Matériaux, transformations et fonctions de l'ocre au Middle Stone Age : le cas de Diepkloof Rock Shelter dans le contexte de l'Afrique australe

Laure Dayet

▶ **To cite this version:**

Laure Dayet. Matériaux, transformations et fonctions de l'ocre au Middle Stone Age : le cas de Diepkloof Rock Shelter dans le contexte de l'Afrique australe. Paléontologie. Université Michel de Montaigne - Bordeaux III, 2012. Français. NNT : 2012BOR30048 . tel-00814875v2

HAL Id: tel-00814875

https://theses.hal.science/tel-00814875v2

Submitted on 5 Jul 2013

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Université Michel de Montaigne Bordeaux 3

École Doctorale Montaigne Humanités (ED 480)

THÈSE DE DOCTORAT EN PHYSIQUES DES ARCHEOMATERIAUX

Matériaux, transformations et fonctions de l'ocre au Middle Stone Age

Le cas de Diepkloof Rock Shelter dans le contexte de l'Afrique australe

Présentée et soutenue publiquement le 10 décembre 2012 par

Laure DAYET

Sous la direction de Pierre Guibert et Pierre-Jean Texier

Membres du jury

Martine Régert	Directeur de Recherche CNRS, *Rapporteur*
François Bon	Professeur à l'Université de Toulouse II, *Rapporteur*
Nicholas Conard	Professeur à l'Université de Tübingen, *Examinateur*
Lucile Beck	Ingénieur de Recherche CEA, HDR, *Examinateur*
Pierre Guibert	Ingénieur de Recherche CNRS, HDR, *Directeur de thèse*
Pierre-Jean Texier	Directeur de recherche CNRS, *Directeur de thèse*
Floréal Daniel	Ingénieur de Recherche CNRS, *Encadrant de thèse*

Au Temps du Rêve

A mes frères et sœurs

Remerciements

Cette thèse est le fruit de trois années d'un travail débuté en 2009, et partagé entre l'IRAMAT-CRP2A, où la majorité des analyses physico-chimiques ont été réalisées, le site de Diepkloof Rock Shelter, pour la partie terrain et acquisition des données, et PACEA, pour la discussion des résultats dans le contexte archéologique. Ce travail a été mené dans le cadre d'un projet financé par le conseil régional de la région Aquitaine, le programme « Matériaux et techniques de production des ocres préhistoriques », et financé grâce à une bourse BDI du CNRS.

Je tiens à remercier Pierre Guibert, pour m'avoir permis de préparer cette thèse de doctorat, ainsi que pour son soutien en tant que directeur de thèse, en particulier dans les moments plus difficiles où son expérience a été d'un grand secours. Un grand merci tout spécifique à Floréal Daniel, qui a cru en moi et m'a encadrée au quotidien dans cette recherche, m'a appris à mettre en forme ma réflexion, et me dépasser toujours plus.

De la même façon, je remercie Jacques Jaubert et Bruno Maureille pour leur accueil au sein de PACEA. Je tiens à exprimer toute ma gratitude à Pierre-Jean Texier pour sa confiance, parce qu'il a accepté que je travaille sur les collections de Diepkloof sans me connaître, qu'il m'a accepté comme membre à part entière de l'équipe de Diepkloof et n'a pas cessé de me soutenir avec force.

Il me faut également remercier chaleureusement Judith Sealy et John Parkington du Département d'archéologie de l'Université du Cap, pour leur accueil au sein de leur département, et pour leur appui dans l'obtention des permis d'exportation des pièces de

Diepkloof. Merci également à Sarah Wurz, pour avoir donné l'opportunité d'étudier le matériel de Klasies River, et pour nous avoir tant aidés dans les démarches de demande de permis d'exportation lorsqu'elle occupait la fonction de conservateur à l'Iziko South African Musuem. Merci aux organismes qui ont participé à la réussite du projet, l'Iziko, mais également le service des biens culturels, the South African Heritage Resources Agency.

Plusieurs des résultats présentés sont le fruit de collaborations avec d'autres laboratoires d'analyse physico-chimique, qui ont apporté leurs compétences et savoir-faire et contribué ainsi notablement à la bonne conduite de ce projet de recherche.

Je tiens à remercier toute l'équipe d'AGLAE pour le temps qu'ils m'ont consacrée à chacune de mes visites et pour m'avoir formée aux principes de base de cette méthode. Merci en particulier à Claire Pacheco, Laurent Pichon et Quentin Lemasson qui m'ont aidé à traiter les résultats et m'ont donné plusieurs conseils pour la rédaction. Je remercie vivement Philippe Dillmann pour son accueil au CEA à Saclay ainsi que toute son équipe, en particulier Eddy Foy pour sa contribution à la partie diffractométrie. Je tiens à adresser mes remerciements à l'équipe du CREMEM et plus spécifiquement à Elizabeth Sellier pour la partie microscopie électronique en transmission, pour avoir réalisé avec moi les analyses, mais également pour les conseils qu'elle m'a donnés. Merci enfin à l'équipe du SARM, qui a effectué l'ensemble des analyses ICP présentées, et qui ce sont toujours montré disponibles et attentifs à mes questions.

Je ne peux manquer de remercier également chaleureusement toute l'équipe de chercheurs impliqués dans le projet Diepkloof. Je commencerai naturellement par Guillaume Porraz, qui par son investissement dans le projet Diepkloof, son intérêt pour mon travail et les nombreuses discussions que nous avons pu avoir, a été un élément moteur de ma recherche et de ma réflexion. Merci à Marina Igreja pour ces conseils pour tout ce qui concerne la partie tracéologie, Christine Verna, Christopher Miller, Michel Grenet, Teresa Steele et Richard Klein pour leur collaboration tant au quotidien sur le site de Diepkloof, qu'en des occasions plus spécifiques comme le projet de publication.

Un grand merci à l'ensemble de l'équipe de l'IRAMAT-CRP2A, au sein de laquelle j'ai eu un réel plaisir à venir travailler quotidiennement pendant ces trois années. Merci d'abord à tous ceux qui ont contribué à me former lorsque j'étais en master, Françoise Bechtel, Ayed Ben Amara, Christelle Lahaye, Michel Pernot et Rémy Chapoulie. Merci à Stéphane Dubernet pour la partie diffractométrie ; Nadia Cantin pour la caractérisation des argiles ; Yannick Lefrais pour la

partie microscopie électronique ; François-Xavier Le Bourdonnec pour l'analyse statistique ; Norbert Mercier, Chantal Tribolo et Marion Hernandez pour la partie luminescence ; Françoise Petit, Pierre Selva et surtout Claude Ney, pour toute la partie logistique. Merci également à Brigitte Spiteri pour les réalisations des lames minces, et à son collègue Bernard Martin du laboratoire EPOC pour son aide ponctuelle.

Je tiens à exprimer mes remerciements sincères aux différents chercheurs qui m'ont soutenue et encouragée au fil des rencontres, en premier lieu les préhistoriens Francesco d'Errico et Marian Vanhaeren, sans qui je n'en serais probablement pas là aujourd'hui, mais également Nick Conard, Lucile Beck, Jean-Michel Geneste, François Fröhlich, Ludovic Bellot-Guerlet, Yvan Coquinot, Sylvie Beyries et Jean-Marc Vallet.

Merci à mes proches collègues avec qui il a été possible d'échanger longuement sur ces questions qui nous préoccupent, sur l'ocre et les matières colorantes au Paléolithique ou au Néolithique. J'ai un merci tout particulier à adresser à Cuan Hahndiek, pour m'avoir permis de participer à son projet de feu expérimental et la collaboration fructueuse qui en a découlé, et pour nos nombreuses discussions. Et puis bien sûr merci à Jean-Victor Pradeau et surtout à Hélène Salomon que j'ai toujours eu plaisir à croiser à chaque colloque ou presque.

Et merci à tous mes collègues encore plus proches, doctorants et jeunes docteurs de l'IRAMAT, pour tout ce qu'ils m'ont apporté qui ne figurera jamais dans aucun rapport officiel, et pourtant ! Merci à Marion Hernandez, Ziad El Morr, Aurélie Brodard, Armel Bouvier, Laetitia Métreau, Leatitia Emery, Marion Provost, Sophie Blain, Stéphanie Leroy et bien d'autres encore.

Pour finir, comme chacun sait l'achèvement d'un travail de thèse ne serait possible sans le soutien inconditionnel de toutes les personnes qui nous sont proches, amis et famille.

Alors merci à vous tous, merci à mes parents et mes frères et sœurs, et surtout merci à toi Cédric d'avoir été le plus patient et le plus attentionné des maris, dans les meilleurs moments comme dans les pires.

Table des matières

Introduction 5

Chapitre I. L'ocre dans le contexte du Middle Stone Age d'Afrique australe, problématiques et enjeux 9

I.1. Le Middle Stone Age et l'émergence de l'Homme moderne 11

I.1.1. L'émergence de l'Homme moderne 11

I.1.2. Le Middle Stone Age en Afrique australe 16

I.2. L'ocre au Middle Stone Age : problématique 21

I.2.1. Exploitation de l'ocre en Afrique australe 21

I.2.2. Hypothèses d'utilisation et comportements « symboliques » 24

I.3. Enjeux et objectifs 29

I.3.1. Choix d'une approche 29

I.3.2. Choix d'un site 30

I.3.3. Enjeux méthodologiques et objectifs 31

Chapitre II. L'ocre : description et caractérisation d'un système technique 35

II.1. L'ocre : matériaux, transformations et fonctions 37

II.1.1. Du matériau à la matière première 38

II.1.2. Transformation et traitement de l'ocre 53

II.1.3. Utilisation de l'ocre en préhistoire : revue critique des hypothèses proposées 71

II.2. Caractérisation de l'ocre : état de l'art des méthodes et protocoles utilisés 93

II.2.1. Matière première 93

II.2.2. Transformations 100

II.2.3. Synthèse : choix de méthodes 104

Chapitre III. Etude de cas : l'assemblage de Diepkloof Rock Shelter 107

III.1. Contexte archéologique 109

III.1.1. Stratigraphie et matériel mis au jour 112

III.2. Corpus d'étude 121

III.2.1. Corpus archéologique 121

III.2.2. Prospections géologiques 124

III.3. Définition du protocole d'étude 131

III.3.1. Evaluation des méthodes d'analyse non-invasives 133

a. Analyses par MEB-EDXS 134
b. PIXE 140
c. Diffractométrie de rayons X 145
III.3.2. Identification des matières premières 150
a. Détermination par DRX et MEB-EDXS en surface 150
b. Détermination par l'observation 152
III.3.3. Recherches de provenance 157
a. Examen macroscopique et MEB-EDXS 157
b. DRX sur poudre et en surface 159
c. Analyses élémentaires sur poudre par ICP-OES et ICP-MS 163
d. Eléments traces : analyses de surface par PIXE 176
e. Complémentarité des méthodes et bilan 179
III.3.4. Traitement thermique 182
a. Méthodes basées sur l'état de cristallinité de l'hématite 182
b. Méthodes basées sur la luminescence des cristaux de quartz 191
c. Complémentarité des méthodes et bilan 195
III.3.5. Transformations mécaniques et traces d'usure 197
a. Observations et interprétations 198
b. Traces sur les outils 202
c. Bilan 202

III.4. Etude du corpus principal, séquence MSA dans son ensemble 205
III.4.1. Caractéristiques générales : évaluation de l'état global de l'assemblage 205
a. Dimensions, masse, et intégrité du corpus 205
b. Forme et état de surface 207
c. Couleur et oxydes de fer 209
d. Matières premières, proportions et état de fragmentation 209
III.4.2. Provenance et stratégies d'approvisionnement 216
a. Shales 216
b. Ferricrètes 221
c. Shale/ferricrètes et autres matières premières 224
d. Synthèse : stratégies d'approvisionnement 225
III.4.3. Chaînes opératoires de transformation 228
a. Chauffage : transformation thermique ou biais taphonomique ? 228
b. Transformations mécaniques 231
c. Outils ayant servi à travailler l'ocre 238
d. Synthèse : reconstitution des chaînes opératoires 241
III.4.4. Sélection des matières premières 242
a. Matières premières des pièces facettées 242
b. Couleur et dureté des matières premières 245
c. Discussion : critères de sélection et hypothèses d'utilisation 248

III.4.5. Répartition stratigraphique 251
a. Répartition des matières premières 251
b. Répartition des pièces facettées 253

III.5. Focus sur l'Howiesons Poort 257
III.5.1. Secteur principal de Diepkloof, partie haute 258
a. Nouvelles données acquises 258
b. Spécificité des contextes IHP et LHP 259
c. Répartition spatiale 264
III.5.2. Comparaison avec l'HP de Klasies River 267
a. Quelques mots sur le contexte de Klasies River 267
b. Description du matériel 268
c. Couleur et oxydes de fer 270
d. Matières premières 270
e. Transformations 275
f. Sélection des matières premières 278

Chapitre IV. Discussion : de Diepkloof Rock Shelter au MSA d'Afrique australe 281

IV.1. L'ocre à Diepkloof Rock Shelter, mise en perspective 284
IV.1.1. Stratégies d'approvisionnement 284
IV.1.2. Chaînes opératoires 285
IV.1.3. Fonction de l'ocre 288
IV.1.4. Statut et rôle de l'ocre à Diepkloof 290

IV.2. Mise en perspective dans le contexte du MSA d'Afrique australe 293
IV.2.1. Acquisition et sélection de la matière première 293
IV.2.2. Transformation et chaînes opératoires 295
IV.2.3. Fonctions et considérations associées à l'ocre 298
IV.2.4. Statut de l'ocre : vers une reconstitution des dynamiques de changements au MSA ? 300

Conclusion 303

Liste des figures 309

Références Bibliographiques 315

ANNEXES 337

Introduction

L'ocre, matière première ferrugineuse rouge ou jaune, est une catégorie de vestiges fréquemment rencontrés sur les sites archéologiques. Ce matériau a intéressé tant les ethnologues, les archéologues, que les géologues ou les chimistes. Matériau ubiquiste, il a en effet été utilisé avant même l'apparition de l'Homme moderne, puis tout au long de la préhistoire et jusqu'à aujourd'hui. Bien que l'ocre ait été étudiée sur un certain nombre de sites préhistoriques et que l'intérêt pour ce matériau ne soit pas récent, on constate encore de nombreuses lacunes dans la connaissance des chaînes opératoires de production et d'utilisation de ce matériau au Paléolithique.

Parmi les contextes où cette connaissance est lacunaire, les périodes les plus anciennes, notamment le Middle Stone Age et le Paléolithique Moyen, posent des problèmes spécifiques. En effet, les découvertes et les recherches récemment menées dans plusieurs régions du monde montrent clairement que des innovations marquantes ont eu lieu dans ce laps de temps séparant l'apparition des premiers Hommes modernes (*homo sapiens*) et la généralisation de l'utilisation de ces technologies partout dans le monde. Ces découvertes ont posé un certain nombre de questions. Quels sont les mécanismes déclencheurs de ces innovations ? Peut-on y voir une évolution des capacités cognitives de l'Homme ou d'autres facteurs, comme l'environnement, sont-ils en cause ? Comment les différentes migrations et l'expansion de l'Homme moderne s'articulent autour de la diffusion de ces différentes innovations ?

L'exploitation et l'utilisation de l'ocre par l'Homme ont été associées très tôt à ces changements de comportements, en raison du pouvoir colorant de ce matériau et parce qu'il est souvent associé à la sphère symbolique (Deacon 1995 ; Mcbrearty and Brooks, 2000 ; Henshilwood and Marean, 2003 ; d'Errico, et al., 2003; Marean et al., 2007). Par la suite, le lien direct entre l'utilisation d'ocre et le symbolisme apparaissant de moins en moins certain, la présence d'ocre a été associée à d'autres découvertes pour discuter des capacités cognitives de l'Homme moderne, notamment en Afrique australe. Ainsi, les gravures représentant des traits géométriques sur quelques blocs d'ocre du site de Blombos ont été utilisé pour montrer la maîtrise d'un système de pensée abstraite (Henshilwood et al., 2009 ; Wynn, 2010 ; Henshilwood et Dubreuil, 2011). De même, la présence de résidus d'ocre et de matière organique sur des outils susceptibles d'avoir été emmanchés a permis de montrer que les capacités cognitives nécessaires à la fabrication d'un adhésif composite était présentes chez l'Homme il y a plus de 60 ka (Wadley, 2009 ; Wynn, 2009).

Ces cas particuliers ont parfois eu tendance à éclipser les vestiges eux-mêmes, c'est-à-dire les blocs de matière première ou les blocs travaillés. Les blocs peuvent pourtant être porteurs d'un certain nombre d'informations essentielles : choix et sélection des matières premières ; importance de l'environnement dans les modes d'acquisition ; choix techniques et complexité des chaînes opératoires mises en œuvre ; types de productions et modalités d'usage. La prise en considération des chaînes opératoires de transformation et d'utilisation de l'ocre, depuis le choix des matières premières jusqu'à l'abandon des objets, nous est donc apparu comme indispensable pour mieux comprendre les liens entre utilisation de l'ocre et mise en place de systèmes techniques et symboliques complexes au Middle Stone Age.

Le site de Diepkloof Rock Shelter est l'un des sites révélant l'apparition d'innovations majeures sur les plans techniques et potentiellement symboliques, à partir d'environ 100 ka. Il a livré de grandes quantités d'ocre, dont des blocs avec des traces d'usure, comme sur un grand nombre de sites de la même période en Afrique australe. Il a été choisi pour mettre en œuvre une approche globale de l'étude du sous-système technique de l'exploitation de l'ocre, à l'échelle d'un site, en mettant l'accent en premier lieu sur la caractérisation des matériaux.

Dès le début de ce travail, plusieurs enjeux d'ordre méthodologique se sont présentés. Alors que l'ocre est très souvent impliquée dans les recherches sur la question de l'émergence des comportements symboliques, il existe plusieurs limites méthodologiques qui empêchent

actuellement de démontrer que son usage ait pu relever de la sphère symbolique en ce qui concerne le MSA. Ensuite, bien que plusieurs travaux aient traité des problèmes posés par l'étude de cette catégorie de vestiges, très peu de protocoles d'étude complets existent, qui permettent d'aborder à la fois la caractérisation des matières premières, d'établir leur origine géologique, leurs transformations, et leurs fonctions. En parallèle, la valeur scientifique et muséographique accordée à certains blocs d'ocre du fait de la présence de traces anthropiques limite le recours à l'analyse invasive, et a nécessité de développer une approche non-destructive. Chacun de ces aspects a fait partie intégrante de la recherche menée dans le cadre de cette thèse

Dans une première partie, nous évoquerons les problématiques générales dans lesquelles s'insère ce travail, et les questions que posent les différentes approches développées actuellement pour discuter de l'émergence de capacités cognitives « modernes ». Le cas particulier de l'ocre sera discuté plus en détail, afin de mettre en évidence l'approche qui est apparue la plus adaptée pour aborder l'exploitation de ce matériau dans un contexte où les recherches ne cessent par ailleurs de s'intensifier. Nous pourrons ainsi définir des objectifs plus spécifiques pour mener l'étude de l'assemblage de Diepkloof Rock Shelter.

La seconde partie se propose d'introduire les concepts élémentaires permettant de comprendre et de caractériser le matériel étudié, ces différentes chaînes opératoires et les diverses hypothèses sur son utilisation. Il s'agit de définir les différentes étapes d'exploitation de l'ocre depuis la collecte de la matière première jusqu'à l'utilisation, en l'individualisant comme un sous-système technique distinct. La question de l'utilisation n'étant pas complètement réglée, elle a été discutée plus en détail. Etant donné les nombreuses méthodes disponibles pour caractériser les vestiges de roches ferrugineuses, en particulier ce qui concerne l'analyse physico-chimique, il sera nécessaire également de discuter du choix des méthodes appliquées dans le protocole proposé.

L'étude de l'assemblage de Diepkloof pourra alors être abordée. Nous commencerons par introduire le site et le matériel, avant de décrire les divers points de méthodologie qui ont été développés. Le protocole élaboré a été mis au point principalement à partir de l'étude de ce site unique, ce qui nous amène à l'intégrer au sein de cette étude de cas, et non comme une partie indépendante. C'est dans cet esprit tout du moins que ces travaux ont été conduits, du fait de la nécessité d'adapter le protocole au contexte géologique par exemple.

Enfin, les principaux résultats seront discutés en détail à l'échelle du site, avant d'être replacés dans le contexte régional de l'Afrique australe. Nous pourrons aborder alors la question du rôle et du statut de l'ocre dans les sociétés MSA, à partir de la fin du Pléistocène moyen.

Chapitre I. L'ocre dans le contexte du Middle Stone Age d'Afrique australe, problématiques et enjeux

I.1. Le Middle Stone Age et l'émergence de l'Homme moderne

Le Middle Stone Age (MSA) d'Afrique sub-saharienne représente une période charnière dans l'évolution de l'homme, entre environ 300 000 et 30 000 ans avant notre ère. Il se caractérise comme le Paléolithique moyen par des productions lithiques spécifiques, orientées vers la production d'éclats, de pointes ou de lames, avec préparation des surfaces de débitage. Il se distingue ainsi de l'Early Stone Age (ESA) et des industries Acheuléennes le précédant, orientées davantage vers le façonnage de bifaces et la production de gros éclats. Toutefois, ce qui caractérise fondamentalement le MSA, c'est qu'il coïncide avec l'apparition de l'homme moderne, *Homo sapiens*.

I.1.1. L'émergence de l'Homme moderne

Deux approches sont à distinguer dans la définition de la « modernité » : l'approche paléoanthropologique, basée sur l'étude des fossiles associés à la lignée humaine, et l'approche archéologique, basée sur l'étude des vestiges matériels laissés par l'homme.

Dans le premier cas, le concept de modernité est utilisé pour définir des traits morphologiques proches de notre espèce (*Homo sapiens*, homme anatomiquement moderne). Les données anthropologiques actuelles, confortées par les récentes recherches en génétique, suggèrent une origine africaine pour *Homo sapiens,* qui aurait ensuite colonisé les autres continents, en différentes vagues de migration (modèle « Out of Africa 2 »). Plusieurs fossiles humains présentant des caractères mixtes archaïques et modernes ont été découverts dans des niveaux MSA en Ethiopie, en Tanzanie ou en Afrique du Sud (Kuman et al., 1999 ; White, 2003 ; McDougall, 2005 ; Dominguez-Rodrigo et al., 2009). Parmi eux, les spécimens éthiopiens de Kibish (environ 190 ka) et de Herto (environ 160 ka) sont considérés comme les premiers représentants d'*Homo sapiens* actuellement mis au jour.

Du point de vue archéologique, la question s'est très tôt posée de savoir si les comportements des homininés ont changé en même temps que notre espèce a évolué. En réalité, il n'est pas plus aisé de déterminer un moment où les vestiges archéologiques pourraient refléter un comportement moderne qu'il n'est pour les paléoanthropologues de déterminer un

moment ou les restes humains peuvent être pleinement attribués à *Homo sapiens*. Nous nous proposons de décrire ici les différentes approches archéologiques qui ont été développées pour essayer de comprendre l'évolution des comportements chez les homininés.

a. Comportements modernes, modernité culturelle ?

Le concept de « modernité » a été utilisé en archéologie pour qualifier des comportements chez les groupes humains relevant de capacités cognitives similaires à celles des hommes modernes d'aujourd'hui, que les vestiges archéologiques peuvent contribuer à mettre en évidence. Dans une vision plus globale, la notion de « culture » remplace la notion de comportements. L'intégration de nouveaux comportements, leur diffusion et leur transmission contribuent à partir d'un certain moment à la formation de « systèmes culturels » similaires à ceux observés à l'heure actuelle, notamment au sein des groupes de chasseurs cueilleurs (voir Conard, 2010).

La notion de « capacités cognitives » amènent toutefois à une question inéluctable : quelles capacités cognitives caractérisent l'Homme Moderne et le distingueraient (ou non) des autres espèces d'homininés ? S'agit-il de nos capacités à créer et utiliser des systèmes symboliques ? De notre maîtrise du langage ? S'agit-il plutôt de nos capacités dans le domaine technique ? Notre aptitude à concevoir et à réaliser des objets nécessitant des séries de gestes et d'opérations successives ?

Ces questionnements, que l'on pourrait estimer aller bien au-delà du cadre de notre étude, ont pourtant été associés à maintes reprises d'une part aux recherches sur le MSA, mais également aux recherches sur l'ocre. Deux voies se développent à l'heure actuelle. La première se concentre sur l'émergence de faits archéologiques particuliers, tente de dégager des tendances et de proposer des scénarios. L'autre approche porte sur la démonstration que des faits archéologiques témoignent de capacités cognitives spécifiques à l'Homme. L'une comme l'autre se heurtent à des limites méthodologiques.

b. Emergence des comportements modernes : quelques scénarios

La modernité culturelle a d'abord été considérée comme exclusivement associée au Paléolithique Supérieur en Europe (opposition entre Néandertal et Homme Moderne) et au LSA en Afrique. Certains auteurs ont postulé un changement brutal des comportements il y a environ 40 000 ans, s'appuyant sur une liste de critères, comme l'absence d'art ou d'objets de parure

avant cette date (Klein, 1989 ; 2001 ; Mellars, 1989). Plusieurs travaux ont montré par la suite que les différences entre MSA et LSA n'étaient pas aussi claires (Deacon, 1995 ; Deacon et Deacon, 1999 ; McBrearthy and Brooks, 2000). S. McBrearthy et A. Brooks (2000) démontrent par un recensement détaillé des découvertes associés au MSA ainsi que la plupart des critères utilisés dans ce modèle révolutionnaire sont déjà présents avant le LSA, et propose, en opposition, un modèle évolutionnaire graduel.

La notion « d'innovation » a remplacé par la suite celle de « critère » ou « trait de modernité », jugée trop ambigüe (Wadley, 2001 ; Villa et al., 2005 ; Mellars, 2006 ; Conard; 2010 ; d'Errico et Stringer, 2011 ; Henshilwood et Dubreuil, 2011). Plusieurs scénarios continuent de coexister, tous s'appuyant sur des données provenant de l'Afrique, du Proche Orient et de l'Europe, les données sur l'Asie restant à ce jour très partielles. P. Mellars (2006), par exemple, conserve un modèle révolutionnaire, proposant une mise en place de la modernité culturelle vers 80 et 60 ka, en Afrique du Sud. Il fonde son scénario sur un rapprochement entre des données génétiques et les données archéologiques d'Afrique du Sud. Les premières montrent en effet une expansion des populations en Afrique, estimée entre 80 et 60 ka, tandis que les secondes montrent un ensemble d'innovations qui diffusent en Afrique australe à la même époque. N. Conard (2008 ; 2010) propose, quant à lui, un scénario polycentriste en mosaïque : il considère que le terme de « modernité » s'applique par définition à *Homo sapiens*, et que celui-ci a développé et intégré différentes innovations en différents lieux, non uniquement en Afrique australe. F. d'Errico et C. Stringer (2011) reprennent le concept d'une apparition en mosaïque, mais élargissent le concept de modernité aux Hommes Modernes archaïques et à Neandertal. Ils montrent également que les innovations ne persistent pas nécessairement au cours du temps dans une région donnée.

La différence entre les deux derniers modèles repose essentiellement sur le choix des innovations, intégrées ou non, dans le scénario, comme l'exploitation de l'ocre ou la fabrication de perles. Comment dans ce cas évaluer quelles innovations ont été déterminantes dans l'évolution des comportements ? Différents travaux sur les capacités cognitives de l'homme tentent de répondre à cette question.

c. Faits archéologiques et capacités cognitives : « symbolisme » versus technologie ?

Le rapprochement entre les sciences cognitives et l'archéologie a donné lieu à une réflexion générale sur l'émergence de la pensée symbolique, du langage, ou encore des fonctions cognitives de l'Homme (voir par exemple Noble et Davidson, 1993 ; Deacon, 1997 ; Wadley, 2001 ; d'Errico et Vanhaeren, 2009 ; Henshilwood et Dubreuil ; 2009 ; Ambrose, 2010 ; Wynn et Coolidge, 2010 ; Henshilwood et Dubreuil, 2011). Cependant si ces théories constituent un domaine de recherche en soi, leur application dans le domaine de l'archéologie se heurte encore à plusieurs limites, en particulier en ce qui concerne la méthodologie utilisée dans les démonstrations. En effet, pour démontrer à partir d'un objet archéologique la maîtrise d'un système de symboles[1] par exemple (langage ou autre), les étapes nécessaires sont nombreuses, tandis que les données archéologiques utilisées comme support sont souvent trop pauvres en informations pour être exploitées dans ce but (Chase, 1991 ; Noble et Davidson, 1993 ; Botha, 2008 ; Wynn, 2009 ; Wynn et Coolidge, 2010 ; Henshilwood et Dubreuil, 2011, comments).

La difficulté que tel ou tel comportement relève de considérations « symboliques » réside en partie dans la difficulté de définir ce terme de façon appropriée. Il en existe en effet plusieurs définitions selon les théories et champs disciplinaires. Celle utilisée dans le contexte que nous venons de décrire se veut avant tout appliquée aux cultures. Un « symbole » est un signe dont la signification est partagée par un groupe d'individus. Cette signification est dictée par des « conventions sociales, codes ou accords tacites ». Une culture « symbolique » est ainsi une culture dont les individus partagent des systèmes de « symboles ». (Chase et Dibble, 1987 ; Chase, 1991 ; Deacon, 1997 ; Wadley, 2001 ; Henshilwood et Marean, 2003 ; Henshilwood et Dubreuil, 2009 ; 2011)[2]. Dans ce contexte, une des conditions nécessaires à l'identification d'un symbole est sa récurrence dans le temps (Chase, 1991)

La notion de « convention » fait quant à elle référence à la définition donnée par C. Peirce, utilisée en sémiotique (Peirce, 1911, réédition 1998). En effet, pour Peirce, la signification du symbole est donnée par pure convention. Mais il définit deux autres types de signes, qui permettent de rendre compte des autres relations pouvant exister entre un signe (un objet, un geste, un son, etc.) et son référent : les icônes et les index. L'icône se réfère à un objet du fait

[1] Par maîtrise nous entendons possibilité de comprendre, d'utiliser à bon escient mais aussi de créer des « symboles », au sens large de signe, ou un ensemble de « symboles » formant un système. Le langage a encore une particularité supplémentaire

[2] Définition résumé à partir de diverses publications. La plus récente que nous ayons trouve est la suivante : "a symbolically mediated culture is one in which individuals understand that artifacts are imbued with meaning and that these meanings are construed and depend on collectively shared beliefs" (Henshilwood et Dubreuil, 2011).

d'une similarité, d'une ressemblance avec cet objet (le dessin d'un cheval est « l'icône » du cheval). L'index se réfère à un objet par une relation spatiale ou temporelle (la fumée « indique » un feu). La construction d'un symbole peut passer par l'association de plusieurs index et icones, jusqu'à ce que ces derniers ne soient plus utilisés comme intermédiaires (voir par exemple Deacon, 1997 ; Rossano, 2010). Il devient alors conventionnel.

Or, souvent, les faits archéologiques décrits comme « objets symboliques » peuvent aussi bien représenter des icônes, des index que des symboles. Le seul fait qu'un signe soit récurent et donc partagé par plusieurs individus ne signifie pas que sa signification est purement conventionnelle. C'est ainsi que T. Wynn et F. Coolidge d'une part, M. Rossano, d'autre part, montrent qu'une signification indexique est tout à fait possible dans le cadre de l'utilisation de perles en coquillages par exemple, non uniquement une signification symbolique (indique l'appartenance à un groupe mais ne le symbolise pas nécessairement) (Henshilwood et Dubreuil, 2011, comments). Une clé d'interprétation pourrait se situer, comme le propose C. Henshilwood et B. Dubreuil (2011), dans la compréhension des capacités cognitives permettant de créer et manipuler des index plutôt que des symboles. Cette voie s'éloigne toutefois notablement de l'étude des faits archéologiques.

La situation est différente lorsqu'on s'intéresse aux capacités cognitives nécessaires à la conception et réalisation d'un objet. La déduction de capacités cognitives à partir de faits archéologiques est plus directe dès lors qu'on s'intéresse aux activités techniques plutôt qu'aux activités « symboliques » (voir Karlin et Julien, 1994 ; Pellegrin, 1995 ; Wadley et al., 2009 ; Wynn, 2009). L. Wadley et collaborateurs (2009) montrent par exemple que la fabrication d'un objet composite faisant intervenir le feu nécessite la capacité de réaliser plusieurs tâches en parallèle et de savoir s'adapter au milieu d'un processus de fabrication (Wadley et al., 2009 ; Wynn, 2009). De la même manière, les données ethnographiques se sont toujours révélées plus faciles à exploiter dans le premier domaine que dans le second (Testart, 2006 ; Roux, 2007 ; Gallay, 2011). Ceci ne fait que nous rappeler que l'archéologie se construit avant tout à partir de vestiges matériels.

Malgré les limites que nous avons évoquées dans cet exposé, un relatif consensus s'est établi : les mutations observées à partir du Middle Stone Age ou du Paléolithique Moyen témoignent de comportements nouveaux. L'Afrique australe se positionne comme un contexte privilégié, plusieurs innovations voyant successivement le jour.

I.1.2. Le Middle Stone Age en Afrique australe

Le Middle Stone Age d'Afrique australe bénéficie d'un cadre chrono-culturel relativement bien établi grâce aux descriptions détaillées des industries lithiques de plusieurs sites et à de nombreuses campagnes de datations (Singer et Wymer, 1982 ; Volman, 1984 ; Wurz, 2002 ; Rigaud et al., 2006 ; Wadley et al., 2006 ; Mourre, 2008 ; Jacobs, 2008 ; Villa et al., 2009 ; Tribolo, 2009). Au sein de cette séquence, les complexes Still Bay et Howiesons Poort occupent une place à part, du fait des nombreux travaux dont ils ont fait l'objet. En raison des difficultés à généraliser certaines observations des phases antérieures au Still Bay, celles-ci sont désignées couramment comme « ante-Still Bay » ou early Middle Stone Age, en attente d'une définition plus précise. De même, le terme de « post- Howiesons Poort » est très souvent utilisé pour définir les complexes succédant l'HP.

Klasies River Mouth*	Sibudu Cave**	Diepkloof Rock Shelter***	Chronologie
MSA III & IV (post-HP)	Post-Howiesons Poort	Post-Howiesons Poort	> 60 ka
Howiesons Poort	**Howiesons Poort**	**Late Howiesons Poort**	**80 ka – 50 ka**
		Intermediate Howiesons Poort	
		Early Howiesons Poort	
	Still Bay	**Still Bay**	**100 ka – 70 ka**
MSA II (Mossel Bay)	« Ante-Still Bay »	« pre-Still Bay »	<100 ka
MSA I (Klasies)		*Phases en cours de définition*	<125 ka

Tableau 1– Les différents technocomplexes du MSA d'Afrique australe définis en fonction des auteurs ainsi que les datations estimées pour chacun d'entre eux.
*Singer et Wymer, 1982 ; Wurz, 2002 ; **Wadley, 2006b ; Villa et al., 2005 ***Rigaud et al., 2006 ; Porraz, soumis

Du point de vue de la technologie lithique, les chaînes opératoires mises en œuvre se caractérisent par un débitage laminaire et mise en forme de segments et pièces à dos pour l'HP, et un façonnage de pointes unifaciales ou bifaciales sur éclat pour le SB (Soriano et al., 2007 ; Villa et al., 2009 ; 2010). Le mode de débitage des lames HP associé à la technique de percussion à la pierre tendre est considéré comme une innovation (Soriano et al., 2007 ; Villa et al., 2010). Il en va de même pour la chaîne de production des pointes SB, qui pourrait avoir nécessité un façonnage par pression (Villa et al., 2009 ; Mourre et al., 2010 ; Hoberg et Larsson, 2011). Ces deux techno-complexes apparaissent liés chronologiquement d'après l'analyse de la séquence de Diepkloof (Porraz, soumis). Il n'y a pas de ruptures significatives entre le Still Bay et l'Howiesons Poort, suggérant une évolution in situ plutôt qu'un remplacement de population.

Pour les complexes antérieurs au Still Bay, une plus grande diversité des chaînes opératoires a été observée au niveau régional (Thompson, 2010 ; Wurz, 2012). Ceci pourrait avoir occulté le fait que certaines d'entre elles puissent constituer des innovations à part entière S. Wurz (2012) va plus loin : partant du constat que la production de lames et la percussion au percuteur tendre sont observées dès le MSA I de Klasies, elle pose la question fondamentale de savoir à quel moment on doit situer l'innovation : quand apparait une technique ou une technologie, ou quand il y a standardisation ? Deux concepts ont donc été introduits dans la littérature pour tenter de distinguer les cas isolés de véritables innovations culturelles : le formalisme d'une part, qui implique un souci de réaliser une forme particulière ; la tradition, qui implique une récurrence dans le temps (voir plus haut).

Parmi les innovations techniques, ont peut citer la production formalisée d'outils en os, à partir de niveaux antérieurs au Still Bay (Henshilwood et al., 2001 ; Blackwell et al., 2008 ; d'Errico et al., 2012). Bien que leur présence ne soit limitée qu'à trois sites, l'hypothèse de différences régionales dans les productions a été avancée (d'Errico et al., 2012).

En parallèle, des traces d'emmanchement sont observés à partir du Still Bay (Wendt, 1976 ; Lombard, 2005 ; 2006 ; 2008 ; Villa, 2009 ; 2010 ; Vogelsang et al., 2010 ; Höberg et Larsson, 2011). Les adhésifs utilisés varient selon les sites.

Enfin, des fragments d'œufs d'autruche avec perforation ont été trouvés sur deux sites, à partir de 65 ka environ (Texier et al., 2010 ; Vogelsang et al., 2010). Il pourrait s'agir de fragment de flasques, par ailleurs fréquentes en contexte LSA.

Ces innovations technologiques ont pu avoir des conséquences importantes sur les modes de subsistance : amélioration des techniques de chasse grâce à l'emmanchement, et stockage de l'eau ou autres denrées pour les flasques. D'autres innovations au contraire ne relèvent pas de la subsistance, d'où leur association à des comportements « symboliques » (d'Errico et al., 2003, Henshilwood et Marean, 2003 ; etc.)

Plusieurs coquillages percés découverts en contexte Still Bay à Blombos Cave témoignent de l'utilisation de perles (Henshilwood et al., 2004; d'Errico et al., 2005). Des coquillages percés de la même espèce ont été trouvés à Sibudu Cave (d'Errico et al., 2008). A Border Cave, un coquillage percé a été découvert dans une fosse, à côté du squelette d'un enfant. Il s'agit d'une des plus anciennes sépultures probables pour le MSA, estimée à plus de 66 ka (Beaumont et al.,

1978 ; Miller, 1999 ; Grün et Beaumont, 2001 ; Millard et al., 2006). Cette découverte reste cependant isolée.

La gravure est attestée en Afrique australe à partir de 100 ka sur divers matériaux, comme l'ocre, l'os ou les œufs d'autruche (Henshilwood et al., 2002 ; MacKay et Welz, 2007 ; d'Errico et Henshilwood, 2007 ; Henshilwood et al., 2009 ; Texier et al., 2010 ; d'Errico et al., 2011). Toutefois, toutes les incisions qui ont été qualifiées de gravures ne relèvent pas du même niveau d'organisation (d'Errico, 2012). Au moins deux blocs d'ocre gravés trouvés à Blombos, estimés entre 100 et 75 ka, présentent des motifs clairement identifiables. La découverte à Diepkloof de centaines de fragments d'œufs d'autruche gravés, présentant non pas un mais plusieurs types de motifs, confirme que la gravure de signes a bien été une tradition culturelle à partir de 100 ka en Afrique australe (Texier et al., soumis).

Innovation	Sites de découvertes	Attribution chrono-culturelle
Débitage laminaire, percussion pierre tendre	Klasies, Sibudu, Diepkloof, etc.	HP MSA I
Façonnage pointes bifaciales	Blombos, Hollow Rock Shelter, etc.	SB
Outils formalisés en os	Blombos, Sibudu, Klasies	post-HP HP SB « ante-SB »
Emmanchement	Sibudu, Diepkloof, Apollo 11, etc.	post-HP HP SB
Perforation œufs d'autruche (flasques ?)	Apollo 11, Diepkloof	post-HP HP
Coquillages percés (perles)	Blombos (Sibudu, Border Cave)	? SB « ante-SB »
Gravures de motifs	Blombos, Diepkloof	HP SB

Tableau 2 – Découvertes témoignant de l'émergence de nouveaux comportements au cours du MSA en Afrique australe.

Ces quelques préliminaires sur le MSA d'Afrique australe montre une multiplication de comportements novateurs à partir de 100 ka environ. Les complexes Still Bay et Howiesons Poort intrègrent l'un comme l'autre une partie de ces innovations. Plusieurs facteurs et mécanismes ont été proposés pour expliquer ce phénomène, entre autre des changements environnementaux, une augmentation de la démographie, le contact entre groupes humains, voire la compétitivité entre ces groupes (voir par exemple McBrearty and Brooks, 2000 ; McCall, 2007 ; Richerson et al., 2009 ; d'Errico et Henshilwood, 2011). En parallèle de ces innovations, on observe une intensification de l'exploitation de l'ocre tout au long du MSA.

I.2. L'ocre au Middle Stone Age : problématique

En Afrique comme en Europe, des roches ferrugineuses rouges ont été découvertes bien avant l'apparition de notre espèce, soit il y a plus de 300 ka (voir McBrearty et Brooks, 2000 ; d'Errico, 2008 ; Watts, 2009 ; Rifkin, 2012). Ce n'est toutefois qu'à partir de la fin de l'Acheuléen qu'il devient possible de montrer que l'ocre a été véritablement exploitée. Par exploitation, on entend la présence de différents indices de transformation, des blocs travaillés, ou des outils présentant des résidus d'ocre, et dont la fonction peut être établie, et, dans certains cas plus rares des indices d'utilisation.

Parmi les découvertes bien documentées, on peut citer en premier lieu celle de Kapthurin (Kenya), où de l'ocre et des outils ocrés ont été trouvés dans des couches acheuléennes de plus de 250 ka (Deino and McBrearty, 2002). A Twin Rivers (Zambie), de l'ocre rouge avec des traces d'usure a été découverte dans des couches early MSA estimées à plus de 200 ka (Barham, 2002). Au Soudan, le site de Saï Island a livré des blocs rouge et jaune facettés et des outils ocrés, dans des couches datant de 180 ka environ. Des indices d'exploitation probable sont observés par ailleurs sur plusieurs sites acheuléen ou early MSA en Afrique du Sud, en Zambie, au Zimbabwe, en Tanzanie ou encore ou Kenya (Clark, 1974 ; Beaumont, 1992, 1999, cité par Watts, 2009 ; McBrearthy et Brooks, 2000 ; Barham, 2002 ; Cruz-Urube et al., 2003 ; Beaumont et Vogel, 2006) Par la suite, l'exploitation de l'ocre semble se généraliser en Afrique australe pendant une longue période, de 160 ka à environ 50 ka.

Si les indices de transformation sont incontestables pour tout le MSA, les indices d'utilisation en revanche sont rares. Il y a donc un contraste entre d'une part les faits archéologiques, et d'autre part leur interprétation. Nous commencerons par détailler les données disponibles pour l'Afrique australe, principalement l'Afrique du Sud et le sud de la Namibie, avant d'aborder plus en détail la question de l'usage de l'ocre.

I.2.1. Exploitation de l'ocre en Afrique australe

En Afrique Australe, il est possible d'observer une relative fréquence d'exploitation de l'ocre, ainsi qu'une intensification de cette exploitation à partir d'environ 130 ka (Watts, 1998 ; 1999 ; 2002). Près d'une vingtaine d'assemblages ont fait l'objet de travaux détaillés, des sites anciennement fouillés, comme **Klasies River Mouth**, **Apollo 11, Hollow Rock Shelter** ou **Border**

Cave, ainsi que des sites en cours de fouilles, comme **Diepkloof Rock Shelter, Blombos Cave** ou **Sibudu Cave** (Figure 1). Pour donner une idée des quantités d'ocre trouvées, quelques centaines à plusieurs milliers de blocs d'ocre sont répertoriés (plus de 8000 à Blombos et Sibudu Cave par exemple), représentant entre 60g et 11kg de matière par site (Watts, 1999 ; 2002 ; 2009 ; 2010 ; Henshilwood et al., 2001 ; Hodgskiss, 2010). L'ocre rouge domine l'ensemble des assemblages, l'ocre jaune étant parfois mentionnée en parallèle. Plus rarement, des matériaux noirs ou blancs complètent ce qui pourrait être appelé alors des « assemblages de matières colorantes[3] ».

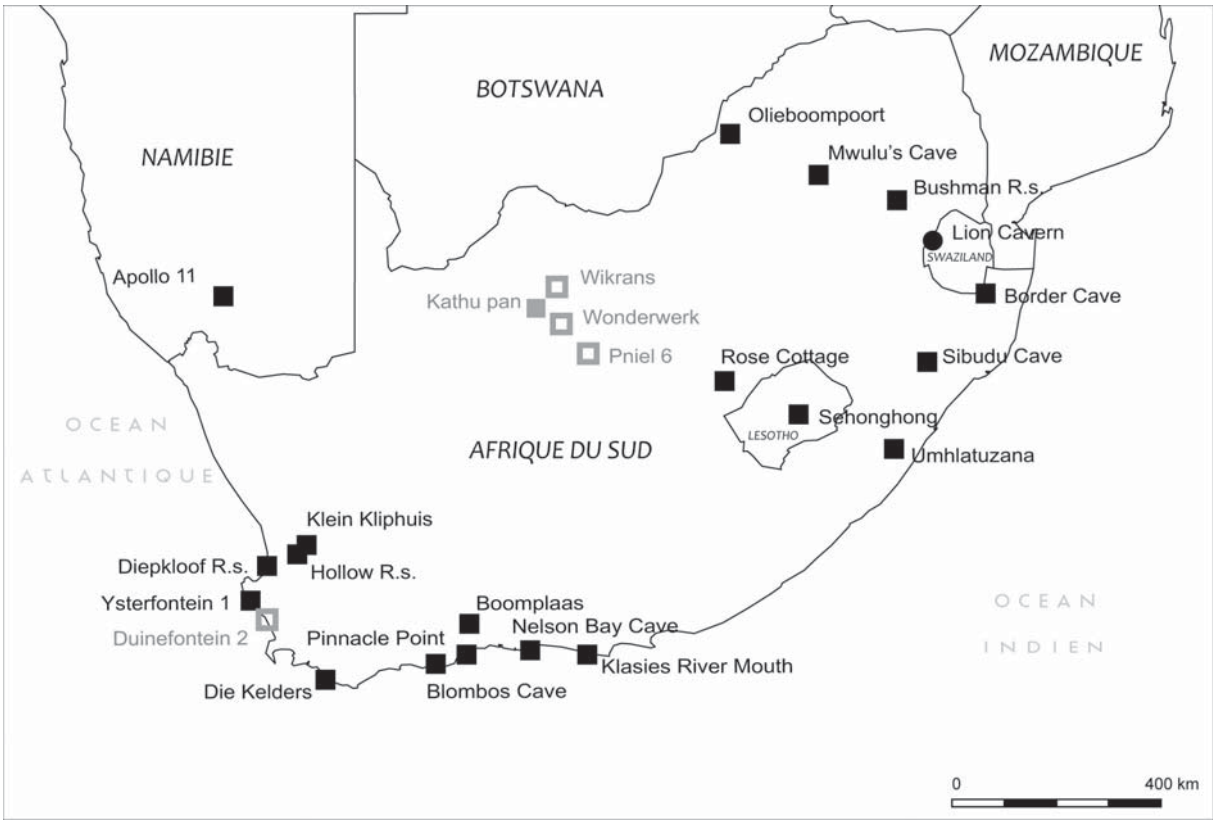


Figure 1 – Localisation des sites Acheuléen et Fauresmith (ESA/MSA) où de l'ocre a été trouvée (en gris), et des sites MSA où l'ocre a été exploitée à partir de 160 ka, pour lesquels les assemblages ont été en partie décrits (en noir). Parmi les sites anciens, Kathu Pan est le seul pour lequel on peut montrer une exploitation.

Du point de vue chronologique, des blocs d'ocre sont associés à des niveaux Acheuléens ou Fauresmith (Early Stone Age) sur quelques sites comme **Duinefontein 2** ou **Wonderwerk Cave** (spécularite, hématite ou ocre), mais aucun indice d'utilisation n'a été identifié (Beaumont, 1990a, 1990b, 1990c ; Cruz-Uribe et al., 2003 ; Watts, 2009 ; 2010 SOM). Sur le site de **Kathu Pan 1** en revanche, les blocs sont associés à des outils ocrés, peut-être des meules (Chazan et al.,

[3] Selon la définition donnée par H. Salomon (2009 : 49), pour désigner à la fois les roches à base d'oxydes de fer (ocres) et les oxydes de manganèse noirs.

2012). Les informations pour l'early MSA sont également très lacunaires. A **Border Cave**, l'ocre rouge est présente dès 220 ka, mais il ne semble pas y avoir de traces de transformation sur les blocs anciens (Watts, 1999). L'exploitation de l'ocre est en revanche parfaitement attestée à **Pinnacle Point** à partir de 164 ka, avec la présence de plusieurs pièces facettées (Marean et al., 2007 ; Watts, 2010). A partir de cette période, les traces de transformations deviennent récurrentes.

Les traces d'utilisation s'assimilent majoritairement à des traces d'usure, abrasion ou raclage, et dans de rares cas à des incisions ou des gravures. L'usure des surfaces est généralement interprétée comme le fait d'une production de poudre. En plus des blocs travaillés, divers outils attestent d'un travail de l'ocre. A **Blombos Cave**, deux séries d'outils ont été trouvées récemment dans les couches datées à 100 ka (Henshilwood et al., 2011). La présence d'un contenant en coquillage avec des dépôts d'ocre est actuellement le seul indice montrant que la poudre produite par usure des blocs a été mélangée à d'autres substances. Des objets ocrés ayant pu servir comme broyon, meule ou tablette de broyage ont été découverts à **Die Kelders** (Avery et al., 1997), à **Klasies River Mouth**, **Bushman Rock Shelter**, **Apollo 11** (Watts, 2002) ou encore **Ysterfontein 1** (Avery et al., 2008). Il est important de mentionner également la découverte d'une mine d'hématite au Swaziland avec des traces d'exploitation remontant à plus de 40 ka (late MSA) (Dart et Beaumont, 1969).

Au-delà de la région que nous avons définie, les données sont plus éparses. Pour le MSA, parmi les sites récemment fouillés, le site de **Rhino Cave**, au Botswana, semble le plus proche de notre région d'étude. Des blocs d'hématite travaillés y sont mentionnés (Coulson et al., 2010). Parmi les fouilles plus anciennes, des blocs rouges facettés sont présents dans les niveaux de Pomongwe, au Zimbabwe (Cooke, 1963). En Zambie, des quantités importantes d'ocre, dont certains blocs avec des traces d'usure, ont été répertoriées dans les niveaux de **Mumbwa Cave**, à partir d'environ 170 ka (Barham, 1995 ; 2000). En Afrique de l'Est, l'exploitation de l'ocre est avérée à **Porc Epic** (« pigments rouges ») ainsi qu'à **Gorgora Rockshelter** (Clark et al., 1984 ; Clark, 1988 ; Rosso, 2010). Tant l'ancienneté de certaines fouilles que leur faible nombre dans certains pays peuvent avoir influencé la disparité des données disponibles[4]. L'exploitation marquée sur certains sites pourrait toutefois signifier qu'il a existé des contextes d'utilisation particuliers.

