris foncé, microlithique fluidale et peu ou pas porphyrique, à plagioclase et feldspath alcalin avec suivant les cas : biotite ou hypersthène, amphibole ou augite, quartz ou olivine. Ce sont des laves formant des pitons et des coulées épaisses, à débit en grosses dalles, et donnant des bombes volcaniques en croûte de pain, ou certains tufs et pouzollanes.

*Trachy-basalte* : Roche effusive mésocrate proche d'une trachy-andésite avec moins de sanidine (ou d'orthose) que de plagioclase, avec minéraux ferromagnésiens (plus de 40 %). Ce sont des laves en coulées, au sein des cortèges trachytiques ou basaltiques.

*Trachyte* : Roche magmatique effusive, blanchâtre, grise, gris verdâtre, microlithique et fluidale (structure trachytique), peu ou pas porphyrique, souvent un peu poreuse et donc légère, constituée de sanidine, d'anorthose, d'albite, avec biotite et amphibole plus rares, à mésostase vitreuse ou cryptocristalline peu abondante. Ce sont des laves assez visqueuses formant surtout des pitons et des suc.

*Tuf volcanique* : Roche formée par accumulation de projections volcaniques en fragments de quelques millimètres, pouvant contenir des blocs ou des cendres, et consolidée sous l'action de l'eau.

## Section archéologie

**Âge du Bronze** : Période de la protohistoire correspondant à l'invention de la métallurgie, notamment du bronze, alliage de cuivre et d'étain, destiné à la fabrication d'outils, d'armes, de bijoux et d'objets divers. En Europe, l'Âge du Bronze débute à la fin du III<sup>e</sup> millénaire av. J.-C. et s'achève autour de 800 av. J.-C. Il succède au Néolithique et précède l'Âge du Fer.

En Europe, l'Âge du Bronze est subdivisé en trois périodes qui restent sujettes à discussion et ne se sont pas toujours développées dans le même temps : Bronze ancien (1 800-1 500 av. J.-C.), Bronze moyen (1 500-1 200 av. J.-C.), Bronze final (1 200-800 av. J.-C.).

**Âge du Fer** : Période de la protohistoire qui suit l'Âge du Bronze, l'Âge du Fer se caractérise par l'utilisation du fer, et surtout par le développement de la sidérurgie. Les débuts de cette période varient selon les pays. En Europe, on constate une continuité culturelle de l'Âge du Bronze à l'Âge du Fer. Ce dernier est divisé en un premier Âge du Fer, appelé Hallstatt, qui apparaît vers 800 av. J.-C. (la date technique est 779 av. J.-C.). Il est marqué par l'arrivée des Celtes, cavaliers originaires de l'Europe centrale, et par la fabrication d'armes en fer ; les objets de parure et de la vie quotidienne continuent d'être en bronze. Puis, vers 500 av. J.-C. vient un second Âge du Fer, appelé La Tène, où les armes et les objets de la vie quotidienne sont en fer. Celui-ci s'achève au début de notre ère.

**Antiquité** : Période de l'histoire occidentale qui commence avec la naissance du monde grec vers 2 000 av. J.-C., pendant l'Âge du Bronze, et s'achève à la fin de l'Empire romain d'Occident en 476 apr. J.-C.

**Bas Empire** : Termes proposés par les historiens pour désigner la période de la décadence de l'Empire romain. Certains historiens lui préfère le qualificatif de « Empire romain tardif » ou « Antiquité tardive ». Sa date de début varie selon les auteurs mais 235 est la plus communément retenue. Sa date de fin coïncide en Occident avec la fin de l'Empire romain d'Occident en 476, lorsque le dernier fantôme d'empereur (Romulus Augustule) fut déposé, mais elle reste floue en ce qui concerne l'Empire romain d'Orient, où la transition avec l'Empire byzantin n'est pas marquée par un événement aussi spectaculaire.

**Fibule** : Petite broche servant à fixer les vêtements d'étoffe ou de peau jusqu'à l'époque mérovingienne (481-751).

**Haut Empire** : Elle désigne la première période de l'Empire romain, elle débute en 27 av. J.-C. avec le principat d'Auguste et inclut le règne idéalisé des Antonins. Le Haut-Empire s'achève évidemment quand commence le Bas-Empire, ce qui est à l'appréciation des auteurs (cf « Bas Empire »).

**Laténien(ne)** : Qualifiant ce qui est propre à « La Tène » ou Second Âge du Fer. Cette période succède au Hallstatt et marque la fin de la Protohistoire. Elle tire son nom de celui d'un site archéologique découvert en 1857 à Marin-Epagnier, sur la pointe Nord-Est du lac de Neuchâtel, à l'embouchure de la Thielle, dans le canton de Neuchâtel en Suisse.

*Moyen Âge* : À la chute de l'Empire romain d'Occident, l'Europe entre dans ce que les hommes de la Renaissance ont appelé les « temps obscurs » ou l'« âge moyen ». Malgré une grande diversité et de nombreuses évolutions, cette longue période de dix siècles (476 à 1492) est caractérisée par la domination politique et culturelle de la chrétienté et la généralisation du système féodal en Europe. Les États occidentaux construisent à cette époque leurs fondements politiques et culturels tandis que l'Orient voit naître l'islam.

*Scorie* : Résidu solide provenant d'une combustion ou de la fusion de minerais.

*Tesson* : Débris de verre ou de poterie.