[4] Nous nous sommes restreint à l'Afrique subsaharienne, mais plusieurs travaux montre la même disparité pour le Paléolithique Moyen en Afrique du Nord, au Moyen-Orient et en Europe, quoique plusieurs fouilles récentes mentionnent des résidus d'ocre (San Juan, 1990 ; d'Errico, 2008 ; Salomon, 2009 ; Zilhão et al., 2009 ; Roebroeks, 2012).

Le MSA d'Afrique du Sud constitue donc un contexte privilégié pour étudier les activités liées à la production et l'utilisation de l'ocre il y a plus de 50 000 ans. On y observe des traces systématiques d'exploitation. Les quantités de vestiges sont importantes et de nombreux sites sont concernés. Cette intensification de l'exploitation de l'ocre, dans une région qui par ailleurs est, à la même époque, témoin d'importantes mutations dans les comportements humains, a conduit à diverses hypothèses sur son utilisation. En effet, si la peinture rupestre est fréquente en Afrique australe au LSA (dans le Drakensberg ou le Cederberg par exemple), elle est totalement absente au MSA. Les plus anciennes peintures datées ont été découvertes sur des plaquettes de quartzite dans des couches estimées par carbone 14 à environ 30 000 BP à Apollo 11 (Afrique du Sud) (Wendt, 1976 ; Vogelsang et al., 2010).

I.2.2. Hypothèses d'utilisation et comportements « symboliques »

L'utilisation est la question la plus récurrente associée à l'étude des assemblages d'ocre en contexte MSA ou Paléolithique Moyen. Les différentes hypothèses ont souvent été distinguées entre utilisation symbolique et utilisation fonctionnelle (« *functional* »), ou utilitariste (« *utilitarian* »). L'hypothèse d'une utilisation à des fins symboliques est en effet souvent associée à l'utilisation comme matière colorante (Deacon, 1995; McBrearty and Brooks, 2000; Henshilwood et al., 2002; 2009 ; Henshilwood et Marean, 2003 ; Marean et al., 2007; Watts, 2002; 2009; 2010). Ceci est dû au fait que la frontière entre l'utilisation de matières colorantes et l'utilisation de « symboles » est mince : d'une part, la couleur des matières colorantes peut être utilisée pour symboliser divers objets ou concepts ; d'autre part, elles peuvent être employées pour tracer des signes, figuratifs ou abstraits (peinture).

F. d'Errico et collaborateurs rappellent que l'utilisation symbolique fait aussi référence à une fonction, et que du point de vue ethnographique, l'opposition fonctionnelle/ symbolique n'a pas de sens (d'Errico et al., 2010 ; d'Errico et Stringer, 2011). Si effectivement cette opposition ne traduit pas nécessairement une réalité anthropologique, la distinction entre deux niveaux de fonction comme l'a fait M. Lombard (2007) nous apparait quant à elle nécessaire. Il y a d'abord la fonction qui fait référence au sous-système technique dans lequel l'ocre est employée : fonction de charge, dans les chaînes opératoires de fabrication d'adhésif, ou fonction de pigment, dans les chaînes opératoires de fabrication de peinture par exemple. Une étude fonctionnelle s'intéresse typiquement à définir cette fonction ainsi que le mode de fonctionnement. En parallèle, matériaux et objets peuvent recouvrir différents usages et remplir

différentes fonctions au sein des sociétés, fonctions utilitaire, esthétique, symbolique, etc. Cette fonction d'un second ordre se déduit principalement des usages et du contexte d'utilisation, et nous parlerons plutôt de « considération » ou « valeur », pour la distinguer de la fonction technique.

a. Hypothèses d'utilisation

Dans un premier temps, l'hypothèse d'une utilisation comme matière colorante a été proposée sans discussion. Le terme de « pigment » est ainsi souvent utilisé à la place « d'ocre ». Cette hypothèse a été employée comme un postulat, ne nécessitant pas de démonstration. Ainsi Singer et Wymer (1982 : 117) ne se posent pas la question de l'utilisation de l'ocre, mais de l'utilisation de la peinture rouge. Cependant, les comparaisons ethnographiques viennent contredire cette supposition, montrant par exemple que l'ocre a pu participer au traitement des peaux (Wadley, 1993). La découverte de résidus d'ocre sur les parties des outils susceptibles d'avoir été emmanchées à Rose Cottage introduit une autre hypothèse, celle d'une utilisation comme charge dans les adhésifs (Wadley et al., 2004).

Les fonctions de matière colorante et de charge ont été plusieurs fois discutées (Watts, 1999 ; 2002 ; 2009 ; Wadley, 2004 ; 2005 ; Wadley et al., 2009). L'hypothèse d'une utilisation comme matière colorante est soutenue par quelques indices indirects impliquant des résidus d'ocre sur des perles en coquillages, découvertes à Blombos Cave dans des niveaux datés à 75 ka environ (d'Errico et al, 2005). La présence d'ocre sur des coquillages percés est également attestée au Paléolithique Moyen, sur le site de la grotte des Pigeons (Maroc), il y a 82 ka environ (Bouzzougar et el., 2007). La manipulation des perles avec des mains ocrées, le frottement des perles contre un vêtement ocré ou une peau, de même qu'une coloration volontaire de la perle peuvent expliquer ces traces. Les deux dernières propositions font état d'une utilisation délibérée de l'ocre pour colorer (le corps, ou la perle). La coloration d'une peau peut être aussi bien intentionnelle que la conséquence d'un traitement impliquant l'utilisation d'ocre.

L'hypothèse de la fonction de charge est soutenue par la présence de résidus d'ocre sur des pointes bifaciales SB, des segments et pièces à dos HP et des pointes post HP à Sibudu Cave. A Rose Cottage et Umhlatuzana, plusieurs segments et pièces à dos HP présentent des résidus similaires (Wadley et al., 2004 ; 2005 ; Lombard, 2006 ; 2007 ; Wadley et al., 2009). Les stigmates d'emmanchement reconnus sur ces outils, ainsi que le fait que les résidus soient situés sur leurs parties non actives, montrent que l'ocre a été associée à un système d'emmanchement. Leur association avec des résidus organiques (non identifiés, probablement une résine ou une

gomme) a conduit à l'hypothèse d'une utilisation comme charge dans un adhésif. Le fait que l'ocre puisse avoir servi en parallèle à colorer l'adhésif n'est pas complètement rejeté.

b. Caractère « symbolique » de l'ocre

Les hypothèses que nous venons de développer ont des implications différentes sur les comportements humains. Si précédemment nous avons pu distinguer les capacités cognitives associées aux activités « symboliques » de celles associées aux activités techniques, en ce qui concerne l'ocre les comportements relevant de la sphère symbolique ont été davantage discutés.

Les arguments en faveur d'une utilisation symbolique s'appuient le plus souvent sur des exemples ethnographiques. Watts (1999), par exemple, a postulé un rôle *« symbolique »* de l'ocre, par comparaison avec des peuples d'Afrique australe tels que les Khoisan, qui l'utilisent entre autre comme symbole de fertilité. Conscient des limites de cette comparaison (voir par exemple Kuhn et Stiner, 2001 ; Salomon, 2009), il utilise dans son argumentation plusieurs autres références et modèles externes à l'archéologie (Watts, 2002, 2009 ; 2010), qui peuvent être résumés comme suit :

- Dans notre perception des couleurs, le rouge a une position particulière, notamment parce que dans notre système de perception des couleurs, il est l'une des quatre couleurs fondamentales servant à coder les autres couleurs.
- La couleur rouge serait l'une des premières à avoir été nommée dans le langage, juste après la noir et le blanc (« Basic Color Term theory », voir Kay et al., 1997). Il a en effet été montré que les catégories de couleur les plus répandues dans les différentes langues sont d'abord le noir et le blanc, puis le rouge. De plus, l'apprentissage des couleurs par les enfants semble aussi se faire dans cet ordre.
- L'utilisation de la couleur rouge comme cosmétique pourrait avoir donné un avantage adaptatif aux groupes humains, selon les théories néo-darwiniennes développées par C. Power et C. Knight (« Female Cosmetic Coalitions », Power et Aiello, 1997). Selon ces auteurs, l'ocre rouge a pu être utilisée par les femmes pour renforcer leur cohésion face aux hommes, en simulant les menstruations, pour garantir une plus grande implication des hommes dans l'acquisition de nourriture. Cela aurait permis aux femmes de compenser le coût élevé de la prise en charge des jeunes enfants, plus longue du fait de l'importance de la taille du cerveau chez l'homme.

- L'ocre rouge pourrait avoir été utilisée dans les premiers stades de la mise en place des rituels, selon les théories de Durkheim. Celui-ci fait en effet plusieurs propositions. Tout d'abord, l'ornementation d'objets sacrés et du corps humain pourrait représenter à la fois des rites totémiques et « une premières forme d'art » (Durkheim, 1911, p. 177-180, édition 1985). Le sang est vu comme un « liquide sacré », utilisé dans les rituels, et pour représenter des emblèmes totémiques (p 177 ; 194). Enfin, l'ocre rouge est décrite comme « une substance parente du sang », également très fréquente dans les rituels (p 194-195).

L'ensemble de ces propositions tendrait à montrer une préférence universelle pour le rouge, ainsi qu'un lien très fort entre couleur rouge et symbolisme. Si les deux premières propositions apportent en effet des arguments suggérant que l'espèce humaine pourrait avoir des prédispositions « universelles » dans la perception et l'identification de la couleur rouge, le lien avec le symbolisme est en revanche indirect dans les deux autres propositions. De plus, le modèle de la « coalition des femmes », de par sa complexité et sa précision, est rigoureusement impossible à démontrer par quelques moyens que ce soit.

Les prédictions de ces modèles, à savoir une sélection des matières premières orientée vers une préférence pour des couleurs rouges, ont été comparées à l'étude de plusieurs assemblages sud-africains (Watts, 1999 ; 2002 ; 2009). Si l'auteur montre en effet que, dans l'ensemble, les teintes rouge vif ou rouge sombre sont plus souvent transformées, les conclusions de ces travaux ne permettent pas de montrer que la couleur rouge était bien la propriété recherchée. La couleur peut n'être que le résultat de la sélection et pas nécessairement la propriété principale recherchée. Il faut pour cela discuter des autres hypothèses possibles. Cette limite est prise en compte dans l'étude de l'assemblage de Pinnacle Point. Sur ce site, les couleurs rouge sombre semblent privilégiées, ainsi que des matières premières à grains, ce qui n'est pas compatible avec une utilisation comme charge (Watts, 2010). On tend vers la démonstration que l'ocre a bien été sélectionnée pour sa couleur. Mais le lien avec le symbolisme reste un postulat. Poser un postulat de départ et arriver à la même conclusion au final conduit inévitablement à un raisonnement circulaire.

En parallèle, d'Errico et Stringer (2011) ont utilisé la comparaison ethnographique en général pour appuyer l'idée qu'une utilisation purement utilitariste est très peu probable pour les matières colorantes, sous-entendu, une signification « symbolique » est probable,

indépendamment de la question de la fonction. Cette hypothèse pourrait permettre d'éviter d'avoir à démontrer l'utilisation « symbolique » à partir de faits archéologiques, si on accepte au préalable l'idée que les cultures MSA utilisent des systèmes symboliques aussi élaborés que l'Homme moderne actuel. Elle nécessiterait en second lieu un examen approfondi des exemples ethnographiques dont nous disposons sur le sujet.

Une autre approche, cette fois basée sur les aspects technologiques plus que sur le choix de la matière première, a été proposée récemment par Rifkin (2012a ; 2012b). Etudiant les traces de transformation sur des « crayons » (pièces facettées à faces convergentes), il constate que certains présentent des traces d'abrasion pour produire de la poudre, tandis que d'autres présentent des traces d'utilisations secondaires, laissant supposer une application directe sur un support. Les faibles quantités de poudre produite par abrasion et l'application directe des blocs sur une surface pour produire des tracés colorés, sont pour lui davantage en faveur d'une utilisation « symbolique » que d'une utilisation utilitaire. Toutefois, comme il le souligne lui-même, ces informations sont encore trop fragmentaires au regard de toutes les étapes de transformation qui ne peuvent être reconstituées. Elles ne permettent pas de démontrer à proprement parler l'utilisation symbolique (Rifkin, 2012a : 153).

Pour sortir de cette voie, il propose de ne pas discuter en termes de « symbolisme », mais en termes d'implications technologiques et sociales. En considérant la fonction de matière colorante, il propose que l'ocre ait pu servir à encoder des informations, soit au niveau individuel, soit au niveau collectif, par l'expression de styles différents par exemple (Rifkin, 2012 : 158). L'ocre aurait ainsi contribué à affirmer des relations sociales inter et intra-groupe. Il discute en parallèle de l'implication que pourrait avoir certains usages en termes d'avantages technologiques et d'adaptation, dans le cas d'une utilisation comme protection contre les moustiques par exemple.

Pour l'heure, seuls les blocs d'ocre gravés de Blombos Cave témoignent d'un lien entre le matériau ocre et la production de signes. Cependant, en l'absence d'une récurrence plus systématique d'ocres gravées, il est difficile d'établir si ces objets sont significatifs d'une tradition culturelle.

Ainsi, il n'est pas possible de se baser sur l'utilisation de l'ocre pour montrer que les sociétés du MSA possédaient un système de pensée *« symbolique »*. La question n'est donc pas « L'Homme moderne du MSA d'Afrique australe avait-il des capacités cognitives similaires

aux nôtres parce qu'il utilisait de l'ocre ? », mais plutôt « Quel rôle à joué l'ocre dans les nouveaux comportements observés au MSA d'Afrique australe ? ». Comment l'utilisation de l'ocre s'intègre dans les différents systèmes techniques du MSA ? Comment s'intègre-t-elle dans les systèmes « symboliques » qui semblent transparaître au travers des vestiges retrouvés ? Quelles sont les caractéristiques du sous-système technique de l'ocre en lui-même ? Ces questions peuvent se décliner à plusieurs échelles, celle du site, d'une région, ou en fonction du temps.

I.3. Enjeux et objectifs

I.3.1. Choix d'une approche

Si la question du symbolisme ne peut être traitée qu'indirectement, les différentes approches proposées pour cerner au mieux les modalités et implications de son utilisation apparaissent complémentaires. Ainsi, discuter de la fonction de l'ocre via l'étude des critères de sélection, est déjà un premier pas qui pourrait permettre d'aborder dans un second temps la question des considérations utilitaires et symboliques. Mais la sélection des matières premières s'effectue selon des schémas plus complexes, qui impliquent à la fois des notions d'efficacité technique, d'accessibilité, d'investissement requis dans la transformation, de traditions relevant du contexte culturel, etc.

En résumé, com1prendre les implications des activités liées à l'ocre passe par la reconstitution de toutes les étapes de la chaîne opératoire ayant précédé l'abandon des vestiges, à savoir acquisition et acheminement des matières premières, étapes de transformations, et enfin utilisation, impliquant une fonction et des considérations spécifiques. Il est nécessaire de s'éloigner notablement de la question du symbolisme ou de l'utilitaire, pour n'y revenir qu'en dernier lieu, et si les données le permettent. Chaque étape est susceptible de mettre en évidence des comportements spécifiques, qui pourront être comparés aux comportements impliqués dans d'autres sous-systèmes, comme l'industrie lithique, l'industrie osseuse, la parure, etc.

Dans ce travail, nous proposons d'utiliser cette approche globale pour caractériser les différentes modalités d'exploitation de l'ocre en Afrique australe, à l'échelle d'un site d'abord, puis en replaçant les données acquises dans le contexte régional. Ceci nécessitera de réaliser

dans un premier temps une synthèse et une étude critique des différentes hypothèses proposées pour l'acquisition, la transformation et l'utilisation de l'ocre, pour le Paléolithique. En deuxième lieu, un site a été choisi pour un examen détaillé des vestiges associés à l'exploitation de l'ocre, à savoir les blocs de matières premières bruts ou transformés.

I.3.2. Choix d'un site

Le site de **Diepkloof Rock Shelter**, Western Cape, localisé non loin de la côte Atlantique à 180 km du Cap, est apparu comme un cadre idéal pour engager cette recherche. Les fouilles des niveaux MSA ont été entreprises par une équipe franco-sud-africaine à partir de 1999, sous l'égide de P. Rigaud et P.-J. Texier, avec la contribution de G. Porraz pour la partie française, et J. Parkington et C. Poggenpoel pour la partie sud-africaine. Il présente une longue séquence MSA sans hiatus apparents. Il a fait l'objet d'études micromorphologiques et chronologiques, et les assemblages lithiques et fauniques y ont été par ailleurs bien caractérisés. La présence de coquilles d'œufs d'autruche gravées est l'une des découvertes les plus manifestes de l'émergence de comportement nouveaux dans cette région. Il a livré enfin plusieurs blocs d'ocre présentant des traces d'usure, de grandes quantités de matières premières brutes, ainsi que quelques objets ocrés, qui n'ont fait l'objet actuellement que d'analyses très ponctuelles.

En parallèle, un second corpus a été choisi pour une application élargie de l'approche développée et une comparaison avec Diepkloof. Il s'agit d'une partie de l'assemblage de **Klasies River Mouth**, Eastern Cape, localisé sur la côte Sud à environ 80 km à l'ouest de Port-Elizabeth. Le contexte de fouille est plus ancien, puisque les travaux les plus importants remontent aux années 1967 et 1968, sous la direction de R. Singer et J. Wymer. Il est toutefois bien calé stratigraphiquement et chronologiquement, et sa séquence est souvent citée comme référence. Le relevé du matériel au cours des fouilles étant moins précis qu'à Diepkloof, cette comparaison a été restreinte à l'Howiesons Poort.

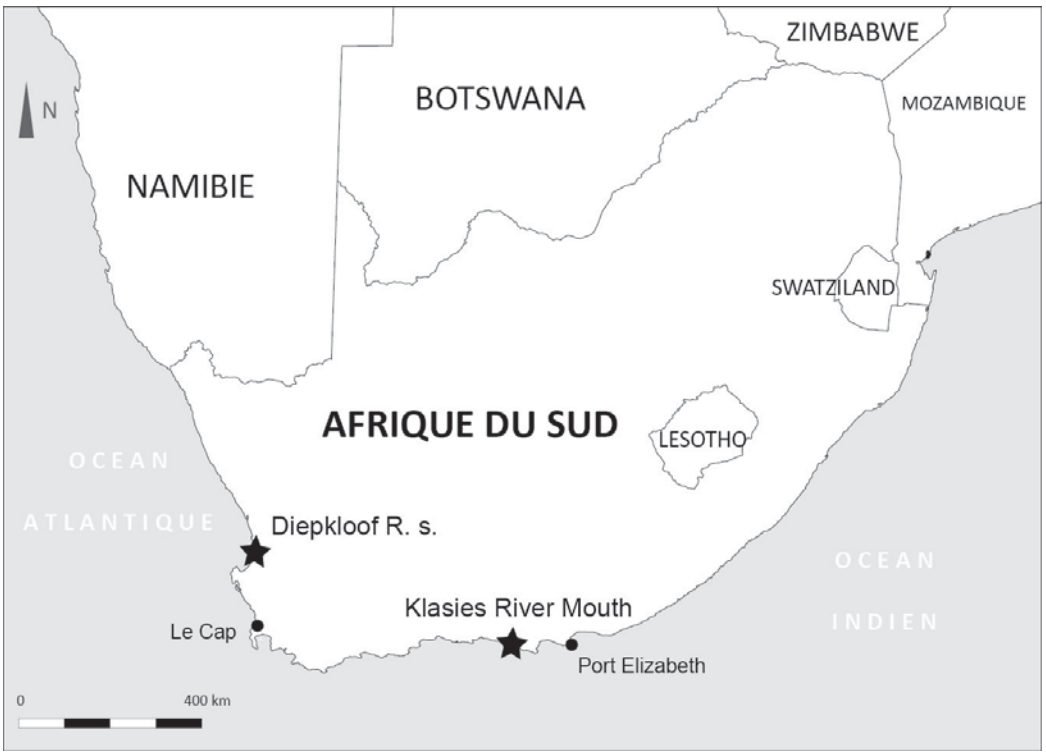


Figure 2 – Localisation de Diepkloof Rock Shelter et Klasies River Mouth.

I.3.3. Enjeux méthodologiques et objectifs

Si les modalités de production et d'utilisation sont bien décrites pour plusieurs catégories de vestiges caractéristiques des contextes Paléolithiques, c'est entre autre grâce à l'application de la notion de « chaîne opératoire », définie par ailleurs par de nombreux auteurs (Leroi-Gourhan, 1964 ; Crusswell, 1976 ; Pellegrin, 1995).

Pour l'ocre, la plupart des études se limitent bien souvent à un seul aspect (provenance des matières premières, traces d'usure, utilisation), restreignant ainsi les possibilités d'interprétation. Quelques travaux ont cependant contribué à poser durablement les bases du sous-système technique de ce qui est appelé plus largement les matières colorantes, incluant les roches ferrugineuses. On doit notamment les premières synthèses sur le sujet à C. Couraud, dans les années 80 (Couraud, 1983 ; 1988 ; 1991). Plus récemment, H. Salomon a montré combien il était nécessaire d'avoir recours à un ensemble de méthodes spécifiques pour caractériser les matières colorantes, impliquant l'analyse physico-chimique des matériaux, mais aussi l'expérimentation, l'analyse technologique, l'étude de la répartition spatiale, etc. Elle parvient ainsi à définir les modalités d'exploitation des matières colorantes par les Néanderthaliens des niveaux châtelperroniens de la grotte d'Arcy-sur-Cure, depuis l'acquisition des matières premières, jusqu'à l'utilisation.

L'application du concept de chaîne opératoire dans l'étude de l'ocre n'est pas nouvelle dans le contexte sud-africain. La fabrication des adhésifs à base d'ocre a été décrite selon ce concept (Wadley et al., 2009), tandis que systématiquement les gravures sur les blocs ont été analysées dans cette optique (MacKay et Welz, 2008 ; Henshilwood et al., 2009 ; d'Errico et al., 2011). Le concept est intégré également au travers d'expérimentations et d'études tracéologiques (Hodgskiss, 2010, Rifkin, 2012).

Du point de vue strictement fonctionnel, les expérimentations de L. Wadley pour tester les propriétés de l'ocre en tant que charge dans les adhésifs ont permis de préciser son action dans l'efficacité de projectiles (Wadley, 2005 ; Wadley et al., 2009). Plus récemment, trois autres fonctions ont été testées, celles d'agent siccatif et conservateur pour les peaux animales, de couche protectrice contre les UV et contre les piqures d'insectes (Rifkin, 2012).

En comparaison, les différents aspects liés à l'étude des matériaux restent peu explorés. Certains travaux ont eu recours de manière ponctuelle à l'analyse physico-chimique pour identifier les matières premières. Ainsi, Wadley (2010), présente les résultats d'analyse de quelques échantillons de poudre rouge trouvés à Sibudu Cave (analyses réalisées par Billing and Wilson), pour montrer qu'il s'agit bien d'ocre. Très récemment, les résidus rouges trouvés sur les deux séries d'outils provenant de Blombos Cave ont été analysés et comparés à quelques blocs de matières premières, permettant aux auteurs de différencier plusieurs textures et compositions (Henshilwood et al., 2011). L'étude la plus complète a été réalisée sur l'assemblage de Nelson Bay Cave, où l'analyse physico-chimique a été utilisée pour réaliser des groupes de matières premières, qui pourraient provenir de différentes sources géologiques (Bernatchez, 2008).

La caractérisation des matériaux présente un avantage majeur dans le contexte que nous venons de décrire, elle permettrait en effet de définir plus précisément la nature des matières premières et leurs propriétés, et ainsi de mieux appréhender les critères de sélection. De nombreux travaux ont montré par ailleurs que l'analyse chimique et minéralogique constitue également un outil puissant pour effectuer des recherches de provenance ou déterminer des transformations chimiques induites par chauffage (voir Vandiver, 1983 ; Couraud 1991 ; Pomiès, 1997 ; Jercher, 1998 ; Barham, 2002 ; Hovers et al., 2003; Popelka-Filcoff et al., 2007 ; 2008 ; Salomon, 2009; d'Errico et al., 2010). Elle apparait donc comme une étape indispensable pour répondre à la problématique que nous avons définie.

Il existe cependant quelques limites à l'analyse physico-chimique de l'ocre, qui peuvent peut-être expliquer partiellement la rareté des travaux de ce type en contexte MSA. En effet, si

un grand nombre de méthodes peut être appliqué avec succès, il existe très peu de propositions de protocole complet, permettant d'aborder tous les questionnements. De plus, la majorité des méthodes utilisées nécessitent un prélèvement, et donc la destruction de l'échantillon. Or, les blocs d'ocre du MSA sont des témoins importants des comportements observés au MSA, et peuvent avoir une valeur tant scientifique que muséographique. Il est donc nécessaire de réfléchir à un protocole d'ensemble, qui permettent une caractérisation complète, tout en limitant le recours aux prélèvements.

Synthèse

La présence récurrente d'ocre sur les sites MSA et les traces systématiques de son utilisation à partir de la fin du Pleistocène Moyen en font un cas d'étude régionale particulièrement intéressant. Il n'est donc pas surprenant que plusieurs interprétations aient été proposées pour expliquer cette utilisation, et que beaucoup y aient vu un lien avec la complexification des comportements observés par ailleurs dans ce contexte. En revanche, en l'état actuel des découvertes, la question de la signification symbolique de l'utilisation de l'ocre apparait difficile à appréhender à partir des données archéologiques seules.

Aussi il est nécessaire de trouver d'autres moyens de comprendre les comportements et les mécanismes culturels que sous tend l'utilisation de ce matériau. En effet, le rôle de l'ocre dans ce contexte a souvent été limité à son utilisation, alors que l'ensemble des chaînes opératoires de production de l'ocre, de la collecte de la matière première à la transformation finale du produit, représente en lui-même une série de tâches susceptibles d'éclairer des comportements d'ordre socio-économique et technique. Cette thèse se propose de développer une approche globale où les différentes étapes seront prises en compte, au travers de l'étude de l'assemblage MSA de Diepkloof Rock Shelter. Cet objectif passe par la description des différentes actions impliquées dans l'exploitation de l'ocre, puis par la mise au point d'un protocole d'étude adapté, et enfin la caractérisation du matériel archéologique. Il sera alors possible de discuter du statut de ce matériau dans un contexte local et régional.

Chapitre II. L'ocre : description et caractérisation d'un système technique

Ce chapitre propose dans un premier temps un état des lieux sur les modalités d'exploitation de l'ocre en préhistoire. Il s'agit de montrer comment les activités liées à cette exploitation définissent un sous-système technique qui peut être étudié indépendamment d'autres questionnements. Nous verrons dans un deuxième temps les méthodes et méthodologies qui peuvent être utilisées pour reconstituer les différentes étapes d'exploitation. Le choix des méthodes d'analyse qui seront mises en œuvre pour la caractérisation des matières premières sera notamment discuté.

II.1. L'ocre : matériaux, transformations et fonctions

Dès les premières fouilles du XIX^{e} siècle, des fragments de roches aux teintes rouges ou jaunes, collectés et transformés par l'homme, ont été identifiés parmi les vestiges des sites Paléolithiques. Depuis, les différents travaux qui se sont succédés sur les roches ferrugineuses ont permis de dégager des principes généraux sur sa nature, ses transformations et ses fonctions. Nous pouvons décrire en quelque sorte un sous-système technique à part. Des définitions de base seront données, et nous apporterons divers éléments théoriques nécessaires à la compréhension du matériau et de ses chaînes opératoires.

Dans chaque sous partie, après définitions des termes et concepts utilisés, des exemples archéologiques et ethnographiques permettront d'illustrer les pratiques décrites et de discuter de la validité des hypothèses proposées. Cette discussion sera particulièrement importante en ce qui concerne l'utilisation de l'ocre, puisqu'au delà de sa fonction, c'est son statut qui nous intéresse, et son intégration au sein de systèmes symboliques.

II.1.1. Du matériau à la matière première

a. Qu'entend-on par « ocre » ?

L'emploi du terme « ocre » en préhistoire a suscité de nombreux débats, et à l'heure actuelle aucun consensus ne se dégage. Trois cas se distinguent dans la littérature. Lors d'un recensement des vestiges d'un site, ou lors d'une étude très ponctuelle, seuls des termes géologiques plutôt neutres sont employés (hématite, spécularite, grès ferrugineux, etc.). Dans les travaux visant à une réflexion sur l'utilisation de matériaux colorants rouges et jaune, soit le terme matière colorante (ou « *pigment* ») soit le terme « ocre » apparait, selon l'argumentation développée par l'auteur. Enfin, quelques études récentes sur leurs chaînes opératoires préfèrent le terme ocre (ou « ochre ») à celui de matière colorante, pour éviter toute connotation sur l'utilisation.

Une vue rapide des différentes définitions de ce terme pourra permettre de mieux cerner les avantages et limites de cette terminologie.

- **Définition géologique**

Au sens strict, l'ocre n'est pas un minéral, mais une « terre », ou plutôt la fraction fine de roches meubles ayant subi une altération secondaire (Onoratini, 1985 ; Triat, 2004 ; 2010 ; Moureau et Brace, 2000). Il s'agit non d'une formation mais d'un faciès d'altération. Pour Triat (2004), il s'agit du produit extrait et non du faciès dont elle est issue. Celui-ci est principalement constitué d'un mélange d'argiles et d'oxydes de fer.

Plusieurs formations de par le monde ont été exploitées sous le nom de « carrières d'ocre ». Dans le Lubéron par exemple, les formations dont est extraite l'ocre sont des sables ocreux, constitués de grains de quartz entourés d'un enduit d'ocre (Triat, 2004). Dans ce cas, l'ocre provient de l'altération latéritique de grès glauconieux en climat tropical. En Afrique du Sud, plusieurs carrières d'ocre ont été exploitées vers Albertina, toutes provenant de l'altération de roches argileuses gris vert litées (« shale ocreux ») (Visser, 1937).

Ces formations ont en commun leur degré d'altération ainsi que le mécanisme d'altération. Il s'agit d'un stade intermédiaire dans les processus d'altération latéritique, précédant la formation d'encroûtement, de concrétions ou « chapeau de fer ». Du point de vue chimique, le fer II ainsi que plusieurs cations des argiles comme l'illite ou la glauconite sont remobilisés, conduisant à la formation d'oxydes de fer III et d'argiles type kaolinite. Les roches issues de ce processus sont souvent appelées « latérites ».

Il est donc possible de définir précisément « l'ocre », toutefois, il ne s'agit pas d'un type de roche comme certains auteurs le laissent supposer, mais le produit de l'exploitation de différentes roches, issue d'un même faciès d'altération. Etant donné l'utilisation de ce matériau comme matière colorante, la définition de l'ocre dans ce domaine peut éclairer davantage sur sa nature.

- **Définition d'une matière colorante**

En chimie des matériaux, on désigne par matière colorante tout mélange entre un pigment et des minéraux accessoires appelés « charges » ayant la propriété de colorer d'autres matériaux. Lorsqu'on s'intéresse à l'ocre en tant que matière colorante, on trouve non pas une mais deux définitions. La première est directement liée à la définition géologique : l'ocre est présentée comme un mélange naturel d'oxydes de fer et d'argiles. Dans la définition générale donnée en tête de chapitre par le Dictionnaire des matériaux du peintre, apparait ainsi la notion de « terre argileuse », et « d'argile ferrugineuse » (Perego, 2005). Dans les études physico-chimiques de peintures pariétales, c'est cette définition qui est utilisée pour caractériser l'ocre, en opposition à l'hématite ou la goethite pure et aux mélanges artificiels (Clottes et al., 1990 ; Baffier et al., 1999 ; Vignaud et al., 2006 ; Arias et al., 2011).

Dans les études relatives aux matières colorantes vendues dans le commerce, la tendance est davantage à une extension de cette définition. On désigne par ce terme tout type de matériaux inorganiques contenant des oxydes de fer et ayant un certain pouvoir colorant (Mortimore et al., 2004 ; Marshall et al., 2005 ; Elias et al., 2005). Cette vision, bien qu'éloignée de la définition géologique, est plus conforme à la réalité de composition des « terres » colorantes vendues actuellement sous le nom d'ocre. L'analyse cristallographique de plusieurs de ces produits révèle en effet que l'argile n'est pas toujours le composé majoritaire, mais que plusieurs minéraux peuvent s'y substituer, comme le quartz, des sulfates de calcium, ou la calcite (Collectif, 1999).

Ainsi, alors que l'argile devrait être considérée comme le composé indispensable à la qualification « d'ocre » si l'on se base sur la définition géologique, la réalité montre que cette terminologie est appliquée au-delà de ce cadre strict pour les matières colorantes vendues sous ce nom. La base commune à la grande majorité des produits appelés « ocre » sont les oxydes de fer, et non les argiles.

- **Définitions rencontrées en contexte archéologique**

La définition de l'ocre au sens archéologique transparait bien dans plusieurs publications anglo-saxonnes récentes. Henshilwood et al. l'explicitent par exemple de la manière suivante : *« a product of chemical weathering which has been sufficiently enriched in iron oxide (generally haematite) or iron hydroxide (typically goethite) to produce (respectively) a reddish or yellowish mark when drawn over a surface*[5]» (Henshilwood et al., 2009).

De manière encore plus simple, Hodgskiss (2010) parle de : *« variety of iron-rich or ferruginous minerals that produce a reddish or yellowish streak* [6]», tandis que Wadley (2009) rappelle : « *Ferruginous rocks that contain iron oxide or iron hydroxide are colloquially called 'ochre'*»[7].

Ces définitions montrent que la présence d'oxydes et d'oxy-hydroxydes de fer est indispensable pour définir une ocre. Toutefois, le fer étant l'un des éléments les plus répandus sur Terre (environ 5% en masse de la croûte terrestre), on ne peut désigner comme ocre toute roche colorée par des oxydes de fer. Un des moyens pour ne pas confondre une roche colorée par des oxydes de fer d'une roche suffisamment enrichie par ces derniers est effectivement le test de la trace, de teinte jaune ou rouge selon la nature de l'oxyde présent. Ainsi, bien qu'on veuille éviter toute confusion entre « ocre » et « matière colorante », le pouvoir colorant des oxydes et oxy-hydroxydes de fer reste la propriété la plus utilisée pour les distinguer.

Pour aller plus loin et pouvoir appliquer cette définition lorsqu'on se trouve face à une collection archéologique, on peut envisager d'autres moyens que le test de la trace, entre autres l'étude des chaînes opératoires. Si on identifie des traces anthropiques sur un type de matière première, qui contient par ailleurs un taux non négligeable d'oxyde de fer, alors tous les fragments de roches présents sur le site, ayant les mêmes caractéristiques, mais pas de traces, peuvent potentiellement être considérés comme des « ocres ».

[5] « Un produit de l'altération chimique de surface qui a été suffisamment enrichi en oxydes de fer (hématite), ou hydroxydes de fer (goethite), pour produire (respectivement) une trace rouge ou jaune sur un support ».

[6] Variété de minéraux riche en fer ou ferrugineux qui produisent une trace rouge ou jaune.

[7] Les roches ferrugineuses qui contiennent des oxydes ou oxy-hydroxydes de fer sont familièrement appelées « ocres ».

- **Conclusion : une grande variété de roches**

De même qu'aujourd'hui on emploie des matériaux de composition variée pour remplir une même fonction, de même on doit distinguer « fonction » et « composition » pour les vestiges archéologiques. Les vestiges de roches ferrugineuses collectées et transformées par l'homme peuvent recouvrir différentes fonctions, tandis que pour une même fonction différents types de roches peuvent être employés. Ceci doit nous amener à utiliser un terme le plus générique possible du point de vue de la composition, et le plus neutre possible du point de vue de la fonction. Le terme « ocre » apparait parfaitement adapté en ce sens. Nous pouvons nommer ainsi **toute matière composée d'oxydes ou d'hydroxydes de fer en quantité suffisante pour donner une poudre colorée.**

Bien sûr, ce terme « ocre » ne reflète en rien les conceptions propres aux sociétés qui l'ont employée dans le passé. En l'absence de connaissances sur ce que représentaient réellement ce ou ces matériaux, le terme « ocre » ne saurait donc convenir à une description précise des vestiges. Le vocabulaire de la géologie (pétrologie et minéralogie) et celui de la chimie apparaissent comme les plus aptes à cette description, car les moins connotés.

Du point de vue géologique, les formations ferrugineuses impliquées sont multiples. Sont inclues :

- toute roche ayant subi des altérations entrainant un enrichissement en oxydes de fer (roches sédimentaires principalement).
- toute formation pédogénique meuble issue de l'altération d'autres roches : sur place, comme les latérites ; par démantèlement, comme les terra rossa, arènes granitiques, etc.

L'extension aux oxydes et oxy-hydroxydes de fer purs est plus délicate. En effet on peut penser qu'une roche qui contient divers minéraux n'a pas les mêmes propriétés que ces minéraux seuls. De plus, des noms différents leur sont attribués non seulement dans le vocabulaire scientifique, mais également dans l'industrie des pigments (voir d). L'emploi d'un terme unique apparaissant malgré tout nécessaire pour une analyse d'ensemble, les concrétions et nodules pédogéniques d'oxydes de fer (ferricrètes), ainsi que les cristallisations locales sous formes de veines, formées par hydrothermalisme ou métamorphisme (hématite spéculaire), entreront dans cette définition du terme « ocre ». Le caractère de « mélange » sous-entendu dans la définition de la matière colorante n'apparait plus en effet dans la définition archéologique. Toutefois, lorsqu'un terme géologique précis est employé dans la littérature, il a été conservé.

b. Description : classification en tant que roches

La classification des roches se base sur différents critères : texture, structure, composition minéralogique, composition chimique (éléments majeurs et mineurs), mode de formation. Tous peuvent être appréhendés soit par l'observation, soit par l'analyse pétrographique, cristallographique et chimique des vestiges archéologiques. Les définitions des différents types de roches proposées par la pétrologie peuvent donc servir de point de départ pour classer les matières premières en différents types. Nous nous sommes focalisés ici sur les types de roches qui ont été rencontrées dans cette étude, à savoir roches sédimentaires, faiblement métamorphisées et sols indurés.

- **Classification des roches sédimentaires**

Les roches sédimentaires ou faiblement métamorphiques sont avant tout classées en fonction de leur composition et de leur granulométrie ou texture. On distingue principalement, outre les roches carbonatées et conglomérats qui n'ont pas été rencontrés dans cette étude, les grès ou roches à gros grains (*sandstones*) et les roches à grains fins (*mudrocks*). Ces dernières présentent majoritairement des grains inférieurs à 62µm, tandis que les grès sont constitués pour plus de 50 % de grains compris entre 2 mm et 62 µm. Les roches à grains fins sont constituées principalement de minéraux argileux et de quartz. En moyenne, elles peuvent être composées d'environ 60% d'argiles (Blatt et Tracy, 1996). Les grès sont essentiellement constitués de quartz, sous forme de grains séparés entre eux par un ciment dont la composition varie.

Pour les roches à grains fins, la lamination est le critère majeur de classification. Elle se définit par une alternance de fines couches à l'échelle du millimètre (lamination structurelle). La lamination se distingue du litage, qui désigne une alternance de couches sédimentaires à une échelle supérieure au centimètre (Lundegard et Samuels, 1980 ; Blatt et Tracy, 1996). Certaines roches argileuses sont également fissiles. La fissilité caractérise la propension d'une roche à se fracturer selon des plans de contraintes parallèles à la lamination. Elle peut résulter de divers phénomènes, mode de déposition, diagénèse en profondeur, altération, etc. (Lundegard et Samuels, 1980). Selon ces différents critères, on distingue les silstone, mudstone ou claystone, sans lamination apparente ni fissilité, des shales, laminés et parfois fissiles.

En cas de métamorphisme léger, les roches à grains fins présentent une structure avec clivage, en feuillets très fins, eux-mêmes constitués de particules micacées toutes orientées

selon un même plan (micro-structure). Ces roches sont parfois décrites comme « finement laminées », ou schisteuses, et on parle de shale schisteux ou de schiste (*« phyllitic shale »* ou *« phyllite »* en anglais) (Saggerson et Turner, 1995).

Taille de grain	Classe	Terminologie française	Terminologie anglo-saxonne
>2mm	Rudite	Conglomérats	Conglomerates
De 2mm à 62µm	Arénite	Grès	Sandstones
<62 µm	Lutite	Roches à grains fins (classe lutite)	Mudrocks
De 62µm à 4µm	Silt	Siltite	
< 4µm	Argile	Argilite	

Tableau 3 – Classification des roches sédimentaires détritiques non meubles (Blatt et Tracy, 1996).

Proportion silt	**Non laminé non fissile**	**Laminé à fissile**
Plus de 2/3	Siltstone (siltite)	Silt-shale
Entre 2/3 et 1/3	Mudstone	Mud-shale
Moins de 1/3	Claystone (argilite)	Clay-shale

Tableau 4 – Classification des roches à grains fins d'après Blatt et Tracy, 1996.

- **Problème des roches ferrugineuses**

La difficulté pour les roches ferrugineuses réside dans le fait qu'elles proviennent de l'altération d'autres roches. La texture de ces dernières est donc le plus souvent conservée, mais pas leur composition. Faut-il dans ce cas choisir des seuils de composition pour définir les roches ferrugineuses ?

Le cas des grès est le plus simple à traiter : si le ciment entre les grains est constitué d'oxydes de fer, on parle de grès ferrugineux. Il serait possible en théorie de donner un seuil entre ce qui constituerait un ciment argileux et un ciment ferrugineux, mais généralement la caractérisation des ocres archéologiques ne nécessitent pas un tel niveau de détail.

Pour les ferricrètes ou croûtes ferrugineuses, il existe plusieurs définitions, toutes basées sur le mode de formation (Ambrosi et Nahon, 1986 ; Milnes et al., 1987 ; Beauvais, 1999). Ils sont considérés comme des éléments de sols indurés (*crusts*), se formant par précipitation des oxydes de fer. Certaines classifications se basent ensuite sur la structure, le degré d'altération, mais nous avons retenu celle qui se basait en priorité sur la composition chimique. Selon cette définition, on considère qu'à partir de 50% en oxydes de fer un sol induré (*crust*) est un ferricrète (Blatt et Tracy, 1996).

Le cas le plus complexe concerne les roches à grains fins altérées. Les termes d'altérites ou de saprolites désignent de façon très générale une roche altérée sur place (sans transport de matière). Il est fréquent de parler de roches « indurées », où l'induration signifie ici la précipitation dans la roche de nouveaux composés[8]. Un shale enrichi en fer par altération pourra être dit « shale induré » par exemple.

c. Description : composition minéralogique

Pour une caractérisation détaillée des roches ferrugineuses qui peuvent être assimilées à de l'ocre, il faut recourir à la minéralogie. Les principaux composants sont les oxydes et oxy-hydroxydes de fer. Ils sont accompagnés de nombreux minéraux, que nous évoquerons également, en particulier les argiles, qui représentent une famille de minéraux complexes et souvent difficiles à caractériser.

- **Les composés principaux : les oxydes et oxy-hydroxydes de fer**

La goethite et l'hématite sont les oxydes de fer les plus fréquents dans les sols et les roches. Ils sont tous deux très stables dans les conditions normales, en particulier l'hématite. Dans les sols, plusieurs oxy-hydroxydes de fer plus ou moins bien cristallisés peuvent accompagner la goethite et l'hématite, comme la lépidocrocite ou la ferrihydrite. Avec l'hématite, la maghémite et la magnétite sont parmi les minerais de fer les plus exploités par l'homme.

<u>L'hématite</u>

Le minéral hématite (αFe_2O_3) est de couleur noire dans sa forme massive, tandis que sa « trace » et les formes nano à micro-cristallines sont de teinte rouge à violet sombre.

Les cristaux d'hématite typiques ont la forme de plaquettes hexagonales. Cependant, dans les sols, ils sont le plus souvent isotropes et de taille inférieure au micron. Des cristaux hexagonaux de grandes tailles sont parfois visibles sur des hématites sombres à reflets métalliques. Il s'agit de l'hématite spéculaire. Ce terme est cependant ambigu, puisque pour certains auteurs il définit toute forme massive à reflet métallique de l'hématite (Eiselt et al., 2011).

[8] Même sens que celui donné pour la formation des ferricrètes, différents du sens donné pour les roches sédimentaires non meubles.

Du point de vue géologique, l'hématite se rencontre principalement dans les roches sédimentaires et métamorphiques. Elle est rare dans les roches magmatiques. L'altération secondaire permet la remobilisation des ions Fer II et Fer III des roches, entraînant de possibles recristallisations d'hématite dans les roches ou dans les sols. Elle est donc pour une grande partie issue d'altérations secondaires. L'hématite se forme préférentiellement à des températures élevées et dans les sols en climat tropical et subtropical. Dans le premier cas, elle se forme spontanément, tandis que dans les sols, elle peut se former dans un deuxième temps, après transformation spontanée d'oxy-hydroxyde de fer (Deer et al., 1992 ; Cornell et Schwertmann, 2003).

Du point de vue cristallographique, le système cristallin de l'hématite est un système hexagonal. L'hématite est constituée d'un réseau hexagonal compact, dont l'unité de base est l'octaèdre $Fe(O)_6$. Le fer est sous sa forme la plus oxydée, Fe^{3+}. Afin de compenser l'excédent de charges positives, il n'occupe que deux tiers des sites octaédriques. Dans ce réseau, plusieurs atomes peuvent se substituer au fer, dont les principaux sont l'aluminium, le titane ou le manganèse.

La goethite

Le minéral goethite (αFeOOH) est noir ou gris sombre, et sa « trace », ainsi que les formes nano à micro-cristalline, de teinte jaune à ocre-brun. Les cristaux de goethite, lorsqu'ils sont bien cristallisés, sont de forme aciculaire. Le terme « limonite » a parfois été confondu avec goethite. Aujourd'hui, il n'est pratiquement plus utilisé, et lorsqu'il l'est, il désigne davantage un mélange d'oxy-hydroxyde de fer que la goethite seule.

Du point de vue géologique, la goethite se forme à partir de la remobilisation des ions Fer II et Fer III et reprécipitation dans les sols, dans les roches ou en milieu marin. La goethite est donc un minéral issu de l'altération secondaire. Elle se forme préférentiellement en présence de matière organique ou en climat froid et tempéré (Deer et al., 1992 ; Cornell et Schwertmann, 2003).

Le système cristallin de la goethite est un système orthorhombique. Elle est constituée du même réseau hexagonal compact que l'hématite. Les ions O^{2-} et OH^- occupent les sommets des couches octaédriques. Le fer, sous sa forme la plus oxydée, Fe^{3+}, occupe la moitié seulement des sites octaédriques pour respecter l'équilibre des charges. De même que pour l'hématite,

plusieurs éléments peuvent se substituer au fer, en particulier l'aluminium, le titane ou le manganèse.

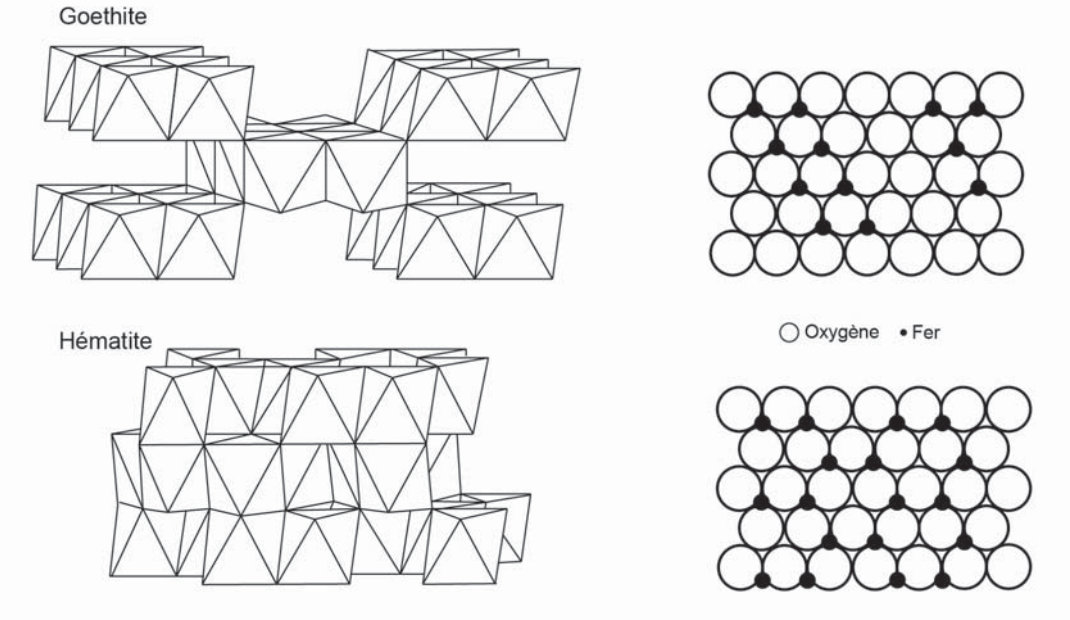


Figure 3 – Structure de la goethite et de l'hématite et comparaison entre les deux mailles cristallines (d'après Waychunas, 1991).

Autres oxydes de fer

La maghémite (γFe2O3) et la magnétite (Fe3O4) sont les oxydes les plus fréquemment rencontrés en présence d'hématite.

La magnétite est un minéral gris-noir, à reflet métallique, dont les cristaux prennent souvent une forme d'octaèdres, dodécaèdres ou rhomboèdres. Elle se rencontre principalement dans les roches magmatiques et métamorphiques. Sa structure alterne des couches octaédriques et tétraédriques d'oxygène (empilement cubique compact). La magnétite est un spinelle inverse, c'est-à-dire un oxyde composé d'ions Fe^{2+} et Fe^{3+}.

La maghémite est un minéral rouge brun que l'on rencontre entre autres dans les sols issus d'altération en climat tropical. Elle peut se former en effet dans les sédiments meubles et roches sédimentaires ayant subi un incendie de surface (chauffage de goethite). Elle se forme également par altération de la magnétite. Sa structure est proche de celle de cette dernière, constituée du même réseau cubique compact, mais seul Fe^{3+} est présent dans les sites octaédriques et tétraédriques.

Oxy-hydroxydes et oxydes	Goethite	Lépidocrocite	Hématite	Magnétite	Maghémite
Formule	FeOOH	FeOOH	Fe_2O_3	Fe_3O_4	Fe_2O_3
Système cristallin	Orthorombique	Orthorombique	Rhomboédrique, hexagonal	Cubique	Cubique, tetragonal
Paramètres de maille					
a	9.956 Å	3.07 Å	5.356 Å	8.396 Å	8.347 Å
b	3.0215 Å	12.53 Å			
c	4.608 Å	3.88 Å	13.749 Å		
α			55.18°		
Densité ($g.cm^{-3}$)	4.26	4.09	5.26	5.18	4.87
Couleur	Jaune-brun	Orange	Noir, gris acier, rouge brillant ; trace rouge	Noir	Rouge-brun
Dureté	5-5.5	5	6.5	5.5	5
Type de magnétisme	Antiferromagn.	Antiferromagn.	Faiblement ferromagn. ou antiferromagn.	Ferromagn.	Ferromagn.

Tableau 5 – Propriétés des différents oxydes et oxy-hydroxydes de fer.

- **Composés secondaires : minéraux associés dans les roches**

Les minéraux les plus répandus dans les roches ferrugineuses sont classiquement ceux que l'on trouve dans les roches sédimentaires et métamorphiques, quartz, argiles, feldspaths et micas, et carbonates dans les roches carbonatées[9]. Du fait de leur abondance dans beaucoup de gisements d'ocres en France, les argiles et le quartz ont souvent été considérés comme les seuls minéraux associés naturellement aux oxydes ou oxy-hydroxydes de fer. Pourtant, micas et feldspaths, bien que présents en plus faible quantité, n'en sont pas moins fréquemment associés à ces derniers.

Le quartz, SiO_2, est l'un des minéraux les plus répandus dans les roches. Il s'agit d'un tectosilicate. Les feldspaths sont une autre famille de tectosilicates. On distingue les feldspaths potassiques des plagioclases, feldspaths calco-sodiques.

Les argiles sont des phyllosilicates d'aluminium présentant une structure en feuillets. Un feuillet de base est constitué d'une couche tétraédrique SiO_4 (Te) et d'une couche octaédrique

[9] Les carbonates, sulfates et phosphates ne seront pas décrits étant donné qu'ils sont très peu présents dans les formations géologiques qui ont fait l'objet de ce travail. Pour plus de précisions sur les roches ferrugineuses carbonatées, on pourra se référer au travail de Salomon (2009).

$Al(OH)_6$ (Oc). Il existe une grande variété d'argiles du fait de la superposition de ces couches et des substitutions possibles dans les sites octaédriques et tétraédriques. Dans les tétraèdres, le silicium peut être substitué par l'aluminium. Dans les octaèdres, le magnésium et le fer peuvent prendre la place de l'aluminium.

Les argiles les plus simples appartiennent au groupe des kaolinites. Elles sont constituées du feuillet de base, sans substitutions (Te-Oc ou 1:1).

Les argiles de la famille des illites présentent une couche supplémentaire de tétraèdres (Te-Oc-Te ou 2:1). L'aluminium se substitue au silicium dans les couches tétraédriques. Pour compenser le défaut de charges, des cations interstitiels sont placés entre les feuillets. Il s'agit généralement de potassium. Leur espace interfoliaire est stable. Le groupe des smectites contient le même nombre de couches que le groupe des illites (Te-Oc-Te ou 2:1), mais avec des molécules d'eau et des ions divers entre les feuillets (Ca^{2+}, Mg^{2+}, K^{+}, Na^{+}). Leur espace interfoliaire est variable. Les vermicullites sont proches des illites et des smectites (feuillet Te-Oc-Te), présentant également des ions interfoliaires et des molécules d'eau dans un espace interfoliaire de taille variable. Leur couche octaédrique contient du fer et du magnésium (Millot, 1964 ; Moore et Reynolds, 1989).

Les chlorites se caractérisent par une quatrième couche octaédrique $Mg(OH)_6$ (Te-Oc-Te-Oc ou 2:1:1). Le fer peut se substituer à l'aluminium. L'espace entre les feuillets est stable.

Il existe enfin des argiles inter stratifiées, composées d'une alternance de feuillets de deux argiles différentes (smectite/vermiculite, illite/smectite, etc.).

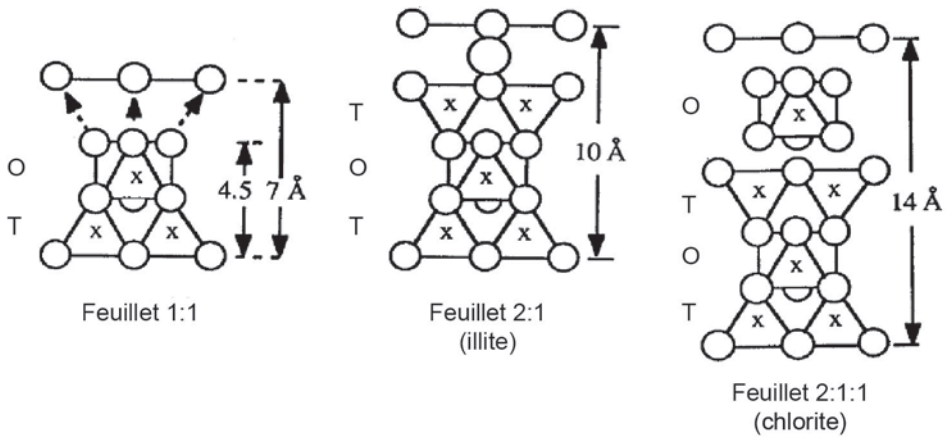


Figure 4 – Structure des principales argiles (d'après Moore et Reynolds, 1989).

Argiles/micas	Illite	Chlorite	Kaolinite	Muscovite
Formule	$K_{0.6-0.85}Al_2(Si,Al)_4O_{10}(OH)_2$	$(Fe,Mg,Al)_6(Si,Al)_4O_{10}(OH)_8$	$Al_2(Si_2O_5)(OH)_4$	$KAl_2(AlSi_3O_{10})(OH)_2$
Système cristallin	Monoclinique	Monoclinique	Triclinique ou monoclinique	Monoclinique
Paramètres de maille				
A	≈ 5.2 Å	≈ 5.3 Å	≈ 5.15 Å	≈ 5.2 Å
B	≈ 9 Å	≈ 9.2 Å	≈ 8.95 Å	≈ 9 Å
C		≈ 14.3 Å	≈ 7.4 Å	1M ≈ 10 Å ; 2M1 ≈ 20 Å
A			≈ 91.8°	
B		≈ 97°	≈ 104.8°	1M ≈ 101° ; 2M1 ≈ 93°
Γ			≈ 90°	
d_{001} (à l'air)	≈ 10 Å	≈ 14 Å	≈ 7 Å	≈ 10 Å
Densité				
Couleur	blanc et couleurs pâles	Vert, blanc, jaune, rouge, brun	Blanc	Incolore, ou gris clair, rouge clair

Tableau 6 – Propriétés des principales argiles évoquées dans ce travail (d'après Deer et al., 1992)

Les argiles se forment principalement par altération d'autres alumino-silicates présents dans les roches. Elles constituent le plus souvent la fraction fine des roches sédimentaires. En parallèle, elles peuvent se former dans certaines roches métamorphiques. Les illites et certaines formes interstratifiées de celles-ci sont caractéristiques des métamorphismes de faible degré (comme la diagénèse par enfouissement). L'illite bien cristallisée et la chlorite caractérisent des degrés de métamorphisme plus élevé (Deer et al., 1992 ; Meunier, 2002).

Les micas font également partie de la famille des phyllosilicates. Ils présentent des structures similaires aux argiles du groupe des illites, mais avec des compositions qui varient légèrement. Les cristaux de micas se caractérisent le plus souvent par une morphologie en plaquettes, et par leurs reflets brillants caractéristiques. La muscovite, mica blanc, est proche de l'illite, mais se distingue de celle-ci par une plus grande concentration en potassium. Dans la biotite, un mica noir, le magnésium et le fer remplacent l'aluminium dans les couches octaédriques. Les micas se forment dans les roches ignées et métamorphiques, et peuvent être présents dans les roches sédimentaires soit sous forme détritique soit par autogenèse.

d. Une matière première

- **Notion de gîte et de source**

Le concept de gîte se réfère au vocabulaire géologique. Il désigne toute concentration minérale susceptible d'être exploitée par l'homme à l'époque considérée. On distingue les gîtes primaires, désignant des affleurements de roches en place, des gîtes secondaires, impliquant un démantèlement et un transport du matériau. Lorsque les blocs ou nodules de roches ferrugineuses sont à proximité de la roche mère, il est alors question de gîte ou dépôt sub-primaire. En cas de transport, sous l'effet du ruissellement, déplacements de terrain ou érosion par un cours d'eau, ils peuvent être déplacés sur de plus ou moins longues distances et former des gîtes secondaires. La présence d'un cortex d'altération permet généralement de distinguer les matériaux issus des contextes secondaires de ceux issus de contextes primaires à sub-primaires (Roberts, 2003 ; Le Bourdonnec, 2007 ; Porraz, 2008).

Du point de vue archéologique, une source désigne un emplacement géographique précis où la matière première a été collectée par l'homme. Retrouver les sources exploitées par l'homme à un moment donné relève davantage du champ de l'interprétation que d'une réalité accessible. En effet, le paysage se transforme en permanence sous l'action d'agents aussi bien naturels qu'anthropiques. Des gîtes accessibles à un moment donné peuvent devenir inaccessibles à un autre, en cas de changement du niveau de la mer, de variation du lit d'une rivière, de sédimentation, de couvert végétal, d'érosion, etc. L'exploitation par l'homme peut également conduire à l'épuisement d'un gîte. Enfin, l'extension géographique de certains gîtes s'oppose à la définition stricte de source. Pour toutes ces raisons, ce concept seul ne suffit pas à rendre compte de la façon dont les hommes du passé ont exploité leur environnement pour satisfaire leurs besoins en matière première. Il faut recourir à des concepts moins précis en termes de géographie mais plus spécifiques en termes d'économie des matières premières, comme le concept de stratégies d'approvisionnement.

- **Stratégies d'approvisionnement**

Les stratégies d'approvisionnement définissent les moyens et déplacements mis en œuvre dans l'acquisition des matières premières. L'organisation de ces déplacements peut varier en fonction de différents facteurs, comme la nature des besoins, l'accessibilité des gîtes, le territoire d'influence et les axes de circulation, mais aussi selon les capacités de stockage, ou encore selon l'organisation sociale des groupes (voir par exemple Binford, 1980 ; Inizan et al., 1995). Selon les stratégies privilégiées, il est possible de différencier des modes de subsistance,

comme par exemple chasseurs-cueilleurs ou pasteurs-nomades. Toutefois, seuls les lieux occupés et exploités peuvent être appréhendés par les vestiges archéologiques, soit les sites d'habitats, soit les sources d'approvisionnement. Les stratégies d'approvisionnement ne peuvent être reconstituées dans leur globalité, mais peuvent être appréhendées via des modèles.

Le modèle utilisé pour discuter des stratégies d'approvisionnement en ocre est généralement celui proposé pour les matériaux lithiques (voir Geneste, 1988). Dans ce modèle, ce sont les distances entre le site d'étude et les sources de matières premières qui sont prises en compte, ainsi que les états et formes sous lesquels les objets circulent. On distingue généralement une sphère d'influence locale puis une sphère semi-locale et enfin, au-delà d'un certain rayon, les matériaux introduits sur le site sont considérés comme non locaux ou allochtones. Leur présence peut être le signe de déplacements nécessitant une logistique plus complexe, de déplacements spécifiques, d'un transport de matériaux d'un site vers un autre, voire d'échanges. Il faut également prendre en compte dans ce modèle la localisation des sources dans le paysage : les vallées définissent par exemple des axes de circulation privilégiés, tandis que les montagnes forment des barrières naturelles (voir Geneste, 1988).

L'intérêt d'évaluer l'investissement nécessaire à l'acquisition d'une matière première réside en premier lieu d'évaluer la mobilité des groupes et d'avoir une idée de l'étendue de leur territoire. En parallèle, montrer que l'acquisition d'un matériau a nécessité un fort investissement de la part d'un groupe humain peut également contribuer à discuter de la « valeur » de ce matériau (Moncel et al., 2009). La sélection d'une matière première relève en effet autant des contraintes environnementales que des contraintes culturelles. Plus la contrainte environnementale diminue, plus les traits culturels peuvent s'exprimer. On pourra parler de matière première « prisée » lorsqu'un matériau, bien que plus rare, ou plus difficile à acquérir, a été systématiquement privilégié par rapport à d'autres pour remplir une même fonction.

- **Exemples archéologiques**

Du point de vue archéologique, il n'y a pas de tendances qui se dessinent pour l'instant en ce qui concerne les stratégies d'approvisionnement en ocre. D'un côté, plusieurs cas d'approvisionnements locaux ont été rapportés, de l'autre, il y a quelques exemples où un approvisionnement sur plusieurs dizaines de kilomètres est suspecté (Watts, 2002). A Twin Rivers par exemple, dans les niveaux supérieurs à 200 000 ans (Barham, 2002), ou à Arcy-sur-Cure dans les niveaux châtelperroniens (Salomon, 2009), les matières premières exploitées sont

toutes disponibles à moins de 20 km du site. Le cas d'Es-Skull est plus complexe. Quelques fragments d'ocre trouvés dans des couches moustériennes estimées à environ 100 000 ans pourraient provenir de formations géologiques n'affleurant pas à plus de 100 km (d'Errico et al., 2010).

- **Point de vue de l'ethnographie**

Alors que les quelques exemples archéologiques bien documentés mettent en évidence un approvisionnement local, l'ethnographie donne accès à des exemples d'approvisionnements impliquant de plus longues distances, voire des échanges. Dans certains cas, une sélection spécifique de matières premières est opérée, celles-ci faisant l'objet de considérations distinctes selon leur apparence. Ces exemples sont particuliers à des contextes où certains matériaux rouges sont très prisés, et font l'objet de croyances spécifiques[10], comme cela a été décrit chez certains groupes San d'Afrique australe ou certains aborigènes d'Australie.

Parmi les San de la région du Cap, deux types d'ocre sont distingués : l'un correspond à des roches argilo-ferrugineuses communes (*tto*), et l'autre, plus difficile à identifier, est décrit comme une matière noire, aux reflets brillants (//*hara*, peut-être de la spécularite) (Bleek and Lloyd, 1968 : 375). Le deuxième est associé à une notion d'esthétique marquée. Toutefois, il existe peu d'informations sur la façon dont les différents groupes se procuraient ces deux matériaux (voir Watts, 2010). Cette distinction de deux matériaux ferrugineux apparait aussi chez les Baphuthi et les San du Lesotho. Cette fois, le matériau brillant est décrit comme rouge (*Qhang Qhang*). D'après un témoignage indirect, seul ce dernier faisait l'objet de croyances spécifiques et avait une certaine valeur (How, 1962 : 34). Quelques lieux d'extraction sont précisés par l'auteur, dont certains à plusieurs dizaines de kilomètres du lieu d'habitat. Toutefois, il est difficile de définir dans quelle mesure et par qui ces lieux étaient visités au moment où ces faits sont relatés.

En Australie, les témoignages et sources ethnographiques ont permis d'identifier plusieurs mines exploitées par les aborigènes, comme Pukardu Hill près Parachilna au Sud de l'Australie, Wilga Mia au Nord, ou une mine au centre près de Campbell Ranges (Paterson et Lambert, 1984). Dans les trois cas, l'ocre extraite était échangée par les groupes locaux avec d'autres

[10] On pourrait dire dans un sens qu'ils possèdent une valeur symbolique, quoique cette notion nécessiterait plus ample discussion, car il est toujours difficile de savoir sur quel aspect porte la fonction symbolique : lieu où le matériau est extrait, acte de transformation, contexte d'utilisation, couleur et aspect, matériau lui-même, ou tout cela en même temps.

groupes. En ce qui concerne les mines de Cambell Ranges par exemple, un témoignage rapporte que les Warlpiri qui exploitaient la mine, l'échangeaient avec des groupes voisins (Patterson et Lambert, 1984).

L'échange de matières colorantes minérales rouges (ocre ?) entre différents groupes est également mentionné chez les indiens Pima d'Arizona (Russell, 1908 : 92).

II.1.2. Transformation et traitement de l'ocre

Dans les chaînes opératoires de transformation de l'ocre, la matière première collectée est susceptible de subir deux types de transformations : mécanique et chimique. Par transformations mécaniques, on entend toute modification de l'aspect physique de la matière par action mécanique. Si dans la grande majorité des cas le but de l'action mécanique est la réduction en poudre, il arrive qu'une action similaire soit apparentée à une phase d'utilisation de l'ocre, lorsque par exemple un bloc est frotté contre un matériau pour produire une trace colorée. Les transformations chimiques interviennent au cours d'un possible traitement thermique, qui concerne un cas particulier de la chaîne opératoire, où pour produire l'ocre rouge, on utilise de l'ocre jaune.

Les actions mises en œuvre pour la transformation de l'ocre, comme le chauffage, le raclage ou le concassage, ont été décrites par plusieurs auteurs (voir Couraud, 1983 ; 1988 ; Watts, 2002 ; 2010 ; Henshilwood et al., 2009 ; Salomon, 2009 ; Hodgskiss, 2010 ; Rifkin, 2011). Le bloc d'ocre est vu comme une réserve de matière première qui peut être extraite selon différents procédés. Toutefois, ces procédés peuvent se substituer l'un à l'autre pour remplir un même objectif, ou au contraire répondre à deux objectifs distincts. Pour décrire les chaînes opératoires, il faut donc définir des étapes plus générales, ayant chacune un objectif propre. Nous définirons six étapes de transformation pouvant ou non intervenir dans les chaînes opératoires de l'ocre, entre la collecte et l'utilisation au sein d'une autre chaîne opératoire : **le traitement thermique, la fragmentation, la réduction en poudre, la mise en forme, la réalisation de mélanges et l'application de la matière transformée**.

L'ordre chronologique dans lequel ces étapes interviennent compte également. Ainsi, un mélange n'est possible que s'il y a eu au préalable une réduction en poudre. L'application quant à elle peut être soit indirecte, et découler alors de la production de poudre, soit directe, lorsqu'un bloc est frotté contre un support. On retrouve ici la nécessité de distinguer au moins

deux phases dans la chaîne opératoire : une phase de **transformation initiale** des blocs (fragmentation, traitement thermique, réduction en poudre, façonnage), suivie d'une deuxième phase de transformation du « produit transformé » (poudre ou bloc), que nous avons nommé **transformation finale** (mélanges, application directe ou indirecte).

En parallèle, quelques cas de gravures et encoches ne rentrant pas dans un schéma d'exploitation d'une matière première ont été rapportées sur des blocs. Ils seront abordés dans une dernière partie.

a. Transformations chimiques : le traitement thermique

L'intérêt d'opérer un traitement thermique sur l'ocre réside dans le changement de couleur qu'il permet. En effet, l'ocre jaune, lorsqu'elle est chauffée à plus de 200°C, devient orange puis rouge. Ceci s'explique par la transformation de la goethite en hématite, généralement complète à partir de 300°C.

Du point de vue de la chaîne opératoire, cette opération peut s'effectuer soit avant réduction en poudre ou utilisation, c'est-à-dire sur bloc entier ; soit sur la poudre, dans un second temps. Une chauffe en foyer ouvert aussi bien qu'une chauffe en fosse comme celles qui ont pu être réalisées pour le traitement thermique de silex est également envisageable (Salomon, 2009).

De manière générale, peu d'informations ont pu être obtenues sur la mise en œuvre du procédé de traitement thermique en préhistoire. Ceci peut s'expliquer par l'absence de structures, mais également par la possibilité d'une chauffe accidentelle. Une expérience a en effet mis en évidence qu'une ocre jaune enfouie à 10 cm dans le sol sous un foyer peut devenir rouge (Wadley, 2009), par simple diffusion de la chaleur.

La nécessité de recourir à des notions de physico-chimie des matériaux pour pouvoir diagnostiquer le chauffage de goethite a également pu limiter le nombre de sites qui ont fait l'objet d'études approfondies (seulement une dizaine à ce jour). La question doit cependant continuer à être posée, si l'on veut définir si ce manque d'informations est dû au fait que les hommes du paléolithique en usaient peu, ou si cette pratique est spécifique à certaines sociétés ou contextes.

- **Transformations thermiques et indices de chauffe**

Etant donné le lien qui a été établi entre le traitement thermique et la transformation goethite-hématite, la détermination d'une chauffe s'est en partie focalisée sur cette transformation. Son mécanisme a été déterminé par ailleurs, mais les recherches conduites dans le cadre d'applications archéologiques ont également contribué à apporter quelques éléments significatifs. Cependant, d'autres transformations sont susceptibles de se produire au cours du chauffage. En fonction des conditions de chauffe, en particulier de l'atmosphère, d'autres oxydes de fer peuvent se former. Certaines argiles présentes peuvent se décomposer aux températures atteintes dans un foyer. Enfin, la hausse de température influe sur les défauts cristallins des minéraux, entre autres le quartz, ce qui a pour effet de modifier ses propriétés de luminescence. Chacune de ces modifications de la matière peut être utile pour diagnostiquer une chauffe, voires les conditions de cette chauffe (couple température-temps, atmosphère).

Transformation de la goethite en hématite

Lorsque la goethite est chauffée entre 260 et 300°C, elle se transforme en hématite par déshydroxylation. L'équation de cette réaction s'écrit couramment :

$$2\ \alpha FeOOH \xrightarrow{\Delta} \alpha Fe_2O_3 + H_2O$$

Contrairement à ce qui a pu être écrit parfois, cette réaction n'implique en aucun cas une oxydation. La réaction commence en général vers 200°C, et est totale à 300°C (températures indicatives). Jusqu'à 700°C environ, les cristaux d'hématite formés gardent la forme des cristaux de goethite, puis entre 700°C et 1000°C, ils deviennent isotropes, jusqu'à recristalliser en cristaux de plus grande taille (Pomiès, 1997 ; Gialanela et al., 2010).

Cette réaction est topotactique, c'est-à-dire qu'elle n'implique pas de modifications conséquentes de la structure. Plusieurs hypothèses ont été émises pour décrire le mécanisme de cette transformation, certains proposant le passage par un intermédiaire, d'autres au contraire décrivant une réaction directe. Nous ne retiendrons ici que la seconde hypothèse, la plus récurrente dans la bibliographie, et la plus en accord avec les publications récentes (Watari, et al., 1979 ; 1982 ; Pomiès et al., 1998 ; 1999 ; Walter et al., 2001 ; Löffler et Mader, 2006 ; Fan, 2006).

Le mécanisme proposé implique principalement un réarrangement des atomes de fer, sans changement notable de la répartition des atomes d'oxygène. Etant donné que les atomes

de fer occupent la moitié des sites octaédriques dans la goethite, contre deux tiers dans l'hématite, les atomes de fer migrent au cours du processus. La migration peut se faire dans des directions opposées, ce qui conduit à un « désordre » au niveau de la position des atomes de fer dans la structure, et à la superposition de deux couches différentes oxygène/fer, dites structures jumelles (Watari, et al., 1979 ; 1982 ; Gualtieri et Venturelli, 1999 ; Löffler et Mader, 2006).

En parallèle, un réseau de pores se développe à l'intérieur des cristaux, par lequel l'eau formée au cours de la réaction s'échappe en phase vapeur. La forme des pores dépend de la température : d'allongés et fins, ils deviennent de plus en plus sphériques et larges, puis migrent vers la surface, jusqu'à disparaître au moment de la recristallisation vers 700-800°C (Pomiès, 1997 ; Walter et al., 2001).

Les anomalies structurales de l'hématite obtenue par chauffage de goethite et la présence de pores dans les cristaux sont les principaux indices diagnostiques de cette transformation. Des hématites « naturelles » présentant une structure apparemment similaire ont cependant été observées. La présence de pores dans les cristaux a donc été considérée comme un indice plus fiable (Pomiès, 1997 ; Salomon, 2009). Toutefois, toutes les expériences en laboratoire montrent que ces deux phénomènes sont liés. La question de l'origine d'anomalies structurales dans des hématites collectées sur des gîtes naturels se posent : des incendies ou autres phénomènes naturels n'auraient-ils pas pu affecter des formations de goethite, les transformant en hématite, d'où la présence d'anomalies structurales dans des hématites « naturelles » ? Dans ce cas, on doit s'attendre à ce que les cristaux d'hématite présentent également des pores. Le contexte géologique est donc un élément important à connaître pour traiter de la question du chauffage.

Oxydes de fer : autres transformations thermiques, réduction et oxydation

Un autre oxyde peut se former lorsqu'on chauffe de la goethite, utile pour diagnostiquer une transformation thermique. La maghémite, γFe_2O_3, se forme en effet lors d'un chauffage en présence de matière organique (Pomiès, 1997 ; Cornell et Schwertmann, 2005). Mais la maghémite peut se former d'autres manières. Le chauffage de lépidocrocite donne lieu à de la maghémite (transformation similaire à celle de la goethite en hématite). Dans certaines conditions réductrices, le chauffage de l'hématite entraîne sa transformation en magnétite. Une réoxydation de cette dernière conduit à la formation de maghémite. Cette oxydation se produit par chauffage, mais semble aussi avoir lieu à température ambiante, à l'échelle de quelques années (Cornell et Schwertmann, 2003). Ces réactions sont cependant peu documentées. On connait beaucoup mieux la chaîne de transformation en conditions oxydantes, où la magnétite

se transforme en maghémite, celle-ci se transformant ensuite en hématite, entre 370°C et 600°C.

Cette diversité des transformations possibles pour l'hématite et la maghémite, en fonction des composés initiaux, et des conditions de chauffe, n'a pas toujours été considérée pour établir un diagnostic sur le chauffage d'ocre jaune.

Précurseur	Produit	Type de réaction	Conditions privilégiées
Goethite	Hématite	Déshydroxylation	
	Maghémite	Déshydroxylation	Air + matière organique
Lépidocrocite	**Maghémite**, hématite	Déshydroxylation	
Ferrihydrite	Hématite	Déshydroxylation	
Hématite	Magnétite (**maghémite**)	Réduction	Gaz réducteurs
Magnétite	**Maghémite**, hématite	Oxydation	Air
Maghémite	Hématite	Conversion thermique	Air

Tableau 7 – Transformations thermiques des oxydes de fer (d'après Cornell et Schwertmann, 2003).

Transformations des argiles

Les températures de transformation et de décomposition des argiles peuvent être utiles pour définir des températures de chauffe.

La déshydroxylation de la kaolinite intervient vers 550-600°C. Le produit formé est parfois appelé métakaolinite. Sa décomposition totale produit soit de la mullite soit l'oxyde γ d'aluminium et la cristaballite α. Cette transformation a lieu entre 900 et 1000°C. L'illite pour sa part est stable sur un domaine de température plus grand. Sa structure s'altère complètement à partir de 850-950°C, et elle se transforme en spinelle entre 900 et 1000°C (Deer et al., 1992 : 366).

Influence de la chauffe sur les propriétés de luminescence des cristaux

Le chauffage à partir d'une certaine température équivalente (couple de température et temps de chauffe) a une influence sur la luminescence de certains cristaux, comme le quartz ou les feldspaths par exemple. La présence de défauts de charges électriques dans les cristaux constitue des pièges possibles pour les électrons. Sous l'influence de la radioactivité ambiante (rayons gamma, particules alpha et bêta), un nombre croissant d'électrons est piégé au cours du

temps dans ces centres pièges. A l'inverse, le chauffage des cristaux à des températures équivalentes supérieures à 250-300°C a pour effet de vider les pièges de leurs électrons.

Lorsque les pièges se vident, la recombinaison des électrons avec d'autres centres pièges (pièges à trous, liés à d'autres défauts du quartz) entraînent une émission de photons : c'est la luminescence.

Les propriétés de luminescence des cristaux de quartz étant parmi les mieux décrites, ce dernier est souvent choisi pour définir les caractéristiques thermiques d'un échantillon de roche (Valladas, 1981 ; Godfrey-Smith et Ilani, 2004 ; Lahaye et al., 2006). Des cristaux de quartz d'origine géologique présentent des pièges à électrons saturés, du fait de leur longue exposition à la radioactivité naturelle. Lorsqu'ils sont chauffés, les pièges se vident, permettant un nouveau remplissage. Les propriétés de luminescence de quartz géologiques non chauffés et de quartz chauffé dans le passé sont donc différentes en théorie. Il est possible ainsi d'établir si le quartz a été chauffé.

Conclusion : des indices mais des difficultés d'interprétation

La détermination d'un chauffage peut donc se faire de plusieurs manières. L'étude des propriétés de luminescence des quartz par exemple permet une réponse directe dans les conditions adéquates. La composition minéralogique (oxydes, argiles) donne également de bonnes indications. Pour définir s'il s'agit d'une chauffe de goethite, la présence de pores dans les cristaux apparait comme l'indice le plus caractéristique. Il est nécessaire ensuite de s'assurer qu'il s'agit d'une chauffe archéologique et non d'une chauffe naturelle. La connaissance du contexte géologique est alors nécessaire.

Toutefois, nous avons vu que la présence de foyers sur un site peut conduire à un chauffage accidentel des pièces dans les sédiments archéologiques. Or, les transformations que nous avons décrites ne permettent pas de discuter de cette question de l'intentionnalité de la chauffe, elles peuvent au mieux nous indiquer des conditions de chauffe. Seul le contexte archéologique immédiat peut permettre de discuter de cette question.

- **Indices archéologiques : chauffe accidentelle ou intentionnelle ?**

Les auteurs qui se sont penchés sur la question de l'intentionnalité de la chauffe ont avancé divers arguments : la redondance d'échantillons d'hématite provenant de goethite chauffée ; le contrôle de la chauffe ; le fait que le chauffage permettait l'acquisition d'un matériau aux propriétés particulières difficilement accessible dans les environs du site ; etc. (Pomiès, 1997 ; San Juan, 2005 ; Salomon, 2009 ; d'Errico et al., 2010). Gialanela et al. (2011)

proposent par exemple que le chauffage de la goethite, accessible localement, permettait aux Epigravettiens de l'Abri Dalmeri (France) de produire de l'hématite, plus difficile à acquérir. Les travaux de Salomon (2009) montrent au contraire qu'à Arcy-sur-Cure trop peu de pièces d'ocre rouges ou orangées proviennent de goethite chauffée. Une chauffe accidentelle est possible pour certaines d'entre elles, mais pas un traitement thermique, comme l'avait supposé Leroi-Gourhan, du fait de la teinte de ces pièces et de leur relation avec un foyer.

Le faible nombre d'échantillons analysés est cependant un problème dans le premier cas, ainsi que dans la majorité des exemples où la question du chauffage est évoquée. Le contexte archéologique est donc souvent utilisé en parallèle pour discuter de l'une ou l'autre des hypothèses (Pomiès, 1997 ; Salomon, 2009 ; d'Errico et al., 2010 ; Gialanela et al., 2011).

Un seul exemple nous a paru proposer une argumentation suffisamment étayée pour une conclusion fiable en faveur d'une chauffe intentionnelle. Il s'agit d'une étude sur le site Solutréen des Maîtreaux (France) (Salomon, 2009). Plusieurs catégories de roches à base d'hématite ont été apportées sur le site, mais une seule s'avère avoir été chauffée après collecte (une hématite pure obtenue par chauffage de goethite). De plus, les blocs ont été chauffés au cœur, et il n'y a pas formation de maghémite, ce qui montre un certain contrôle du chauffage. L'étude du matériel seule donne donc de bonnes indications en faveur d'une chauffe intentionnelle. Plusieurs éléments du contexte archéologique confortent cette hypothèse : les échantillons chauffés proviennent de diverses zones du site pour lesquelles il n'y pas nécessairement de foyers associés ; des silex présentent eux aussi des stigmates de chauffe ; les solutréens maîtrisaient le procédé de chauffe en fosse. L'ensemble de ces arguments donne une probabilité très forte que la goethite pure ait subi un traitement thermique sur ce site.

- **Point de vue de l'ethnographie**

Un cas intéressant de préparation de matière colorante comprenant une étape de chauffage est rapporté au Lesotho. Il s'agit d'un témoignage indirect recueilli en 1930. Un homme de la tribu des Baphuthi, ayant dans sa jeunesse peint avec un groupe San, explique comment ce qui pourrait être une forme d'hématite spéculaire (minéral rouge dont il est dit qu'il brille et scintille à la lumière) était préparé chez ces derniers. D'après lui, le pigment était chauffé dans un feu avant d'être broyé. Cette opération n'est pas anodine, mais au contraire chargée de sens. Un rituel est sensé accompagner le procédé (doit se faire une nuit de pleine lune par exemple), et il fait l'objet d'après l'auteur qui rapporte le témoignage d'une superstition très forte (How, 1962 : 35).

Fait intéressant, la narratrice de cette anecdote a fait analyser un échantillon de la matière colorante en question. La conclusion des experts est qu'il s'agit d'hématite, mélangée à de la goethite. Il serait tentant de voir là, comme le fait l'auteur, le signe que le chauffage aurait eu pour but la transformation de la goethite. Malheureusement, le manque de précisions sur les analyses effectuées ne permet pas une telle conclusion[11].

L'information essentielle de ce témoignage réside dans le fait que le chauffage, qu'il présente ou non un intérêt technique comme le changement de teinte, peut être réalisé dans un contexte symbolique. Bien qu'on ne puisse l'employer pour appuyer une interprétation archéologique plutôt qu'une autre, cet exemple doit être conservé en mémoire pour éviter de tomber dans une vision trop réductrice des modes de production.

b. Transformations mécaniques initiales

Un bloc brut ou préalablement transformé par chauffage peut subir différentes transformations ou actions mécaniques, toutes conduisant à une réduction du volume, soit par enlèvement (percussion lancée) soit par usure de la surface (percussion posée). Six actions de bases sont à distinguer : **taille, concassage**, **broyage**, **abrasion** (parfois aussi appelé frottage), **raclage**, **rainurage,** et éventuellement façonnage (voir Couraud, 1983 ; 1988 ; Henshilwood et al., 2009 ; Salomon, 2009 ; Hodgskiss, 2010 ; Inizan et al. 1995) Chacune est basée sur la mise en œuvre d'outils et de gestes spécifiques (Tableau 8).

Le choix de l'une ou l'autre de ces actions dépend en premier lieu du but de la transformation. Par la suite, la préférence pour une action plutôt qu'une autre pour répondre à un même objectif peut être le reflet d'une adaptation à la matière première travaillée comme être guidée par les propriétés recherchées dans le produit fini, comme relever d'une tradition culturelle.

Nous allons voir à présent comment ces actions peuvent être utilisées alternativement pour fragmenter, mettre en forme, et réduire en poudre la matière première. Quelques exemples archéologiques et ethnographiques illustrent les pratiques décrites, permettant de remettre en contexte l'utilisation de l'un ou de l'autre des procédés, certains étant plus répandus que d'autres.

[11] Les quelques résultats décrits sont en désaccord avec la présence de goethite : pic endothermique à 430°C en analyse thermique différentielle, au lieu de 250-270°C pour la goethite (Prasad et al., 2006 ; Fan et al., 2006).

Procédés	Outils	Gestes	Technique (déf. Leroi-Gourhan)
Taille	Percuteur dur, tendre, enclume	Mouvement oblique	Percussion lancée (pression ?)
Concassage, pilonnage	Percuteur dur, enclume, pilon	Mouvement perpendiculaire	Percussion lancée
Broyage	Mortier et pilon, meule et broyon	Mouvement unidirectionnel ou circulaire	Percussion posée diffuse
Abrasion	Tablette d'abrasion	Mouvement unidirectionnel ou circulaire	Percussion posée diffuse
Raclage	Outil tranchant	Mouvement longitudinal (sens du tranchant) ou transversal	Percussion posée oblique
Rainurage	Outil tranchant	Mouvement longitudinal	Percussion posée oblique

Tableau 8 – Caractéristiques des différentes actions impliquées dans la transformation mécanique des blocs d'ocre.

- **Fragmentation**

Les blocs, s'ils sont volumineux (nodules ou fragments de roches extraits au préalables[12]) sont susceptibles d'être fragmentés, soit par débitage, soit par concassage. Dans le cas de la taille, le bloc n'est pas fragmenté au hasard, mais des enlèvements spécifiques pourront être effectués, dans le but d'obtenir des éclats avec une forme et/ou un volume prédéfini. Un concassage au contraire s'assimile à une fragmentation grossière, le plus souvent par percussion sur enclume. L'expérimentation montre que l'utilisation d'un pilon (pilonnage) permet d'affiner le concassage (Salomon, 2009).

Stigmates sur les blocs

La **taille** d'un bloc s'observe par la présence d'enlèvements ou de négatifs d'enlèvements sur les éclats. Les stigmates caractéristiques sont beaucoup moins visibles sur les roches ferrugineuses les plus couramment exploitées comme ocre jaune ou rouge que sur les roches siliceuses cryptocristallines. Il est possible dans certains cas d'observer des bulbes de percussions et des lancettes dans le cas d'une percussion directe (Henshilwood et al., 2009 ; Salomon, 2009 ; Watts, 2010). Sur enclume les fractures sont très nettes, coupant les blocs en « quartiers » (Guyodo et Marchand, 2005). Le **concassage** ne laisse pas nécessairement de traces diagnostics mais plutôt des fractures irrégulières.

[12] Les techniques d'extraction de la matière première seraient un autre point à développer en relation avec l'acquisition des matières premières, cependant il s'agit d'un aspect des chaînes opératoires parmi les plus difficiles à traiter à partir du matériel archéologique hors contexte de mines ou de carrières. L'ocre ne fait pas exception et nous n'avons trouvé à ce sujet aucun exemple archéologique qui permette de renseigner cet aspect de la transformation de la matière première avant apport sur le site.

Pour définir si la fracture ou l'enlèvement a été réalisé en début ou en fin de chaîne opératoire, il faut regarder s'il recoupe d'autres stigmates sur les blocs (des stries par exemples), ou l'inverse.

Autres indices

Les outils utilisés au cours de la production peuvent eux aussi témoigner d'un traitement de l'ocre. L'activité de percussion ou concassage de l'ocre pourra laisser des traces comme des résidus d'ocre associés à des impacts de percussion sur des galets utilisés comme percuteurs, ou sur des tablettes utilisées comme enclumes.

- **Réduction en poudre**

L'étape de réduction en poudre peut être réalisée par broyage, abrasion, raclage ou plus rarement rainurage. Alors que le broyage est réalisé avec deux outils, l'un passif, l'autre actif, entre lesquels la matière première est transformée, l'abrasion ne nécessite qu'un outil passif sur lequel le bloc est transformé directement (Figure 5). Dans le premier cas, on parle de meule et de broyon, dans le deuxième cas de tablette d'abrasion (Hamon, 2008). Le broyage se distingue également par le fait qu'il passe nécessairement par une étape de concassage préalable. Le raclage et le rainurage nécessitent un outil tranchant. Dans le cas du raclage, l'outil use toute la surface (tenu transversalement ou longitudinalement), tandis que le rainurage consiste à appliquer le tranchant sur une surface limitée, conduisant à la formation d'incisions plus ou moins profondes. Réaliser des « rainures » sur un objet peut n'être qu'un moyen de le tester en extrayant seulement un peu de poudre.

D'après une étude expérimentale, la poudre obtenue par broyage apparait moins fine que celle obtenue par abrasion, ce qui peut en faire un critère de sélection potentiel (Salomon, 2009). Il a été constaté en contexte archéologique d'un autre côté que le raclage est plus souvent utilisé sur matériaux tendres et l'abrasion sur matériaux durs (Henshilwood et al., 2009 ; Watts, 2010 ; Rikfin, 2011).

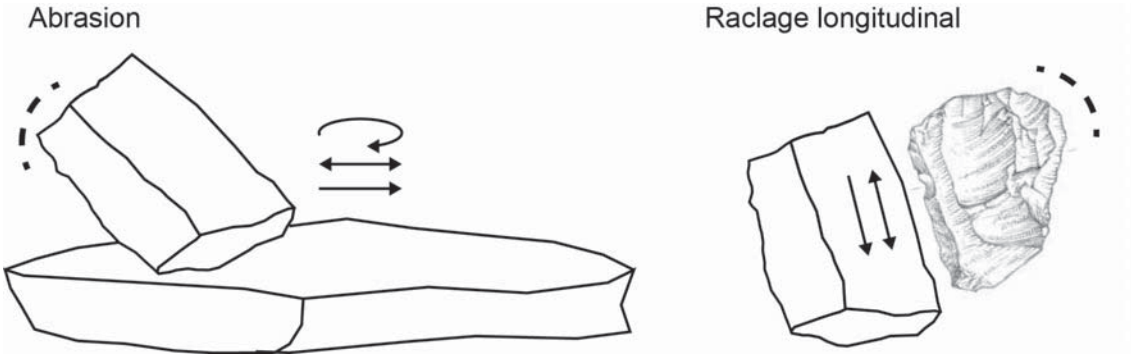


Figure 5 – Schémas décrivant les mouvements possibles pour l'abrasion et le raclage d'un bloc d'ocre (ou tout autre matière minérale susceptible d'être réduite en poudre). Alors que le bloc est actif dans le premier cas, il est passif dans le second (outil : dessin M. Grenet).

Traces d'usure sur les blocs

L'**abrasion** produit des groupes de stries parallèles à subparallèles sur les surfaces travaillées. La consommation progressive du bloc conduit à la formation de facettes majoritairement planes ou convexes. Du fait que la surface active est représentée par une facette entière, les stries atteignent généralement les bords de cette facette. La largeur des stries varie selon la granulométrie de la tablette utilisée (ou de la matière première abrasée), et il n'est pas rare de voir apparaitre des stries plus larges lorsqu'un grain se détache de l'outil (ou du bloc). Un lustre métallique peut se développer sur certaines pièces, mais sa formation reste encore difficile à corréler à un paramètre précis. Le nombre de facettes par bloc travaillé est très variable (Salomon, 2009 ; Hodgskiss, 2010 ; Rifkin, 2011).

Le **raclage transversal** se caractérise par des stries ou incisions (selon la largeur) subparallèles à convergentes ou divergentes. Les surfaces raclées sont plus irrégulières que les surfaces abrasées. Le plus souvent, la face raclée est plane à concave (Rifkin, 2011).

Le **raclage longitudinal** et le **rainurage** n'ont pas fait l'objet d'expérimentations détaillées, étant plus rarement observés. Pour le premier, on peut suspecter une certaine irrégularité de surface, comme pour le raclage transversal, comme la juxtaposition de zones striées irrégulières. Le second peut s'observer par la superposition de plusieurs incisions selon un même axe. Les traces attendues sont des incisions profondes dont les terminaisons sont frangées sur les bords (Henshilwood et al., 2009).

En parallèle des traces d'usure, des traces de préhension se développent nécessairement là où le bloc d'ocre est tenu, en particulier lors de l'abrasion qui nécessite d'appliquer une pression sur le bloc. Elles conduisent à un émoussé ou un poli de la surface (Rifkin, 2011).

Autres indices

L'étude des différents outils utilisés pour transformer l'ocre apporte des informations complémentaires. En l'absence de traces d'usure évidentes sur les blocs, les outils ocrés deviennent même les seuls capables de nous renseigner sur les transformations qui ont eu lieu. Blocs de pierre divers, tablettes ou galets ayant pu servir comme meules, tablettes d'abrasion, ou broyons sont susceptibles de témoigner que l'ocre a été réduite en poudre s'ils ont conservés une couche ou des résidus d'ocre (voir par exemple de Beaune, 2002 ; Salomon, 2009). Une étude tracéologique sur les outils en question permet généralement de trancher en faveur d'une utilisation pour le travail de l'ocre, comme par exemple en cas d'émoussé prononcé de la surface de l'outil (voir les travaux de Semenov, 1964, p 134-139 ; Beyries et Watts, 1996 ; Hamon, 2008). En effet, plusieurs phénomènes naturels ou actions anthropiques peuvent conduire à la formation d'un dépôt d'ocre sur un objet, comme des processus taphonomiques (imprégnation de sédiments riches en fer, recristallisation d'oxydes de fer en surface, etc.), la manipulation de l'objet (mains peintes ou ocrées), diverses transformations, ainsi que diverses utilisations y compris comme peinture.

En parallèle, l'activité de production de poudre, en particulier l'activité de broyage, peut laisser des traces distinctes aux sols : épandages d'ocre et multiples petits fragments. Ces indices ne sont toutefois pas toujours faciles à identifier à la fouille, à moins qu'ils forment un épandage ou une lentille colorée pouvant être distingués du reste du sédiment (Salomon, 2009).

Point de vue de l'archéologie

Les traces d'usure les plus souvent identifiées en contexte archéologique sont les traces d'abrasion, puis les traces de raclage (Couraud, 1988 ; Barham, 2002 ; Hovers, 2003 ; San Ruan, 2005 ; Salomon, 2009 ; Watts, 2009, 2010 ; Hodgskiss, 2010 ; Rosso, 2010). Dans tous les cas où ces traces ont été identifiées, l'hypothèse qu'elles résultent d'une réduction en poudre de l'ocre est l'hypothèse dominante. Des traces de rainurage sont parfois identifiées mais leur interprétation est plus difficile (Watts, 2010).

Point de vue de l'ethnographie

En dehors des contextes Paléolithiques, le procédé de broyage est le plus répandu pour réduire l'ocre en poudre. Chez les Khoisan en Afrique du Sud par exemple, aussi bien parmi les peuples chasseurs-cueilleurs San que chez les pasteurs nomades Khoe-Khoe, le broyage avec meule et broyon est systématiquement mentionné pour la préparation de l'ocre (Rudner, 1982).

Bien qu'on puisse supposer lorsqu'on a des blocs d'ocre sur un site que la réduction en poudre à eu lieu après transport, elle peut aussi avoir lieu (entièrement ou pour partie) sur le site d'exploitation. En Australie par exemple, les Warlpiri, tribu du centre du pays, broyaient l'ocre près de la mine qu'ils exploitaient, puis rapportaient la poudre obtenue à leur campement (Paterson et Lampert, 1985).

Dans ce contexte, l'abrasion et le raclage n'ont peut-être pas l'importance qu'on leur a donnée. Bien que ce soient les indices les plus fiables dont nous disposons pour montrer l'exploitation de l'ocre par l'homme pour Le Middle Stone Age ou le Paléolithique Moyen, leur absence n'est pas nécessairement significative de l'absence d'exploitation de l'ocre. L'identification de mines exploitées à la période considérée (le Middle Stone Age dans notre cas), contribue à favoriser une vision plus globale de l'utilisation de l'ocre, au même titre que le contexte archéologique.

- **Mise en forme**

L'hypothèse que des blocs d'ocre ou de matières colorantes en général aient pu subir une mise en forme est venue des morphologies particulières qu'exhibent certains blocs abrasés, en particulier la morphologie en pointe ou en « crayon ». Cette terminologie provient de l'hypothèse que leur forme particulière est due à une utilisation pour tracer des dessins sur un support dur (Couraud, 1983 ; 1988 ; Watts, 2002). Plusieurs études expérimentales ont toutefois montré que l'abrasion répétée d'un bloc impliquant des changements d'orientation conduit régulièrement à la formation de facettes convergentes, pouvant donner au bloc une morphologie en pointe, en forme de prisme triangulaire ou de pyramide (Wadley, 2005 ; Rifkin, 2011). La question d'une mise en forme intentionnelle doit cependant continuer à être posée, car une telle forme est particulièrement efficace pour réaliser des tracés directement sur un support (voir Rifkin, 2011). En parallèle, la mise en forme peut également être un moyen de faciliter la préhension au début de l'abrasion et permettre d'appliquer une plus grande force. Enfin, on ne peut exclure que la forme en elle-même soit le but recherché, bien que cela n'ait été observé que dans un cas particulier, associé à la réalisation d'encoches (d'Errico et Vanhaeran, 2008).

Pour mettre en forme un bloc et lui faire acquérir une morphologie particulière, le seul procédé identifié pour l'ocre est l'abrasion. Le recours à la taille peut être envisagé, bien qu'il n'en ait pas été trouvé d'exemples. Chronologiquement, la mise en forme peut potentiellement intervenir avant la réduction en poudre, ou avant l'application directe de la poudre sur un

support. L'expérimentation a montré que la morphologie « en crayon » est plus difficile à obtenir involontairement sur les oxydes de fer durs que sur les roches tendres (Rifkin, 2011). Stigmates de taille et traces d'abrasion ont été décrits précédemment.

c. Etapes finales de transformations

Ce ne sont pas là les étapes les plus documentées des chaînes opératoires dans lesquelles l'ocre est impliquée, mais elles nécessitent d'être au moins évoquées. Elles laissent beaucoup moins de traces visibles et susceptibles de s'être conservées que la plupart des actions décrites plus haut, et sont ainsi moins souvent décrites. Cependant, elles peuvent s'avérer primordiales dans la compréhension des chaînes opératoires et dans la détermination de la fonction de l'ocre.

- **Mélange et application sur un support**

Plusieurs questions se posent sur les gestes et pratiques qui suivent la production de poudre. On peut supposer un usage direct, si elle est utilisée pour réaliser une action particulière, comme un polissage d'objet par exemple (voir II.1.3). On sait cependant que la préparation de peintures nécessite l'ajout d'un diluant comme l'eau ou des liants organiques, tels que la graisse animale, des gommes végétales ou des huiles par exemple. L'hypothèse d'un ajout de charges minérales dans les peintures apparait aussi fréquemment (Clottes, 1990 ; Baffier et al., 1999 ; Arias et al., 2011). D'autres utilisations nécessitent un mélange, comme la fabrication d'un adhésif. Une phase de mixage de la poudre d'ocre avec d'autres matériaux est donc susceptible de précéder la phase d'utilisation à proprement parler.

L'étape de mélange fait nécessairement suite à une étape d'application, étape qui marque soit l'intégration dans une nouvelle chaîne opératoire (fabrication d'un outil composite par exemple), soit la fin en soi de la production de poudre (siccatif sur une peau ou peinture sur un objet par exemple). Si en théorie mélange et application constituent deux étapes distinctes, en pratique elle s'avère nécessiter des outils similaires qui ne sont pas toujours possibles à attribuer plus spécifiquement à l'une ou l'autre.

<u>Indices archéologiques</u>

Quelques outils ocrés peuvent toutefois témoigner de ces phases finales de préparation. Des spatules ou autres outils en os portent parfois des restes de coloration rouge : ils ont pu servir à appliquer le mélange colorant ou à le malaxer (voir par exemple Glory, 1961 ; Henshilwood et al., 2011 ; Arias et al., 2011). Dans plusieurs cas, des coquillages ocrés sur leur

face interne ont été interprétés comme de possibles contenants, pour réaliser un mélange ou pouvoir appliquer l'ocre. Comme pour tout objet ocré, les problèmes de taphonomie limitent les interprétations. L'étude détaillée des traces d'usure et d'utilisation et le contexte archéologique de la découverte sont indispensables pour favoriser l'une ou l'autre des hypothèses (voir Henshilwood et al., 2011).

Point de vue de l'ethnographie

Du point de vue ethnographique, le liant le plus souvent cité dans les mélanges avec l'ocre est la graisse, dans des contextes d'utilisation comme la peinture corporelle (voir c). D'autres pratiques sont documentées. Les Walpiri par exemple, aborigènes du centre de l'Australie, fabriquaient des « pains » d'ocre en mélangeant la poudre à un peu d'eau, qu'ils faisaient ensuite sécher (Paterson et Lampert, 1985). Dans un cas de teinture, pour le coton, la poudre est utilisée sans ajout de liant (Russell, 1908).

- **Application directe**

L'application directe d'un fragment d'ocre, brut ou transformé au préalable (chauffé, abrasé ou mis en forme), peut être employée pour colorer des surfaces de tout type : peau humaine, peau animale, cuir, bois, pierre, paroi rocheuse, etc. Il s'agit alors de l'équivalent d'un frottage (matières tendres) ou d'une abrasion (matières dures). Les gestes impliqués sont les mêmes que ceux décrits précédemment pour l'abrasion.

Stigmates du frottage sur matériaux tendres

Sur l'ocre, les expérimentations montrent que le frottage sur matériaux tendres laisse peu de traces diagnostiques. Emoussés et polis sont fréquents sur les pièces, mais ce type de stigmates apparait aussi au cours de l'abrasion, et se développe systématiquement à l'endroit où l'objet est tenu (marques de préhension) (Salomon, 2009 ; Hodsgkiss, 2010 ; Rifkin, 2012). Hodsgkiss (2010) a observé de son côté l'apparition de micro-striations externes associées à l'émoussé ce qui lui permet d'identifier un frottage sur matière tendre. Ces données n'ont pour l'instant pas été corroborées.

Stigmates sur matériaux durs

Concernant l'application sur un support en pierre, la différence avec la production de poudre est ténue, mais pourrait néanmoins s'observer par l'organisation des facettes d'abrasion et leur nombre. Les expérimentations montrent que le nombre de facettes produites dans ce cas

varie beaucoup, mais que pour un bloc abrasé au préalable, il est supérieur au nombre de facettes produites par l'abrasion (Rifkin, 2011). L'organisation des facettes est souvent en rosette ou en pétale (Salomon, 2009). De même que l'abrasion pour la production de poudre, la préhension de l'objet conduit à un émoussement du reste de la pièce, en particulier des stries déjà présentes sur les parties où sont posés les doigts.

Point de vue de l'archéologie

Seulement deux exemples archéologiques rapportent une application directe de blocs d'ocre sur un support dur. Quelques pièces facettées à leur extrémité ont été décrites à Arcy-sur-Cure d'une part, dans les niveaux Châtelperronien (Salomon, 2009), et à Blombos Cave d'autre part, en contexte Still Bay (Rifkin, 2011).

Point de vue de l'ethnographie

Un exemple ethnographique pourrait attester que ce procédé a bien été employé. Plusieurs voyageurs du XVI^{e} au XIX^{e} siècles rapportent en effet que les Hottentots de la région du Cap employaient des « crayons rouges » pour se marquer le visage (Rudner, 1982 : 94). L'auteur ayant compilé ces récits de voyages voit cependant des possibilités de plagiat dans ces différents témoignages.

d. Le cas particulier des gravures et des encoches

Du point de vue tracéologique, les gravures s'assimilent à des incisions produites par un outil tranchant et les encoches à des incisions plus profondes généralement produites par le va et vient de l'outil selon une même direction (Henshilwood et al., 2002 ; 2009 ; d'Errico et Vanhaeren, 2008). Ces manifestations sur les blocs sont parmi les plus difficiles à interpréter.

Pour la gravure, deux hypothèses ont été proposées : les incisions peuvent avoir été réalisées pour tester les propriétés, comme le pouvoir colorant, ou pour marquer l'objet, pour enregistrer une information par exemple (MacKay et Welz, 2008 ; Henshilwood et al., 2009). Dans les premier cas, elles interviennent dans la chaîne opératoire de production de poudre. Le deuxième cas s'écarte de tous les autres procédés décrits par ailleurs : il s'agit de représenter un signe, motif ou figure, par le procédé de gravure. Il est nécessaire pour cela de montrer une organisation des incisions, comme une symétrie par exemple. Une signification a pu leur être attribuée, symbolique ou autre (voir Henshilwood et al., 2009).

Le même constat apparait pour les encoches. Isolées, elles pourraient être le résultat d'une production de poudre (rainurage). Lorsqu'elles sont disposées par séries, et parallèles

entre elles, une autre fonction est envisagée, éventuellement esthétique, symbolique, ou autre (d'Errico et Nowell, 2000 ; d'Errico et Vanhaeren, 2008).

e. Exemples de reconstitution de chaînes opératoires

L'abondance relative dans les niveaux archéologiques de blocs abrasés et raclés par rapport à d'autres indices de transformation met en avant la production de poudre comme chaîne principale. Le site de Blombos Cave est celui pour lequel cette chaîne est la mieux décrite dans son ensemble et ses variantes. Ainsi, la découverte de plusieurs outils ocrés et blocs d'ocres regroupés en deux lots distincts permet de définir au moins une chaîne opératoire avec deux variantes possibles pour la réduction en poudre (Henshilwood et al., 2011) :

- Fragmentation de blocs d'ocre par percussion (concassage), puis broyage pour produire de la poudre ; ou abrasion ;
- Broyage d'os pour produire de la poudre ;
- Mélange dans un coquillage de la poudre d'ocre, d'os, peut-être d'autres éléments comme du quartz ou du charbon, et d'un liquide.

En parallèle, la présence de traces de raclage sur d'autres blocs trouvés sur le site suggère une troisième variante, le raclage remplaçant l'abrasion ou le broyage.

Toujours à Blombos, deux chaînes annexes ont été décrites : une chaîne de production de gravures sur l'ocre (Henshilwood et al., 2002 ; 2009), et une chaîne de production probable de tracés sur support dur à partir de blocs mis en forme par abrasion (blocs à facettes convergentes).

Autre exemple intéressant, celui d'Arcy-sur-Cure, où les blocs abrasés semblent réinvestis pour être concassés et broyés (Salomon, 2009). Deux chaînes se recoupent ainsi :

- Concassage et broyage ;
- Abrasion, puis concassage et broyage

En revanche, les quelques exemples de chauffage de goethite que nous avons décrits ne s'intègrent pas dans une étude globale des chaînes opératoires, ce qui ne permet pas de l'intégrer comme une étape spécifique au sein d'une chaîne. Enfin, on peut se demander si entre chacune des différentes étapes il existe une phase de stockage, et surtout si certaines de ces étapes n'ont pas pu avoir lieu directement sur le site d'extraction.

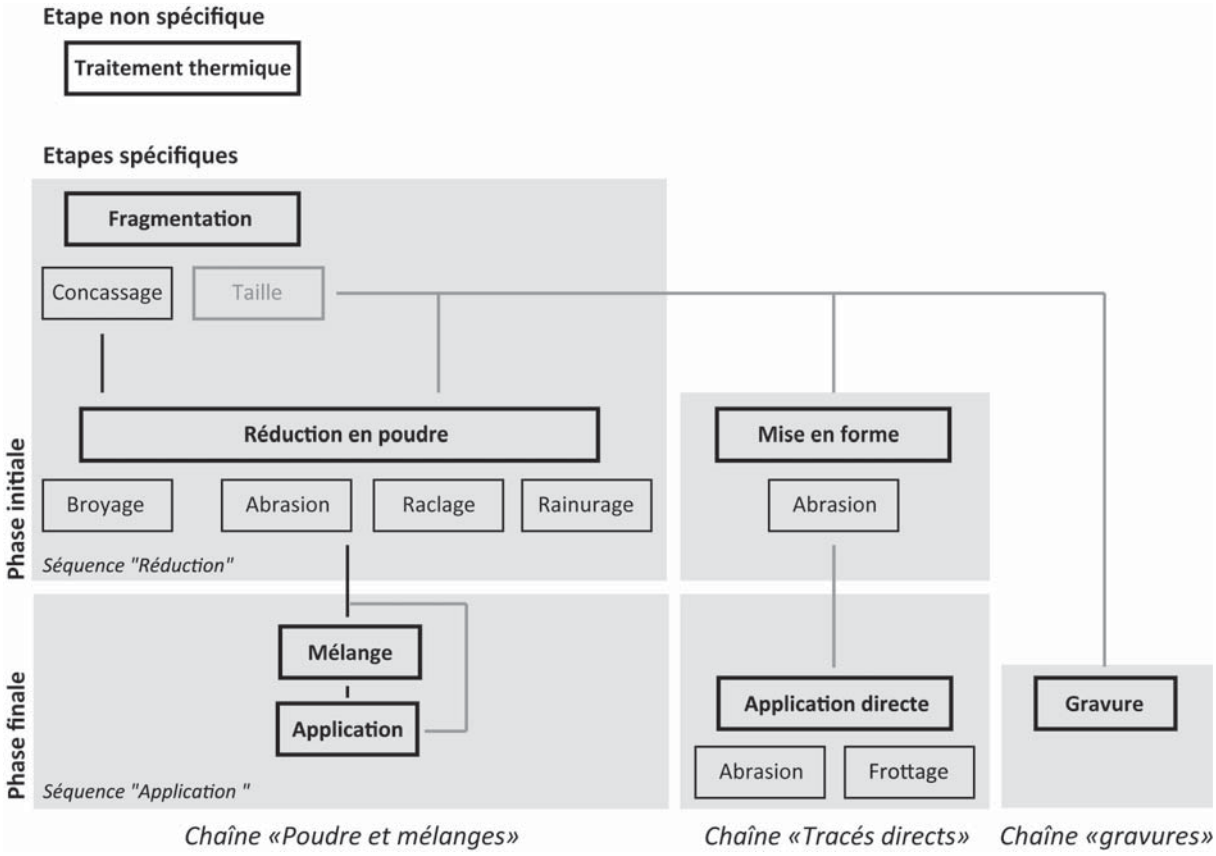


Figure 6 – Schéma illustrant les différentes étapes de transformation de l'ocre organisée selon les principales chaînes opératoires décrites en contexte archéologique. Les étapes non obligatoires sont indiquées par des traits gris. Lorsque différents types d'actions peuvent être utilisées pour réaliser une même étape, elles définissent des variantes de la chaîne principale.

II.1.3. Utilisation de l'ocre en préhistoire : revue critique des hypothèses proposées

La littérature sur l'ocre foisonne d'hypothèses d'utilisation, émises à partir de faits archéologiques ou de références ethnographiques, lui attribuant diverses propriétés. Il est possible de lister près d'une dizaine d'hypothèses émises par divers auteurs (voir Audouin et Plisson, 1982 ; Vélo, 1984 ; Couraud, 1988 ; Philibert, 1994, etc.) : utilisation comme matière colorante, pour le traitement des peaux, comme abrasif, agent conservateur, etc. Etant donné la diversité des informations utilisées pour avancer ces hypothèses, il est nécessaire de les hiérarchiser. Plusieurs critiques ont déjà été émises pour certaines d'entre elles, en particulier en ce qui concerne le tannage des peaux (Philibert, 1994 ; Watts, 2002 ; 2009). Le travail le plus complet en la matière est celui de Salomon (2009), que nous nous proposons de poursuivre ici.

Nous nous sommes attachés dans cette réflexion à mieux comprendre les propriétés des matériaux et leurs fonctions selon les contextes d'utilisation. Nous avons vu entre autres qu'il y a deux niveaux de fonction, l'un en relation avec une action (fonction au sens stricte), l'autre faisant référence au rôle joué par le matériau dans la société qui l'emploie (fonction au sens large, ou considérations associées). Dans un premier temps, les données archéologiques permettent de faire le point sur les hypothèses d'utilisation du point de vue fonctionnel strict. Nous nous focaliserons ensuite sur la relation entre propriétés et actions de l'ocre, en recourant aux sciences des matériaux et aux données issues d'expérimentations. Enfin, l'étude de quelques exemples ethnographiques nous permettra de discuter des liens entre fonction stricte et considération du matériau, ainsi qu'entre croyances et propriétés.

a. Les différentes hypothèses dans le contexte archéologique

Certains faits archéologiques en ce qui concerne l'ocre sont aujourd'hui bien établis. L'utilisation comme matière colorante, si elle reste à l'état d'hypothèse pour les périodes anciennes, est récurrente à partir des premières attestations de peinture au Paléolithique supérieur, sur mobilier comme sur paroi. Nous ne reviendrons donc pas sur les nombreux exemples de peintures attribuées aux sociétés préhistoriques. En parallèle, la présence d'ocre en contexte funéraire est également suffisamment répandue pour être considérée comme un fait et non une hypothèse (voir Peabody, 1927 ; Einwögerer et al., 2006 ; Onoratini et al., 2012). Ce qui est de l'ordre de l'hypothèse dans ce cas, c'est son origine, et donc sa fonction. Quatre hypothèses sont possibles en ce qui concerne l'origine : ocrage du corps ou des cheveux, ocrage

des vêtements, ocrage du sol, ocrage des os. En parallèle, deux fonctions sont possibles : matière colorante (incluant toute utilisation au cours de rituels) ou conservation du corps.

Il n'en pas de même pour les autres hypothèses d'utilisation. Une partie apparait d'ores et déjà impossible à mettre en évidence archéologiquement. L'utilisation comme conservateur pour les aliments ou en médecine par exemple, comme proposée par Vélo (1984), ne laisse pas d'indices archéologiques détectables. Dans d'autres cas, des indices ont été trouvés sur certains sites, mais ils sont peu répandus. Malgré une littérature abondante sur la présence d'ocre en préhistoire, les vestiges ocrés n'ont que très rarement fait l'objet d'étude approfondie, et les interprétations sur l'origine de leur présence sont rares. Leur redondance relative pourrait aider à évaluer leur pertinence.

Dans ce but, les travaux discutant de la fonction de l'ocre à partir de l'observation d'objets ocrés et de sédiments ocrés ont été listés (Tableau 9). Bien que le nombre d'exemples que nous sommes parvenus à réunir soit faible, deux fonctions se distinguent : il s'agit de la fonction de charge dans les adhésifs, en ce qui concerne l'ocre, et d'abrasif, pour l'hématite. L'utilisation en lien avec le traitement des peaux vient en troisième lieu, et en quatrième lieu un emploi au cours du débitage d'outils. Toutefois, la fonction de l'ocre ou des oxydes de fer n'est pas éclaircie en ce qui concerne ces deux derniers emplois. Enfin, on constate que les perles ocrées de plusieurs sites ont été interprétées comme un indice en faveur de peintures corporelles ou de teintures de vêtements.

Le deuxième critère qui peut permettre d'évaluer ces hypothèses, c'est la méthode utilisée. La majorité des études ne présente que des données issues de l'observation. Certains incorporent une analyse tracéologique de l'objet ocré (observation microscopique) et/ou des analyses physico-chimiques des résidus d'ocre. Enfin, les travaux les plus aboutis ont proposé de tester l'hypothèse proposée par une étude expérimentale. On constate que si des observations microscopiques sont à l'origine de la majorité des hypothèses émises, la comparaison avec un référentiel expérimental adapté est plus rare.

Support	Hypothèse fonctionnelle	Objets et localisation des résidus	Méthodes	Sites	Référence
Outils en pierre, actifs					
	Charge d'adhésif d'emmanchement	Lamelles, non précisé	Observation	Lascaux (France)	Allain, 1979
	Charge d'adhésif d'emmanchement	Pièces géométriques, sur le dos	Observation microscopique	Umlathuzana (Afrique du Sud)	Lombard, 2007
	Charge d'adhésif d'emmanchement	Pièces géométriques, sur le dos	Observation microscopique	Sibudu Cave (Afrique du Sud)	Lombard, 2008
	Charge d'adhésif d'emmanchement	Pièces géométriques, sur le dos	Observation microscopique, analyse chimique	Rose Cottage (Afrique du Sud)	Williamson, 1997 (cité par Wadley, 2004)
	Charge d'adhésif d'emmanchement	Croissant, sur le dos	Observation, analyse élémentaire et structurale	Gesher (Israel)	Shaham et al., 2010
	Charge d'adhésif d'emmanchement	Lames, sur parties emmanchées	Observation microscopique	Dar Mta el-Ma, Aïn Aachena, Hamda, Clarion (frontière algéro-tunisienne)	Beyries, 1983
	Composant d'un système d'emmanchement	Divers produits de débitages, sur les deux faces	Observation	Afalo (Algérie)	Ighilahriz, 1996
	Emploi au cours du débitage (but pédagogique)	Talons de divers produits de débitage	Observation microscopique, expérimentation	Pincevent (France)	Baffier et al., 1991
	Emploi au cours du débitage	Divers produits de débitage, sur les talons	Observation	Afalou (Algérie)	Ighilahriz, 1996
	Emploi au cours du débitage (percuteur)	Divers éclats, sur les talons	Observation	Sibudu Cave (Afrique du Sud)	Soriano et al., 2009
	Travail de la peau	Galets, sur parties émoussés et polies	Observation microscopique	Hilazon (Israël)	Dubreuil et Grossman, 2009
	Travail de la peau	Grattoirs, sur parties émoussés et polies	Observation microscopique	La Madeleine, Abzac, Laugerie-Basse (France)	Keeley, 1980
	Conservation de la peau	Grattoirs, non précisé	?	Meer (Belgique)	Moss, 1983 cité par Philibert, 1994
	Travail de la peau (abrasif)	Grattoirs	Observation microscopique, expérimentation	Balma Margineda (Andorre)	Philibert, 1994
Outils en pierre, passifs					
	Abrasif pour polissage	Polissoirs, parties ayant servies à polir	Observation	Laugerie-Haute (France)	San Juan, 1990
	Abrasif pour polissage	Blocs d'hématite percée	Observation	Fourneau du diable (France)	San Juan, 1990

Support	Hypothèse fonctionnelle	Objets et localisation des résidus	Méthodes	Sites	Référence
Outils en os					
	Charge d'adhésif d'emmanchement	Sagaies, extrémités (ocre jaune)	Expérimentation, observation	La Garenne (France)	Allain et Rigaud, 1976
	Travail de la peau	Aiguilles, lissoirs, brunissoirs, etc.	Observations	Arcy-sur-Cure (France)	
Objets de parure					
	Abrasif pour polissage	Perle en stéatite	Observation, analyse élémentaire	Abri Blanchard (France)	White, 1996
	Abrasif pour polissage	Perle en bois de renne	Observation, analyse élémentaire	Peyrugues (France)	Allard et al., 1997
	Peinture	Perles en coquillage percé	Observation	Grotte de Pigeons (Maroc)	Bouzzougar et al., 2007
	Peinture	Perles en coquillage percé	Observation	Blombos Cave (Afrique du Sud)	d'Errico et al., 2005
	Peinture	Possibles perles en coquillage percé	Observation	Sibudu Cave (Afrique du Sud)	d'Errico et al., 2008
"Art" mobilier					
	Abrasif pour polissage	Divers objets en bois de cervidés	Expérimentation, observation, analyse élémentaire et structurale	La Vache (France)	Buisson et al., 1989
	Abrasif pour polissage	Statuette féminine	Observation, analyse élémentaire	Brassempouy (France)	Walter, 1995
	Abrasif pour polissage	Statuette féminine		Lespugues (France)	
Restes humains					
	Conservation/peinture des corps	Os et sédiments associés	Enquête archéologique, enquête ethnographique	Mutliples sites, Amérique, Europe	Voir Peabody, 1927
	Coloration de vêtements	Os et sédiments associés	Observation, références à cas réels	Aïn Méterchem (Tunisie)	Vallois, 1980
Sédiments					
	Coloration de peaux	Sédiments dans trois habitations	Observation	Pincevent (France), Gonnersdorf (Allemagne)	Keeley, 1980
	Assainissement des sols	Sédiments dans trois habitations	Expérimentation, observation	Pincevent (France)	Zinnen, 2004

Tableau 9 – Exemples d'interprétations fonctionnelles proposées dans la littérature à partir de l'étude de divers objets ocrés.

Dans le cas où l'hypothèse émise implique d'autres constituants que l'ocre, comme un adhésif pour l'utilisation comme charge, l'analyse chimique apparait également comme un critère important pour la validation de l'hypothèse. Or, seule une étude concluant à une utilisation comme charge s'appuie sur des analyses chimiques pour identifier la matière organique associée à l'ocre (Wadley, 2004).

L'examen critique des indices archéologiques met donc en évidence un certain manque d'analyses et d'expérimentation permettant de valider les hypothèses émises. Deux actions apparaissent malgré tout bien documentées (en plus de la fonction de matière colorante) : celles de charge et d'abrasif.

b. Propriétés des oxydes de fer et de l'ocre : sciences des matériaux et expérimentations

Les sciences des matériaux sont aujourd'hui la clé pour comprendre les propriétés physiques et chimiques des matériaux, en particulier les matériaux de synthèse. L'industrie en parallèle a joué un rôle important pour évaluer chacune de ces propriétés et déterminer l'action précise d'une substance. Cette recherche d'efficacité a toutefois pu laisser de côté des propriétés moins évidentes pour certains matériaux, ne justifiant pas une exploitation industrielle. Cela ne signifie pas qu'elles n'aient pas pu intéresser les hommes à un moment ou à un autre, notamment en contexte de production traditionnel ou artisanal. De plus, les sciences des matériaux ne se sont pas toujours intéressées aux matériaux naturels, présentant une plus grande variabilité de composition, de structure et donc de propriétés, que les matériaux de synthèse. Plusieurs sources d'information doivent donc être combinées pour évaluer les propriétés de l'ocre, plus spécifiquement des oxydes de fer : science des matériaux, applications industrielles comme artisanales, expérimentations.

Nous discuterons, selon les différentes actions et fonctions proposées pour l'ocre, si elles sont compatibles avec les propriétés chimiques ou physiques spécifiques des oxydes de fer. En second lieu, des expérimentations, pour la plupart réalisées dans le cadre archéologique, permettent de tester les propriétés non retenues par l'industrie ou non explorées par les sciences des matériaux.

- **Pigment**

Les oxydes et oxy-hydroxydes de fer sont incontestablement reconnus dans l'industrie comme en contexte traditionnel pour leur qualité comme pigments, en particulier la goethite et l'hématite. Deux propriétés leur confèrent cette qualité : le pouvoir colorant et le pouvoir couvrant. La très petite taille des cristaux de goethite et d'hématite, de l'ordre de la dizaine de nanomètres au micromètre, explique ces propriétés particulières. Il a été constaté que le pouvoir colorant par exemple augmente quand la taille des particules diminue (Cornell et Schwertmann, 2003 : 136). La petite taille des cristaux ainsi que les propriétés de surface spécifiques des oxydes et hydroxydes explique également leur bonne dispersion en suspension colloïdale (Cornell et Schwertmann, 2003 : 241).

- **Agent abrasif**

L'hématite est parfois employée en joaillerie pour polir des bijoux, entre autre des bijoux en or, ou pour polir des lentilles de verre dans l'industrie. Son utilisation comme agent abrasif est rendu possible par la petite taille de ses cristaux et par sa dureté, proche de celle du quartz. Son avantage par apport à d'autres abrasifs pourrait être la finesse du polissage qu'il permet (par rapport au quartz par exemple). Toutefois en bijouterie il est possible que la teinte rouge de l'hématite soit aussi un effet recherché, les micro-cristaux d'hématite restant incrustés dans l'objet poli pouvant renforcer la couleur de l'or (voir Salomon, 2009).

D'après une expérimentation dans le cadre archéologique, le polissage à la poudre d'hématite sur des objets en bois de cerf est un processus long, qui pourrait convenir pour des opérations de finitions (Allard et al., 1997).

- **Agent siccatif et fonctions plus ou moins associées**

En dehors de ces deux cas, les propriétés accordées aux oxydes de fer ont été déduites d'usages traditionnels : action siccative, astringente, antibactérienne, ou encore antiputride. Ces caractéristiques sont souvent associées à un usage pour le traitement des peaux, pour la conservation des aliments, la préservation des corps, protection du bois, ou en médecine pour traiter des plaies.

Récemment, Salomon (2009) émet l'hypothèse d'une action siccative des particules d'oxydes de fer via leurs propriétés à adsorber des molécules organiques à leur surface. Cette hypothèse est tout à fait cohérente, étant donné que plusieurs composés organiques peuvent

être adsorbés en surface de la goethite et de l'hématite, dont en premier lieu l'eau, mais également des acides gras (composés des huiles et des graisses) dans le cas de l'hématite (Cornell et Schwertmann, 2003 : 273).

L'usage de l'ocre pour préserver les corps ou aider à la cicatrisation de blessures pourrait être lié à ce pouvoir siccatif. Une autre propriété peut expliquer les effets protecteurs attribués à l'ocre, dans le cas de la préservation des corps, mais également pour la protection du bois. En effet, on peut envisager que le pouvoir couvrant des oxydes, liés à la petite taille des cristaux, permet la formation d'une fine couche jouant le rôle de barrière naturelle, contre l'action de l'eau, des bactéries, etc. Les argiles pourraient contribuer également à cette action couvrante, étant elles aussi constituées de particules de petite taille.

Le rôle de l'ocre dans les préparations des peaux est plus difficile à argumenter. Dans la préparation du cuir, la peau est stabilisée après élimination des couches superficielles par l'action du tannage. On utilise pour cela des tannins, qui vont pénétrer et se fixer dans la peau. Ils réagissent plus spécifiquement avec les molécules de collagène, protéine complexe présente dans la peau : des liaisons se créent entre le tannin et le collagène, liant ces molécules entre elles, et empêchant leur hydrolyse. La peau est ainsi stabilisée et ne se dégrade pas. Plusieurs ions métalliques, dont les ions fer, peuvent jouer ce rôle, en formant des complexes de coordination avec le collagène (Chahine, 2002).

Mais, comme relevé par plusieurs auteurs maintenant, ce qui a été constaté pour les sels ferreux ou ferriques ne peut être appliqué pour les oxydes et oxy-hydroxydes (Philibert, 1994 ; Watts, 2002 ; Salomon, 2009). En effet, les sels métalliques utilisés pour le tannage sont solubles dans les conditions mises en œuvre au cours du procédé, ce qui n'est pas le cas des oxydes de fer. Les produits de solubilité de ces derniers sont extrêmement faibles dans des conditions standards de température et à pH neutre. Dans l'eau par exemple, ils ne se dissolvent qu'à partir de pH inférieurs à 1 pour une température de 25°C (Cornell et Schwertmann, 2003 : 201). De fait, ils ne peuvent donner lieu à une solution ionioque aussi facilement que les sels. Or, très souvent, sels de fer et oxydes de fer ont été confondus dans la littérature (voir par exemple Keeley, 1980 ; Audouin et Plisson, 1982 ; Vélo, 1984).

Si la complexation ne peut avoir lieu avec les oxydes, l'adsorption de certaines molécules en surface des cristaux solides d'hématite ou de goethite est toutefois possible. Cette adsorption peut relever de phénomènes similaires à celui de la complexation (Cornell et Schwertmann, 2003).

Les deux expérimentations réalisées dans ce domaine tendent à montrer que « l'ocre rouge » possède en effet des qualités intéressantes pour traiter la peau. La première expérience a consisté à enduire des peaux d'ocre rouge et jaune (composition non précisée), avant séchage, puis avant le tannage (Audouin et Plisson, 1982). Les peaux enduites d'ocre rouge ont résisté à la putréfaction, mais pas celles traitées à l'ocre jaune. Dans la deuxième expérimentation, l'action d'ocres rouges (composition globale indéterminée) et d'hématite pure a été comparée à celle d'agents tanniques connus par ailleurs. Les résultats montrent que le traitement par certaines ocres naturelles donne une peau de qualité en partie comparable à des certains tannins (Rifkin, 2011). L'hématite pure en revanche donne de moins bons résultats. Ces observations suggèrent que l'hématite agit positivement sur la peau, mais qu'elle n'agit pas seule. A nouveau, il faut envisager un rôle important des argiles. La caractérisation des matériaux utilisés dans cette expérience est trop peu détaillée pour apporter des conclusions plus précises.

- **Charge dans les adhésifs**

Au-delà des propriétés siccatives, ce sont les propriétés de l'ocre comme charge que ces expériences ont tenté de montrer. Le pouvoir siccatif ainsi que les propriétés colloïdales des oxydes pourraient en faire des charges potentielles. On a utilisé par exemple l'ocre rouge comme charge dans le caoutchouc (Collectif, 1999).

Une étude expérimentale a montré que l'ocre jaune (composition indéterminée) peut jouer ce rôle lorsqu'elle est ajoutée à un adhésif à base de résine et de cire (Allain et Rigaud, 1976 : 717). En présence de cette charge minérale, les deux composés organiques forment un mélange homogène lorsqu'on le chauffe, ce qui n'est pas le cas lorsqu'ils sont employés seuls.

Une autre étude menée par Wadley et al (2009) a permis de constater que cette propriété n'est pas nécessairement celle des oxydes de fer. En effet, l'hématite pure mélangée à de la gomme végétale (famille des saccharides) produit un adhésif beaucoup trop cassant pour garantir son efficacité. Au contraire, l'ocre qui a permis de fabriquer les adhésifs les plus résistants contient un taux de silicium élevé, et présente une granulométrie variable. Cette observation conduit à différencier à nouveau les propriétés des oxydes purs, des propriétés des mélanges. Elle remet également en question l'importance de la présence des oxydes pour garantir une fonction technique. Par exemple, sans la présence d'oxydes de fer, cette charge aurait-elle la même efficacité ? Si oui, alors il est clair que la fonction des oxydes n'est pas liée à la fonction de l'adhésif, elle est autre.

En résumé, il est possible de déterminer plusieurs propriétés exploitables pour l'hématite, tandis que seule la fonction de pigment apparait associée à l'utilisation de goethite (Tableau 10). Le rôle de charge, quant à lui, apparait davantage associé aux roches ferrugineuses qu'aux oxydes seuls, que nous avons regroupés sous le terme « ocre ». Toutefois, dans nombre des expérimentations que venons d'évoquer, le manque de connaissance des matériaux utilisés rend difficile une conclusion définitive sur le composant actif. La question se pose d'autant plus si on prend en compte la possibilité d'un ajout de charges d'un liant avant emploi. Au-delà de cette discussion sur les propriétés de l'ocre, il faut donc s'intéresser à la fonction additive attribuée aux oxydes de fer dans leur contexte d'utilisation. Une description de ces contextes, telle que proposée dans certaines sources ethnographiques, peut permettre d'approfondir cette question.

Matériau	Propriétés physiques ou chimiques	Action	Fonction
Goethite	Couleur et petite taille des cristaux, bonne dispersion en suspension colloïdale	Pouvoir colorant	Pigment
	Petite taille de cristaux	Pouvoir couvrant	
Hématite	Petite taille des cristaux, dureté	Pouvoir abrasif	Abrasif
	Couleur et petite taille des cristaux, bonne dispersion en suspension colloïdale	Pouvoir colorant	Pigment
	Petite taille de cristaux	Pouvoir couvrant	Film protecteur
	Adsorption d'eau et de molécules organiques	Pouvoir siccatif	Conservateur siccatif Siccatif

Tableau 10 – Synthèse des propriétés, actions et fonctions strictement imputables à l'hématite et à la goethite, après discussion des hypothèses proposées par les sources archéologiques.

Notes : La fonction de charge n'est pas liée aux oxydes ou hydroxydes seuls mais dépend de la granulométrie du mélange. Tout ce qui concerne la fonction de film protecteur sur une surface est susceptible d'être renforcée par l'action des argiles. En cas de mélanges avec d'autres minéraux, la fonction n'est plus celle de pigment, mais de matière colorante.

c. Fonction et valeur de l'ocre : point de vue de l'ethnographie

Une revue critique des sources ethnographiques citées dans la littérature archéologique est utile à deux niveaux. Tout d'abord, il s'agit de discuter des différentes hypothèses qui ont été proposées comme relevant du domaine utilitaire. A quel point, dans le contexte de l'utilisation, les propriétés des ocres et des oxydes de fer sont mises à profit ? D'autres motivations sont-elles évoquées, comme des superstitions ou des croyances, pouvant être plus ou moins reliées à une signification symbolique ?

Ensuite, il est intéressant de discuter de la position selon laquelle l'utilisation de matières colorantes relève toujours de la sphère symbolique à un certain niveau, quelle que soit le contexte d'utilisation (voir chapitre I.2.2). La question essentielle dans ce cas est de savoir dans quelle mesure l'utilisation de l'ocre comme matière colorante est associée à des considérations d'ordre : 1) symbolique, ayant un sens donné au travers d'une base « mythologique » commune, et donc strictement définie par conventions sociales ; 2) iconique ou indexique, ayant une signification mais non d'ordre symbolique[13] (signalisation, indication) ; 3) esthétique, relevant d'une pratique prisée et valorisée dans le contexte culturel mais sans signification explicite[14] (lié à l'attrait pour la couleur, la symétrie, ce qui brille, etc.) 4) ou enfin « utilitaire », c'est à dire répondant à un besoin purement matériel. Pour cela, nous avons séparé les exemples en trois ensembles : ceux relevant de l'utilisation comme matière colorante, dans la peinture ou la teinture ; ceux relevant d'un emploi en contexte funéraire ; ceux relevant d'activités autres.

Cette distinction entre différents « types » de considérations peut paraître restrictive. En un sens, les comportements humains sont souvent difficiles à catégoriser de manière aussi formelle. Nous avons vu toutefois la nécessité d'aborder ces questionnements. Nous nous proposons ici de reprendre quelques exemples ethnographiques, parmi les plus souvent cités dans la littérature, afin d'initier une réflexion plus vaste sur la manière de décrire des comportements complexes, en dépassant la simple opposition entre « utilitaire » et « symbolique ».

[13] Une utilisation iconique ou indexique de l'ocre, dans le cas de représentations graphiques par exemple, peut être associé à un « style », c'est-à-dire selon la définition de J. Sackett (1982 ; 1986), un choix dans la forme qui ne dépend pas de contraintes liées à la matière première ou de contraintes techniques. Toutefois P. Chase (1990) montre que ce style n'est pas nécessairement symbolique. Il peut procéder d'un choix arbitraire (par exemple la fourchette à 3 ou 4 dents selon les cultures), mais non nécessairement liée à un sens défini par conventions sociales (le nombre de dents sur une fourchette n'a pas se signification). Il est alors indexique.

[14] De même que précédemment, l'aspect esthétique lié à la notion de décor n'a pas nécessairement valeur symbolique. Il peut y avoir un lien avec des conventions sociales, mais aucun sens n'est attribué à la pratique.

- **Utilisation comme matière colorante pour la peinture et la teinture**

Le rôle et la valeur symbolique de la peinture rouge dans les rituels, notamment lorsqu'elle est appliquée sur le corps, ont déjà été largement renseignés par le passé à partir de diverses sources ethnographiques et historiques (Durkheim, 1965 ; Leroi-Gourhan, 1976 ; Levi-Strauss, 1973). Toutefois, cette vision a pu être parfois favorisée aux dépens d'une vision plus globale et plus critique sur l'usage de la peinture. Au travers de quelques exemples choisis parmi les sociétés dites « traditionnelles », pour lesquels différents usages de l'ocre comme dans la peinture sont répertoriés, nous pouvons montrer la complexité des relations entre symbolisme, esthétisme et utilitarisme. Nous avons sélectionné à cette fin des exemples très souvent cités dans la littérature archéologique : les Khoisan d'Afrique australe, les aborigènes de Tasmanie et les indiens Pima en Amérique du Nord.

Description de quelques contextes d'utilisation comme matière colorante

Les San[15] d'Afrique du Sud, sont souvent pris comme exemple pour montrer l'importance de l'ocre dans les rituels (Watts, 1999 ; 2002). Dans l'une des plus importantes compilations de récits, recueillis par Bleek et Lloyd au début du XIX^{e} siècle, l'utilisation de roches rouges est mentionnée par trois fois. Ces roches étaient broyées puis la poudre était appliquée pour colorer les plumes sur des pinceaux en plumes (« feather brush stick »), pour marquer les flèches, ou pour se peindre le corps (Bleek et Lloyd, 1911 : 353, 363, 375). Un autre minéral, peut-être la spécularite (voir II.1.1d), était utilisé pour teindre les cheveux, ce qui était considéré comme un critère de beauté, d'après les témoins interrogés (Bleek et Lloyd, 1911 : 376).

En parallèle, Rudner (1982), qui a mené une enquête ethnographique minutieuse sur l'utilisation des matières colorantes par les Khoisan (San et Khoe-Khoen), fait état d'un usage comme « cosmétique » (terme utilisé pour désigner des peintures corporelles réalisées en dehors d'un contexte rituel), et parfois pour la peinture corporelle dans les rituels ou les danses. Un autre matériau broyé, d'aspect noir brillant, était utilisé pour la peinture des cheveux. Il pourrait s'agir de spécularite.

En Afrique du Sud toujours, les Khoe-Khoen[16] (ou Hottentots) semblent avoir eu un usage beaucoup plus intense de l'ocre rouge, et parfois de l'ocre jaune. D'après l'enquête de Rudner,

[15] San désigne de manière générale les tribus de chasseurs cueilleurs vivant en Afrique australe, dont il subsiste quelques groupes qui ont conservé ce mode de vie dans l'actuel Botswana (Kalahari). Ils font partie avec les Khoe-Khoe du groupe linguistique des Khoisans.

[16] Les Khoe-Khoen sont des tribus de pasteurs nomades qui ont vécu sur des territoires proches de ceux des San pendant des millénaires.

ces tribus pasteurs nomades l'utilisaient principalement pour la peinture corporelle. Chez les Nama en particulier, l'ocre rouge (ou l'hématite) était associée dans certains rituels au sang. Les visages ou le corps des femmes pouvaient être peints en rouge pendant les menstruations et au cours de rites de purification, après l'accouchement ou pour l'initiation des jeunes filles. En parallèle, l'usage comme « cosmétique » était fréquent, surtout chez les femmes. Il est dit par exemple que l'ocre rouge purifie et adoucit la peau (effet de masque). Il est également dit que la peinture rouge pouvait être utilisée pour se protéger du froid. En parallèle, l'ocre rouge était utilisée pour colorer le cuir, la peau animale ou la céramique. La peinture sur support rocheux est évoquée dans seulement un récit de voyage (Rudner, 1982 : 98). Les sources récentes sur le mode de vie des Khoe-Khoen montrent que si cette pratique a existé, elle n'est plus en usage. De même, la spécularite semble avoir été utilisée uniquement dans le passé.

Les exemples d'utilisation de l'ocre en Afrique sont nombreux (voir Rudner, 1882), et il serait possible de décrire de nombreuses autres pratiques du même ordre à travers toute l'Afrique sub-saharienne (Massaï, Himbas, etc.). Pour une vision la plus générale possible, des exemples d'autres régions ont été choisis. Notre but n'est pas en effet de déterminer des tendances au niveau d'une région, bien qu'il s'agisse de la région dans laquelle se situe le contexte archéologique étudié. Les tendances que nous cherchons, sans être nécessairement « universelles », sont tout du moins des tendances que nous souhaitons les plus générales parmi les groupes de chasseurs cueilleurs et pasteurs nomades.

Deux autres exemples cités par des sources archéologiques ont fait l'objet de recherches plus approfondies. Audouin et Plisson (1982) mentionnent par exemple que les aborigènes de Tasmanie[17], en Océanie, se teignent les cheveux à l'ocre rouge pour empêcher la prolifération de la vermine, citant Sollas (1924). L'ouvrage de ce dernier manque toutefois de références permettant d'évaluer la qualité de l'information ethnographique. Un autre ouvrage, beaucoup plus détaillé, nous indique à ce sujet qu'un grand nombre de récits de voyageurs rapportent que les hommes chez les tasmaniens se teignaient les cheveux avec un mélange de matière colorante rouge et de graisse. Toutefois, un seul fait mention de l'intérêt d'un tel usage pour se protéger de la vermine (Roth, 1899 : 125). Certaines sources proposent une seconde explication: se

[17] Notons que la population des aborigènes de Tasmanie, estimée entre 5000 et 10 000 individus, répartis dans 9 tribus lorsque les britanniques se sont installés en 1803, ont été éradiqués ou métissés au point que l'ethnie a disparu vers la fin du XIXe siècle. La littérature on ne peut plus abondante sur les aborigènes, en particulier les aborigènes d'Australie, nécessiterait beaucoup plus de considérations. Cependant, parce que beaucoup de choses ont été dites à ce sujet, il n'est pas toujours aisé de remonter aux sources, et de faire la part entre justement, le mythe d'un côté, et la réalité de l'autre. Par prudence, nous nous restreindrons donc à ces quelques témoignages concernant uniquement la Tasmanie.

peindre les cheveux pourrait être utile aux tasmaniens pour se protéger des intempéries (Roth, 1899 : 127 ; Sollas, 1911 : 95). Les matières colorantes minérales rouges étaient également employées par les tasmaniens pour la peinture corporelle lors de jeux ou cérémonies organisés pour le rassemblement de la tribu (Roth, 1899 : 139). Enfin, parmi les objets de parure portés par ces groupes d'aborigènes, se trouvaient des colliers en tendons de kangourous teints à l'ocre rouge (Roth, 1899 : 131). Il n'est pas précisé si cette pratique était associée à une signification.

Un dernier exemple cité dans la littérature archéologique a attiré notre attention : les indiens Pima d'Amérique du Nord (Arizona). Une partie de la culture traditionnelle de ces derniers est observée par Russell lors d'un voyage en 1901-1902[18]. Il mentionne l'usage de l'ocre rouge à plusieurs reprises, toujours pour une utilisation comme matière colorante. Les hampes des lances par exemple étaient enduites d'une poudre minérale rouge (Russell, 1908 : 96). Le coton utilisé pour le tissage était teint par une ocre rouge foncé. L'ocre mélangée à de la graisse servait comme peinture corporelle. D'après lui, celle-ci servait par temps froid à conserver la chaleur du corps. L'auteur souligne que généralement seule la tête était enduite de peinture, mais qu'à l'occasion de fêtes tout le corps pouvait l'être. Enfin, les Pimas peignaient la face des bébés qui viennent de naître d'un mélange d'ocre et de lait maternel, en une sorte de rituel : « baby Pima had his face painted immediately after birth with red ochre mixed with his mother's milk 'to improve his skin' » (Russell, 1908 : 160).

Synthèse : quelles interprétations privilégier ?

Au travers de ces exemples, on constate une ambivalence dans l'emploi des matières colorantes rouges : elles sont utilisées à la fois au quotidien, comme « cosmétique », pour le décor d'objets usuels, et à l'occasion de cérémonies et rituels spécifiques. Elles sont soit au cœur d'habitudes sans signification précise, soit présents dans des rites à la signification symbolique affirmée. En ce qui concerne l'ornementation d'objets du quotidien, deux hypothèses peuvent être invoquées : il pourrait s'agir d'un moyen de transmettre une information sur l'objet, de le marquer d'une façon spécifique (signification indexique), ou simplement de le décorer (valeur esthétique). En parallèle, pour la peinture corporelle ou la teinture des cheveux, le caractère esthétique est bien présent, au moins chez les Khoisan. Chez les Pimas ou les Tasmaniens, enfin, la peinture corporelle est décrite comme relevant d'une pratique utilitaire.

[18] Les indiens Pima d'Arizona de la réserve Gila ceux dont il est question ici. Bien que les descriptions données par l'auteur aient été réalisées en 1901, il a pris soin de n'explorer que la composante traditionnelle de cette culture qui avait déjà subi beaucoup de changements par rapport au milieu du XIXe siècle.

Il faut toutefois faire attention à la différence de traitement de l'information selon les sources. Pour Russell, qui observe en direct les Pimas, le centre de son sujet est la description des activités techniques. Pour Bleek et Lloyd, à l'opposé, le recueil de témoignes de San est l'occasion de transcrire des croyances et des pratiques en utilisant en priorité les mots des narrateurs. On aboutit dans un cas à des informations techniques données hors du cadre des croyances collectives, et dans l'autre à un discours dont il est difficile d'extraire les informations techniques. Ces deux témoignages se rejoignent pourtant parfaitement sur le fait que l'ocre, ou les matières colorantes minérales, servent pour la peinture corporelle comme pour la peinture d'objets, pour le quotidien, ou en des occasions plus spécifiques. Le fait que ces deux auteurs, aux objectifs bien distincts, évoquent de manière similaire cette composante des cultures qu'ils décrivent, ne fait qu'accroître l'hypothèse qu'il y a bien deux contextes distincts dans lesquelles la peinture rouge peut être utilisée, au quotidien ou dans un cadre exceptionnel et symbolique.

Les différentes raisons évoquées par des voyageurs pour expliquer l'utilité de se teindre les cheveux chez les tasmaniens constitue un autre fait intéressant. Cette anecdote peut refléter la volonté des observateurs et auteurs occidentaux de rationnaliser une pratique traditionnelle. Une étude critique des travaux anthropologiques du début du siècle montre cette tendance chez certains auteurs (Evans-Pritchard, 1965 : 21). Il faut donc prendre ces observations avec un certain recul. Certes, la peinture a pu avoir une fonction orientée vers l'utilitarisme, voire le confort, comme le montrent d'autres exemples, chez les Himbas de Namibie, ou les Karaja au Brésil (Peabody, 1927), mais il faudrait pour s'en assurer mieux comprendre les relations entre activités techniques et registre symbolique et mythologique dans ces sociétés.

Le recours systématique à des explications relevant du symbolisme ou de la mythologie développées dans d'autres travaux peut également relever du même ordre de surinterprétation des faits, poussées par une volonté inverse, celle d'attribuer à toute habitude ou pratique une haute signification symbolique, d'en faire un rite plutôt qu'une tradition (Watts, 1999 ; 2009 ; Lewis-Williams and Pearce, 2004 ; Lewis-Williams, 2006). Ainsi, Watts (1999) contredit l'interprétation proposée par Rudner d'une utilisation « cosmétique » des matières colorantes rouges. Il souligne que l'absence d'indication sur la signification de la peinture corporelle dans les témoignages d'explorateurs ne signifie pas qu'elle en était dépourvue. Toutefois, les témoignages directs de San recueillis par Bleek et Llyod montrent une séparation très nette entre la narration de mythes et de rites d'une part, et la description d'activités du quotidien, dont celles impliquant l'utilisation d'ocre. De plus, l'un des témoignages insiste particulièrement sur l'attrait que suscitait la teinture des cheveux. Nous tendrons donc à voir comme Rudner une

utilisation esthétique de l'ocre par les San, que Watts concède lui-même quand il s'agit de décoration d'objets du quotidien.

Cependant, quelque soit la façon dont on observe les faits, il subsistera toujours un doute sur les considérations associées à l'usage de la peinture dans un contexte donné. De ce fait, tenter de démêler les aspects symboliques, esthétiques ou utilitaires associés à l'utilisation de matières colorantes apparait comme illusoire sans un minimum de données sur le contexte.

D'autres informations peuvent en revanche être utiles pour interpréter des données de terrain. Par exemple, le choix des supports peints peut constituer un marqueur identitaire entre groupes. On constate en effet que dans les quatre exemples choisis, les supports peints à l'ocre sont des supports particuliers (à part le corps, systématiquement orné), et ils sont différents dans chaque cas. Pour la peinture corporelle, la façon de se peindre peut aussi être un marqueur social à l'intérieur d'un groupe. Des pratiques différentes sont par exemple observées selon le sexe chez les Khoe-Khoen et les aborigènes de Tasmanie. Le style de décor, s'il n'a pas été documenté ici, peut aussi être vu comme un marqueur identitaire en un lieu à une époque donné.

Il faut noter toutefois que les objets peints sont en majorité constitués de matériaux périssables (plumes, bois, coton, etc.). Les peintures réalisées ont donc peu de chances de se conserver sur des temps longs.

Enfin, des changements d'usage ont été observés chez les Khoe-Khoen : ils semblent avoir cessé, à un moment donné de leur histoire, de peindre sur paroi, et d'exploiter la spécularite. On peut se demander si les évènements historiques de ces derniers siècles n'ont pas pu jouer un rôle dans ces changements.

- **Utilisation dans les pratiques funéraires**

Dans le cadre des pratiques funéraires, de même que pour les peintures, la fonction symbolique et rituelle de l'emploi de l'ocre a été postulée à plusieurs reprises (Wreschner, 1980 ; Hovers et al., 2003). En parallèle, la possibilité d'une utilisation pour préserver les corps fragilise quelque peu cette interprétation pour les contextes anciens. Les références ethnographiques décrivant des pratiques funéraires impliquant l'ocre existent, mais nous n'avons trouvé que quelques exemples décrivant le rôle de l'ocre rouge dans ce cas.

La pratique d'enduire les corps de peinture rouge au cours des pratiques funéraires semble répandue en particulier en Amérique, cependant, ni les matériaux utilisés ni la fonction

de ce geste ne sont décrits (Peabody, 1927). Il y a des cas où les croyances ont contribué à lier durablement symbolique et volonté de conserver les corps : ainsi, les indiens Choroti en Amérique du Sud attribuaient la dégradation des corps et des objets enterrés à des mauvais esprits (Peabody, 1927, citant Rosen, 1924). Les défunts et leur mobilier funéraire étaient peints en rouge pour tenir éloignés ces esprits et empêcher ainsi la décomposition.

L'emploi d'ocre rouge dans des pratiques funéraires est davantage établi pour quelques groupes d'aborigènes d'Australie. Certaines pratiques impliquent directement le corps des défunts, enduit d'ocre et de graisses après avoir été traité par la fumée (Berndt, 1974 : 459). Si comme souligné par Salomon (2009 : 108), cet usage montre la volonté de conserver le corps, il est aussi chargé symboliquement, si on en croit ce que rapporte Berndt. D'autres rites concernent les os : récupérés après la décomposition des corps, ils sont teints à l'ocre rouge (Berndt et Bernt, 1964 : 354).

- **Utilisations dites « utilitaires »**

Beaucoup des sources citées dans la littérature pour illustrer un emploi purement utilitaire de l'ocre à partir d'exemples ethnographiques s'avèrent difficiles à vérifier. Dans plusieurs cas, nous n'avons pu remonter à la référence d'origine, mais celles que nous avons trouvées montrent déjà que beaucoup de confusions ont pu être faites entre le moment où les informations ont été recueillies (typiquement avant le début du XX^{e} siècle) et les citations successives qui en ont été faites. A nouveau, quelques exemples très illustratifs ont été choisis.

<u>Traitement des peaux</u>

Parmi les hypothèses d'utilisation les plus citées, le traitement des peaux est l'une des plus critiquées du point de vue ethnographique. Nous avons vu que d'un point de vue technique l'ocre et les oxydes de fer ne répondent pas aux critères premiers qui définissent normalement un tanin. Rien d'étonnant donc à ce que du point de vue anthropologique, il n'y ait pas non plus d'exemple indéniable d'utilisation de ces matériaux pour le tannage à proprement parler.

Un exemple cité à plusieurs reprises est celui des Tehuelche de Patagonie, dont Steinmann, (1906, cité par Laloy, 1906) rapporte qu'il conservait les peaux en utilisant un mélange de graisse et d'ocre ou d'alun. Une autre ouvrage sur les indiens d'Amérique du Sud décrit que les peaux de guanaco enduites de graisses et de « peinture rouge » servaient pour la construction des tentes (Cooper, 1946 : 144). L'expression employée ne permet pas de s'assurer qu'il s'agit bien d'ocre, et sous-entend au contraire la volonté de teindre. De plus, dans la section

décrivant le traitement des peaux, ni l'ocre ni aucune substance rouge n'est mentionnée (Cooper, 1946 : 148). Il est donc clair qu'il n'y a pas de lien entre cette « peinture rouge » et le tannage. Certains auteurs ont proposé que le but soit l'assouplissement de la peau (Mansur-Franchomme, cité par Beyries et Walter, 1996). Si on doit y voir une fonction technique, alors celle d'une protection contre les intempéries seraient plus cohérente étant donné le contexte d'utilisation.

Une ambiguïté est également perceptible dans la description par certaines sources du traitement des peaux par les aborigènes d'Australie. D'après Mathews (1907 : 35) (cité par Peabody, 1927, puis Audouin et Plisson, 1982), ces derniers appliquaient un mélange d'ocre et de graisse après grattage de la peau. Puis il ajoute que certaines étaient « décorées » de la même manière, et enfin que ce traitement permettait de protéger la peau contre les intempéries. Cette surimposition de plusieurs informations pourrait provenir du fait qu'il s'agit d'une synthèse de plusieurs sources. Si l'usage de l'ocre sur la peau est avéré, son rôle reste difficile à établir, et pourrait même être différent selon les contextes d'utilisation.

Ces deux exemples illustrent bien les confusions qui peuvent résulter d'une lecture trop rapide des sources ethnographiques.

Il existe en parallèle des descriptions récentes d'activité de tannage dans les sociétés traditionnelles, réalisées le plus souvent dans le cadre d'études fonctionnelles. On constate alors que l'ocrage est rare et que, quand il a lieu, il n'intervient que dans les étapes de finition. En Ethiopie par exemple, chez les Konso, l'ocre rouge est utilisée au moment de l'assouplissement (mélangée à de la graisse de castor), et ce, pour la réalisation de vêtements spécifiques (Brandt et Weedman, 2002). En Namibie, les femmes emploient également un mélange d'ocre et de graisse pour enduire leurs vêtements, pratique qui leur permet de faire durer le cuir plus longtemps (Blauer, 1999, cité par Rifkin, 2011). Dans les deux cas, un aspect esthétique est associé à la pratique de l'ocrage.

Médecine

L'utilisation à des fins médicinales est souvent étayée par des exemples ethnographiques et historiques. Le plus cité est celui des aborigènes d'Australie (Vélo, 1984 ; Salomon, 2009, citant Peile, 1999). Un témoignage rapporté par une source ethnographique montre que l'ocre y était considérée comme un siccatif et cicatrisant, pour soigner les plaies (Peile, 1999, cité par Salomon, 2009). La même source décrit une utilisation pour soulager les brûlures. Une étude des

pratiques médicinales traditionnelles aborigènes montre en parallèle l'omniprésence des mythes et croyances dans les pratiques médicinales (Devanesen, 2000).

Au Lesotho, ce n'est pas l'ocre mais la spécularite (Qhang Qhang) qui était utilisée comme médicament, entre autres par les femmes chamanes, en raison de croyances qui lui attribuent un pouvoir magique (Rudner, 1982 : 12 ; How, 1964 : 34).

De même qu'en contexte funéraire, l'utilisation en médecine est difficile à séparer d'une certaine part de croyances.

Conservation des aliments

Très peu de données ethnographiques ont pu être trouvées pour illustrer une utilisation de l'ocre pour la conservation des aliments. D'après Flood (1983 : 231), certains aborigènes d'Australie conservaient des fruits en les empaquetant dans des boules d'ocre.

Charge dans les adhésifs

Le même problème apparait pour l'utilisation dans les adhésifs. Des groupes aborigènes d'Australie pourraient avoir utilisé des sables ocreux comme charges d'après Dickson (1981 : 164), mais ce dernier cite plus souvent l'emploi de cendre ou de carbonates dans les adhésifs utilisés pour l'emmanchement.

Abrasif

Nous n'avons trouvé à ce stade aucune mention d'un usage de l'ocre comme abrasif parmi les sources ethnographiques étudiées, ni même dans la littérature archéologique.

d. Synthèse et liens avec les faits archéologiques

Aux vu des informations dégagées, d'ordre archéologique, technique et ethnographique, nous pouvons rediscuter de la pertinence des différentes hypothèses passées en revue.

L'utilisation comme matière colorante est la seule qui est complètement admise et corroborée par les sources archéologiques, les sources ethnographiques et les sources modernes. Cet emploi pourrait presque être qualifié d'universel, si quelques autres hypothèses d'utilisation ne subsistaient en parallèle.

En deuxième lieu, de nombreux exemples archéologiques pourraient laisser supposer un emploi comme abrasif. Si expérimentations et sources industrielles modernes confirment l'existence de telles propriétés pour l'hématite, nous n'avons pas trouvé à ce jour d'exemples ethnographiques.

L'ocre rouge et l'ocre jaune (non la goethite ou l'hématite seules) ont également des propriétés de charge d'après plusieurs expérimentations. Le seul exemple de source ethnographique décrivant un emploi comme charge dans un adhésif n'est pas assez développé pour permettre de s'assurer que c'est bien cette propriété et non la couleur de l'ocre qui était recherchée. Les exemples archéologiques d'un emploi dans un système d'emmanchement sont en revanche nombreux.

L'emploi d'ocre ou d'oxydes de fer comme tanin est en revanche tout à fait improbable étant donné qu'ils n'ont pas les propriétés d'un tanin et que la seule référence en faveur de cette hypothèse s'avère provenir d'une mauvaise interprétation des sources ethnographiques. Reste que dans certains cas, des résidus d'ocre rouge ont été trouvés en contexte archéologique à plusieurs reprises sur des outils ayant servi à travailler la peau. Plusieurs interprétations sont possibles, notamment une utilisation pour le décor de la peau ou la conservation de celle-ci en l'absence de véritable tannage. Le pouvoir siccatif et le pouvoir couvrant de l'hématite pourraient en effet expliquer une conservation accrue de peaux « ocrées ». Le rôle d'autres minéraux comme par exemple les argiles restent toutefois à évaluer.

De la même façon, l'utilisation pour l'assainissement de sols par épandage d'ocre ou pour la conservation des corps ne sont pas totalement exclues. Beaucoup d'autres hypothèses peuvent cependant leurs être préférées lorsque de grandes concentrations d'ocre sont observées dans les sédiments, en contexte d'habitat ou en contexte funéraire. Les peaux ou vêtements non conservés pouvaient être ocrés, pour diverses raisons (conservation, coloration).

Concernant la « valeur » du matériau dans son contexte d'utilisation, considérations utilitaires, esthétiques, et symboliques sont souvent difficiles à démêler au sein d'une culture prise comme un tout, de même que croyances et pratiques. Plus qu'une dichotomie entre utilitaire et symbolique, une distinction de statut a été observée pour l'ocre, en particulier l'ocre rouge, selon qu'elle est utilisée au quotidien ou à des occasions particulières. On pourra remettre en cause cette vision si comme Watts, on considère que beaucoup des pratiques chez les chasseurs-cueilleurs relèvent d'un système symbolique et mythologique qui a souvent été ignoré par les témoins qui rapportent les activités quotidiennes de culture très éloignées de la leur. Mais on pourra aussi opposer l'argument inverse, à savoir qu'au contraire beaucoup de témoignages ont porté sur les aspects jugés les plus sensationnels des pratiques culturelles (voir Evans-Pritchard, 1965).

Ceci étant posé, nous resterons donc sur le fait qu'on ne peut voir l'utilisation de roches rouges ou jaunes comme le seul fait de pratiques symboliques. Dire que les hominiés qui ont

exploité l'ocre l'ont nécessairement utilisée dans un contexte symbolique reste un postulat. A l'opposé, nous avons vu que le rôle utilitaire de l'ocre était peut-être moins marqué que ce qui a été supposé, les exemples qui ont été choisis pour illustrer certains usages utilitaires pouvant être controversés.

Se limiter aux aspects utilitaires et/ou symboliques pour interpréter l'utilisation de l'ocre apparait donc comme une impasse, même dans des contextes récents. Pour essayer de sortir de cette opposition stricte, il est possible grâce aux exemples développés de prendre en compte d'autres considérations. L'utilisation de l'ocre dans la peinture, par exemple, est très répandue, soit pour des considérations esthétiques, soit pour remplir une fonction indexique. Nous avons vu par exemple qu'elle permet de différencier les individus selon leur sexe ou différents groupes selon les types de supports peints (excepté si les objets rentrent dans le champ totémique, où ils auront dans ce cas une signification symbolique). Ces différences d'usage peuvent avoir une influence sur le plan social. Elles peuvent permettre d'expliciter des relations entre individus ou entre groupes (voir par exemple Kuhn et Stiner, 2006 ; Wilkins, 2010). Sans que cette explicitation aille jusqu'à la création de symboles, elle peut représenter une première étape vers la constitution de systèmes symboliques.

Nous sommes donc partis d'hypothèses, pour arriver à d'autres hypothèses. Ce travail n'est toutefois en aucun cas exhaustif, et mériterait d'être poursuivi. Tout d'abord, nous avons constaté la faiblesse des interprétations fonctionnelles proposées dans un cadre archéologique, trop souvent validées sans expérimentation. D'autre part, les sources ethnographiques exploitées ici ne représentent vraisemblablement qu'une infime partie de ce qui pourrait l'être, si l'on considère toutes les aires géographiques non mentionnées, et le fait que nous avons dû nous restreindre à des travaux de synthèse. Une recherche plus systématique, prenant davantage en compte des contextes ethnographiques récemment étudiés, pourrait permettre de mieux distinguer la part usuelle (et pas seulement utilitaire) de la part rituelle de l'utilisation de l'ocre.

Synthèse

En partant d'une définition de l'ocre basée sur un matériau, et en intégrant également la façon dont il a été transformé puis utilisé, il a été possible de définir une catégorie ou une sous catégorie de vestiges répondant à des schémas d'exploitation bien établis. Du point de vue de la composition, l'ocre se définit comme une terre ou une roche contenant des oxydes ou oxy-hydroxydes de fer en quantité suffisante pour produire une poudre colorée. On reconnait également ce matériau au fait qu'il est transformé le plus souvent en poudre, par broyage, abrasion ou encore raclage. Les étapes précédant l'utilisation de la poudre sont actuellement très peu documentées. Différentes propriétés peuvent être exploitées, tandis que son utilisation fait l'objet de plusieurs considérations, principalement utilitaires, esthétiques, indexiques ou symboliques, qui sont souvent difficiles à dissocier.

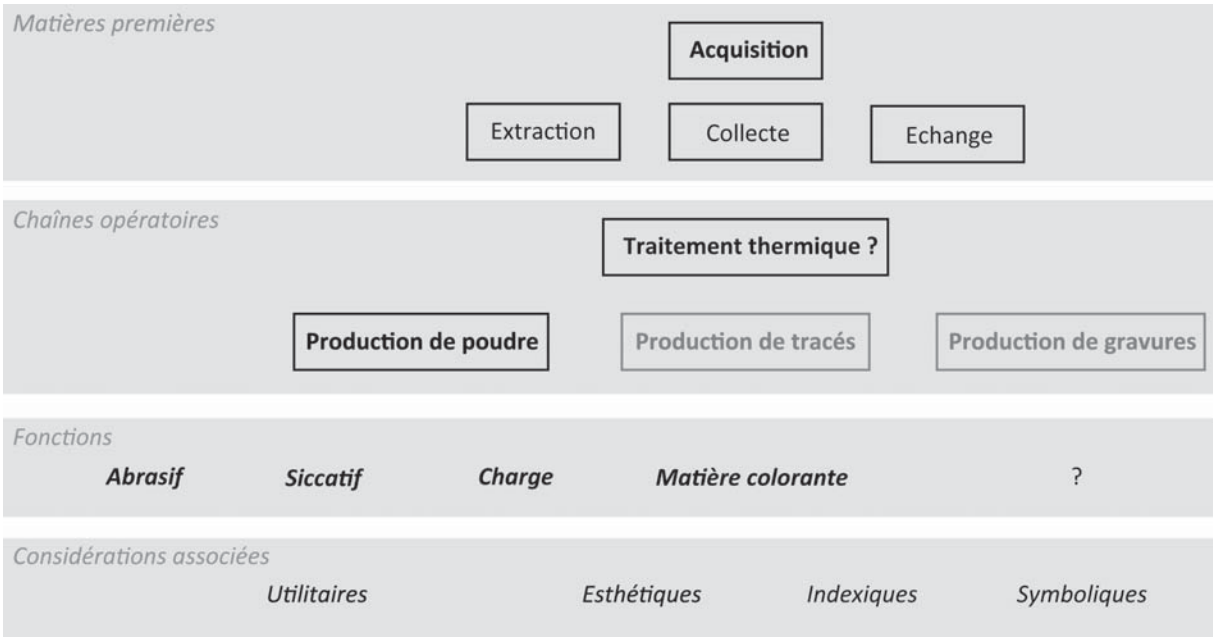


Figure 7 – Proposition de restitution du sous-système technique de l'ocre, à partir des différents éléments de bibliographie synthétisés et discutés dans ce chapitre.

II.2. Caractérisation de l'ocre : état de l'art des méthodes et protocoles utilisés

Cette partie sera consacrée à une revue des différentes méthodes utilisées pour caractériser l'ocre. L'acquisition des données via des méthodes adaptées constitue le premier niveau d'analyse du matériel archéologique. De là découle tout le reste, comme la reconstitution des stratégies d'approvisionnement, des chaînes opératoires, et l'interprétation des critères de sélection. Un bref état de connaissances sur les méthodes et protocoles mis en œuvre pour l'étude des roches ferrugineuses issues de contextes archéologiques a été retracé, afin de montrer les avantages et limites des différentes voies explorées. Au terme de ce chapitre, nous établirons quelles méthodes seront les plus adaptées au contexte et aux questions posées.

II.2.1. Matière première

a. Etude de la matière première

Dans la plupart des études détaillées sur les blocs d'ocre archéologique, la première étape de la caractérisation consiste à déterminer le type de roche, la composition minéralogique[19] et/ou la composition élémentaire des échantillons.

L'observation à la loupe binoculaire, bien que très rarement évoquée dans les publications orientées vers des résultats d'analyse, a une place à part entière dans quelques travaux récents portant sur des assemblages entiers ou des corpus conséquents (Salomon, 2009 ; Watts, 2010). La texture, la dureté ou la teinte des roches par exemple sont utilisées pour définir des catégories au sein d'un corpus. Au contraire, les analyses physico-chimiques concernent toujours un échantillonnage limité. Deux raisons expliquent la nécessiter d'échantillonner un corpus :

- le nombre conséquent d'échantillons à étudier (par exemple plus de 500 pièces pour le corpus de Pinnacle Point étudié par I. Watts).
- le caractère destructif de certaines méthodes.

[19] Nous entendons par « minéralogique », la composition en minéraux, ces derniers pouvant être identifiés d'après leur propriétés optiques (loupe binoculaire, pétrographie), structurales (diffraction de rayons X), ou moléculaires (méthodes spectroscopiques).

Concernant l'analyse minéralogique, deux méthodes dominent : la diffraction de rayons X et la spectrométrie Raman. La diffraction des rayons X (DRX) est la méthode la plus utilisée en ce qui concerne l'ocre, quelle que soit le forme de l'échantillon (blocs, résidus ou poudre) (Hovers et al., 2003 ; Alix et al., 2003 ; Jézéquel et al., 2004 ; San Juan, 2005 ; Salomon, 2009 ; d'Errico et al., 2010 ; Shaham et al., 2010 ; Wadley, 2010 ; Roebroeks et al. 2011 ; Henshilwood et al., 2011). On peut citer l'exemple des « ocres » du site de Qafzeh (Israël), datant du paléolithique moyen, dont une grande partie a été analysée par DRX (Hovers et al., 2003). La spectrométrie Raman est, quant à elle, davantage appliquée à l'étude des peintures ou des résidus d'ocre (Ospitali, 2006 ; Zilhao et al., 2009 ; Darchuk et al., 2010 ; Bonneau et al., 2011). Ceci s'explique par le fait que la DRX est une analyse globale, qui peut être réalisée sur de petites comme de grandes quantités de matière. En routine, elle s'applique principalement sur poudre. La spectrométrie Raman par contre est une analyse locale, grain par grain, mais qui peut s'appliquer sans prélèvements préalables.

En parallèle, la pétrographie est aussi couramment utilisée (Young et al, 2000 ; Hovers et al., 2003 ; Salomon, 2009), mais la nécessité d'un prélèvement ne permet pas une application systématique. D'autres méthodes (spectrométrie infrarouge, thermogravimétrie, ou spectrométrie Mössbauer) ont été utilisées ponctuellement, mais restent marginales (Fiore et al., 2008).

Les analyses minéralogiques sont presque toujours associées à des analyses élémentaires, en raison de la complémentarité des deux approches. Les méthodes utilisées dans ce cas sont encore plus nombreuses. La plupart actuellement appliquées à l'analyse des matériaux du patrimoine culturel ont été testées, comme la fluorescence X, le PIXE (Particule Induced X-ray Emission), la spectroscopie des rayons X en dispersion d'énergie (EDXS), l'activation neutronique (INAA) ou la spectrométrie de masse (ICP-MS) (voir paragraphe *b.*).

Chaque méthode a ses avantages et inconvénients. L'analyse EDXS est la seule qui ne permet pas d'avoir accès aux éléments traces, mais elle a l'avantage d'être facile à mettre en œuvre et d'être couplée à l'observation au microscope électronique à balayage (MEB). Le MEB-EXDS est donc une méthode très répandue pour une caractérisation préliminaire (Hameau et al., 2001 ; Garate et al., 2004 ; Vignaud et al., 2006 ; Salomon, 2009 ; Roebroeks et al. 2011). Les autres méthodes sont en général davantage orientées vers la recherche de provenance.

b. Sériations et recherches de provenance

Par recherche de provenance, nous entendons la mise en place d'une méthodologie déjà testée et validée par ailleurs, qui consiste à comparer un corpus archéologique à un corpus de références géologiques afin de déterminer la source d'où provient le matériau. L'étude d'un corpus de référence permet l'identification de marqueurs de sources (« fingerprint », ou signature propre de chaque source), puis, par le biais de ces marqueurs, une attribution des échantillons géologiques à l'une ou l'autre des sources est possible. Les sources doivent répondre pour cela au postulat de provenance. En l'absence de critères bien établis pour chaque source, soit parce que le nombre d'échantillon analysé est trop faible, soit parce que plusieurs sources n'ont pas pu être distinguées entre elles, il est toujours possible de donner des indications sur le contexte géologique de formation et d'estimer l'origine géologique d'un échantillon.

Lorsqu'aucune comparaison avec un corpus géologique n'est possible, il y a à nouveau deux possibilités de raisonnement. Des marqueurs de formations géologiques peuvent être identifiés, permettant à nouveau de discuter de l'origine géologique des échantillons. Les informations recueillies sur un corpus archéologique peuvent enfin conduire à l'identification de groupes. C'est la sériation.

Plusieurs méthodes d'analyse ont été employées dans l'une ou l'autre des perspectives, distinguées comme précédemment entre analyse minéralogique ou analyse élémentaire.

- **Postulat de provenance**

Lorsqu'on cherche à déterminer la provenance d'un matériau quel qu'il soit, il est nécessaire en effet de vérifier que les différences de composition entre les sources sont plus grandes que les différences de composition à l'intérieur d'une source. Les différences inter-sources définissent des « signatures » particulières pour chacune d'elles. Il est également nécessaire de s'assurer que cette signature n'est pas modifiée après acquisition. Il ne doit pas y avoir de mélanges de la matière première avec d'autres matières, ni d'altérations de la matière première, à moins qu'elles ne soient connues.

- **Approche minéralogique et pétrographique**

Du point de vue minéralogique, quelques auteurs utilisent la pétrographie ou la DRX[20] pour proposer des hypothèses de provenance. Cette approche reste de manière générale limitée : les roches collectées et assimilées à des « ocres » présentent un cortège de minéraux très répandus, comme décrit plus haut, dont l'association marque le plus souvent un type de roche et non une source précise. Quelques auteurs tentent de s'affranchir de ce problème en ne s'intéressant pas à des gisements précis mais en considérant des ensembles géologiques.

La DRX est utilisée par exemple par F. d'Errico et al. (2010) pour proposer une hypothèse de provenance pour quelques fragments d'ocres provenant d'Es Skhul (Israël). L'identification d'un marqueur, l'hydroxylapatite, permet de proposer une aire de provenance possible par comparaison avec les indications de la carte géologique de la région. L'absence de prospections géologiques qui permettraient de vérifier ces conclusions ne permettent pas d'établir si cette approche est généralisable.

En parallèle, l'observation en lumière polarisée analysée au microscope en transmission permet à N. Attard Montalto et collaborateurs (2012) de distinguer différents types de roches ferrugineuses provenant de l'île de Malte. Toutefois les échantillons archéologiques comparés à ces sources diffèrent significativement de celles-ci par des ajouts d'autres composants.

- **Eléments traces et analyses statistiques**

Bien que plusieurs études sur les éléments traitent de la question de la provenance, très peu sont parvenues à discriminer des sources de manière fiable, le nombre de sources ou d'échantillons étant souvent trop faible (voir Tableau 11).

Parmi les travaux les plus aboutis pour définir une provenance à partir des éléments traces des sources, il faut citer en premier lieu ceux de R. Popelka-Filcoff, qui développe dans sa thèse une méthode basée sur l'analyse des éléments majeurs et traces par INAA et un traitement statistique des données (Popelka-Filcoff, 2006). Les corrélations entre les éléments traces et le fer sont calculées pour déterminer les éléments associés positivement au fer. Les rapports entre le fer et ces éléments (ou plus précisément les logarithmes des rapports) sont ensuite traitées par analyses multivariées, analyses en composantes principales (ACP) ou analyses canoniques discriminantes. Cette méthode permet de s'affranchir de la variabilité du taux de fer au sein

[20] Au sens strict la DRX est une analyse cristallographique. Pour la caractérisation des matières premières minérales, elle est toutefois utilisée pour identifier des minéraux, sans prendre en considération d'éventuelles différences de structures.

d'une même source. Plusieurs ratios sont ensuite isolés pour discriminer entre des sources géologiques ou pour réaliser des sériations parmi des échantillons archéologiques. Ce protocole a été appliqué à des sources d'ocre des USA, d'Australie, et à des échantillons de poudre provenant du site archéologique péruvien Jiskairumoko (Popelka-Filcoff et al., 2007a ; 2007b ; 2008 ; 2011). Le postulat de provenance est bien vérifié.

Parallèlement, plusieurs mines d'hématite du Botswana et du Nord de l'Afrique du Sud ont fait l'objet d'une étude relativement similaire. La même méthode d'analyse a été utilisée (INAA), mais, cette fois, les éléments traces et non leurs ratios avec le fer ont été utilisés dans l'analyse canonique discriminante (Kiehn et al., 2007 ; Kiehn, 2008).

La dernière étape dans les recherches de provenance, qui consiste à comparer des échantillons archéologiques au corpus géologique de référence, a été testée très récemment. Reprenant la méthodologie décrite plus haut (Popelka-Filcoff, 2006), Eiselt et al. (2011) comparent différentes sources du centre de l'Arizona, documentées par ailleurs ethnographiquement, avec des échantillons de poudre rouge (« hématite ») de trois sites paléoindiens de la région. Seuls quelques échantillons archéologiques recoupent les aires de probabilité des sources. Cette étude, bien que pour l'instant la seule de son genre, montre que l'ocre répond bien à tous les critères du postulat de provenance, au moins dans la région d'étude. Les recherches de provenance utilisant les éléments traces pourraient donc être généralisées pour le matériau « ocre ».

L'avantage majeur de la méthode d'analyse utilisée dans les exemples précédents, l'activation neutronique, est sa sensibilité, qui permet de doser un grand nombre d'éléments traces. D'autres méthodes présentent une sensibilité similaire, comme l'ICP-MS. Cette dernière a été utilisée avec succès pour étudier des minerais de fer et des inclusions dans des alliages médiévaux (Desaulty et al., 2008 ; Leroy, 2009). Une provenance probable a ainsi été déterminée pour des objets en métaux ferreux. L'ICP-MS pourrait donc être appliquée pour l'étude des ocres.

L'INAA et l'ICP-MS sont toutefois des méthodes invasives et destructives. Beck et al. (2011 ; 2012) ont donc cherché à développer la méthode PIXE, applicable directement en surface d'échantillons archéologiques en travaillant en « faisceau extrait » (pas de chambre d'analyse sous vide). Cette méthode est moins sensible, mais son application en surface d'objet avec des résidus et de blocs d'ocre sans prélèvement montre qu'il est possible de réaliser une sériation

par cette méthode. La comparaison avec un corpus géologique serait à présent nécessaire pour déterminer si les groupes observés sur deux sites archéologiques correspondent bien à des groupes de provenance. Il serait nécessaire également de vérifier la concordance entre la composition en surface et au cœur des blocs de matières premières, afin de s'assurer qu'il n'y a pas d'altération superficielle des objets. Cette opération n'a pour l'heure été réalisée pour aucun des sites archéologiques où la question de la provenance est abordée.

Référence	Cadre de l'étude	Méthodes d'analyse	Perspective de l'étude	Ech. archéo.	Ech. géol.	Traitement des données
Barham, 2002	Twin Rivers, Zambia	MEB-EDXS, XRF, ICP-MS	Sériation, origine géol.	4	2	Descriptif
Hovers et al., 2003	Qafzeh, Israël	Pétrographie, DRX, ICP-AES	Sériation, origine géol.	71	7	Descriptif
Mooney et al., 2003	Australie	Paramètres magnétiques	Provenance	2	8	Descriptif
Popelka-Filcoff et al., 2007a	Missouri, USA	INAA	Discrimination sources	-	69	Statistiques multivariées
Popelka-Filcoff et al., 2007b	Jiskairumoko, Pérou	INAA	Sériation	65	-	Statistiques multivariées
Keihn et al., 2007	Botswana	INAA	Discrimination sources	-	72	Statistiques multivariées
Popelka-Filcoff et al., 2008	Arizona, USA	INAA	Discrimination sources	-	110	Statistiques multivariées
Bernatchez, 2008	Nelson Bay Cave, Afrique du Sud	DRX, PIXE	Sériation	54	-	Descriptif
Iriarte et al., 2009	Tito Bustillo et Monte Castillo, Espagne	Pétrographie, DRX, MEB–EDXS et ICP–MS	Discrimination sources	-	24 et 24	Descriptif
Salomon, 2009	Arcy-sur-Cure, France	Observations, MEB-EDXS, XRD, pétrographie	Sériation, origine géol.	100	-	Descriptif
d'Errico et al., 2010	Es Skhul, Israël	XRD, MEB-EDXS, PIXE	Origine géol.	4	-	Descriptif
Beck et al., 2011	Abri Pataud, France	PIXE	Sériation	13	-	Descriptif
Eiselt et al., 2011	Arizona, USA	INAA	Provenance	25	54	Statistiques multivariées
MacDonald et al., 2011	Canada	INAA	Sériation, origine géol.	3	61	Statistiques multivariées
Beck et al., 2012	Arcy-sur-Cure, France	PIXE	Sériation	27	-	Descriptif
Attard Montalto et al., 2012	Malte	Pétrographie, ICP-AES	Provenance	21	58	Statistiques multivariées

Tableau 11 – Synthèse des différentes approches traitant de questions de sériation, discrimination entre sources, origine géologique et provenance recensées à partir des années 2000.

II.2.2. Transformations

a. Détermination d'un chauffage

L'analyse physico-chimique a été proposée comme recours pour déterminer si une ocre a été chauffée. Les différentes méthodes utilisées à ce jour sont basées soit sur les caractéristiques de cristaux d'hématite chauffée, soit sur les caractéristiques de grains de quartz chauffés, si l'ocre en contient.

- **Diffraction de rayons X et spectrométrie Raman**

L'une des premières méthodes utilisées pour déterminer s'il y a eu transformation thermique de la goethite est la diffraction des rayons X. Il a été montré en effet qu'une hématite obtenue par chauffage de goethite présentait un diffractogramme caractéristique, avec un élargissement de certaines raies et des inversions d'intensité relative. Les raies (102), (104), (204), et (214) sont élargies, tandis que les raies (110), (113) et (300) restent fines (Lima de Faria, 1966 ; Watari et al., 1979 ; Onoratini et Perinet, 1985 ; Pomiès, 1997 ; etc.). Toutefois les mêmes anomalies attribuées à une hématite issue de chauffage ont été observées plus tard sur les diffractogrammes d'hématites naturelles (Pomiès, 1997). Il faut donc s'appuyer sur d'autres éléments pour pouvoir démontrer qu'une ocre a été chauffée, à moins de bien connaître les sources d'approvisionnement des échantillons étudiés.

La détection de maghémite a été proposée en second lieu comme marqueur de chauffe. Il s'agit dans la plupart des cas d'un bon marqueur, mais qui nécessite, comme l'élargissement anisotrope des raies de l'hématite, de connaître par ailleurs les sources d'approvisionnement (voir II.3.2, b.).

Une autre méthode structurale, la spectroscopie Raman, a été testée il y a peu pour étudier des hématites chauffées (de Faria et Lopes, 2007). L'hématite chauffée présente des bandes plus larges qu'une hématite bien cristallisée et une bande supplémentaire qui n'ait pas présente dans le spectre théorique de l'hématite pure (bande à 657 cm^{-1}). Toutefois, ces caractéristiques sont observées par ailleurs sur des hématites naturelles. Elles caractérisent un désordre, non nécessairement le résultat d'un chauffage de goethite. La spectrométrie Raman peut toutefois être utile pour détectéer la maghémite. En effet, les raies de la maghémite sont très proches de celles de la magnétite par DRX. La spectrométrie Raman est utile pour trancher entre les deux oxydes (voir par exemple Neff, et al., 2004). Contrairement à la DRX, la spectrométrie Raman nécessite plusieurs points de mesures pour une analyse grain par grain.

Elle est plus adaptée à la caractérisation fine de mélanges ou de prélèvements de petite taille (inférieure au mm).

- **Diffraction de rayons X et Microscopie électronique en transmission**

Etant donné les limites des méthodes structurales, une autre méthode a été proposée pour mettre en évidence un chauffage de goethite, la microscopie électronique en transmission (MET), permettant l'observation des cristaux d'hématite. La présence de pores dans ces cristaux est caractéristique d'une chauffe entre environ 250 et 600°C. A partir de cette méthode et de la DRX, un protocole complet a été mis par M.-P. Pomiès et l'équipe du LRMF (actuel C2RMF) (Pomiès, 1997 ; Pomiès et al., 1999 ; Pomiès et al., 2000). Les deux types d'indices identifiables par DRX, forme du diffractogramme, et présence de maghémite, sont utilisés en corrélation avec l'observation de pores ou de formes de recristallisation au MET. En fonction de l'occurrence de ces différents indices, il est possible d'évaluer dans quelle mesure un fragment d'ocre rouge a été chauffé (Figure 8).

Ce protocole a été appliqué avec succès à divers sites Paléolithiques (Pomiès, 1997 ; 1999 ; Salomon, 2009 ; d'Errico et al., 2010). Il peut conduire toutefois à des indéterminations, notamment en cas d'élargissement anisotrope des raies de l'hématite mais en l'absence de pores dans les cristaux, ou en cas d'un diffractogramme normal et d'absence d'indice de recristallisation au MET.

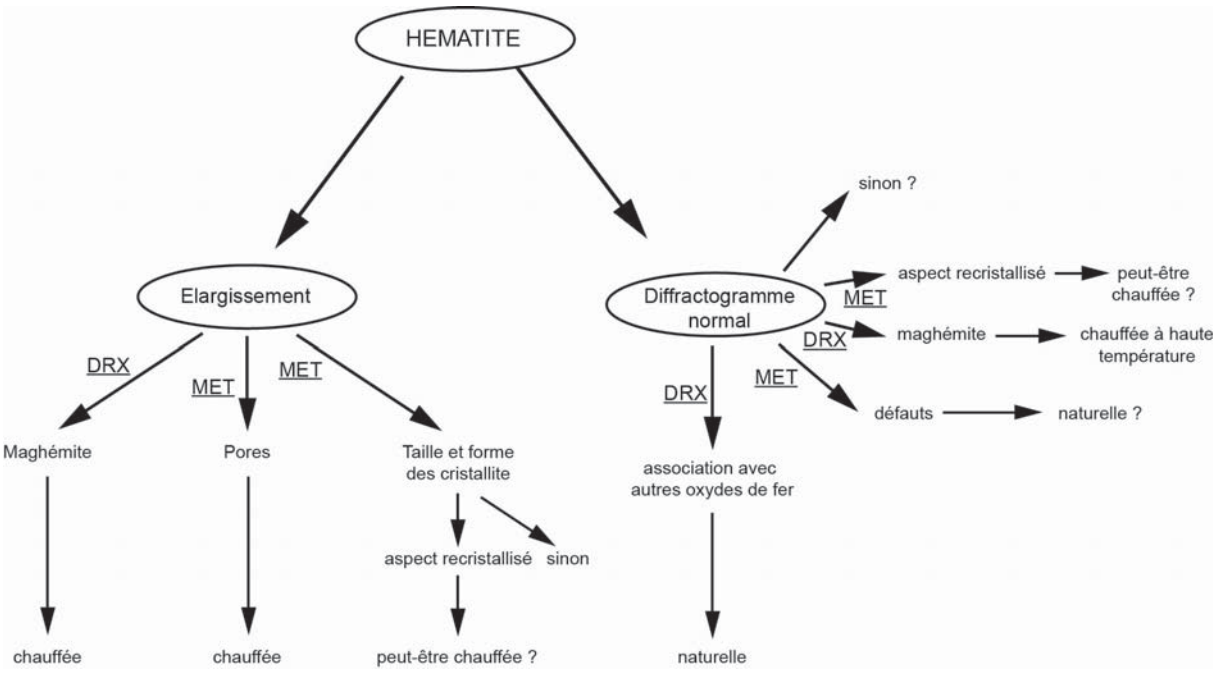


Figure 8 – Schéma illustrant le protocole d'étude du chauffage de la goethite par DRX et MET (Extrait de Pomiès, 1997).

- **Méthodes basées sur la luminescence du quartz**

L'étude de la thermoluminescence des cristaux de quartz contenus dans l'ocre a fait l'objet de quelques travaux. On trouve par exemple une référence à la réalisation d'un test de chauffage par thermoluminescence dans une étude générique des matières colorantes des sites magdaléniens de l'Ariège (Clottes et al., 1990). Un test de chauffe est l'étape préliminaire réalisée avant toute datation (voir par exemple Aitken, 1985; Roque et al., 2005). Il s'agit d'acquérir les courbes de thermoluminescence du quartz (ou autres minéraux dans le cas de mélanges polyphasés) d'un échantillon archéologique, avec ou sans irradiations préalables. Pour un échantillon chauffé dans le passé à une température équivalente suffisante, on doit observer une croissance du signal de thermoluminescence en fonction de la dose d'irradiation ajoutée.

Plus récemment, une méthode plus complexe a été mise au point. Cette méthode consiste à étudier les « caractéristiques d'activation thermique » (TAC) du quartz contenu dans l'ocre, c'est à dire la réponse (ou « sensibilité ») du pic de thermoluminescence du quartz à 110°C, en fonction d'une température de cycle atteinte. Pour cela, on fait subir à l'échantillon des cycles d'irradiation/chauffage, avec une dose d'irradiation constante et une augmentation de la température équivalente de chauffage (température atteinte pendant un temps constant) à chaque cycle. Ce protocole a été appliqué sur quelques fragments d'ocre retrouvés sur le site de

Qafzeh (Israël) (Godfrey-Smith et Ilani, 2004), et sur des grès ferrugineux d'un site paléolithique français (Lahaye et al., 2006). Ce protocole est toutefois long à mettre en œuvre, et nécessite de réaliser en parallèle des expériences de chauffe sur des matériaux géologiques.

Les méthodes basées sur la luminescence ont l'inconvénient majeur de ne pas pouvoir définir l'oxyde ou oxy-hydroxyde de fer présent avant chauffe dans l'échantillon. Toutefois, elles peuvent permettre de définir s'il y a eu chauffe ou non, lorsque d'autres méthodes ne permettent pas une conclusion définitive. Autres inconvénients, elle nécessite obligatoirement la présence de quartz (ou autres minéraux luminescents) et le recours à un prélèvement. Entre les deux protocoles de luminescence que nous venons de décrire, le premier est le plus rapide à mettre en œuvre et celui qui nécessite le moins de matière.

Référence	Cadre de l'étude	Méthodes	Expérimentations	Ech. archéo.
Onoratini, 1985	13 sites en Provence	DRX	11 goethite nat.	60
Clottes et al., 1990	La Vache, France	TL		1
Pomiès, 1997	*Expérimental* ; 2 sites, France	DRX, MET	Goethite syn., 1 goethite nat.	30+15
Pomiès, 1997, Pomiès et al., 1998	Troubat, France	DRX, MET	Goethite syn.	53
Baffier et al., 1999	Arcy-sur-Cure, France	DRX, MET		3
Pomiès, 2000	Lascaux, France	DRX, MET		4
Godfrey-Smith et Ilani, 2004	Qafzeh Cave, Israël	TL		4
Pomiès, 2005 ; San Juan, 2005	Bois-Ragot, France	DRX, MET		14
Lahaye, 2006	La Honteyre, France	TL		4
De Faria et Lopes, 2007*	-	Raman	Goethite syn., 1 goethite nat	-
Salomon, 2009	Arcy-sur-Cure, France	DRX, MET	?	70
Salomon, 2009	Combe-Saunière 1, France	DRX, MET	?	?
Salomon, 2009	Les Maîtreaux, France	DRX, MET	?	?
d'Errico et al., 2010	Es-Skhul, Israël	DRX, MET	?	4
Gialanela et al., 2011	Riparo Delmari, Italie	DRX, Raman, MET	3 éch. goethite nat.	6

Tableau 12 – Synthèse de l'ensemble des études de chauffage de l'ocre recensées sur échantillons archéologiques.

*Seule étude uniquement expérimentale, mais qui a contribué significativement à évaluer l'intérêt de la spectrométrie Raman pour étudier le chauffage de goethite.

b. Etude des traces de transformations mécaniques

Les traces de transformation mécanique sont pour la plupart des traces macroscopiques telles des stries ou émoussés. Les méthodes employées pour l'identification de ces stigmates sont donc principalement la loupe binoculaire ou le microscope optique (Hodgskiss, 2010 ; Rifkin, 2011). La loupe binoculaire suffit pour l'observation des principaux stigmates et traces d'usures laissées par les procédés de transformation mécanique. Elle apparait plus limitée pour caractériser certains émoussés et polis, qui sont plus souvent décrits par microscopie (voir Hodgskiss, 2010).

Quelques méthodes plus sophistiquées permettent d'appréhender la topographie de surface d'un objet, comme la microscopie confocale ou le microscope électronique en mode d'imagerie topographique. H. Salomon, par exemple, utilise un microscope confocal par codage chromatique à champ étendu, ce qui lui permet de réaliser des profils d'ondulation de la surface, permettant d'estimer la périodicité des stries et striations, la forme de leur profil (en U ou en V) et leur largeur (Salomon, 2009).

Dans tous les cas, l'identification ne peut se faire que par comparaison avec un corpus expérimental adapté, selon la méthodologie développée en tracéologie. Deux études expérimentales ont permis la publication d'un référentiel important, toutes deux sur du matériel géologique provenant d'Afrique du Sud (Hodgskiss, 2010 ; Rifkin, 2011).

II.2.3. Synthèse : choix de méthodes

Parmi la longue liste de méthodes d'observation et d'analyse que nous venons de citer, il est nécessaire de faire un choix. Ceci est particulièrement vrai pour la caractérisation globale et les recherches de provenance, pour lesquelles la quasi-totalité des méthodes d'analyse utilisées sur solides cristallins a été testée.

En ce qui concerne l'identification des matières premières, le MEB-EDXS et la DRX sont les plus méthodes les plus courantes. Elles ont l'avantage d'être applicables directement en surface de petits objets et elles sont parmi les méthodes les plus courantes et les plus aisées à mettre en œuvre. Elles sont surtout complémentaires, l'une permettant l'observation et l'analyse élémentaire, l'autre l'analyse « minéralogique ». Elles sont donc idéales pour une première approche, qui pourra être pratiquée sans avoir recours à un prélèvement. Les autres méthodes,

spectrométrie Raman ou infrarouge, par exemple, n'ont pas été exclues mais les quelques tests effectués sur des pièces archéologiques ont donné des informations soit redondantes de la DRX, soit plus difficiles à exploiter[21].

Nous avons vu en second lieu l'importance de l'examen visuel. La classification des matières premières à l'échelle du corpus sera réalisée par ce moyen, en utilisant la loupe binoculaire pour des observations plus précises. Les différents critères d'observation devront cependant être contrôlés, les roches ferrugineuses étant particulièrement difficiles à classer (voir II.1.1).

Pour les recherches de provenance, il est difficile d'établir quelle voie favoriser parmi celles qui ont été testées, étant donné que le succès de l'une ou de l'autre dépend en partie du contexte. Plusieurs méthodes seront donc mises en œuvre pour caractériser au mieux les sources géologiques et mettre en évidence des indices de provenance. Le MEB-EDXS et la DRX ayant déjà été choisis, ce seront les premières méthodes appliquées, en surface, mais également sur poudre pour la DRX. Après quelques tests, la pétrographie n'a pas été retenue, les textures étant très similaires entre les sources, et les minéraux difficilement identifiables (argiles).

Parmi les différentes méthodes utilisées pour doser les éléments traces, il est nécessaire de faire un choix. Etant donné les difficultés inhérentes au matériau (variabilité minéralogique, relative abondance des sources), il est préférable de privilégier en premier lieu une méthode sensible, pour permettre le dosage d'un maximum d'éléments traces possibles. Les probabilités d'isoler des éléments discriminants seront ainsi plus grandes. Nous avons opté pour l'ICP-MS, car elle nécessite souvent moins de matière que l'INAA, pour des sensibilités équivalentes ou supérieures (voir Régert et al., 2006). En parallèle, la méthode PIXE sous « faisceau extrait » et la fluorescence X sont les seules pouvant être appliquées en surface. Pour une analyse non invasive, c'est la première qui a été retenue, pour des questions de facilité d'accès, aucun critère technique ne permettant de les départager.

En ce qui concerne le chauffage, il existe finalement trois méthodes principales, la DRX, la TL et le MET. Les difficultés pour établir un diagnostic de chauffe à partir d'une seule méthode incitent à les conserver toutes les trois. Cette partie de l'étude nécessitera de travailler en

[21] La spectrométrie infrarouge par réflectance, qui permet des analyses non invasives, a été testée au Laboratoire de Spectrométrie Infrarouge au MnHN, en collaboration avec F. Fröhlich et A. Badou. Les spectres des argiles se sont avérés complexes, et auraient nécessité de réaliser des analyses sur poudre en parallèle pour confirmer et préciser l'interprétation des spectres.

La spectrométrie Raman s'est avérée plus longue à mettre en œuvre que la DRX. Elle n'a été utilisée que pour identifier la maghémite dans les échantillons archéologiques en parallèle de la DRX.

grande partie sur prélèvements. La spectrométrie Raman a été en partie laissée de côté, la DRX ayant été sélectionnée par ailleurs. Elle peut être utile pour confirmer l'identification de la maghémite lorsqu'il y a un doute en DRX.

L'examen visuel et la loupe binoculaire, enfin, apparaissent comme le moyen le plus adapté pour passer en revue l'ensemble du corpus et identifier les traces d'usure et les stigmates de taille sur les pièces. Les traces diagnostics des différents procédés s'observent en effet très bien aux grossissements permis par la loupe binoculaire. La microscopie optique en revanche n'a pas été employée, car elle aurait nécessité une étude expérimentale à part entière, dépassant le cadre de ce travail.

Synthèse

Au terme d'une revue critique sur les différentes méthodes proposées dans la littérature, nous pouvons proposer une liste de méthodes et une ligne directrice pour la mise en place d'un protocole adapté à l'analyse de surface d'une part, et aux particularités du contexte de Diepkloof Rock Shelter d'autre part.

Les résultats des méthodes suivantes seront présentés :

- **Observation macroscopique**
- **MEB-EDXS**, en surface
- **MET** (sur poudre)
- **DRX**, en surface et sur poudre
- **ICP-AES** et **ICP-MS**, sur poudre
- **PIXE**, en surface
- **Thermoluminescence** (sur poudre)

Le nombre important de méthodes retenues malgré la prise en compte des dernières avancées réalisées pour la caractérisation de l'ocre est le reflet de la variété de questionnements abordés et la complexité du matériau.

Chapitre III. Etude de cas : l'assemblage de Diepkloof Rock Shelter

III.1. Contexte archéologique

Situé près de la côte Ouest de l'Afrique du Sud, à 180 km au Nord du Cap, le site de Diepkloof Rock Shelter domine une petite vallée au milieu d'un paysage semi-aride. L'abri est localisé au sommet d'un promontoire rocheux, au sein de formations de conglomérats et de grès quartzique (formations Table Mountain). Le promontoire en lui-même est creusé par plusieurs abris, dont Dieploof Rock Shelter, le plus grand, est orienté face à la rivière qui coule à environ 140m en contrebas (Verlorenvlei). Sa forme caractéristique le rend très repérable dans le paysage local, constitué d'un sol sableux (sandveld) et de petits éperons rocheux sur lesquels pousse un couvert végétal de buissons épineux.

Figure 9 – Localisation de Diepkloof Rock Shelter, Western Cape.

Figure 10 – Promontoire sur lequel se dresse l'abri et paysage environnant.

Les fouilles à Diepkloof ont débuté dès 1973, sous l'impulsion de J. Parkington en collaboration avec C. Poggenpoel. Ces derniers ne se sont intéressés qu'aux dépôts Later Stone Age. La reprise de ces fouilles dans les années 80 a montré la présence d'épais dépôts attribués au Middle Stone Age. A la fin des années 90, une équipe française conduite par J.-P. Rigaud et J. Parkington dans le cadre d'un programme joint Université Bordeaux1 et Université du Cap, s'est fixé pour principal objectif de mener une étude comparative des changements techniques et culturels survenus entre - 100 ka et - 30 ka dans le sud de la France et en Afrique australe. Il s'agissait notamment de rechercher, et de comparer, les causes et les modalités de transition entre le Paléolithique moyen et le Paléolithique supérieur d'une part, le MSA et le LSA d'autre part. Le site de Diepkloof a notamment été retenu en raison de son potentiel que l'on pouvait déjà pressentir à l'examen des coupes du sondage pratiqué en 1973 par Parkington et Poggenpoel.

Depuis le lancement du projet Diepkloof, en 1998, une campagne de fouille d'un mois a eu lieu chaque année, la dernière remontant au mois de novembre 2011. Au total, trois aires différentes ont été fouillées par les différentes équipes (voir Texier et al., 2011 ; Parkington et al., en préparation) (Figure 11) :

- Une tranchée, débutée par un sondage en 1985, au sud de l'abri, et étendue vers le nord (Sondage R. Yates).
- Une zone à l'arrière de l'abri, à l'ouest, également étendue à la suite d'un sondage (sondage Parkington, 1973).
- Une zone centrale permettant le lien entre la tranchée et le secteur arrière (Projet Diepkloof).

La zone centrale constitue aujourd'hui le secteur principal. Les fouilles de ces trois dernières années se sont concentrées sur cette zone, en particulier pour la définition des différentes occupations archéologiques. Les dépôts MSA y ont notamment été fouillés dans ce secteur jusqu'au fond rocheux de l'abri, sur plus de 3m de puissance pour une surface de 3m2 (carrés L6, M6, N6). Une grande partie du matériel étudié ou en cours d'étude ayant servi à l'établissement de la séquence culturelle, en particulier pour ce qui concerne les unités stratigraphiques des complexes les plus anciens, provient de ce secteur. Les fouilles sont actuellement étendues ensuite plus à l'ouest (carré M et N, de 7 à 9) pour établir la jonction et les corrélations stratigraphiques avec la séquence stratigraphique déjà visible dans le sondage de 1973. Le contexte est donc idéal pour une étude selon l'axe chronologique dans la partie où la puissance stratigraphique est la plus importante, ainsi que pour une étude sur le plan spatial dans la partie haute.

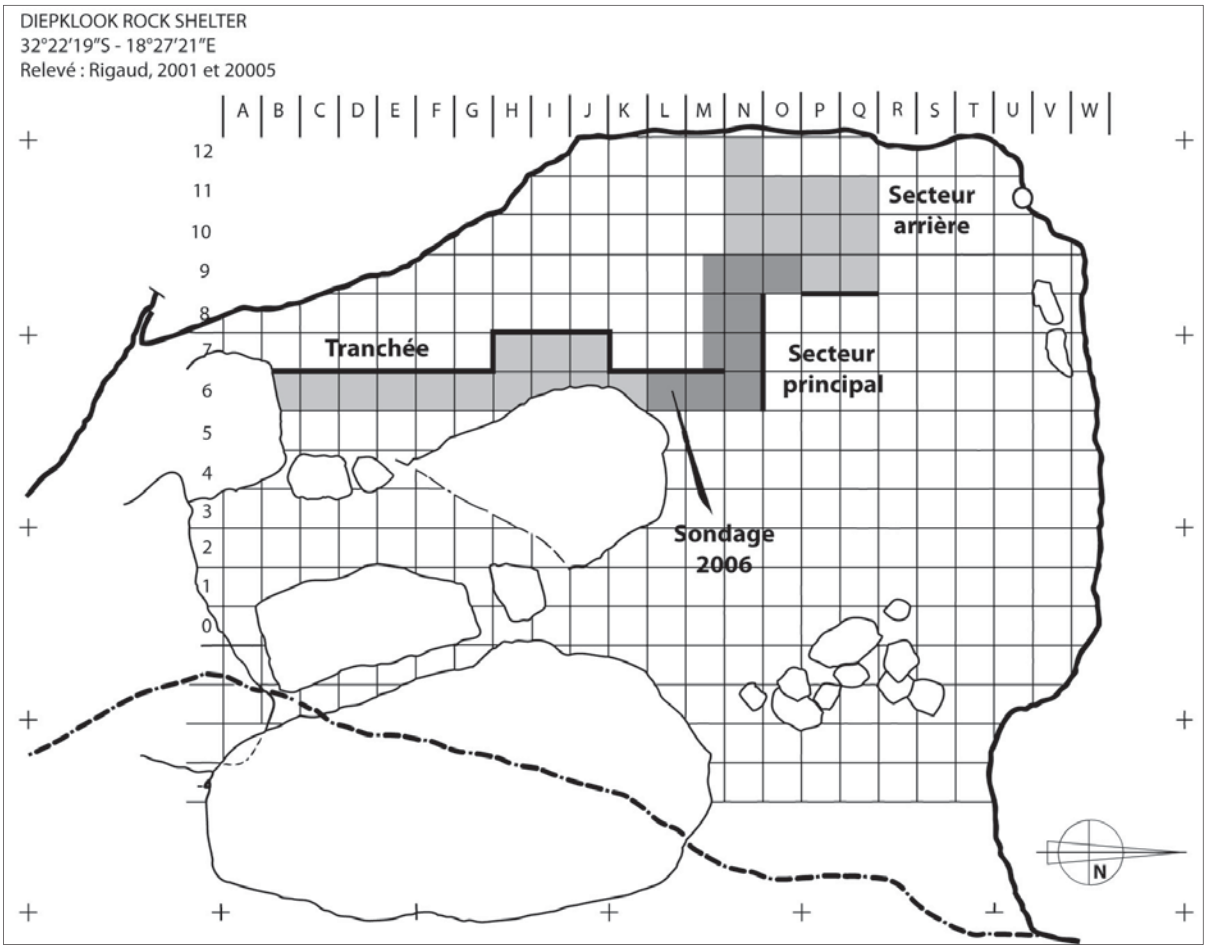


Figure 11 – Plan du site et de la fouille. Les secteurs fouillés ou en cours de fouille sont indiqués en gris. Trois zones distinctes peuvent être considérées, selon l'historique des fouilles.

III.1.1. Stratigraphie et matériel mis au jour

La stratigraphie de Diepkloof se caractérise comme plusieurs autres abris sous roches sud-africains par une succession complexe de lentilles sablo-limoneuses, plus ou moins épaisses et plus ou moins étendues. En accord avec l'origine majoritairement anthropique d'une partie de ces dépôts, notamment dans la partie supérieure de la séquence, et de la faible épaisseur de certaines d'entre elles, elles ont été regroupées en unités stratigraphiques (notées US). Certaines de ces US peuvent être suivies sur plusieurs mètres et peuvent ainsi servir de référence. Conformément à l'usage des fouilles précédentes, des prénoms ont été utilisés pour désigner les différentes US. Ils ont été générés dans le respect de l'ordre alphabétique. Au total, 53 US ont été identifiées au niveau du secteur principal, là où la puissance stratigraphique est la plus importante de l'abri. (Figure 12).

Aucun hiatus tangible n'a été observé dans la stratigraphie. Toutes les unités sans exceptions contiennent du matériel archéologique. La datation par thermoluminescence et OSL en différents points de la séquence permet d'estimer les couches les plus anciennes à 110 ka environ, et les plus récentes à un peu plus de 50 ka (Jacobs et al., 2008 ; Tribolo et al., 2009 ; Tribolo et al., 2013).

Le matériel mis au jour comprend de nombreux vestiges de production d'outils lithiques (éclats, lames, lamelles, pièces à dos, nucleus et fragments), quelques macro-outils type meule et de très rares percuteurs. Les restes fauniques sont plus ou moins bien conservés en raison de l'action contemporaine ou post-dépositionnelle, du piétinement, du feu et du développement de cristaux de gypse et de sel qui est responsable d'une intense fragmentation de ces vestiges. Les charbons de bois sont remarquablement conservés et extrêmement abondants. La carbonisation et la salinité des sédiments ont permis la préservation exceptionnelle d'éléments comme des restes carbonisés de graines et même de fleurs. L'ocre rouge, et les coquilles d'œufs d'autruches y sont également remarquablement bien préservés. La présence de très nombreux fragments d'œufs d'autruche gravés de motifs géométriques, associé à l'Howiesons Poort, est unique à ce jour en Afrique australe (Texier et al. 2010). L'industrie osseuse est en revanche totalement absente des restes osseux, ainsi que tout objet de parure, comme des coquillages percés par exemple.

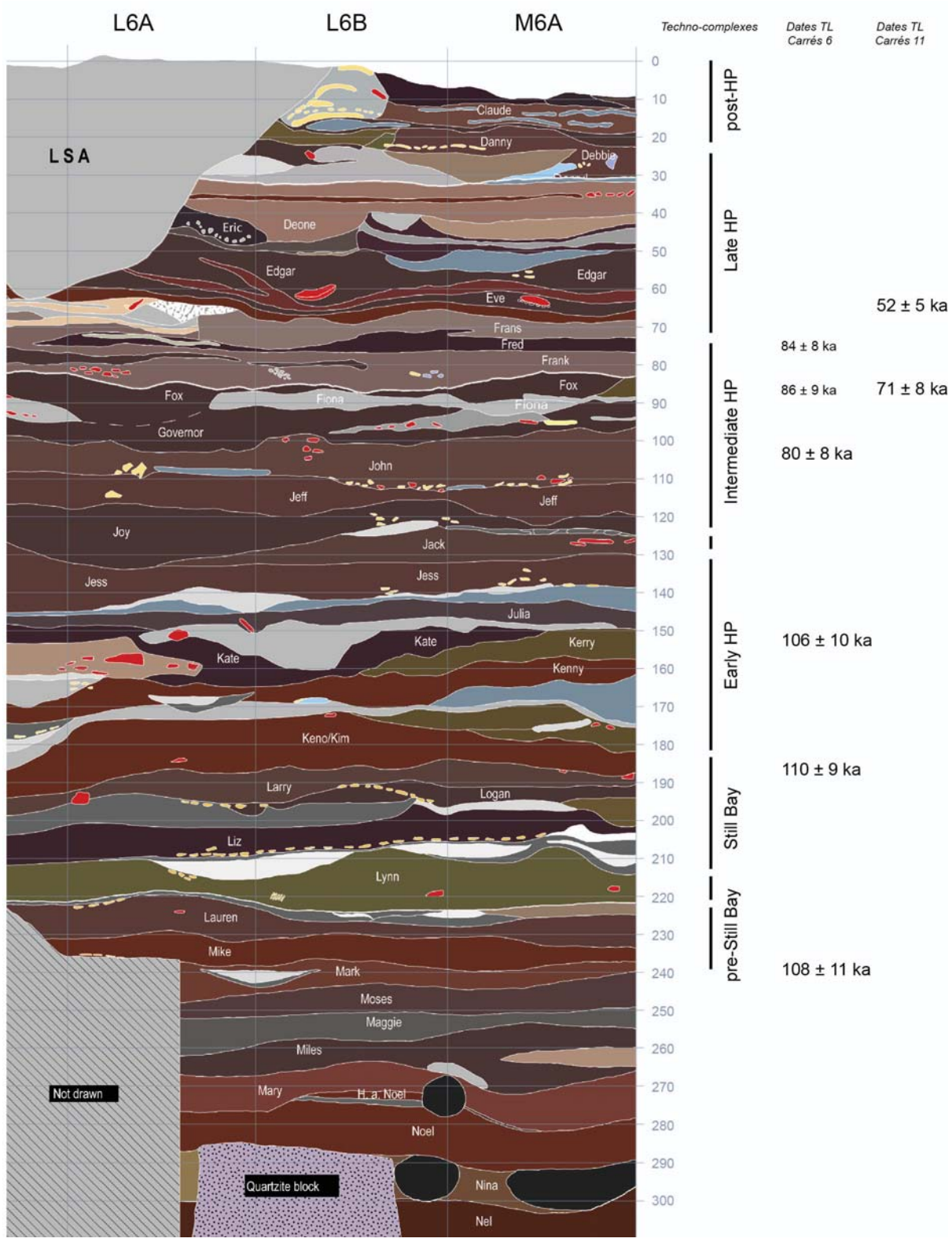


Figure 12 – Coupe frontale de la séquence complète de Diepkloof, au niveau du secteur principal, techno-complexes identifiés et datations les plus récentes obtenues par TL et OSL (Coupe : C. Miller et G. Porraz, DAO P.-J. Texier ; Séquence lithique : G. Porraz ; Datations : C. Tribolo, N. Mercier).

La découverte de restes fragmentaires d'ossements humains dans le haut de la séquence (US Gavin et HB Georges, Howiesons Poort) permet de confirmer l'occupation du site par l'homme anatomiquement moderne (Verna et al., soumis).

a. Micromorphologie et mise en place des dépôts

La séquence de Diepkloof présente deux ensembles d'unités stratigraphiques d'aspects différents. Le bas de la séquence est marqué par des unités plutôt épaisses, ayant une composante en grains de quartz importante, en parallèle de la présence de charbons, d'os brûlés et de matière organique (Miller et al., 2013). Le remplissage est en grande partie dû à la désagrégation des parois de l'abri, en parallèle de l'action anthropique. L'absence de tri granulométrique ainsi que l'absence de structure des différents composants indique un remaniement par piétinement (anthropique ou biologique). Quelques foyers ont été observés, constitués d'une couche de charbons, surmontées d'une couche de cendres.

A partir des US John et surtout Governor, les lentilles cendreuses et charbonneuses de faible épaisseur se multiplient tandis que les grains de quartz deviennent plus rares, montrant une intensification des activités anthropiques. Si quelques structures de combustion peuvent encore être discernées, couches de cendres et de charbons n'ont pas nécessairement de structures. Il s'agit vraisemblablement de vidanges de foyers, ainsi que des restes de combustion de végétaux disposées en couches (Miller et al., 2013). Ces derniers sont interprétés comme des « feu de maintenance », pratiqués sur des « couches » en végétaux après usage, similaire à ce qui a été proposé à Sibudu Cave (Goldberg et al., 2009).

Des phénomènes diagénétiques complexes impliquant divers sels solubles et insolubles comme la halite, du gypse ou des phosphates ont affecté la séquence. Ceux-ci participent dans certains cas à une induration marquée des dépôts. Des cristaux de sels sont souvent observés sur les vestiges. L'origine de ces phénomènes et le ou les moments de leur apparition restent encore à déterminer.

b. Cadre chronologique

En fonction des différentes campagnes de datations par TL et OSL, selon le laboratoire et le protocole appliqué, des âges différents ont été obtenus (Jacobs et al., 2008 ; Tribolo et al., 2009 ; Tribolo et al., 2013). Du point de vue chronologique, elles ont conduit à deux interprétations différentes. Les âges déterminés par Z. Jacobs et collaborateurs (2008) suggèrent

que les phases HP et SB ont été de durée relativement courte (60-65 ka et 71-72 ka respectivement) et séparées par un gap sur plusieurs sites sud-africains, dont Diepkloof. Les données TL et OSL obtenues par C. Tribolo et collaborateurs (2009, 2013) suggèrent au contraire une longue durée pour l'HP de Diepkloof (ca. 52±5 - 105±10 ka) et un SB plus ancien qu'à Sibudu ou Blombos (âge moyen 109±10 ka). Le protocole employé par ces auteurs est par ailleurs discuté sur la base d'une caractérisation détaillée du sédiment et des objets datés.

L'analyse technologique montre cependant qu'un modèle de longue durée est plus plausible qu'un modèle de courte durée pour l'HP : seul le haut de la séquence (*Intermediate* et *Late* HP) à Diepkloof est comparable à l'HP dans les autres sites sud-africains connus, ce qui pourrait expliquer que des âges différents aient été obtenus. De plus, les complexes SB et HP apparaissent en continuité stratigraphique et ni la micromorphologie ni l'analyse technologique ne suggèrent la présence d'un gap temporel. Le premier modèle ne semble donc pas s'appliquer à Diepkloof.

c. Techno-complexes et assemblages lithiques

La séquence principale de Diepkloof a été divisée en neuf complexes en fonction des caractéristiques de l'assemblage lithique. Leur définition repose principalement sur la typologie des outils et les modalités de débitage, suivant les données déjà acquises sur le MSA d'Afrique australe (Porraz, 2008 ; Porraz et al., 2013). Du bas vers le haut, l'analyse technologique a permis d'identifier :

- Une phase MSA dont la caractérisation reste en suspens.
- Une phase MSA ancien de type Mike (US Mike et Laureen)
- Une phase pre-Still Bay (US Lynn).
- Une phase Still Bay (5 US, de Leo à Keeno).
- Une phase Early Howiesons Poort (6 US, de Keegan à Jess)
- Deux US distinctes de l'HP, Jude et Jack, entre l'Early HP et l'Intermediate HP.
- Un ensemble HP (14 US, de Jeff à Debbie), pouvant être séparé en deux phases, une intermédiaire et une plus tardive.
- Une phase post-Howiesons Poort (3 US, de Danny à Claude).

Le MSA ancien de type « Mike » se caractérise par une production d'éclats triangulaires, principalement obtenus à partir de quartzite local. A partir de l'US Leo, les

pointes bifaciales obtenues par façonnage d'éclats dominent l'assemblage d'outils formalisés. Elles définissent la phase SB telles que décrites par ailleurs en Afrique australe.

A ce niveau de la séquence, une double transition est observée, à la fois dans la typologie des outils et l'exploitation des matières premières. Les pointes façonnées bifaciales laissent la place à des outils sur lames, outils de type pièces esquillées pour la plupart. En parallèle, les quartzites locaux sont délaissés au profit de silcrètes non locaux. Des traces d'emmanchement sont associées aux outils, avec parfois des résidus d'adhésif (Igreja-Dearaujo et Porraz, 2013). Les lames sont produites selon des modalités similaires à ce qui a été décrit pour l'Howiesons Poort de Klasies River Mouth par exemple. Chronologiquement, les différentes séries de dates réalisées sur le site montrent toutes que ces caractéristiques apparaissent plus tôt que dans la plupart des autres sites, tandis que les outils géométriques formalisés montrent des variantes. Ce complexe a donc été désigné « Early » HP (Jacobs et al., 2008 ; Tribolo et al., 2009 ; 2013).

Deux US se distinguent à ce niveau de la séquence, rassemblées dans un complexe appelé par défaut MSA type Jack. L'outillage y est beaucoup plus diversifié, et le tranchant des pièces à dos est retouché, comme s'il s'agissait de racloirs, ce qui n'est le cas pour aucune autre unité HP. Elles sont considérées différemment des ensembles HP les précédant et leur succédant.

Au-dessus, l'Howiesons Poort se caractérise par quelques pièces à dos et des pièces encochées ou étranglées (voir Figure 13C). Cette phase intermédiaire (Intermediate HP) précède une phase plus tardive, où les pièces à dos deviennent majoritaires (Late HP) (Figure 13D). Des résidus d'adhésif sont visibles sur plusieurs outils et supports. Il s'agit d'un adhésif sombre, composé de résine de *podocarpus*, un résineux local aussi appelé yellow tree (Charrié-Duault et al., 2013).

Au post-HP, en dernier lieu, l'exploitation des silcrètes non locaux diminue au profit du quartzite. Les supports sont moins réguliers qu'à l'HP (moins de supports laminés), et la typologie des outils n'est plus aussi caractéristique.

Les informations essentielles qui se dégagent de cette séquence sont donc d'une part l'importance des changements au cours du temps, changements qui se font davantage en continuité qu'en discontinuité, et d'autre part une certaine complexité de l'Howiesons Poort, présentant non pas une mais plusieurs identités (Porraz et al., 2013).

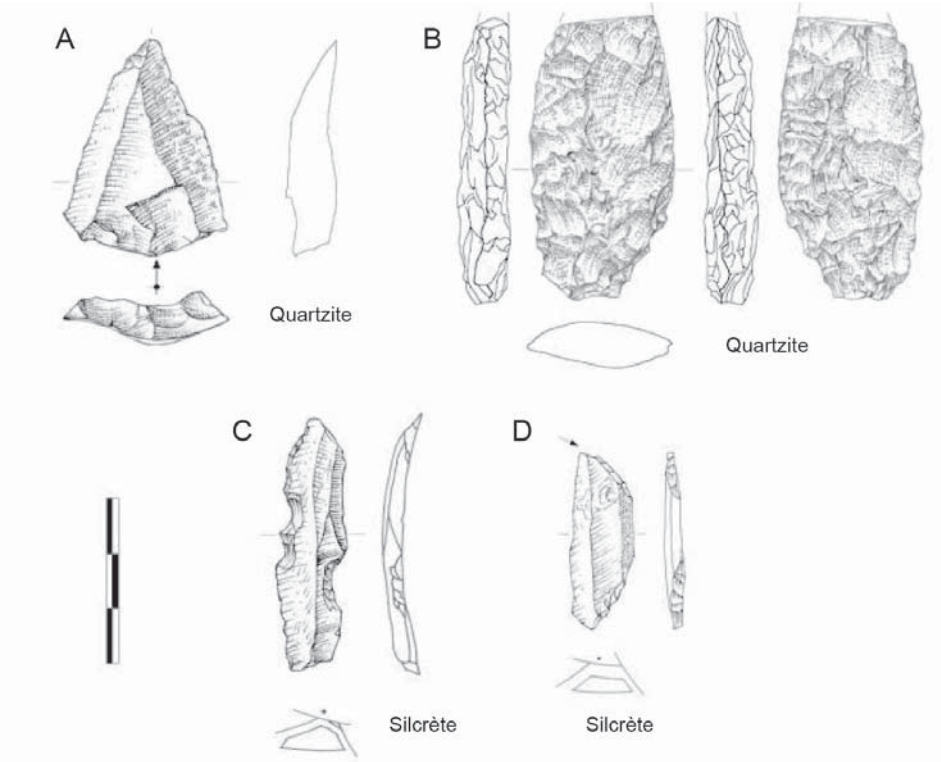


Figure 13 – Outils caractéristiques des différents techno-complexes rencontrés dans la séquence de Diepkloof. A. Eclat triangulaire (pointe Levallois dans ce cas), pré-Still Bay (MSA type Mike). B. Pointe bifaciale foliacée Still Bay. C. Lame étranglée Howiesons Poort, phase intermédiaire. D. Pièces bi-tronquées caractéristiques de l'Howiesons Poort, phase tardive (Dessins : Michel Grenet).

d. Faune, végétation et paléo-environnements

L'étude des restes fauniques montre la présence d'une faune africaine typique, avec en particulier la présence de nombreuses espèces d'antilopes et autres ongulés. La comparaison des faunes trouvées en contexte MSA avec celles trouvées en contexte LSA est intéressante, elle met en évidence un climat plus humide, avec davantage de précipitations pour le Pléistocène (Klein et Steele, soumis). Il faut noter également que malgré l'éloignement de la côte, située à 14 km en aval, de nombreux mollusques marins, comme des moules, ont été collectés par les hommes du MSA, ainsi que des restes de dauphins dans le Still Bay et des restes de phoques dans les niveaux supérieurs.

La végétation quant à elle est très variée. Les charbons de bois mis au jour témoignent de l'exploitation par l'homme de différents biomes, forêts, arbustes ou « fourrés ». Des fleurs carbonisées de proteas, un arbuste typique des régions montagneuses du Cap, ont notamment été découvertes dans les couches HP. La présence de certains types de végétations tend à confirmer que le climat global était plus humide qu'aujourd'hui (Cartwright, soumis).

e. Œufs d'autruche gravés

La particularité du site de Diepkloof réside dans la production de gravures associées à l'Howiesons Poort. Elles représentent des motifs géométriques abstraits, comme des bandeaux hachurés, exclusivement réalisés sur des œufs d'autruche (Texier et al., 2010 ; Texier et al. soumis). Au moins cinq motifs différents ont été identifiés, tous réalisés selon les mêmes règles de production (Figure 14). Si ce type d'ornementation était connu auparavant pour le LSA, leur présence en contexte MSA est encore très peu documentée. Certains groupes San, les !Kung, se servent actuellement d'œufs d'autruche comme contenants pour des liquides (Lee, 1979 ; cité par Texier et al., soumis). Neuf fragments d'œuf d'autruche trouvés dans les niveaux de Diepkloof présentent un bord caractéristique d'une perforation. Les œufs gravés de Diepkloof s'assimilent donc tout à fait à des contenants utilisés pour stocker des liquides.

Les fragments trouvés à Diepkloof sont de petite taille, fracturés par piétinement, et sont très souvent brûlés. La teinte rouge qu'ils peuvent prendre lorsqu'ils sont chauffés a d'abord été interprétée comme la présence d'une coloration en surface. Toutefois, aucun oxyde de fer ou autre pigment minéral n'a été identifié à l'analyse chimique (MEB-EDXS). Il s'agit donc bien d'une chauffe (Dayet et al., 2009 ; Texier et al., 2010). De même, aucune trace de pigments n'a été observée à l'intérieur des gravures, bien que cette pratique ait été documentée chez certains groupes San (Lee, 1979).

Les plus anciennes coquilles gravées ont été découvertes dans l'US Jess, estimée à plus de 100 ka, à la fin de l'Early HP. Elles sont ensuite principalement concentrées des US Fanny à Darryl. Il s'agit donc d'une longue tradition qui couvre l'ensemble de l'HP intermédiaire et tardif. Cette continuité de production de gravures, ainsi que la diversité des motifs observés, montrent la maîtrise d'un système complexe de signes par les hommes ayant occupé l'abri. Elle constitue l'un des indices les plus tangibles permettant d'argumenter en faveur de l'existence de comportement symbolique (au sens strict) sur le site.

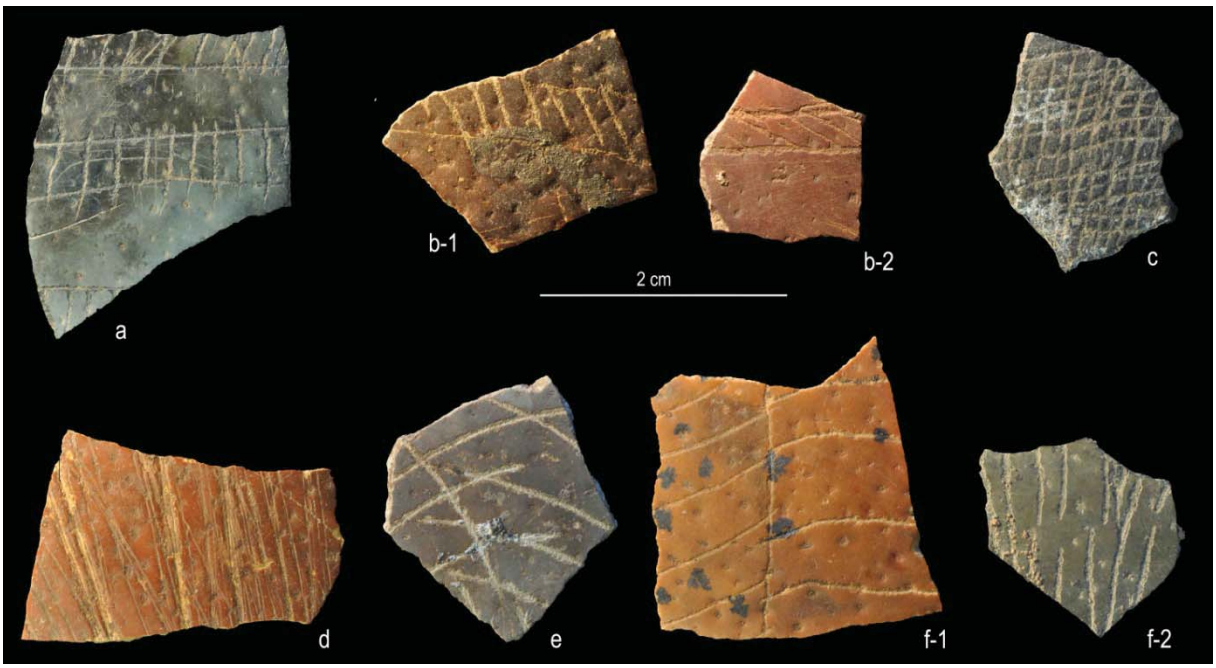


Figure 14 – Quelques uns des principaux motifs géométriques identifiés parmi les gravures (Photos : Pierre-Jean Texier).

III.2. Corpus d'étude

III.2.1. Corpus archéologique

La présence d'ocre sur le site de Diepkloof est signalée dès les premiers rapports de fouille en 1999. Les vestiges attribués à l'ocre se présentent sous forme de fragments de roches ou nodules, plus rarement sous forme de poudre et résidus sur objets. Le premier article de synthèse publié sur le site décrit brièvement quelques unes des pièces facettées et « crayons » d'ocre mis au jour (Rigaud, 2006). Avec la poursuite des fouilles, le nombre de pièces n'a cessé de croître. L'inventaire actuel en compte déjà plus de 1000. Elles sont réparties sur tout le site, et tous les carrés de fouille sans exception en ont livrées.

Les blocs sont de teinte rouge, souvent violacée ou rosée. Aucun fragment d'ocre jaune n'a été trouvé. Si des blocs noirs, identifiés comme des blocs d'oxydes de manganèse, sont répertoriés sur quelques autres sites sud-africains (Watts, 2002), rien ne laisse supposer que tel est le cas à Diepkloof. Il s'agit donc bien d'ocre, au sens large.

a. Tri et inventaire

Les vestiges issus des fouilles de Diepkloof sont actuellement conservés au département d'archéologie de l'Université du Cap. L'état de la collection d'ocres mise au jour à Diepkloof varie en fonction des secteurs de fouille. Tri et inventaire ne se sont donc pas faits dans les mêmes conditions.

Dans le secteur de la tranchée, le matériel n'a pas été séparé par sous-carré, ni coordonné dans l'espace. Les pièces ont été enregistrées par carré, toutes dans un même sac à l'exception de quelques pièces facettées, leur état de conservation n'est donc pas optimal.

Pour les autres secteurs, on distingue les pièces reconnues pendant la fouille auxquelles un numéro d'inventaire général à été donné, ainsi qu'une localisation dans l'espace, et des pièces plus petites issues du tri des refus de tamis. La plupart des pièces n'ont pas été séparées du reste du matériel lors de la fouille, un tri a donc été nécessaire pour chaque sous-carré et chaque US. Toutes les pièces d'ocre ont été isolées, puis conditionnées à part. Un numéro d'inventaire spécifique a été donné aux pièces sur lesquelles des traces anthropiques ont été identifiées. Elles ont été séparées du reste du matériel, dans des sachets individuels, pour une meilleure conservation. Ce choix d'inventaire rejoint celui mis en place pour les œufs d'autruche gravés. Un autre numéro a été attribué aux échantillons ayant été exportés en France pour analyse.

b. Sélection du corpus archéologique

Devant l'ampleur du corpus, et en raison de la documentation inégale des différents secteurs, que ce soit au niveau des méthodes de fouille, des datations disponibles, ou de la fiabilité des recoupements stratigraphiques, tout le corpus ne pouvait être étudié selon les mêmes objectifs et méthodes. Il a donc fallu faire un choix pour définir les différentes zones d'étude et l'objectif sur chacune d'elles.

Nous nous sommes concentrés en priorité sur le secteur principal. Les méthodes de fouille sur cette partie de la séquence sont toujours les mêmes, à savoir découpage de la surface et fouille par sous-carré (de 50 cm de côté) ; individualisation des objets de plus de 2 cm et des objets d'intérêt particulier, coordonnés dans l'espace ; tamisage à sec du sédiment par couche et sous-carré. De plus, au niveau de ce secteur trois sections permettent de contrôler la stratigraphie.

Au sein de cette zone, deux sous ensembles se distinguent : le sondage vertical d'une part, constituant la zone de référence, et la surface étendue sur le haut de la séquence d'autre part. Selon la logique de l'organisation de la fouille, nous nous sommes donc focalisés d'abord sur le sondage, carrés M6-N6, pour une étude de la répartition stratigraphique des vestiges, puis sur l'ensemble de la partie haute, au niveau des carrés M et N, de 6 à 9, pour documenter plus en détail les complexes Howiesons Poort.

Le corpus ainsi retenu compte un total de 665 pièces, représentant plus de 2.6 kg. La grande majorité provient de la zone M6-N6 (N=579 pièces), l'autre partie des carrés M7, 8 et 9 et N7, 8 et 9 (N=86). Un grand nombre provient des refus de tamis, et seulement 56 ont été identifiées à la fouille et coordonnées dans l'espace. A cela s'ajoute plusieurs pièces colorées de nature indéterminée, peut-être des ocres mais pas nécessairement (N=19). Elles ont été étudiées en détail pour définir si elles pouvaient ou non être intégrées au corpus.

A noter qu'au niveau de la zone de référence, les US les plus profondes enregistrées et ayant livré du matériel n'ont été bien identifiées que sur 50 cm^2, et non sur les $2m^2$ de la surface disponible (en dessous de l'US Mike). Afin de travailler sur un échantillonnage le plus homogène possible, le matériel provenant de ces US n'a pas été intégré dans la description statistique des données. Une trentaine de pièces a ainsi été mise de côté pour l'analyse archéologique du corpus, ce qui amène le nombre de pièces d'ocre pour les carrés M6-N6 a 545, plus 13 autres pièces de nature indéterminée.

Pour le haut de la séquence, quelques refus de tamis n'ayant pas encore été triés (fouilles de 2011), le nombre de pièces étudiées est nécessairement inférieur au nombre de pièces réellement présentes dans les dépôts. Pour cette raison, seules les pièces avec traces d'usure feront l'objet d'une attention plus particulière. Il s'agit d'augmenter le corpus de pièces facettées pour l'Howiesons Poort intermédiaire et tardif, pour une plus grande représentativité des données.

c. Deuxième sélection : corpus de référence pour l'analyse physico-chimique

Le corpus archéologique étant trop important pour envisager une analyse systématique par des méthodes physico-chimiques, une deuxième sélection a été opérée. Cette fois, nous nous sommes restreints à la séquence de référence (carrés M6-N6). Des pièces jugées « typiques » d'un type de matière première, les pièces assimilées à de l'ocre mais de nature ambigüe, ainsi que les pièces indéterminées, ont été inclues dans cette sélection de 98 échantillons. Contrairement à l'analyse archéologique, l'analyse physico-chimique ne nécessite pas qu'on se limite aux US supérieures, puisqu'aucune description statistique n'est envisagée. Quelques pièces des US les plus profondes ont donc fait l'objet d'analyse, pour qu'elles puissent être comparées aux US supérieures.

Afin de pouvoir étudier le matériel dans les meilleures conditions possibles, ces pièces ont été exportées en France avec l'accord de l'Université du Cap et de l'Agence sud-africaine du patrimoine (South African Heritage Ressources Agency). Des prélèvements ont ensuite été réalisés sur 29 des pièces jugées les plus intéressantes pour comparer analyses de surface et analyses invasives. Aucune d'elles ne présentaient de traces de transformation ou d'utilisation par l'homme. L'analyse détaillée de ces échantillons a servi à affiner le protocole de caractérisation.

III.2.2. Prospections géologiques

La connaissance du contexte géologique local apparait primordiale pour une caractérisation adaptée du corpus archéologique et pour l'étude des matières premières, types et provenance. En effet, référencer les sources et décrire les matières premières disponibles autour du site ne permet pas seulement de discuter des questions d'approvisionnement, c'est également disposer d'un corpus de comparaison pour toutes les méthodes utilisées. Il peut servir à mieux décrire les caractéristiques des roches en fonction d'un contexte connu, à documenter leur état d'altération naturel, à définir l'abondance relative de chaque type de ressource, etc.

Dans cette étude, la collecte d'échantillons géologiques s'est avérée indispensable. En effet, avant d'envisager d'effectuer des prélèvements sur les échantillons archéologiques, toutes les méthodes d'observation et d'analyse utilisées dans ce travail ont été testées sur échantillons géologiques. Ces tests ont permis de limiter le recours aux prélèvements sur échantillons archéologiques.

a. Description du contexte géologique

La carte géologique au 1:250 000 de la région répertorie une partie des formations ferrugineuses présentes dans les environs du site. Il y est fait état de seulement deux types de roches susceptibles d'avoir été exploitées comme « ocre », les shales, décrits comme des lits colorés, parfois rouges, et les ferricrètes, décrits comme des formations secondaires type paléosols. Les grès et quartzites de la région présentent souvent des teintes rouges mais ne sont pas nécessairement des grès ferrugineux.

Les shales se rencontrent dans les trois types de formations sédimentaires proto-Paléozoïques et Paléozoïques[22] autour du site de Diepkloof : les formations Malmesbury, Klipheuwel et Table Mountain, des plus anciennes aux plus récentes (Figure 15).

Les formations Malmesbury, issues du système Nama, ont subi un léger métamorphisme, globalement plus important que les formations supérieures (Du Toit, 1954 ; Saggerson et Turner, 1999). Les lits de shale n'y sont pas repérés de façon spécifique, ils sont décrits comme des

[22] Ces formations sédimentaires étant parmi les plus anciennes affleurant actuellement, leur histoire est nécessairement complexe, et les données concernant leur formation et leur composition sont partielles. Les roches métamorphiques sont les plus étudiées, en raison de la présence de diamant dans certaines régions d'Afrique du Sud.

shales schisteux (*phylitic shales*), au sein de formations calcaires et de grauwackes[23]. Les affleurements les plus proches sont localisés à une vingtaine de km du site.

Au-dessus, les formations Klipheuwel sont décrites comme des affleurements de shale aux couleurs vives, parfois accompagnés de grès et conglomérats. Ils sont répartis de façon sporadique en discontinuité avec les formations Malmesbury. Certains de ces lits sont situés à un peu plus de 5 km du site.

Enfin, les formations Table Mountain, constituant la base du système du Cap, entourent directement l'abri. Les shales y sont décrits comme des lits fins au milieu de complexes de grès quartzitiques. Ils sont rarement indiqués sur la carte. L'un de ces lits est présent directement dans l'abri. Il se situe au fond d'une anfractuosité s'étendant sur tout le fond de l'abri, creusée peut-être naturellement mais aussi par l'homme (exploitation probable au moins au LSA). Quelques fines bandes de shale colorées sont répertoriées plus à l'Est dans cette formation (à plus de 20 km). Les étages supérieurs du système du Cap, les formations Bokkeveld, n'affleurent qu'à plus de 40 km à l'Est. Des shales y sont présents, mais ceux-ci ne sont pas nécessairement ferrugineux.

Les ferricrètes sont décrits dans la notice de la carte de façon vague, comme formations tertiaires à quaternaires, ce qui ne permet pas d'identifier un horizon où ils se seraient formés préférentiellement. On constate toutefois qu'ils sont souvent localisés à proximité des formations Malmesbury. De manière générale, les formations Malmesbury sont celles qui ont subi les phénomènes d'altérations les plus intenses dans la région. Il est fréquent de trouver des silcrètes en relation avec ce contexte, ce qui est plus rare dans les autres (Roberts, 2003). Par analogie, ferricrètes et silcrètes résultant tous deux de phénomènes de dissolution/recristallisation dans les roches ou dans les sols, on peut s'attendre à ce que les ferricrètes soient préférentiellement trouvés en relation avec les formations Malmesbury.

[23] Les grauwackes sont des roches sédimentaires faiblement métamorphisées. Il s'agit de grès cimentés par des argiles, le plus souvent des chlorites, d'où une teinte tirant vers le vert.

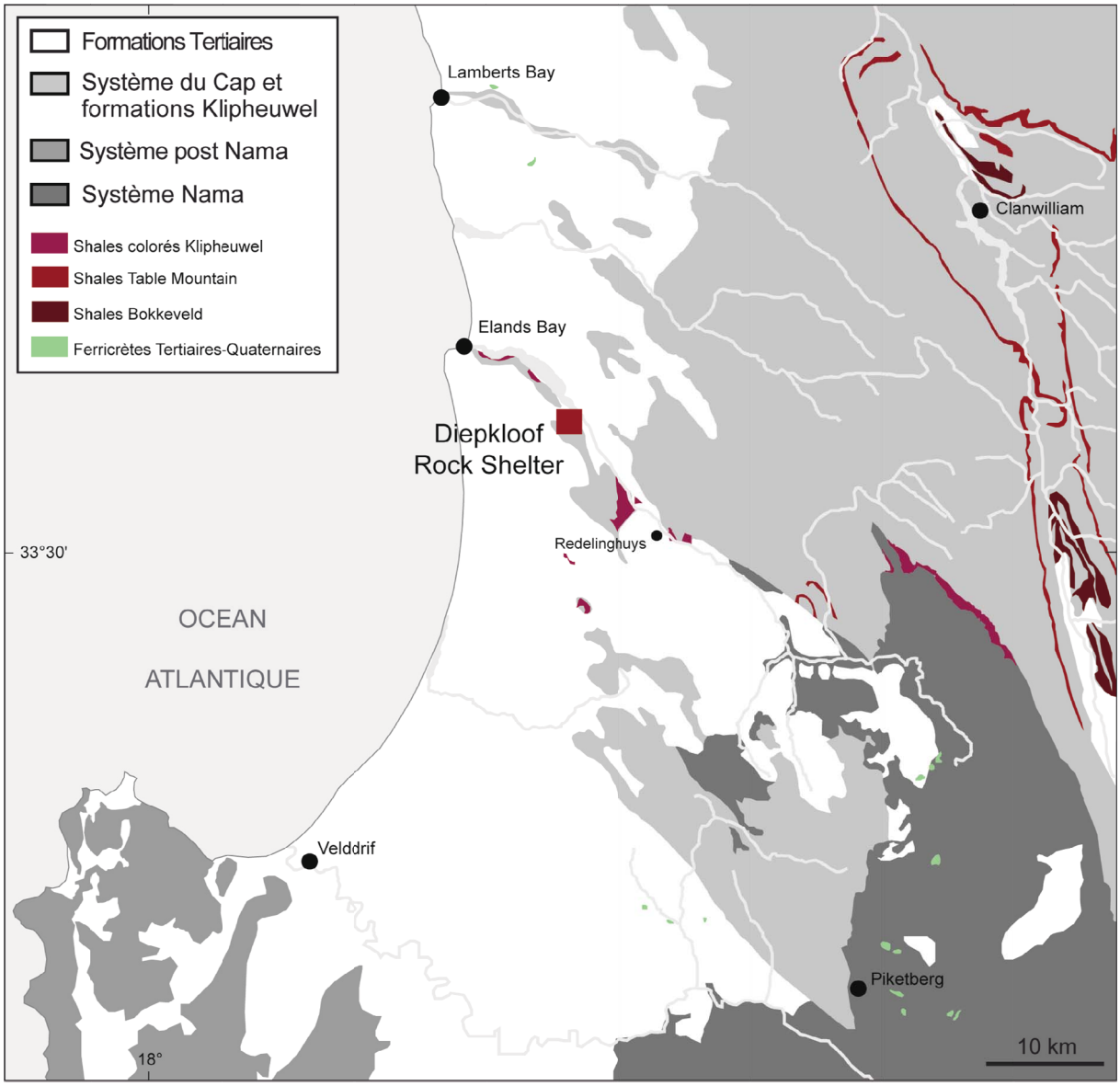


Figure 15 – Carte géologique des environs de Diepkloof Rock Shelter montrant les deux principaux systèmes de roches sédimentaires de la région, le système du Cap et le Système Nama. Des lits de shale sont indiqués dans certaines formations, mais rien ne permet de dire s'ils sont ou non ferrugineux. Des formations de ferricrètes issues de phénomènes tertiaires et quaternaires sont indiquées en certaines zones, parfois en relation avec les formations Malmesbury du système Nama. D'après la carte géologique au 1:250 000 de la région de la région de Clanwilliam (Visser et Theron, 1973).

b. Sphères d'influence et accessibilité des sources

Le contexte géologique autour de Diepkloof apparait relativement idéal pour définir les sphères locale, semi-locale et allochtone (non locale). En effet, les formations Malmesbury apparaissent définir un contexte géologique différent des formations Table Mountain et Klipheuwel, tandis qu'elles n'affleurent pas à moins de 20 km du site. La limite de 20 km a donc été choisie pour distinguer la sphère semi-locale de la sphère non locale (Porraz et al., 2008). Etant donné, en parallèle, la localisation des affleurements Klipheuwel, la limite de la sphère

locale a été établie à 5 km. Ces distances entrent typiquement dans les ordres de grandeur des rayons proposés pour définir l'origine des matières premières au Paléolithique (voir Geneste, 1988).

Il s'agit cependant du contexte géologique tel qu'il peut être perçu à l'heure actuelle. A certaines périodes, le niveau de la mer a été notablement plus bas, en particulier à l'Howiesons Poort (Compton, 2011). La ligne de rivage, actuellement située à 14 km de l'embouchure du Verlorenvlei, pourrait s'être déplacée de plus de 18 km vers l'ouest, lorsque le niveau de la mer était le plus bas (stade isotopique 4, climat plus froid). On ne peut exclure la possibilité que des sources aient été exploitées au-delà de la limite actuelle du rivage. Toutefois, d'éventuelles sources dans ce secteur seraient au pire semi-locales, au mieux non locales. D'autre part, si le plateau continental est dans la continuité des formations proches du rivage, les formations Malmesbury sont peu susceptibles d'affleurer immédiatement après.

Parmi les changements possibles au niveau du paysage, il faut évoquer également la possibilité que certains affleurements n'étaient pas accessibles à certaines périodes, nomment ceux actuellement situés près du cours d'eau, dans le cas où celui-ci aurait été plus large. Ceci concerne principalement les formations Klipheuwel.

c. Sélection du corpus géologique

Après dépouillement de la carte géologique, une campagne de prospection a été menée pour repérer plus précisément les affleurements et les sources. Elle a été orientée en priorité selon l'axe de la vallée du Verlorenvlei, où est situé le site, les vallées constituant souvent des axes de circulation privilégiés. L'objectif était d'échantillonner les sources les plus proches du site pour chaque type de formation.

Cette campagne a permis la documentation d'une vingtaine de sources. Des prélèvements ont été réalisés sur 12 d'entre elles, les plus proches du site pour chaque type de formation géologique (Figure 17 ; Tableau 13).

Pour les sources de shale, la longueur, et dans certains cas l'épaisseur, des dépôts a nécessité de prélever en plusieurs zones. Pour les affleurements présentant une puissance stratigraphique de plusieurs mètres, les prélèvements ont été localisés à trois hauteurs différentes. A chaque niveau, les prélèvements ont été répartis en au moins trois points de l'espace, avec pour chaque point plus de trois échantillons. La source située dans l'abri n'est pas épaisse, mais elle se poursuit à l'intérieur de la roche et affleure à nouveau dans l'abri suivant (Diepkloof Kraal Shelter). Des prélèvements ont été réalisés dans les deux abris.

Les ferricrètes se rencontrent sous la forme de nodules ou fragments de roches désolidarisés de la roche mère, en position sub-primaire, ils affleurent parfois sur plusieurs m^2 de surface. De même que précédemment, nous avons fait en sorte de prélever des nodules en différents points.

Les échantillons de ces 12 sources, 7 de shale et 5 de ferricrète, constituent notre référentiel géologique. D'après les informations recueillies, les affleurements associés aux formations Table Mountain sont locales ou semi-locales, les sources associées aux formations Klipheuwel sont semi-locales, tandis que les sources des formations Malmesbury sont clairement allochtones.

Figure 16 – Vue de quelques sources de shale. A : affleurement de shale situé au fond de l'abri, formations Table Mountain (Shale 1) ; B : affleurement de shale situé près d'Elands Bay, formations Klipheuwel (Shale 2) ; C : affleurement de shale localisé entre Redelinghuys et Piketberg, à environ 20 km de Diepkloof, formations Malmesbury (Shale 6) ; D : nodules de ferricrètes au ras du sol, formations tertiaires ou quaternaires, proche de formations Malmesbury (Ferr 2).

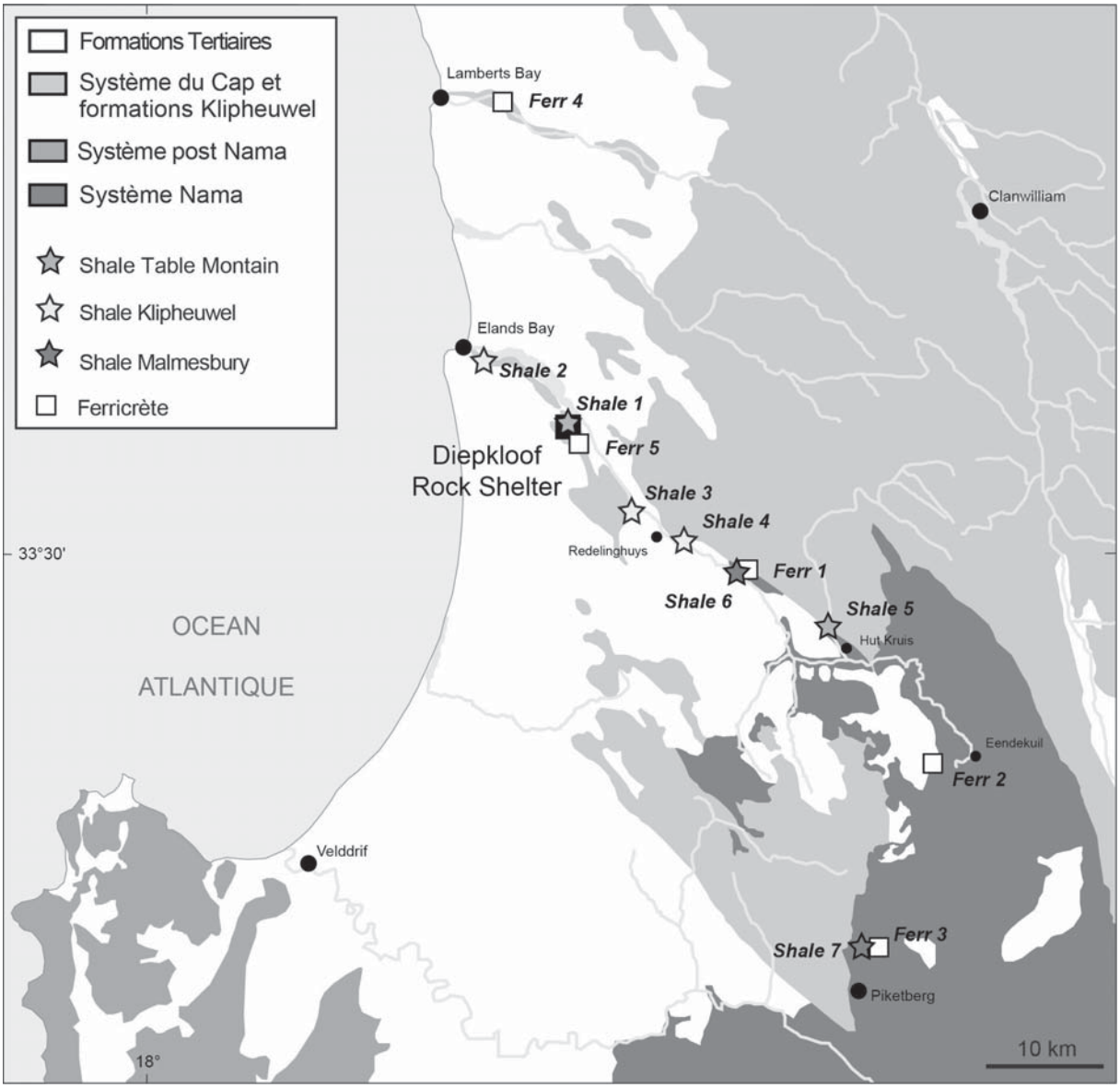


Figure 17 – Localisation des sources principales répertoriées et prélevées au cours des prospections géologiques.

Source	Formation géol.	Localisation	Ville la plus proche	Réf. analyse
Shale 1	Table Mountain	S 32°23'13'' E 18°27'10''	Elands Bay	14040 à 14055
Shale 2	Klipheuwel	S 32°18'57'' E 18°21'18''	Elands Bay	14691
Shale 3	Klipheuwel	S 32°27'30'' E 18°30'55''	Redelinghuys	14693
Shale 4	Klipheuwel	S 32°29'32'' E 18°33'47''	Redelinghuys	14694
Shale 5	Table Mountain	S 32°34'23'' E 18°43'50''	Het Kruis	14692
Shale 6	Malmesbury	S 32°31'21'' E 18°37'56''	Redelinghuys	14696
Shale 7	Malmesbury	S 32°52'36'' E 18°46'02''	Piketberg	14700
Ferr 1	Tertiary/quater.	S 32°31'21'' E 18°37'56''	Redelinghuys	14697
Ferr 2	Tertiary/quater.	S 32°42'08'' E 18°49'46''	Eendekuil	14698 et 14699
Ferr 3	Tertiary/quater.	S 32°52'25'' E 18°47'14''	Piketberg	14701
Ferr 4	Tertiary/quater.	S 32°07'16'' E 18°26'30''	Lamberts Bay	14337
Ferr 5	Surface, Table Mountain ?	S 32°23'20'' E 18°27'23''	Elands Bay	15207

Tableau 13 – Localisation des sources prélevées et étudiées.

III.3. Définition du protocole d'étude

Dans cette partie, nous allons décrire les principales étapes qui nous ont menés à établir le protocole d'étude de l'assemblage de Diepkloof. Nous avons sélectionné précédemment un certain nombre de méthodes qui présentent toutes un intérêt spécifique en fonction des questions abordées, examen macroscopique, MEB-EDXS, DRX, PIXE, ICP-MS (et ICP-OES en complément), TL et MET (voir II.2.3).

Il est possible à partir de là d'établir les grandes lignes d'un protocole. Plusieurs points restent cependant à préciser (Figure 18). Quatre axes méthodologiques ont été approfondis, répondant aux quatre objectifs nécessaires à la définition plus précise du protocole :

- évaluer la représentativité des analyses réalisées en surface des échantillons sans préparation préalable,
- établir des critères de provenance, et définir les méthodes les plus adaptées à discriminer les sources ;
- évaluer l'influence des conditions de chauffe sur les transformations de l'hématite et de la goethite ;
- comprendre les gestes impliqués dans l'usure mécanique des blocs d'ocre et préciser les critères d'identification des procédés qui pourront être utilisés par la suite.

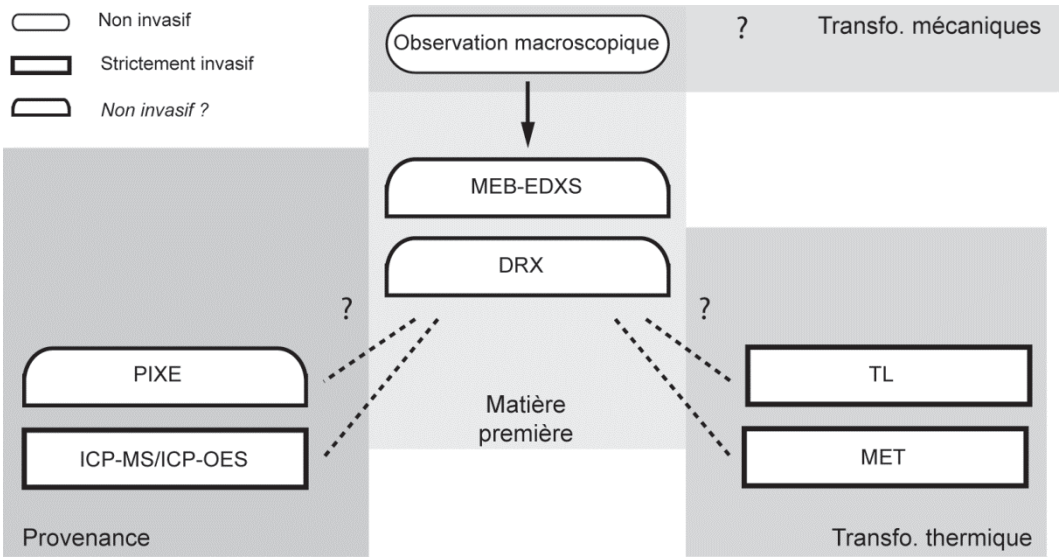


Figure 18 – Protocole proposé comme point de départ pour la caractérisation des pièces archéologiques. Le choix des méthodes, leur domaine d'application, et le type de mise en œuvre à privilégier (en surface, sur poudre ou section) restent à préciser.

Pour plus de clarté dans le discours, le principe des méthodes, les instruments, et les conditions d'analyse utilisés, ont été décrits à part, en annexe (ANNEXE I). De cette façon, nous pourrons nous focaliser sur l'approche méthodologique développée et sur les principaux résultats obtenus. Certaines conditions spécifiques pourront être rappelées pour expliquer ces résultats.

III.3.1. Evaluation des méthodes d'analyse non-invasives

L'approche invasive est considérée en chimie analytique comme celle qui donne les mesures quantitatives les plus justes et les plus précises. Elle permet, si le prélèvement concerne suffisamment de matière, de s'affranchir ou de limiter les problèmes d'hétérogénéité des matériaux naturels tels que les roches. Enfin, dans le cas d'échantillons archéologiques, réaliser un prélèvement de l'intérieur de l'objet donne une meilleure garantie de s'affranchir des problèmes d'altération des matériaux au cours de l'enfouissement.

Dans ce travail, nous avons vu que dans le but de préserver les vestiges, le recours à des prélèvements doit être limité (voir Chapitre I.3.3). L'analyse non invasive (ou totalement non destructive) apparait donc comme un intermédiaire potentiel entre ces méthodes et l'observation. Elle a été envisagée comme première approche pour déterminer la composition élémentaire et minéralogique des matières premières, qui ne peuvent que très partiellement être abordées par l'observation, voire comme moyen pour répondre directement aux questionnements plus spécifiques sur la provenance et le traitement thermique. Trois méthodes ont été choisies à cette fin, le MEB-EDXS, la DRX et le PIXE (voir instruments et conditions d'analyse ANNEXES I.3, 1.5 et I.7).

Avant de les appliquer de manière systématique, il faut définir les différentes limites induites par les conditions dans lesquelles l'analyse est pratiquée, et surtout les limites inhérentes aux matériaux, hétérogénéité et possibles altérations de surface. Cette évaluation a été réalisée à partir d'une sélection de quelques échantillons géologiques, puis sur des échantillons archéologiques aux caractéristiques proches, aux concentrations en oxydes de fer très variables.

Pour l'analyse élémentaire, ces échantillons ont été analysés en parallèle par Spectrométrie d'émission optique (ICP-OES) pour ce qui est du dosage des éléments majeurs, et spectrométrie de masse (ICP-MS) pour l'analyse des éléments traces. Ces analyses ont été effectuées par un laboratoire spécialisé dans l'analyse géochimique des roches, le SARM (Service d'Analyse des Roches et Minéraux, CRPG Nancy). La calibration a été réalisée à l'aide six standards géochimiques adaptés à la nature des échantillons (voir ANNEXE I.6). Les résultats ont donc été utilisés en partie comme référence pour évaluer la justesse du MEB-EDXS et du PIXE dans les conditions d'analyse, pour le type d'échantillon étudié. Pour le dosage des éléments traces au PIXE, un second contrôle a été réalisé à partir d'un standard de référence. Pour

l'analyse par DRX, les résultats sur poudre et en surface ont été comparés en utilisant le même appareil.

a. Analyses par MEB-EDXS

L'analyse de surface par MEB-EDXS, sans prélèvement, ni préparation préalable de l'échantillon, est rendue possible par l'utilisation d'un microscope électronique à pression variable. Les analyses sont réalisées en mode *low vaccum*, sous un vide moins poussé. Dans ces conditions, l'analyse EDXS n'est pas considérée à strictement parler comme une méthode quantitative, car les conditions ne sont pas idéales pour garantir la qualité des mesures : les échantillons ne sont pas parfaitement plans ni polis, ils sont plus ou moins poreux, etc. Le dosage est considéré comme au mieux semi-quantitatif.

On ne s'attend donc pas à pouvoir réaliser un dosage juste des éléments dans le cas d'échantillons entiers. Cependant, pour permettre de discuter de ces limites ainsi que de celles plus générales de l'analyse de surface (hétérogénéité, altérations superficielles), il est indispensable de vérifier au préalable la justesse et la précision des mesures dans des conditions les plus reproductibles possibles. Les résultats EDXS sur poudres pastillées, considérées comme homogènes à l'échelle de l'analyse, ont été comparés à ceux de l'ICP-OES (éléments majeurs et mineurs).

- **Evaluation de la justesse des mesures**

Les analyses globales sur 5 échantillons géologiques réalisées sur poudres par ICP (analyse en une seule mesure) et sur poudres pastillées par EDXS (moyenne sur plusieurs zones d'analyse) ont été comparées (Tableau 14). Pour cela, l'écart relatif entre les deux méthodes a été calculé en prenant la valeur ICP comme référence ($[Teneur_{ICP}-Teneur_{EDXS}]/Teneur_{ICP}$). Ces dernières sont considérées comme justes et l'écart relatif comme le moyen de discuter de la justesse de l'EDXS. Nous avons vérifié au préalable que les incertitudes de mesure des deux méthodes étaient du même ordre de grandeur.

Une très bonne concordance est observée pour les cinq échantillons, sur les éléments majeurs (Figure 19). La différence relative entre les mesures ICP et EDXS est toujours strictement inférieure à 10 % pour les éléments majeurs, Si et Al dans les shales, et Si, Al et Fe ou Fe seul dans les ferricrètes. En revanche, des différences non négligeables apparaissent en ce qui concerne le dosage de certains éléments mineurs, dépassant parfois les 25%. Pour les teneurs inférieures à 1 %, les incertitudes sur les mesures peuvent expliquer cette différence, celles-ci

étant parfois du même ordre de grandeur que les teneurs mesurées (Tableau 14). Ce n'est pas le cas en revanche pour les teneurs supérieures à 1 %.

Pour une poudre homogène, dans les conditions d'analyse, les résultats peuvent donc être considérés comme quantitatifs pour les éléments majeurs. Le dosage des éléments mineurs est plus problématique. Seuls les trois éléments Si et Al ou Fe, ont été conservés pour la suite de l'étude.

Ech.			SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	MnO	MgO	CaO	Na_2O	K_2O	TiO_2	P_2O_5
14043a	**EDXS**	**moy.**	**55.9**	**25.0**	**11.0**	**n.d.**	**0.9**	**0.1**	**0.5**	**5.0**	**1.1**	**0.4**
(Shale)			0.6	0.2	0.3		0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
	ICP	**moy.**	**55.6**	**25.5**	**10.9**	**0.1**	**0.8**	**n.d.**	**0.4**	**5.1**	**1.4**	**0.3**
		σ	0.6	0.3	0.2	0.1	0.1		0.1	0.1	0.1	0.1
14050b	**EDXS**	**moy.**	**46.5**	**26.2**	**16.7**	**0.1**	**1.2**	**0.3**	**0.8**	**6.3**	**1.3**	**0.5**
(Shale)		σ	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
	ICP	**moy.**	**46.6**	**26.3**	**17.0**	**0.1**	**1.0**	**0.2**	**0.4**	**6.4**	**1.7**	**0.3**
		σ	0.5	0.3	0.3	0.1	**0.1**	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
14696c	**EDXS**	**moy.**	**55.8**	**27.0**	**6.0**	**n.d.**	**2.1**	**0.1**	**2.4**	**5.7**	**1.0**	**n.d.**
(Shale)		σ	0.3	0.3	0.2		0.2	0.1	0.3	0.1	0.1	
	ICP	**moy.**	**58.0**	**26.5**	**5.1**	**n.d.**	**1.8**	**0.0**	**2.0**	**5.4**	**1.1**	**0.1**
		σ	0.6	0.3	0.1		0.1		0.1	0.1	0.1	0.1
14697a	**EDXS**	**moy.**	**2.5**	**4.0**	**89.7**	**n.d.**	**0.5**	**0.2**	**0.4**	**0.1**	**n.d.**	**2.5**
(Ferr)		σ	0.1	0.4	0.4		0.1	0.1	0.1	0.1		0.1
	ICP	**moy.**	**2.0**	**3.4**	**91.5**	**n.d.**	**0.3**	**0.2**	**0.2**	**0.1**	**n.d.**	**2.1**
		σ	0.1	0.2	1.8		0.1	0.1	0.1	0.1		
14699a	**EDXS**	**moy.**	**17.7**	**17.7**	**60.5**	**n.d.**	**0.2**	**n.d.**	**0.2**	**0.4**	**0.1**	**3.3**
(Ferr)		σ	0.2	0.2	0.4		0.1		0.1	0.1	0.1	0.1
	ICP	**moy.**	**17.5**	**17.2**	**61.8**	**n.d.**	**0.2**	**n.d.**	**n.d.**	**0.4**	**0.1**	**2.8**
		σ	0.2	0.2	1.2		0.1			0.1	0.1	0.1

Tableau 14 – Pourcentages massiques (exprimés en oxydes) des éléments majeurs et mineurs de 5 échantillons géologiques de poudre obtenus par ICP-OES (SARM) et EDXS (CRP2A). Les résultats ont été normalisés à 100 % à partir d'une liste fixe d'éléments. Pour l'EDXS, l'incertitude sur les mesures correspond à l'écart-type de la moyenne obtenu à partir de 6 mesures. Pour l'ICP, cette incertitude a été calculée à partir de 100 mesures.

Les zones grisées mettent en évidence des écarts relatifs supérieurs à 10 %, non liés au fait que les teneurs sont proches du seuil de détection (incertitudes du même ordre de grandeur que les teneurs mesurées).

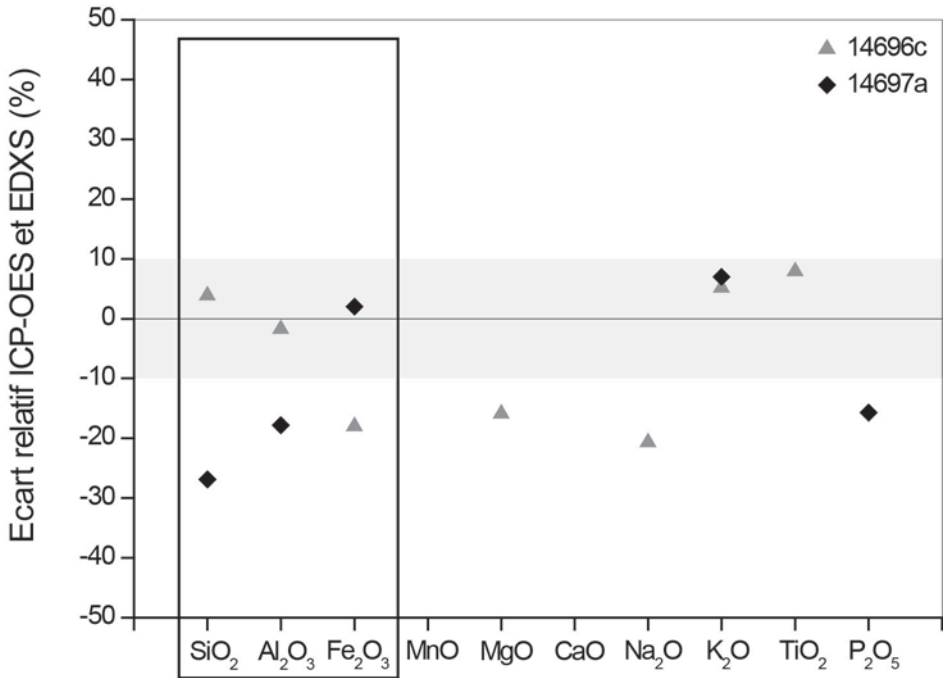


Figure 19 – Diagramme présentant les écarts relatifs entre EDXS et ICP pour les éléments majeurs et mineurs (teneurs >1%), pour un échantillon de shale avec Si et Al majeurs (14696ca) et pour un échantillon de ferricrète avec Fe majeur (14697a).

- **Hétérogénéité des échantillons et représentativité des analyses**

Afin d'estimer la représentativité des mesures en surface, l'analyse sur poudres pastillées a été comparée à l'analyse de surface sur cassure fraîche (4 échantillons, Figure 20). En surface, les analyses par EDXS ont été réalisées sur des zones d'environ 300 μm^2.

Trois des échantillons présentent des valeurs concordantes entre surface et poudre à 1σ près. Un échantillon se distingue par des écarts-types anormalement élevés pour les teneurs en Al, Si, Fe, soit les trois éléments d'intérêt. Dans ce cas précis, l'hétérogénéité de composition a été observée au moment de l'analyse. Des inclusions minérales sont dispersées aléatoirement au sein d'une matrice d'oxydes de fer. Ce cas ne s'est présenté que pour un ferricrète. Ce n'est pas tant le nombre de mesures qui est en cause, mais plutôt la taille de ces inclusions par rapport à l'échelle de l'analyse. En conséquence, pour les ferricrètes, les analyses de surface par zones permettent de caractériser en priorité la fraction fine, à moins que les inclusions de grains n'apparaissent dispersées de façon homogène dans la matrice. Le taux de fer est potentiellement surestimé par rapport à une analyse sur poudre, mais cette différence est compensée par le fait que les grains peuvent être analysés séparément et pris en compte en parallèle.

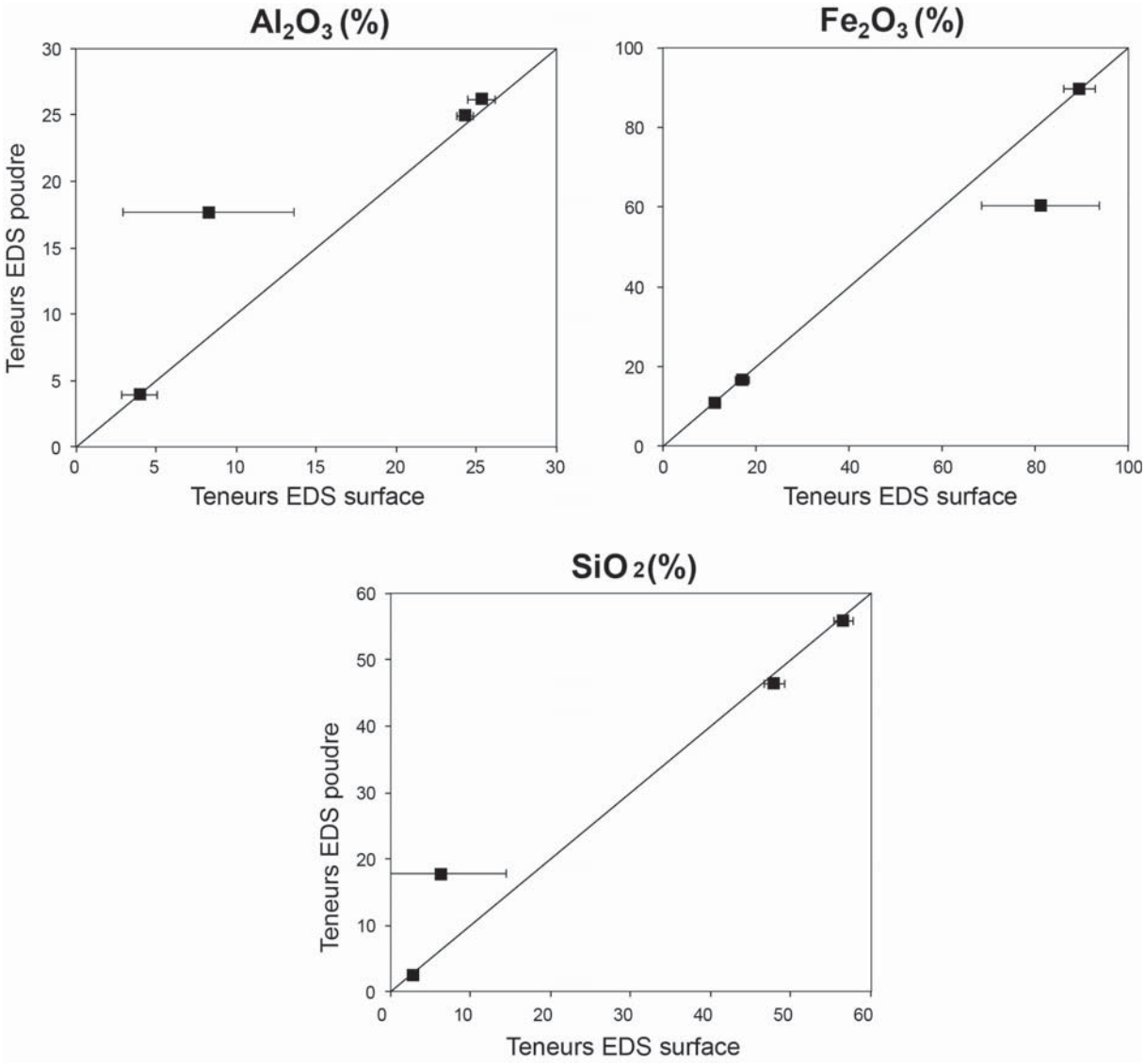


Figure 20 – Comparaison entre les résultats d'analyse sur poudre pastillée et en surface par EDXS pour 4 échantillons géologiques. Pour les poudres, la moyenne et l'écart-type ont été calculées à partir de 6 zones d'analyses, contre 5 à 18 zones pour les surfaces, selon la planéité et la taille des échantillons.

L'hétérogénéité des échantillons a été évaluée en second lieu sur sections polies d'échantillons archéologiques, aussi bien des shales que des ferricrètes (10 au total). Des zones suivant un profil de l'extérieur vers l'intérieur, puis de l'intérieur vers l'extérieur, ont été analysées, et les résultats comparés (Figure 21). Des variations de teneurs non négligeables sont observées, y compris en dehors des zones proches de la surface. Pour Fe et Si, dont les pourcentages massiques sont généralement les plus élevés, la différence entre la teneur maximale et la teneur minimale peut aller dans certains cas jusqu'à 15% en pourcentage d'oxydes. Les écarts les plus élevés s'observent dans les pièces laminées : la lamination n'est pas seulement structurelle, elle s'observe aussi au niveau de la composition.

- **Comparaison surface/profil d'échantillons archéologiques**

La surface des échantillons est caractérisée dans certains cas par la présence de dépôts. Notons qu'avant analyse les échantillons archéologiques ont été soigneusement nettoyés à l'eau distillée. Des dépôts insolubles sont malgré tout détectés, carbonates de calcium (Ca, C et O), sulfates de calcium (Ca, S et O), et principalement phosphates (Ca ou Mg, P et O). Dans ces conditions, seules les zones où P, S et Ca ne sont pas ou peu détectés peuvent être prises en compte pour une analyse globale. Il ne sera pas possible de savoir si ces éléments sont présents naturellement dans les roches étudiées.

Les teneurs moyennes en section et en surface ont été comparées, aussi bien pour des shales que des ferricrètes (6 échantillons). Celles en fer et aluminium ne sont pas significativement différentes. En effet, les moyennes et écarts-types à 1σ pour la surface (point gris) et la section (rectangle gris) sont cohérents entre eux (Figure 21). Si des dépôts sont encore présents, leur quantité est négligeable. La répartition de Si, en revanche, n'est pas la même en surface et à l'intérieur des échantillons. Systématiquement, les teneurs en SiO_2 sont plus faibles en surface, cet écart pouvant atteindre 15 % de différence. Cet écart peut être lié aux caractéristiques de la surface : les grains de quartz peuvent être recouverts d'une gangue argilo-ferrugineuse, et sont donc moins apparents en surface que sur coupe. Ceci est cohérent avec le fait que les échantillons choisis présentent une bonne cohésion, ce qui indique que les argiles sont cimentées.

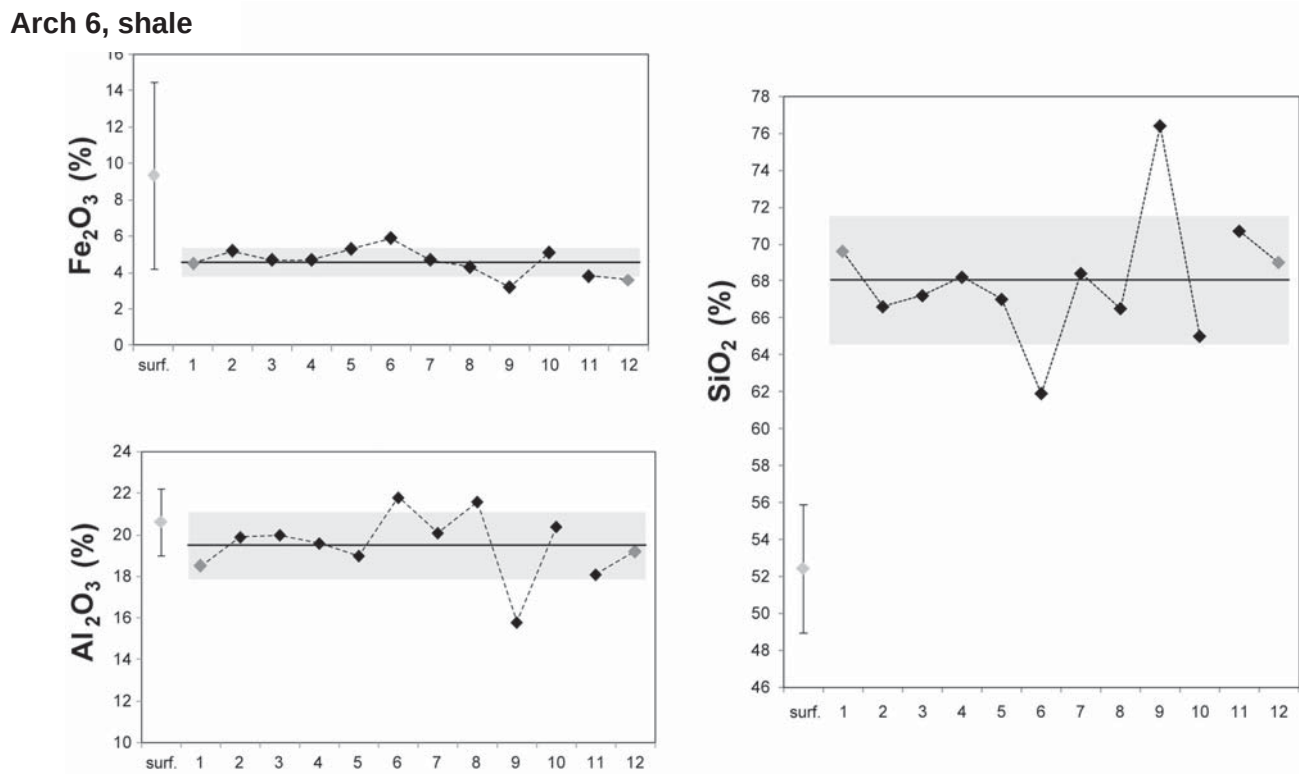


Figure 21 – Profils de composition déterminés par EDXS sur section de un échantillon de shale (Arch 6), comparé à la composition déterminée en surface. Une moyenne et un écart-type (droite et un rectangle gris) ont été calculés sur l'ensemble du profil (12 zones d'analyse). La moyenne et l'écart-type (point gris) ont été calculés à partir de 6 zones d'analyse en surface. Les résultats ont été normalisés à 100 %, en prenant en compte les éléments potentiellement présents dans les dépôts.

Synthèse des résultats

Au vu de ces résultats, on constate que la limite principale à l'analyse en surface par EDXS réside dans l'hétérogénéité des échantillons : des écarts pouvant aller jusqu'à 15% sont observés sur les éléments majeurs en fonction de la zone d'analyse, le taux de fer est surestimé dans les matrices à forte concentration en fer, et le taux de silicium est systématiquement plus bas en surface.

Si on rajoute à cela le fait que malgré un nettoyage de surface des résidus de dépôts sont toujours susceptibles d'être présents, il apparait que seuls des intervalles peuvent être donnés pour estimer la composition globale d'échantillons archéologiques. Une valeur quantitative unique serait entachée d'une erreur trop importante. Quant aux échantillons dans lesquelles des gros grains sont disséminées aléatoirement, seule la composition de la fraction fine pourra être estimée.

b. PIXE

L'analyse par PIXE en faisceau extrait permet de doser les éléments traces à partir de teneurs de quelques ppm ou quelques dizaines de ppm. De même que pour le MEB-EDXS, la qualité des résultats (justesse, précision) dépend de la planéité de la surface et de la porosité. Toutefois étant donné l'hétérogénéité des échantillons, le paramètre le plus important à prendre en compte pour l'analyse de surface sera la représentativité des analyses. Pour les éléments traces, étant donné leurs faibles teneurs, l'altération de surface devra également être discutée.

Les mesures ont été réalisées sur la ligne de faisceau dédiée exclusivement aux matériaux du patrimoine à AGLAE (C2RMF, Palais du Louvre). Avant d'analyser des échantillons archéologiques, l'influence des conditions d'analyse sur les mesures a été évaluée. En effet, selon les conditions définies par L. Beck et collaborateurs (2011 ; 2012) pour les matériaux riches en fer, il est nécessaire d'ajouter des filtres sur le détecteur de hautes énergies (filtres de Cr et d'Al) pour doser les éléments traces dont les raies sont proches de celles du fer. La présence de ces filtres peut influencer le calcul des teneurs, bien qu'elle soit normalement prise en compte par le logiciel de traitement (GUPIXWIN).

- **Evaluation du PIXE dans les conditions d'analyse**

La calibration des spectres et la détermination des paramètres de calcul ont été définies en premier lieu en utilisant un standard de référence, le standard DR-N (diorite, standard du SARM). On vérifie ainsi que l'erreur relative des mesures PIXE sur les éléments majeurs (Si, Al) et mineurs (Fe, Ca, Na, K, Mg, Ti) est strictement inférieur à 10 %. Toutefois, le nombre d'éléments traces dosés dans les conditions d'analyse est faible sur le standard, ce qui ne permet pas d'évaluer la justesse des mesures pour tous les éléments détectés dans les échantillons étudiés (seulement 9 éléments traces).

Les mêmes échantillons géologiques que précédemment ont été analysés en parallèle sur poudre pastillée, et les résultats comparés aux données ICP obtenues par ailleurs. Le calcul des teneurs a été optimisé de façon à ce que les teneurs PIXE présentent le moins d'écart possible avec celles de l'ICP (choix adéquat des paramètres d'analyse, tels que l'épaisseur des fenêtres placées devant les détecteurs). Pour chaque échantillon, une teneur PIXE moyenne a été calculée à partir de 3 mesures, leur incertitude correspondant à l'écart type de la moyenne. Il a été vérifié que l'écart relatif entre les mesures ICP et PIXE restaient inférieur à 10 % pour les éléments majeurs et mineurs (voir ANNEXE IV.1).

En ce qui concerne les éléments traces, deux tendances sont observées. Pour les éléments dont la raie principale est située à des énergies proches de celle du fer, soit avant (Cr, V, à l'exception de Mn) soit après (Ni, Cu, Zn, Ga), les valeurs déterminées par PIXE s'éloignent notablement de celles données par ICP-MS. Cette différence est particulièrement mise en évidence pour les shales, où elle est supérieure à 20 % (Figure 22). Elle peut être imputée à a teneur importante en fer. La raie du fer interfère avec celles de V et Cr (détecteur en basses énergies), tandis que les filtres modifient le signal reçu par le détecteur pour Ni, Cu, Zn, et Ga (détecteur en hautes énergies). Les teneurs PIXE pour ces éléments ne pourront donc pas être comparées aux teneurs mesurées par d'autres méthodes. A part pour Zn et Ga, il n'y a pas non plus de tendances spécifiques dans les écarts observés. Il parait plus prudent de ne pas conserver les éléments Cr, V, Ni et Cu pour la suite de l'étude.

Pour les autres éléments, l'écart relatif reste inférieur à 20 %. La différence reste élevée, mais peut être tolérable dans le cadre de recherches de provenance, si les différences entre sources sont suffisamment importantes.

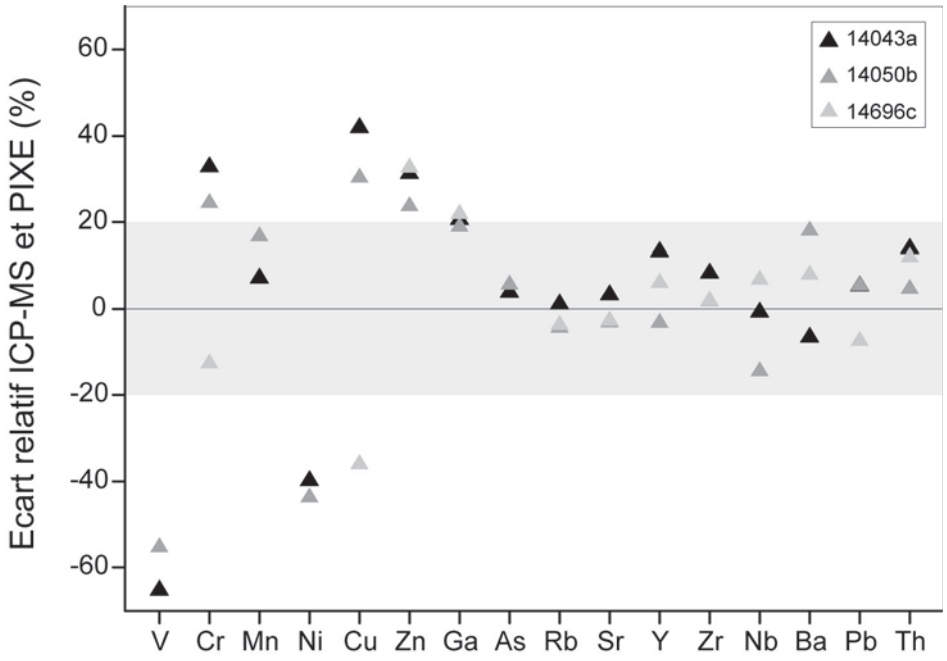


Figure 22 – Diagramme présentant l'écart relatif entre les teneurs PIXE et ICP-MS en fonction des éléments traces, pour 3 échantillons de shales géologiques. Des différences supérieures à 20 % s'observent pour les éléments dont la raie principale est proche de celle du fer, soit avant (V, Cr), soit après (Ni, Cu, Zn, et Ga).

- **Hétérogénéité des échantillons et représentativité des analyses**

Nous avons vu que l'hétérogénéité des échantillons était non négligeable, et que pour diminuer les effets de l'hétérogénéité il fallait considérer un grand nombre de zones d'analyses. Dans le cadre de cette étude, seules 3 zones par échantillon ont été réalisées en surface, pour limiter le temps d'analyse. L'influence sur les résultats doit être évaluée.

Pour les éléments majeurs, comme on pouvait s'y attendre, le nombre d'analyse est trop faible pour qu'une concordance à 1σ près puisse être observée pour tous les échantillons (Figure 23). Aucune tendance n'est observable que ce soit pour Al, Si, ou Fe, et les écarts-types peuvent être importants. Il s'agit donc bien d'un manque de représentativité. A 2σ, il y a concordance pour les échantillons aux taux de fer les plus faibles.

La concordance entre analyses de surface et analyses sur poudre est bien meilleure pour les éléments traces, en particulier pour ceux dont on a montré qu'ils n'étaient pas influencés par les conditions d'analyse. Ainsi, pour As, Ga, Nb, Pb, Rb, Th, Y, la droite de régression linéaire des points est très proche de la droite y=x (Figure 23). A 1σ près tous les points recoupent cette droite d'égale composition, sauf pour l'As. Pour les éléments Ba, Sr et Zr, toutefois, la répartition en surface est très variable. Ces éléments sont certainement présents sous forme d'inclusions ponctuelles (de possibles zircons ont été détectés par MEB-EDXS). Une solution serait d'augmenter le nombre d'analyses en surface, mais il faudrait alors déterminer à partir de combien la moyenne se stabilise. Pour ne pas multiplier le nombre d'étapes nécessaires à l'application de la méthode, nous nous sommes limités à 3 zones, et seuls les éléments qui ne présentent pas de variations significatives entre poudre et surface ont été conservés.

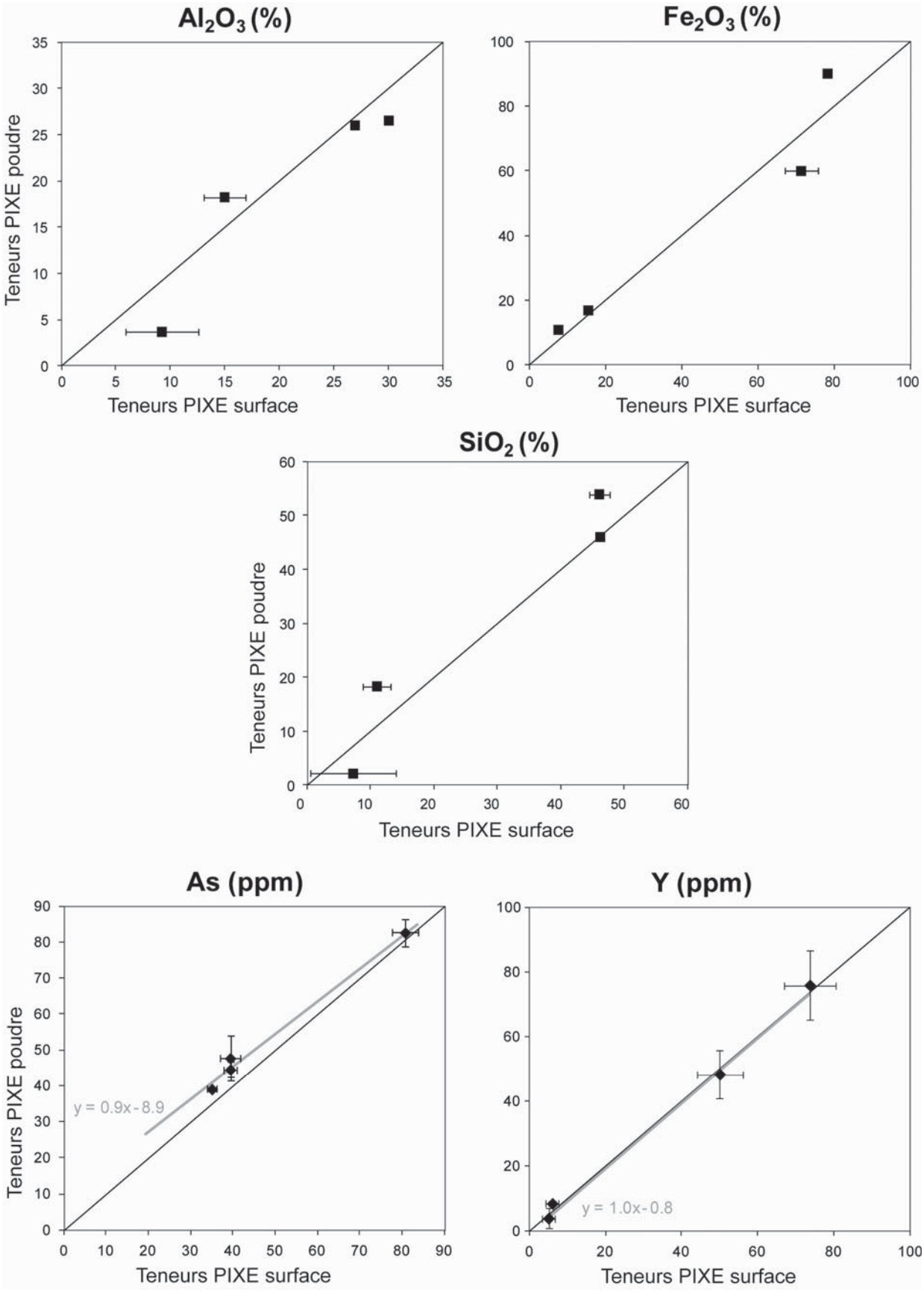


Figure 23 – Comparaison entre les résultats d'analyse sur poudre pastillée et en surface par EDXS pour 4 échantillons géologiques. Moyennes et écart-types ont été calculés à partir de 3 zones d'analyses.

- **Comparaison surface/section d'échantillons archéologiques**

Parmi les sections d'échantillons archéologiques, 5 ont été sélectionnées pour étudier d'éventuelles altérations de surface ayant pu entraîner un enrichissement ou appauvrissement en éléments traces. Les moyennes et écarts-types obtenus en surface (3 zones) ont été comparés à ceux obtenus en section (4 zones aléatoires). Il a été vérifié dans un premier temps qu'on observe les mêmes tendances qu'au MEB-EDXS pour les éléments majeurs, à savoir une concordance entre surface et section pour les teneurs en Fe et Al et une sous estimation systématique des teneurs en Si (Figure 24).

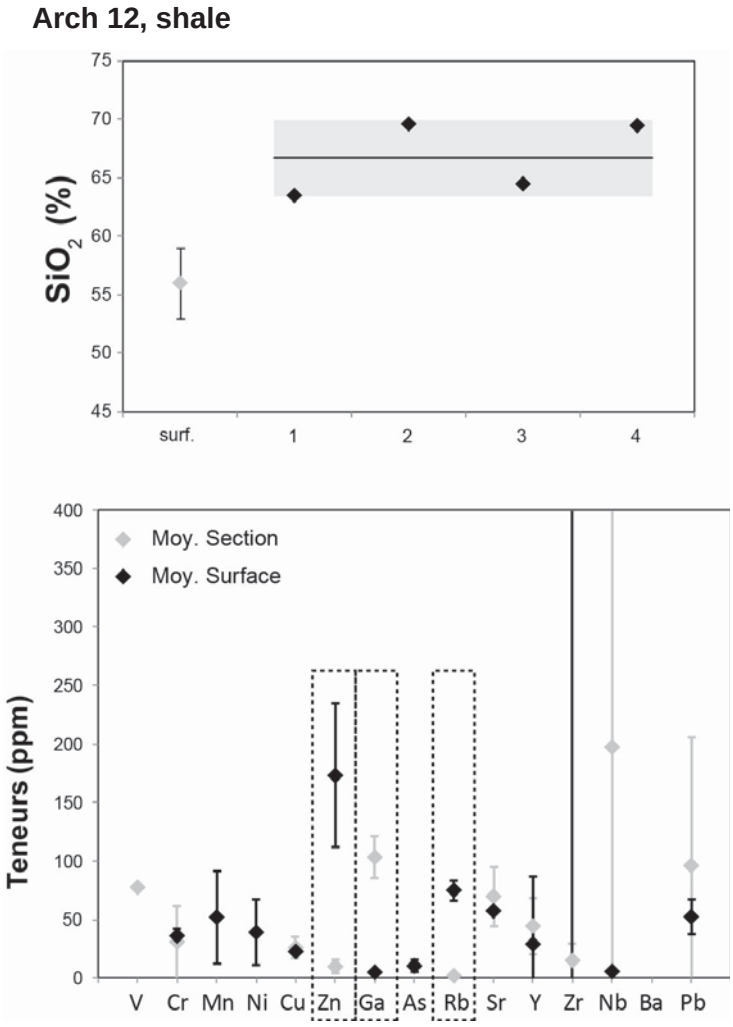


Figure 24 – Comparaison des teneurs en Si, ainsi qu'en éléments traces en surface et section obtenues par PIXE sur un échantillon particulièrement touché par l'altération de surface (Arch 12, shale). Pour le silicium, le point gris correspond à la moyenne en surface, tandis que les points noirs correspondent à l'analyse en section, dont la moyenne et l'écart type sont représentés pour un rectangle gris et une droite.

Etant donné le faible nombre d'analyses, les moyennes pour les éléments traces ont été comparées à 2σ près. La concordance entre la section et la surface pour un élément donné est variable selon les échantillons. Au total, tout échantillon compris, on constate une absence de recouvrement des écarts-types pour Ga, Mn Rb, Zn. Toutefois, un seul échantillon présente plus de deux éléments discordants (Figure 24). Cet échantillon a par ailleurs été chauffé, d'après les résultats d'autres analyses réalisées en parallèle (DRX et TL, voir III.3.4 et ANNEXES V.5 et V.10), ce qui pourrait avoir contribué à modifier l'état de surface. Des éléments ont pu migrer au cours d'une réaction chimique ou d'un processus de décomposition/recristallisation. Les éléments Ga et Mn pourraient être associé à la phase hématite (Cornell et Schwertmann, 2003 : 43). Au contraire, Rb substitue couramment le potassium ou le sodium dans les argiles comme l'illite (Meunier, 2002). Le fait que les altérations portent à la fois sur l'hématite et sur une argile, renforce l'hypothèse d'une altération globale plus qu'une altération préférentielle.

Synthèse des résultats

Au vu de ces résultats, il apparait que si le PIXE permet le dosage absolu d'une dizaine d'éléments traces présents dans les échantillons étudiés, des différences de précision sont observées entre poudre homogène et surface hétérogène d'une part, et des différences de teneurs entre surface et intérieur d'autre part. Si l'on veut s'affranchir au maximum de ces biais, seuls 4 éléments satisfont à la reproductibilité des mesures quelles que soient les conditions et quelle que soit la zone analysée : As, Nb, Pb et Y. Ce nombre peut paraître faible, mais cela s'explique aussi par le fait que les teneurs en éléments traces dans les échantillons considérés sont particulièrement basses, en particulier dans les ferricrètes (voir ANNEXES IV.I, V.7 et V.9).

La moyenne sur trois mesures n'étant pas systématiquement représentative des teneurs globales en éléments majeurs, il est préférable de considérer chaque point d'analyse plutôt que leur moyenne.

c. Diffractométrie de rayons X

- **Evaluation de l'analyse de surface dans les conditions d'analyse**

L'analyse sur des surfaces rugueuses nécessite de travailler non dans une configuration Bragg-Brentano, classique pour les poudres, mais en configuration en faisceau parallèle. L'analyse dans ces conditions présente plusieurs limites par rapport à l'analyse sur poudre : orientation non-aléatoire des cristaux, augmentation de la variation du bruit de fond, diminution

de la résolution des raies, perte de signal en raison du dispositif permettant d'obtenir un faisceau parallèle (miroir de Göbel). Il en résulte une différence de sensibilité, qu'il faut évaluer.

Des échantillons géologiques (non altérés) ont été analysés en surface et sur poudre avec des temps d'analyse similaires. Les shales étant laminés, l'orientation de la surface dans le plan de diffraction est susceptible d'influer sur la détection des phases, en particulier les phases argileuses qui s'orientent très facilement selon des plans. Pour cette raison, les faces analysées ont été choisies préférentiellement parallèles au plan de lamination. Ce sont avant tout les phases mineures qui nous intéressent : elles vont nous permettre de discuter de la sensibilité de détection de l'analyse de surface par rapport à l'analyse des poudres. Les résultats obtenus sur 11 échantillons sont donnés (Tableau 15).

Réf.		H	G	Q	I/M	K	Ch	Inter.	F	C	A
Shales											
14043a	**poudre**	+		+++	++	++			+	+	+
	surface	++		+++	+	++				+	
14050b	**poudre**	++	?	+	+++	+			+		+
	surface	+++		+	+	+					
14691b	**poudre**	+		+++	++	+			+	+	+
	surface	+		+++	+				+		
14691j	**poudre**	+		+++	++	+			+	+	+
	surface	+		+++	+	+			+		
14693d	**poudre**	+		+++	++	+		+	+	+	
	surface	+		+++	+						
14693e	**poudre**	+		+++	++	+		+	+		
	surface	+		+++	+						
14694e	**poudre**	+		+++	++	?	+		+		
	surface	+		+++	+	?	?				
14696c	**poudre**			+	+++	++			+		
	surface			+++	+	++			+		
Ferricrètes											
14697b	**poudre**		+++	+							
	surface		+++								
14699a	**poudre**		+++	+		+					
	surface		+++								
14701b	**poudre**		+++		+						
	surface		+++								

Tableau 15- Comparaison des résultats de DRX sur poudre et en surface, pour des échantillons géologiques sur cassure fraîche.

H : hématite – G : goethite – Q : quartz – I : illite/muscovite – K : argile type kaolinite – Inter. : argile interstratifiée – Ch : chlorite – F : feldspath potassique – C : calcite – A : anatase.

+++ : phase majeure ; ++ : phases secondaires ; + : phases mineures, un seul pic détecté.

L'ensemble des phases détectées par la présence d'un unique pic principal peu intense lors de l'analyse sur poudre sont systématiquement non détectées en surface. Parmi les phases mineures, dont les raies sont mieux définies, le quartz et l'illite sont toujours détectés, au contraire des argiles de type chlorite, kaolinite et argiles interstratifiées. Malgré le fait que les échantillons ont été orientés sous le faisceau, leur aspect massif rend plus difficile la détection des minéraux argileux. Ceci est surtout vrai pour les familles d'argiles dont la raie principale est supérieure à 10 Å et qui ont moins de raies secondaires (comme la chlorite et les argiles interstratifiées).

- **Comparaison surface/poudre d'échantillons archéologiques**

Les résultats de l'analyse sur poudre ont été comparés à ceux de l'analyse de surface, afin de repérer d'éventuelles différences de composition de la surface par rapport au cœur de l'échantillon, qui pourraient être liées, entre autres à une altération de surface (29 échantillons). Comme précédemment, les phases mineures n'apparaissent pas en surface. Ceci concerne aussi bien les shales que les ferricrètes (Figure 25).

La principale différence observée pour les autres phases concerne la répartition des oxydes de fer. En effet, la maghémite est parfois détectée en surface alors qu'elle ne l'est pas sur poudre. Afin de vérifier la répartition de la maghémite et de l'hématite dans les échantillons, des analyses sous microfaisceau ont été réalisées sur trois échantillons, deux sur les parties externes et une au cœur (Montage du LAPA[24], voir ANNEXE I.7). On constate alors que la quantité de maghémite est systématiquement plus importante en surface, qu'il s'agisse de shales ou de ferricrètes (Figure 26). Cette répartition préférentielle de la maghémite en surface au détriment de l'hématite laisse supposer un lien avec la chauffe, les conditions de celle-ci étant plus réductrices en surface qu'à l'intérieur.

En dehors des changements induits par chauffage, il n'a pas été observé de différences pouvant être reliées à une altération de surface.

[24] Analyses réalisées par Eddy Foy

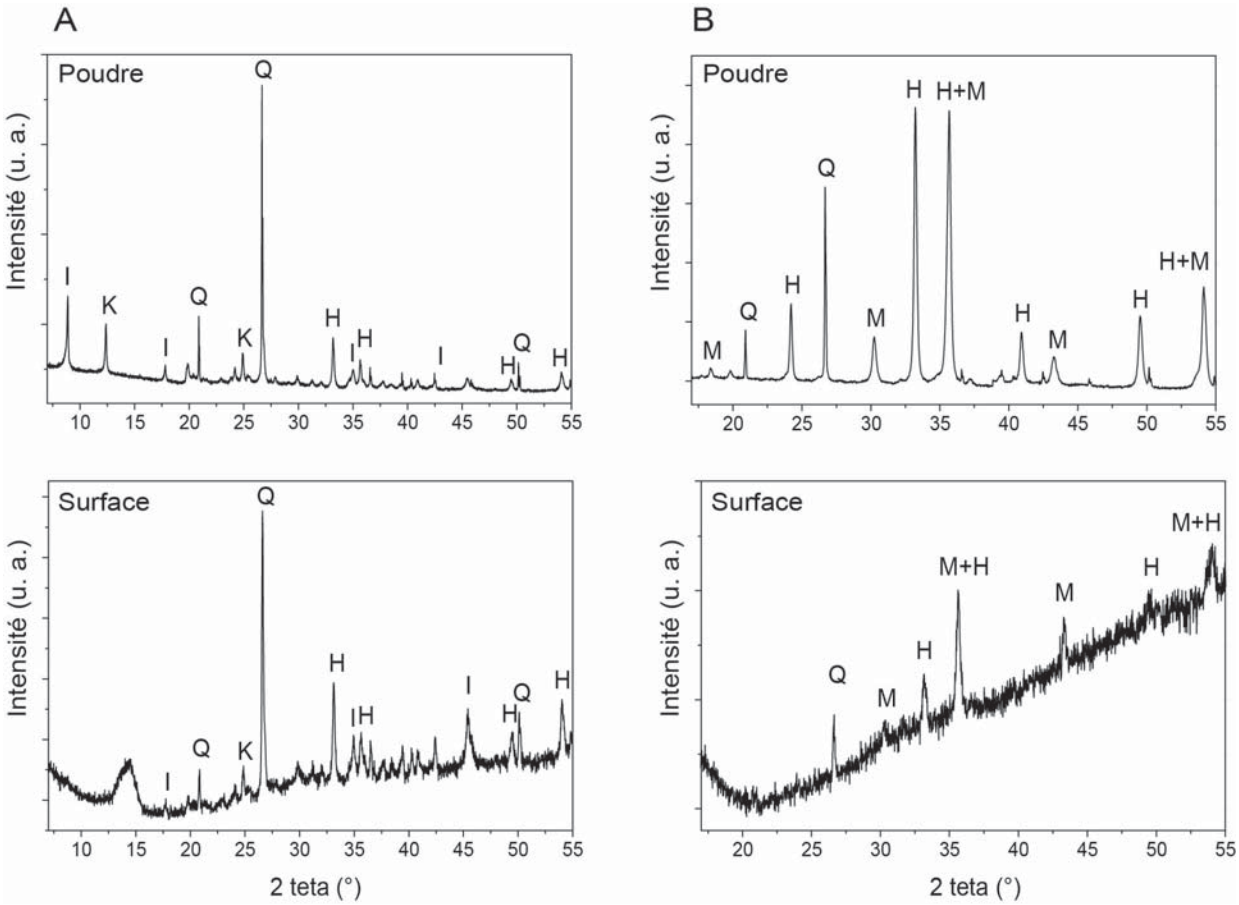


Figure 25 – Comparaison de l'analyse sur poudre (montage Bragg-Brentano) et de l'analyse en surface (montage faisceau parallèle) pour un échantillon archéologique riche en argiles (Arch 17, shale) et un autre riche en oxydes de fer (Arch 5, ferricrète).
I : illite/muscovite ; K : kaolinite ; Q : quartz ; H : hématite ; M : maghémite/magnétite.

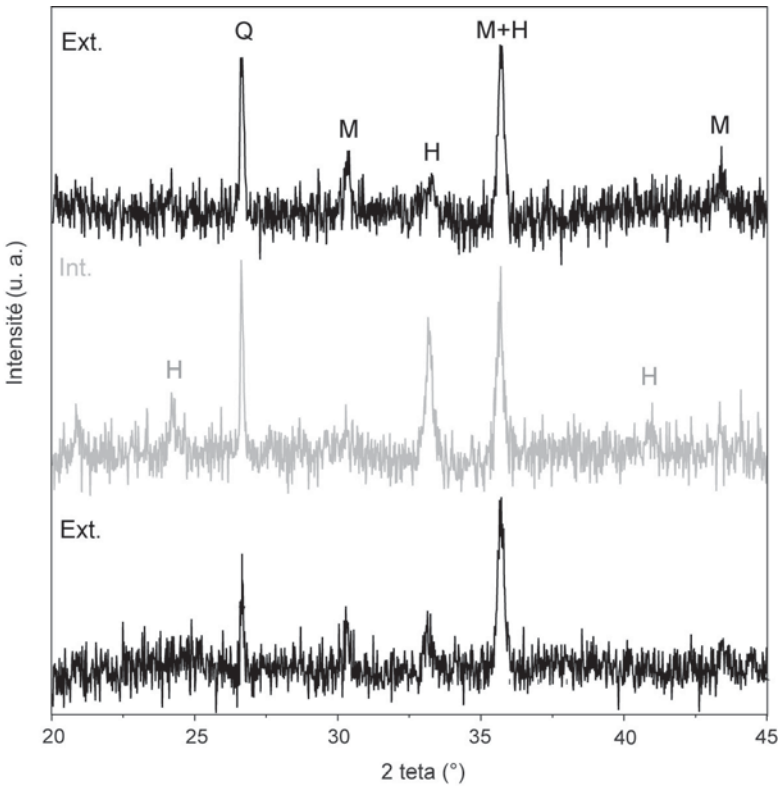


Figure 26 – Analyses par µDRX sur section polie d'un échantillon de ferricrète archéologique (Arch 1), comparaison entre deux zones externes et une zone interne.
Q : quartz ; H : hématite ; M : maghémite/ magnétite.

Synthèse

L'analyse par DRX en surface d'échantillon massif s'avère, comme attendu, moins sensible que l'analyse sur poudre. Les oxydes de fer sont cependant toujours identifiés. Son principal défaut réside dans la difficulté d'appréhender par ce moyen la nature des phases argileuses. La détection systématique de l'illite permet malgré cette limite de distinguer entre roches riches en argiles et roches riches en fer. Le fait que la maghémite soit plus souvent détectée en surface qu'au cœur des échantillons apparait comme un avantage certain pour discuter d'un éventuel chauffage sans avoir à réaliser de prélèvements. Ces conclusions, ainsi que celles établies plus haut pour le MEB-EDXS, ont une influence notable sur leur application en surface pour aider à la classification des matières premières.

III.3.2. Identification des matières premières

L'attribution des roches ferrugineuses à une catégorie de roche précise est rendue difficile par la grande variabilité de compositions qu'elles peuvent recouvrir. Le taux de fer définit avant tout un degré d'altération avant de définir un type de roche. D'autre part, peu de caractères macroscopiques peuvent être reliés à la composition chimique. Pour cette raison, l'analyse chimique s'est imposée comme le moyen le plus fiable pour identifier et classer les matières premières. Après un premier examen visuel permettant de sélectionner une centaine de pièces pour l'analyse physico-chimique, MEB-EDXS et DRX ont été employées pour définir les différents types de matières premières. Plusieurs critères macroscopiques ont ensuite été évalués pour déterminer les plus discriminants. L'attribution finale de l'ensemble des matières premières a été réalisée dans un troisième temps, après un second examen macroscopique. Les deux principales étapes de cette approche vont être à présents exposées. Nous discuterons notamment du choix final des critères macroscopiques retenus.

a. Détermination par DRX et MEB-EDXS en surface

L'analyse physico-chimique non-invasive, par MEB-EDXS et DRX, donne accès à plusieurs informations : composition élémentaire, taille et forme des minéraux de taille supérieure à 1-2 µm ; estimation de la composition globale en éléments majeurs, éventuellement mineurs ; phases minérales majoritaires présentes (voir II.1.1). D'un autre côté, la classification des roches se base sur leur texture, leur composition et leur structure. Les deux premières peuvent être estimées par les méthodes choisies, tandis que l'information sur la structure sera donnée par l'observation.

Le système d'intervalle suivant a été choisi pour l'estimation de la composition élémentaire globale (Tableau 16) :

- Pourcentage d'oxyde supérieur à 50%
- Pourcentage d'oxyde compris entre 10 et 50 %.
- Pourcentage d'oxyde compris entre 5 et 10 %.

En dessous de 5%, les éléments détectés sont soit susceptibles d'appartenir à des résidus de dépôts en surface et non à l'échantillon, soit répartis de façon trop hétérogène pour être convenablement dosés.

Ce système est en accord avec les proportions de quartz, d'argile et d'oxydes de fer permettant de distinguer entre les différentes roches en présence : lorsque Si et Al sont présents

à plus de 10%, et Fe inférieur à 50%, la roche étudiée correspond à une roche composée majoritairement d'argiles. Lorsque la teneur en Al devient inférieure à 10 % tandis que celle en Si reste élevée, ce peut être soit un grès, un siltstone, ou une autre roche siliceuse. Pour des taux de fer supérieurs à 50 %, il s'agit de « ferricrètes », nodules ou fragments de roches enrichis en fer.

L'identification des phases présentes vient compléter ces données. L'illite étant l'argile la plus souvent détectée dans les shales, sa détection en surface garantit que la roche en présence est une roche argileuse. Lorsque seul le quartz, très majoritaire, et des oxydes de fer sont détectés, on penchera en faveur d'un grès. A l'inverse, si ce sont les raies des oxydes les plus intenses, il s'agira d'une roche riche en fer, ferricrète ou autre.

Pour les roches argileuses, la structure s'avère toujours faiblement laminée à laminée et fissile, il s'agit donc de shales.

Pour les roches riches en fer, on constate que certaines ont aussi une structure laminées. Bien que leur composition corresponde à la définition d'un ferricrète, il s'agit clairement de shales indurés. Les taux d'oxydes de fer sont toutefois aussi variables dans ceux-ci que dans les échantillons massifs.

Caractéristiques MEB-EDXS		**Caractéristiques DRX**	**Structure**	**Type de roche**
Composition	**Texture**			
Si et Fe>10%	Sable	Quartz, pas d'argiles		**Grès ferrugineux**
Al et Si >10%	Argile à silt	Illite	Non laminé	**Mudstone**
			Laminé	**Shale**
Fe >50%	Argile à silt	Oxyde de fer, pas d'argiles		**Ferricrète**
Fe >50% Ou Al et Si >10%	Argile à silt	Oxydes de fer, illite Oxydes de fer, pas d'argiles		**Shale/ferricrète**

Tableau 16 – Critères utilisés pour classer les échantillons d'ocres archéologiques à partir des données du MEB-EDXS, de la DRX et de la structure.

Si l'on observe les résultats obtenus sur les 98 échantillons étudiés, on constate que sept d'entre eux ne peuvent être retenus comme roches ferrugineuses. Soit le fer n'est pas significativement détecté (moins de 5 % en Fe_2O_3), soit d'autres minéraux sont présents, comme des pyroxènes. Il ne s'agit pas d'ocre, mais de diverses roches dont les petits fragments peuvent être confondus avec des roches ferrugineuses (cornéennes, silcrètes, etc.).

Le système de classement défini permet la classification de tous les autres échantillons, à l'exception de quatre (voir ANNEXE V.1). Dans un cas, bien que le taux de fer ne dépasse pas 50% en surface, aucune argile n'est détectée. Pour les autres exceptions, l'illite est détectée dans des échantillons contenant plus de 50% en fer. Le degré de cristallinité des minéraux argileux influe donc sur les résultats. En l'absence d'autres informations sur ces roches, elles ont été classées comme intermédiaires, shale/ferricrètes.

La comparaison avec l'analyse destructive, en particulier la DRX, ne permet pas une description plus précise de ce classement (voir ANNEXE V.6). Seule l'étude en lame mince pourrait donner les indications nécessaires à une différenciation plus stricte entre shale, ferricrètes et formes altérées intermédiaires (microstructure interne, degré d'altération des minéraux, etc.).

b. Détermination par l'observation

Deux paramètres indispensables à la classification des roches peuvent être appréhendés par l'observation : la structure d'une part, la texture de l'autre. Le dernier paramètre, la composition, ne peut être appréhendé qu'indirectement. La dureté peut parfois être un critère, bien que les oxydes de fer puissent former des masses très friables (« terreuses ») pour lesquelles une mesure de dureté n'aurait pas de sens. Nous l'avons éliminé dans notre cas par souci de préservation des pièces. La présence ou absence d'autres minéraux identifiables à l'œil nu, comme le quartz ou les micas, peut aider. Enfin, nous avons testé le paramètre de la densité. Le classement des matières premières obtenu précédemment a servi de base pour définir les critères les plus déterminants pour l'identification des roches sans avoir recours à l'analyse chimique.

- **Vérification des liens entre structure et nature de la roche**

Nous avons constaté précédemment que plusieurs pièces très riches en fer, que nous avons classées comme ferricrètes, sont laminées ou faiblement laminées comme les shales. Il s'agit donc de vérifier que le caractère laminé décrit bien en priorité les shales, et que le caractère massif, à l'opposé, décrit en priorité des ferricrètes (en l'absence de mudstone). Une rapide observation de la distribution des structures en fonction du type de matière première confirme bien qu'une majorité des pièces laminées, ainsi que laminées et fissiles, sont des shales (Tableau 17). De même, une majorité des pièces massives sont des ferricrètes. Les quelques

autres échantillons massifs sont soit des grès, soit des roches de nature différente (cornéenne par exemple). Parmi les fragments de roches légèrement laminés toutefois, on observe une majorité de ferricrètes. Ce caractère est donc ambigu.

FABRIC	SHALE	SHALE/FERRICRETE	FERRICRETE	GRES	AUTRE	TOTAL
MASSIF	0	1	25	4	7	**37**
LEGEREMENT LAMINÉ	4	1	8	0	0	**13**
LAMINÉ	27	1	5	1	0	**34**
LAMINÉ ET FISSIL	4	1	1	0	0	**6**
IND.	1	0	6	1	0	**8**
TOTAL	**36**	**4**	**45**	**6**	**7**	**98**

Tableau 17 – Répartition des échantillons archéologiques par type de matière première et types de structures.

- **Minéraux présents**

Parmi les minéraux identifiés à l'observation, ont été reconnus des micas blancs (muscovite) et des grains de quartz. Le quartz est cependant souvent plus difficile à observer à moins d'être présent sous forme de gros grains (classe sable). Les paillettes de micas par contre sont fréquentes, particulièrement dans les shales. Elles pourraient donc constituer un critère de classification de ces derniers. La présence de micas abondants ou ponctuels a été notée lors de l'observation à l'œil nu. Les résultats en fonction du type de matière première sont donnés dans le tableau ci-dessous (Tableau 18).

On constate qu'à l'exception de deux pièces toutes celles avec micas abondants sont des shales (88%). Les échantillons sans micas sont préférentiellement des ferricrètes, des grès ou autres. Toutefois quelques shales se caractérisent aussi par une absence de paillettes micacées. Ce critère et donc nécessaire mais pas suffisant pour identifier un ferricrète. A l'inverse, de faibles quantités de micas sont observées sur presque un quart des ferricrètes. La présence de micas abondants est donc un indice en faveur de l'identification d'un shale, mais leur présence seule ne suffit pas à les définir.

	SHALE	SHALE/FERRICRETE	FERRICRETE	GRES	AUTRE	TOTAL
MICAS	15	1	1	0	0	**17**
SOME MICAS	15	1	9	1	0	**26**
?	3	0	6	0	0	**9**
0	3	2	29	5	7	**46**
TOTAL	**36**	**4**	**45**	**6**	**7**	**98**

Tableau 18 – Répartition des échantillons archéologiques par type de matière première en fonction de l'abondance de paillettes micacées observées à l'œil nu.

- **Lien entre densité et composition**

Des calculs de densité sur une sélection d'échantillons, de taille suffisamment élevée pour une mesure correcte du volume, ont été effectués (Tableau 19 ; voir ANNEXE I.1 pour le calcul). On constate que les shales présentent une densité comprise principalement entre 2.5 et 3, tandis que celle des ferricrètes s'échelonne de 3 à 4. Les ferricrètes ont donc globalement une densité plus élevée que les shales, du fait de leur plus grande proportion en oxydes de fer, plus denses que les argiles ou le quartz. A partir d'une densité de 3.5, toutes les pièces étudiées sont des ferricrètes, tandis qu'en dessous de 3, on ne compte que des shales.

DENSITE	SHALE	FERRICRETE	SANDSTONE	AUTRE	TOTAL
2.5 - 3	11	0	0	0	**11**
3 - 3.5	1	5	1	0	**7**
3.5 - 4	0	7	0	0	**7**
4 - 4.5	0	3	0	0	**3**
TOTAL	**12**	**16**	**1**	**0**	**29**

Tableau 19 – Répartition des échantillons archéologiques par type de matière première et par intervalles de densité (intervalles de 0.5).

- **Bilan : diagramme de classification des matières premières**

Les informations obtenues par cette appréciation des différents paramètres d'observation nous ont permis de réaliser un arbre de décision pour l'identification des matières premières en l'absence d'analyses chimiques (Figure 27). En premier lieu, c'est la texture qui permet de différencier les grès ferrugineux (ou quartzite) des roches à grains fins. En second lieu, l'absence totale de litage permet d'isoler une partie des ferricrètes. L'abondance de micas permet de distinguer des shales. Enfin, pour les pièces faiblement laminées à laminées, et peu ou pas de paillettes micacées, une estimation relative de la densité (par comparaison avec un shale et un

ferricrète caractéristiques) permet de distinguer entre les deux. Lorsqu'un doute est permis, les échantillons ont été attribués à une catégorie intermédiaire entre shales et ferricrètes.

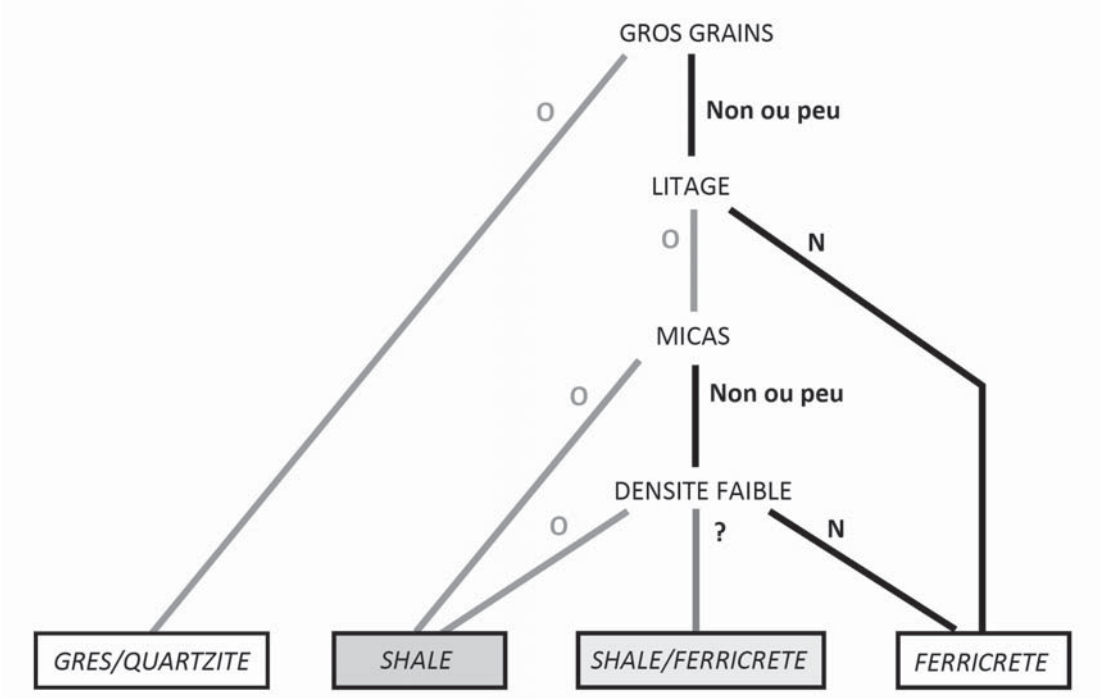


Figure 27 – Arbre de décision établi pour la classification des matières premières par l'observation seule.

OBS. \ ANALYSES	SHALE	SHALE/FERRICRETE	FERRICRETE	GRES	?	AUTRE	TOTAL OBS.
SHALE	34	0	1	1	0	0	**36**
SHALE/FERRICRETE	0	3	8	0	0	0	**11**
FERRICRETE	0	1	33	0	0	0	**34**
GRES	0	0	0	3	0	0	3
IND.	2	0	3	2	1	6	14
TOTAL ANALYSES	**36**	**4**	**45**	**6**	**1**	**6**	**98**

Tableau 20 – Test de comparaison du système de classement des échantillons archéologiques d'après analyses et d'après observation seule.

Afin de tester ce système de classement, nous avons comparé les résultats obtenus à l'observation aux résultats de l'analyse chimique (test en aveugle ou équivalent) (Tableau 20).

L'observation n'a pas permis de lever l'indétermination sur 14 pièces.

Les ferricrètes représentent la catégorie qui a été la mieux identifiée. On ne constate pas d'erreur d'attribution lors de l'observation, à part pour une pièce.

Parmi les échantillons classés comme « intermédiaires », 8 sont des ferricrètes et 3 restent intermédiaires. Les shale/ferricrètes doivent donc être considérés comme plus proches des ferricrètes que des shales au niveau de la composition élémentaire.

La catégorie des shales est probablement légèrement surestimée. En effet, deux des échantillons classés comme shale à l'observation s'avèrent être soit un ferricrète soit un grès (soit 6 % des shales). Ces cas peuvent ne pas être isolés. Aussi, le nombre de shales qui sera déterminé par l'observation sera un maximum.

Le contexte sur le site choisi pour cette définition d'une méthode de classement par l'observation est particulièrement favorable, étant donné que les échantillons argileux sont quasi systématiquement laminés et peuvent ainsi être partiellement différenciés des matériaux riches en fer. Si l'on veut étendre à d'autres sites un tel système de catégorisation, il sera nécessaire de revoir les critères les plus déterminants associés à la concentration en fer ou en argile. C'est ce qui a été fait lors de l'application du protocole d'analyse de surface à des pièces d'ocre de Klasies River Mouth. Le recours à des méthodes nécessitant de « marquer » les échantillons (couleur de la trace, dureté), pourrait en d'autres cas s'avérer nécessaire si aucun autre paramètre n'est déterminant.

III.3.3. Recherches de provenance

Les recherches de provenance, comme nous l'avons vu, peuvent être développées à partir d'un grand nombre de méthodes différentes. Plusieurs méthodes, portant sur différents aspects des matériaux, ont été appliquées pour caractériser les sources géologiques échantillonnées autour de Diepkloof : examen macroscopique, MEB-EDXS, DRX, ICP-OES et ICP-MS, et enfin PIXE. Pour chaque méthode, depuis l'observation jusqu'à l'analyse des éléments traces par PIXE, des indices de provenance ont été recherchés. Pour l'observation et l'analyse minéralogique, ces indices sont la présence ou l'absence de certaines caractéristiques ou minéraux. Pour les éléments traces, il est possible d'effectuer des groupes de composition. La distribution de chaque source est évaluée avec un certain intervalle de confiance. Dans le contexte étudié, nous verrons que chaque méthode a mis en évidence des différences inter-sources exploitables pour une recherche de provenance.

a. Examen macroscopique et MEB-EDXS

L'observation macroscopique complétée par l'observation et l'analyse par MEB-EDXS a concerné un échantillonnage de 30 échantillons parmi les 12 sources. Les critères macroscopiques pris en compte sont les mêmes que précédemment : structure, texture et minéraux visibles à l'œil nu. Pour l'analyse EDXS, le même principe que pour la classification des matières premières a été utilisé pour évaluer la composition élémentaire. La composition des différents grains ou cristaux complète les analyses globales. Ces observations ont porté en priorité sur les sources de shale, notamment la source locale par rapport aux autres sources. Les données sont synthétisées dans le Tableau 21 (détail en ANNEXE VI.1). Nous allons décrire les principaux résultats en ce qui concerne les indices de provenance identifiés.

<u>Shales</u>

Dans les shales, des paillettes micacées blanches ont été observées quelque soit la source. A l'observation par MEB-EDXS, elles apparaissent sous forme de tablettes composées de Si, Al et K, ce qui correspond à la composition du pôle muscovite des micas. En revanche, des paillettes micacées noires ne sont visibles que sur les échantillons de deux sources. Un autre type de tablette est observée par MEB-EDXS, constituée cette fois de Si, Al, Mg, Fe et K (Figure 28). Il pourrait s'agir de phengite ou de biotite. Les deux sources présentant cette caractéristique proviennent de la même formation géologique (Klipheuwel). La présence de ces tablettes pourrait donc être utilisée comme indice de provenance.

En parallèle, deux des sources présentent des échantillons dont la lamination très fine est proche de plans de schistosité. Il s'agit des deux sources prélevées au sein des formations de shale schisteux. Au MEB-EDXS, cette structure s'assimile à de fines tablettes jointes ou disjointes formant des feuillets d'Al, Si et K (Figure 28).

Réf	Nb	Analyses globales			Grains	Tablettes		Cristaux oxyde de Fe	
		Fe	Al	Si	Si	Al Si +K	Si Al +Mg	Taille	Morphologie
Shale 1	*8*	2	2	2	/	X		0-10 µm	Tablettes
Shale 2	*4*	3	2	1	X	X	X	0-1 µm	
Shale 3	*4*	3	2	1	/	X	X	0-2 µm	Tablettes
Shale 4	*1*	2	2	1		X	X	0-1 µm	
Shale 5	*1*	2	2	2	X	X		0-2 µm	
Shale 6	*1*	3	2	2	X	XXX		0-2 µm	
Shale 7	*1*	3	2	2	X	XXX		0-10 µm	Tablettes, globules
Ferr 1	*2*	1	0	0	X			0-10 µm	Aciculaires
Ferr 2a	*2*	2	2	2		X		0-10 µm	Tablettes, globules
Ferr 2b	*2*	1	3	3	X			0-10 µm	Aciculaires, globules
Ferr 3	*2*	1	3	3		/		0-10 µm	Tablettes, aciculaires
Ferr 4	*1*	1	3	3	X			0-1 µm	
Ferr 5	*1*	1	3	2	X	X		0-10 µm	Tablettes

Tableau 21 – Synthèse par source géologique des analyses et observations au MEB-EDXS pour 30 échantillons étudiés. Légende :

1 : >50% ; 2 ; entre 10 et 50 % ; 3 : <10 %.

XXX : très abondant ; X : présent ; / : parfois détecté.

Ferricrètes

Concernant les ferricrètes, des structures globulaires ont été repérées sur certains d'entre eux. Lorsque ces globules sont observés en coupe au MEB-EDXS (cassures naturelles), on constate qu'ils sont constitués de cristaux aciculaires d'oxydes de fer (Figure 29). Ce type de cristaux est indicateur d'une recristallisation indépendante des oxydes de fer, nécessitant des conditions d'altération intenses. Bien que leur présence ne soit pas systématique au sein d'une même une source, ni caractéristique d'une seule source, cette morphologie des cristaux n'a été observée que dans des ferricrètes situés aux environs ou en relation directe avec des formations Malmesbury. Ceci est cohérent avec les observations de terrain réalisées par ailleurs en ce qui concerne les silcrètes, dont les mécanismes de formation sont proches de ceux des ferricrètes. Les recristallisations de silcrètes sont en effet particulièrement fréquentes au niveau des

formations Malmesbury, et beaucoup plus rares au sein des formations Table Mountain, montrant que ces dernières sont moins sensibles aux phénomènes d'altération (Roberts, 2003). La présence de cristaux aciculaires est donc un indice potentiel en faveur d'une origine liée aux formations Malmesbury.

b. DRX sur poudre et en surface

Pour la recherche de phases discriminantes entre les sources, un total de 87 échantillons géologiques a été analysé sur poudre par DRX. Etant donné l'abondance des argiles dans les échantillons de shale, ces dernières ont fait l'objet d'une attention spécifique. Les poudres analysées ont été déposées sur lames de verre pour une identification plus précise (voir ANNEXE I.7).

En complément de l'analyse globale, la phase inférieure à 2µm a été extraite et étudiée pour 16 échantillons. Divers traitements (ajout de solvant, chauffage) permettent de confirmer et compléter les résultats obtenus sur la poudre globale. Le principe et le protocole suivi sont décrits en détail en annexe.

Ces résultats ont été comparés à l'analyse de surface, sur une sélection de 30 échantillons représentatifs des sources les mieux discriminées par l'analyse sur poudre.

Nous allons exposer ici les principaux résultats de cette approche croisée entre analyse sur fraction fine orientée, sur poudre globale orientée, et sur surface non traitée. Les données ont été synthétisées par sources (Tableau 22 ; données détaillées ANNEXE VI.2).

- **Analyses sur poudres orientées**

<u>Shales</u>

Au sein des sources de shale, les phases détectées sont en partie identiques d'une source à l'autre : quartz, argile de type illite (ou muscovite), argile de type kaolinite, et hématite ou goethite. Il existe toutefois des différences non négligeables entre les différentes formations géologiques.

Au niveau de la fraction fine, les sources Klipheuwel présentent des caractéristiques différentes des autres sources (Shale 2, 3 et 4). Elles contiennent plusieurs argiles interstratifiées (raies principales entre 15 et 10 Å), et parfois des argiles de type chlorite (raie principale à 14 Å,

quel que soit le traitement). L'illite et la kaolinite sont les seules argiles présentes dans la source locale (Shale 1).

Sur poudre globale, ces phases ne sont pas toujours observées. Les argiles de type chlorite peuvent être identifiées dans une seule source (Shale 4) (Figure 28). La source Shale 3 est l'une des plus caractéristiques, du fait de la présence systématique d'une raie large vers 13 Å sur poudre globale dans les échantillons de la source Shale 3, indiquant un mélange d'argiles interstratifiées. Il s'agit d'un bon marqueur potentiel. De même, la paragonite, une autre argile plus rare, n'est détectée que dans la source Shale 7, associée aux formations Malmesbury. Elle n'apparait cependant que ponctuellement.

Les caractéristiques de l'illite donnent des indications complémentaires. En effet, on peut distinguer deux types d'illite, une bien cristallisée (*Well crystallysed illite*, WCI) et une moins bien cristallisée (*Poorly cristallysed illite*, PCI), en fonction de la symétrie de la raie principale (Gharrabi et al., 1998 ; Meunier et Velde, 2004). Or, dans les shales issus des formations Malmesbury (Shale 6 et 7), seule l'illite bien cristallisée est observée, au contraire de toutes les autres sources (Figure 28). Cette caractéristique est également partagée par certains shales indurés trouvés en correspondance avec les formations Malmesbury (Ferr 2a).

Source	Nb	Formation géol.	Q	H	G	I	K	Ch	Inter.	Pa	Crist. illite
Shale 1	*16*	Table Mountain	X	X		X	X				PCI, WCI
Shale 2	*11*	Klipheuwel	X	X		X	X	*<2µm*	*<2µm*		PCI, WCI
Shale 3	*10*	Klipheuwel	X	X		X	/	*<2µm*	X		PCI, WCI
Shale 4	*5*	Klipheuwel	X	X		X	X	/	*<2µm*		PCI, WCI
Shale 5	*2*	Table Mountain	X	X		X	X				PCI, WCI
Shale 6	*10*	Malmesbury	X			X	X				WCI
Shale 7	*2*	Malmesbury	X			X	X	*<2µm*		X	WCI
Ferr 1	*11*	Tertiary/quater.	/	/	X	X	X				
Ferr 2a	*6*	Tertiary/quater.	/	X	/	X					WCI
Ferr 2b	*9*	Tertiary/quater.	/	/	X		/				
Ferr 3	*2*	Tertiary/quater.	/		X	/					
Ferr 4	*1*	Tertiary/quater.	X	X			X				
Ferr 5	*2*	Surf., Table Mountain	/	X		X	X				

Tableau 22 – Synthèse par source géologique des phases détectées par DRX sur poudre sur un total de 87 échantillons.

Q : quartz – H : hématite – G : goethtie – I : illite/muscovite – K : argile type kaolinite – Ch : chlorite – Inter : argile interstratifiée. Pa : paragonite.

X : présent ; / : parfois détecté ; <2µm : présent dans la fraction <2µm.

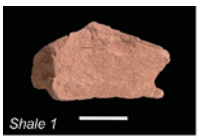
L'information sur les phases minérales permet donc d'identifier des indices de provenance pour les shales, caractéristiques non nécessairement d'une seule source, mais le plus souvent d'un ensemble de sources provenant de la même formation géologique (Tableau 22). Le moyen le plus sûr de discriminer les sources de différentes origines serait une analyse systématique de la fraction fine. Toutefois, cette analyse nécessite un volume inital de matière première important, de l'ordre du volume des pièces les plus petites (1 à 2 cm^3). Les contraintes intrinsèques au matériel font que seule l'analyse sur poudre globale a été appliquée aux échantillons archéologiques. L'étude de la phase argileuse nous a cependant permis de mieux appréhender les particularités intrinsèques à chaque formation géologique.

Ferricrètes

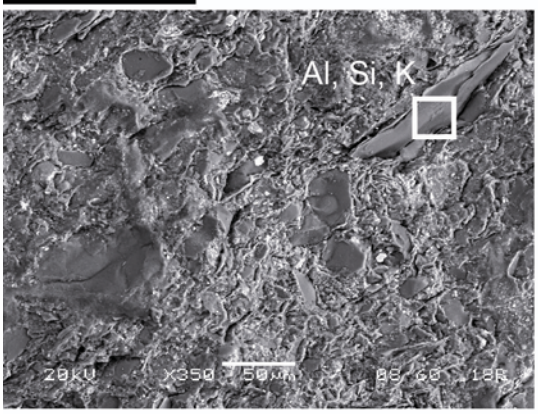
Pour les ferricrètes, la goethite et l'hématite sont les phases majeures détectées (Tableau 22). Leur présence n'est pas liée à une provenance spécifique. Les phases accessoires, quartz, kaolinite, illite, ne sont pas non plus discriminantes. Cela s'explique en partie par la variabilité des modes de formations de ces matériaux. La DRX n'est donc pas adaptée pour discriminer des sources de ferricrètes.

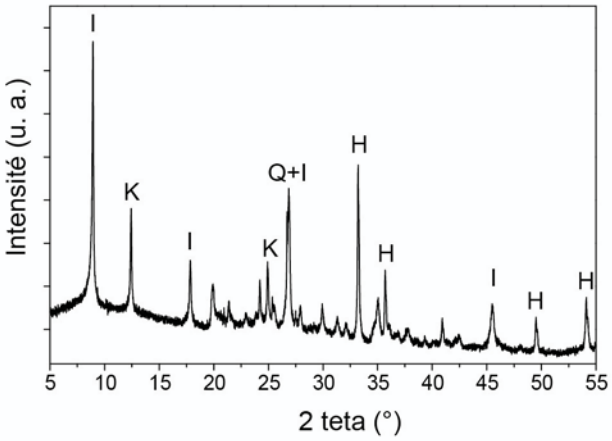
- **Analyse de surface**

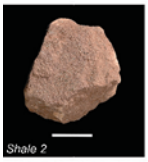
Les résultats de l'analyse sur poudre ont été comparés à ceux de l'analyse de surface. Dans ce cas, les argiles interstratifiées ne sont pas détectées (voir II.1.1). La présence de chlorite n'est pas non plus évidente, certaines de ses raies étant proches de celle de la kaolinite. Seule la paragonite est détectée sans ambiguïté. L'illite WCI est différenciée d'un mélange d'illite PCI et WCI uniquement dans les roches argileuses, et pas dans les shales indurés. L'analyse de surface donne donc quelques indications, mais moins que l'analyse sur poudre. Cette dernière sera donc privilégiée pour discuter de la provenance des échantillons archéologiques.



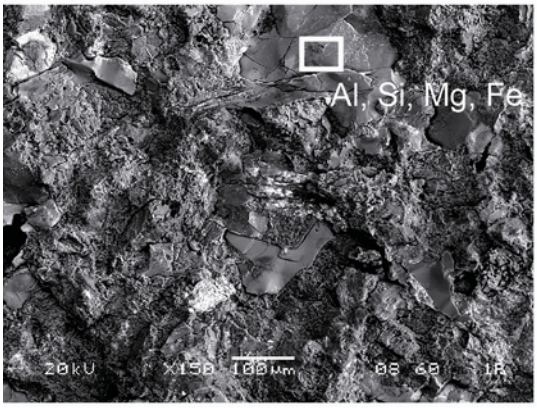
Shale 1 (14050b)



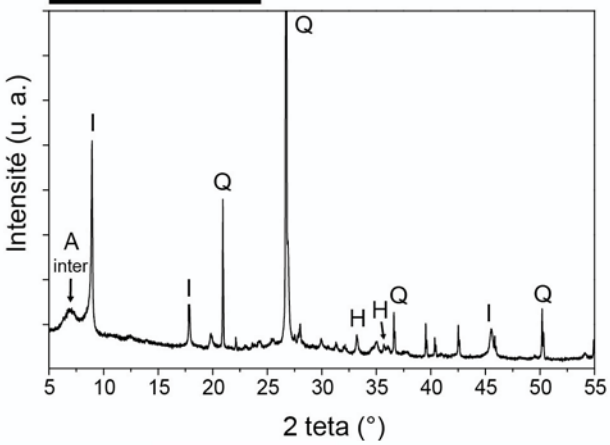




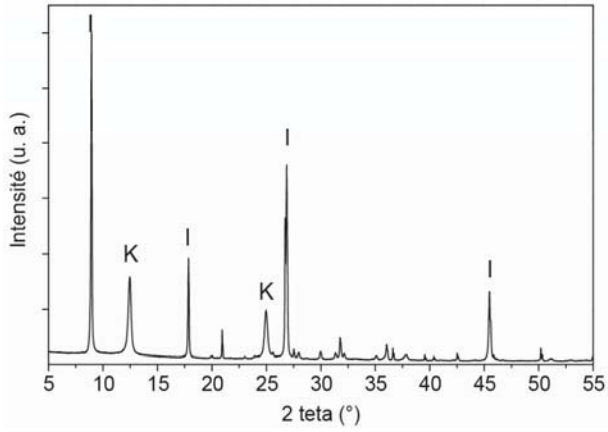
Shale 2 (14691b)

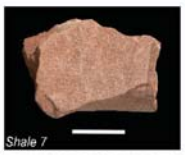


Shale 3 (14693e)



Shale 6 (14696c)





Shale 7 (14700b)

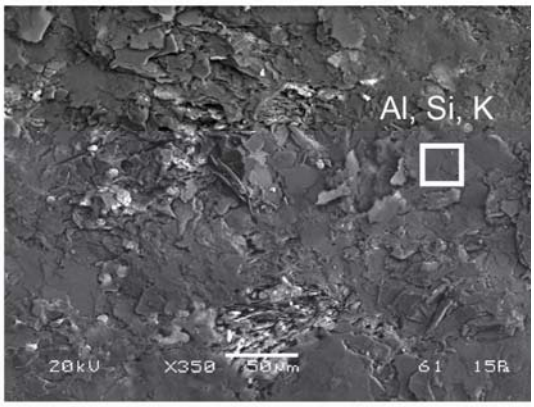


Figure 28 – Images MEB en électrons rétrodiffusés montrant la microstructure des shales selon les sources, et diffractogrammes sur poudre montrant leur composition minéralogique.

A inter : argile interstratifiée ; H : hématite ; G : goethite ; I : illite/muscovite ; K : kaolinite ; Q : quartz.

Barre d'échelle photos : 1 cm.

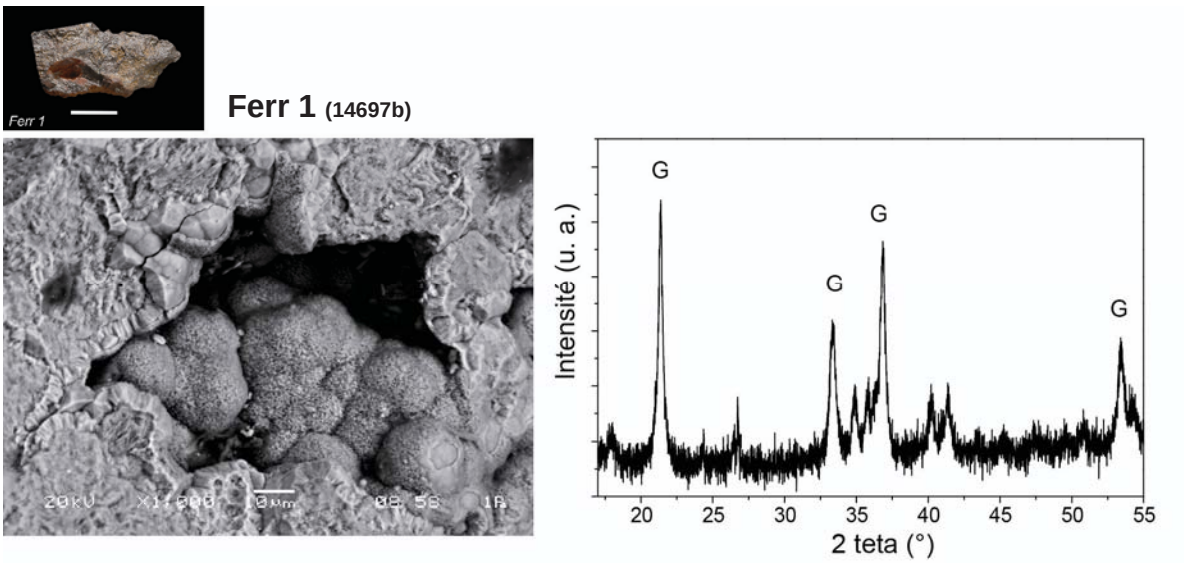


Figure 29 – Suite figure précédente, image MEB et diffractogramme d'un échantillon de ferricrète géologique collecté sur l'une des sources associées aux formations Malmesbury.

Barre d'échelle photos : 1 cm.

c. Analyses élémentaires sur poudre par ICP-OES et ICP-MS

L'analyse élémentaire, en particulier l'analyse des éléments traces, a été testée à partir de deux méthodes d'analyse complémentaires, l'ICP-OES et l'ICP-MS, permettant le dosage des éléments majeurs et traces. Comme indiqué précédemment, ces analyses ont été effectuées par le SARM (Nancy), un laboratoire spécialisé. Dans ce travail, un investissement important a été consacré au traitement des données. Une sélection de 64 échantillons géologiques issus de 6 sources différentes a été réalisée (résultats en ANNEXES VI.6 et VI.7). Les sources sélectionnées sont avant tout les sources de shale les plus proches du site, en comparaison avec une source allochtone, et deux sources de ferricrètes.

Contrairement aux méthodes précédentes, il ne s'agit pas de déterminer la présence ou absence de certains critères ou minéraux, mais d'isoler des variations significatives de teneurs en éléments entre les différentes sources. Travailler avec des valeurs quantitatives permet d'avoir recours plus facilement à des analyses statistiques multivariées, proposant une réduction du nombre de variables tout en mettant en évidence le maximum de variance entre les échantillons étudiés (analyse statistique exploratoire, voir principe ANNEXE I.10). La distribution des points peut également être caractérisée par un intervalle de confiance, permettant de contrôler rigoureusement l'attribution d'une pièce inconnue à un groupe préétabli (ellipses de confiance sur des représentations binaires ou ternaires).

L'une des limites dans la recherche de différences inter-sources pour les ocres réside dans le fait qu'il s'agit de mélanges multi-phasiques. Ainsi, des sources différentes sont susceptibles de présenter des teneurs en éléments majeurs proches. Au contraire, pour une même source, les proportions des différents minéraux peuvent être variables. Dans ce cas, de fortes disparités dans les teneurs pourront être observées à l'intérieur d'une source.

La méthode de traitement proposée par R. Popelka-Filcoff permet de limiter cette variation intra-source (Polpelka-Filcoff et al., 2007a ; 2007b ; 2008). Selon cette méthode, les teneurs en éléments traces corrélés positivement à un élément majeur sont pondérées par la teneur en cet élément (calcul du rapport élément trace/élément majeur). Cette pondération permet de caractériser une source non par des teneurs absolues en éléments, mais par des teneurs relatives, moins à même de varier lorsque les teneurs absolues varient. Les oxydes de fer étant à la base de la définition d'une ocre, cette méthodologie a été appliquée en utilisant les éléments traces corrélés positivement au fer. Elle s'appuie sur le postulat que ces éléments sont associés à la phase oxyde de fer dans les roches ferrugineuses, et que ces derniers sont susceptibles de varier en fonction des sources.

Pour cette étude, étant donné qu'il existe dans la littérature plusieurs méthodes proposées pour traiter les données, les principales étapes du traitement sont exposées, puis les résultats seront discutés. Nous avons d'abord considéré les éléments seuls, puis les logarithmes des rapports entre éléments traces et fer.

- **Eléments majeurs**

Les éléments majeurs rencontrés dans les différentes sources sont toujours Si, Al ou Fe seul. Au contraire, les éléments Ca, Mg, Na, K et P sont toujours bas, inférieurs à 6 % en pourcentage d'oxydes, dans les shales comme dans les ferricrètes. Les teneurs en fer sont très variables, allant de 4 % à 84 % en Fe_2O_3. Elles varient de seulement 4 à 16 % dans les shales tandis qu'elles sont comprises entre de 20 à 84 % pour les ferricrètes. Toutefois, dans deux pièces associées aux sources de ferricrètes, le taux en Fe_2O_3 est inférieur à 50 % et le taux en Al_2O_3 supérieur à 10 % (14698e et f, source Ferr 2). Ces caractéristiques correspondent en théorie à des shales plus qu'à des ferricrètes, d'après les critères établis précédemment. On constate dès à présent la grande variabilité de composition auquelle conduisent les altérations secondaires.

Au sein des shales, des tendances différentes peuvent s'observer au niveau des éléments majeurs. Les teneurs en aluminium sont plus élevées dans les sources shale 1 et shale 6, et plus

faibles dans les sources shales 2 et 3 (Klipheuwel formation). Le diagramme binaire Fe_2O_3 en fonction d'Al_2O_3 permet de séparer les sources 1 et 4 des sources 2 et 3. Via les éléments majeurs, une certaine variabilité inter-source s'observe donc, mais les variations intra-source restent trop fortes pour qu'on puisse les séparer complètement (Figure 30).

- **Eléments traces**

Les teneurs en éléments traces permettent d'observer des tendances selon certaines sources. Les éléments Nb, Ta, Y et des terres rares (Th et U exceptés) permettent par exemple de discriminer les sources de shale de celles de ferricrète. Pour aller plus loin, les données ont été traitées par analyse statistique, par (ACP).

Parmi les éléments traces dosés, 35 ont pu être exploités par traitement statistique. L'un des critères est l'absence ou le faible nombre d'échantillons pour lesquels l'élément n'est pas détecté, car cela conduit à des valeurs manquantes. L'analyse en composante principale (ACP) de ces éléments met en évidence des différences importantes entre shale et ferricrètes (Figure 31). Parmi les éléments ayant la plus grande contribution dans le calcul de la composante PC 1, on retrouve les éléments Nb, Ta, Y et les terres rares. On constate que les pièces aux taux de fer bas parmi les ferricrètes sont plus proches des ferricrètes que des shales (source Ferr 2).

Si on ne considère plus que les sources de shale, sept éléments apparaissent plus discriminants : As, Cr, Ge, Nb, Nd, Pb et Th. Une ACP sur ces éléments permet ainsi de séparer trois des sources de shale (ACP II, Figure 32). Un recouvrement existe toutefois entre deux des sources issues d'une même formation géologique (Shale 2 et 3).

- **Eléments traces corrélés au fer**

Afin d'appliquer la méthode se basant sur l'étude des logarithmes des rapports entre les éléments traces et le fer, il est nécessaire de déterminer quels éléments sont corrélés positivement avec ce dernier. Des tests de Pearson sont utilisés pour calculer un indice de corrélation entre éléments et la probabilité qui lui est associée (matrice des corrélations), selon la méthode mise au point par R. Popelka-Filcoff et collaborateurs (2007 ; 2008). Le premier test a été réalisé sur tous les échantillons, en prenant en compte tous les éléments (Tableau 23). Dans ces conditions, seul As est significativement corrélé de façon positive au fer (intervalle de confiance supérieure à 90 %). Un seul élément trace n'est pas suffisant pour discriminer entre plusieurs sources. Pour aller plus loin, il a fallu tester shales et ferricrètes séparément.

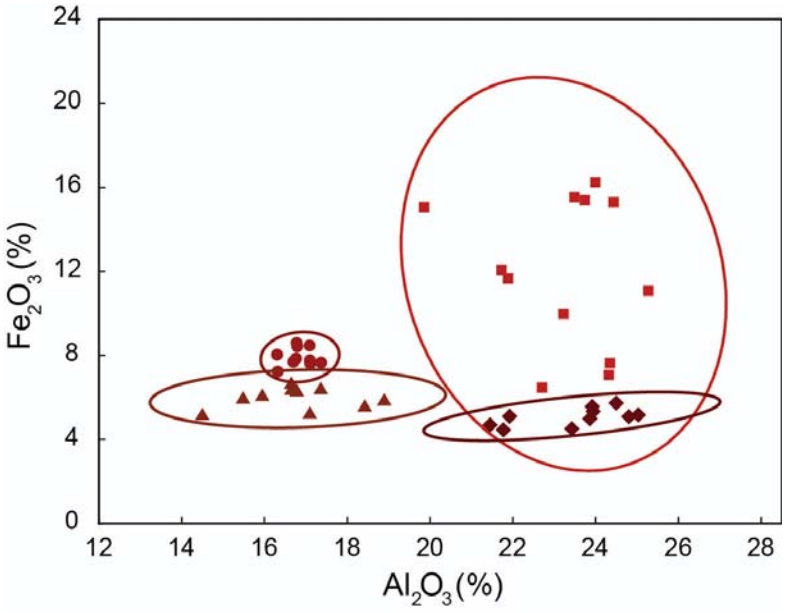


Figure 30 – Diagramme binaire des éléments majeurs fer et aluminium, exprimés en % d'oxydes, montrant les différences et similitudes de composition entre les sources de shale.

Ellipse de confiance : 90 %.

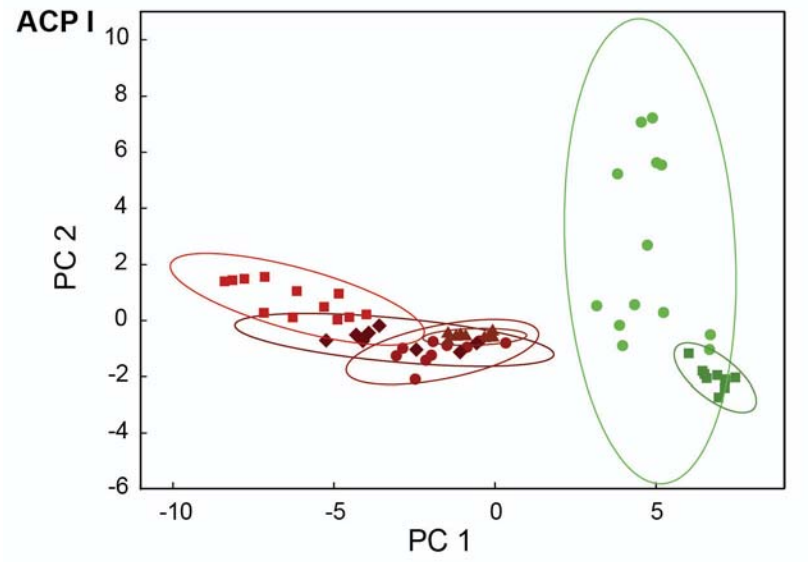


Figure 31 – Composantes 1 et 2 de l'ACP I réalisées à partir de tous les éléments traces (N=36), discrimination selon le type de matière première.

Total de la variance : 74 %.

Ellipses de confiance : 95 %.

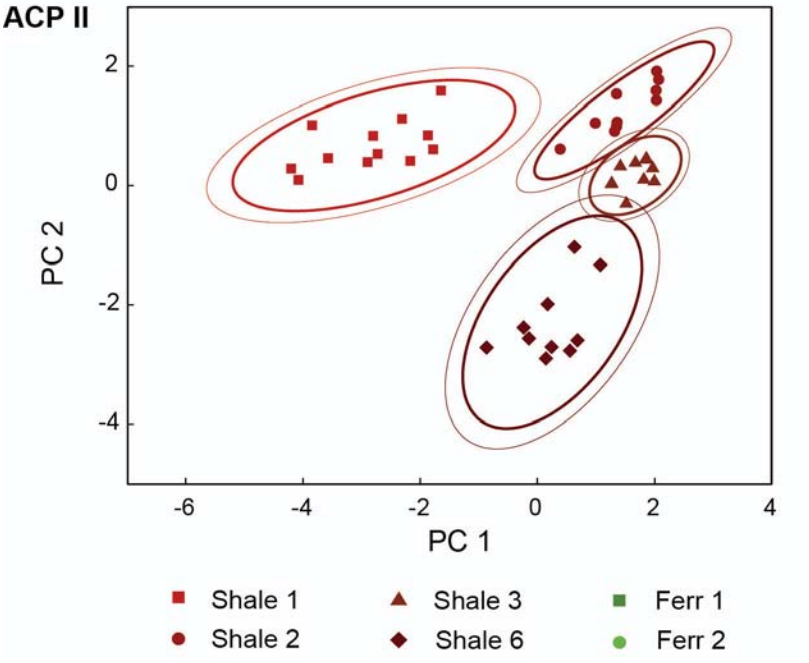


Figure 32 – Composantes 1 et 2 de l'ACP II réalisées sur les d'As, Cr, Ge, Nb, Nd, Pb et Th, discrimination entre les sources de shale.

Total de la variance : 85 %.

Ellipses : 90 %, 95 %.

Parmi les échantillons de shale, Fe est corrélé positivement avec K et Ti en ce qui concerne les éléments déterminés par ICP-AES. Il est en revanche anticorrélé avec Si. Au niveau des éléments traces déterminés par ICP-MS une corrélation positive avec Fe est observée pour As, Ba, Co, Cr, Ga, Nb, Pb, Sb, Ta, V, Y, U et presque toutes les terres rares. La plupart de ces éléments s'avèrent aussi corrélés positivement avec Al, à l'exception de Sb et Co.

Les corrélations entre éléments sont très différentes dans les ferricrètes. Cette fois, seuls Sr et Ba, dans une moindre mesure, sont corrélés positivement avec le fer. Ce dernier est par ailleurs anticorrélé avec nombre d'éléments majeurs et traces, y compris Si et Al.

	As	Ba	Co	Cr	Cu	Ga	Nb	Pb	Rb	Sb	Sr	Ta	U	V	Y	Zr
Tous les échantillons																
Fe	0.48	-0.67	-0.27	0.05	-0.14	-0.79	-0.88	0.06	-0.95	-0.10	-0.36	-0.89	0.30	0.08	-0.79	-0.71
Al	-0.27	0.68	0.08	0.14	0.20	0.93	0.90	0.04	0.90	0.12	0.19	0.89	-0.16	-0.01	0.87	0.77
Shales																
Fe	0.92	0.62	0.49	0.81	-0.12	0.62	0.66	0.83	-0.30	0.89	-0.10	0.71	0.71	0.89	0.52	0.24
Al	0.41	0.45	-0.47	0.70	0.09	0.84	0.54	0.16	0.43	-0.15	-0.29	0.44	0.46	0.28	0.66	0.44
Ferricrètes																
Fe	-0.26	0.21	0.11	-0.45	-0.93	-0.83	-0.89	-0.40	-0.79	-0.37	0.74	-0.88	0.08	-0.38	-0.64	-0.78
Al	0.20	-0.06	-0.20	0.47	0.85	0.84	0.93	0.35	0.84	0.34	-0.72	0.93	0.04	0.36	0.69	0.76

Tableau 23 – Coefficients de corrélation (r, corrélations linéaires de Pearson) entre le fer, l'aluminum et les principaux éléments traces présents dans les échantillons géologiques. Les calculs ont été réalisés en prenant en compte l'ensemble des éléments traces et majeurs exploitables. Les données surlignées en vert (corrélation positive) et en rouge (corrélation négative) représentent les valeurs les plus significatives (seuil de probabilité p à 90 %).

- **Logarithmes des rapports éléments traces sur le fer**

Les rapports sur le fer des éléments précédemment sélectionnés ont été calculés. Comme les rapports ne suivent pas une distribution normale, ils ne peuvent être utilisés dans une ACP. Ce sont donc les logarithmes des rapports qui ont été utilisés.

La liste d'éléments corrélés positivement au fer dans les shales a été traitée en premier lieu. Cette liste comprend 26 éléments, mais certains d'entre eux sont aussi corrélés positivement à l'aluminium. Ils sont plus susceptibles d'être associés aux argiles qu'aux oxydes de fer, aussi ils n'ont pas été conservés. Une ACP à partir des éléments restant, As, Ba, Co, Cr, Nb, Pb, Sb, Ta U et V, montre que les sources les mieux séparées sont à nouveau les sources de shale d'une part, et celles de ferricrètes de l'autre (ACP III, Figure 33). Les facteurs de plus faible variance permettent de caractériser les sources de shale, mais cette fois shales et ferricrètes ne

sont plus séparés. En parallèle, on vérifie également que le diagramme binaire des logs des rapports de Ba et Sr, corrélés au fer sans les ferricrètes, sépare également la distribution des sources de shale de celles de ferricrètes (Figure 34).

Pour limiter les effets de la variabilité interne des sources de shale, il faut comme précédemment les traiter seuls. Après réduction de variables en utilisant les résultats de l'ACP III, les logs des rapports des éléments suivants ont été conservés : As, Ba, Cr, Sb et V. Une dernière ACP (ACP IV, Figure 35) réalisée à partir de ces rapports permet une discrimination maximale entre les quatre sources de shale.

Synthèse

Quelle que soit la méthode de traitement choisie, qu'on considère les éléments seuls ou les logarithmes des rapports sur le fer, les éléments traces sont d'abord caractéristiques du type de source, « shales » ou « ferricrètes ». La différence de composition en éléments majeurs n'est cependant pas le seul facteur à l'origine de cette discrimination. En effet, les deux shales indurés trouvés près des sources de ferricrètes sont très éloignés de la distribution des sources de shale considérées, bien qu'ils présentent des taux de fer proches. Des processus d'altération secondaire distincts dans la formation des affleurements de shale et ceux de ferricrètes pourraient expliquer cette différence géochimique autant que chimique. En conséquence, lorsqu'on s'intéressera aux échantillons archéologiques, il faudra nécessairement passer par une première étape de traitement, afin de vérifier que la matière première identifiée par d'autres méthodes (observation, MEB-EDXS ou DRX), correspond bien à celle définie à partir des éléments traces. En ce qui concerne les shales, les deux méthodes de traitement sont difficiles à départager. Une étape supplémentaire a été nécessaire pour mieux les départager, l'attribution d'échantillons archéologiques de provenance inconnue.

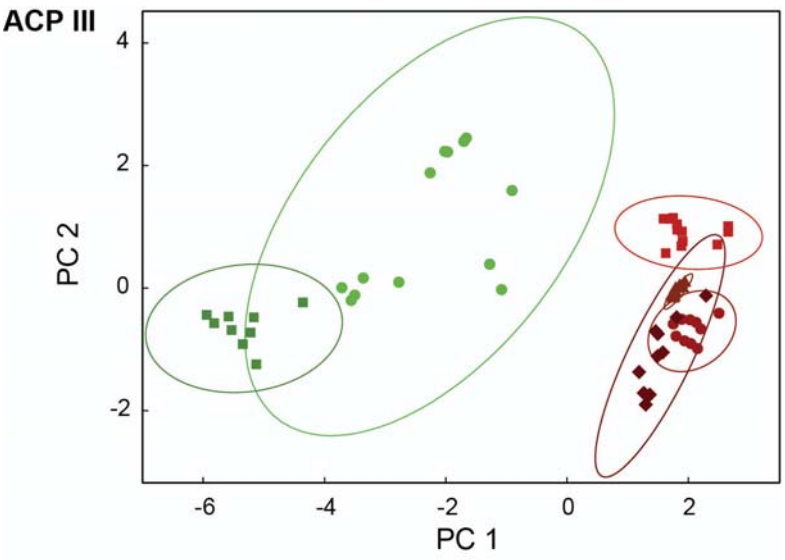


Figure 33 - Composantes 1 et 2 de l'ACP III réalisées sur les logs des rapports au fer de 10 éléments traces, discrimination selon le type de matière première.

Total de la variance : 87 %.

Ellipses de confiance : 95 %.

Valeurs manquantes : moyennes.

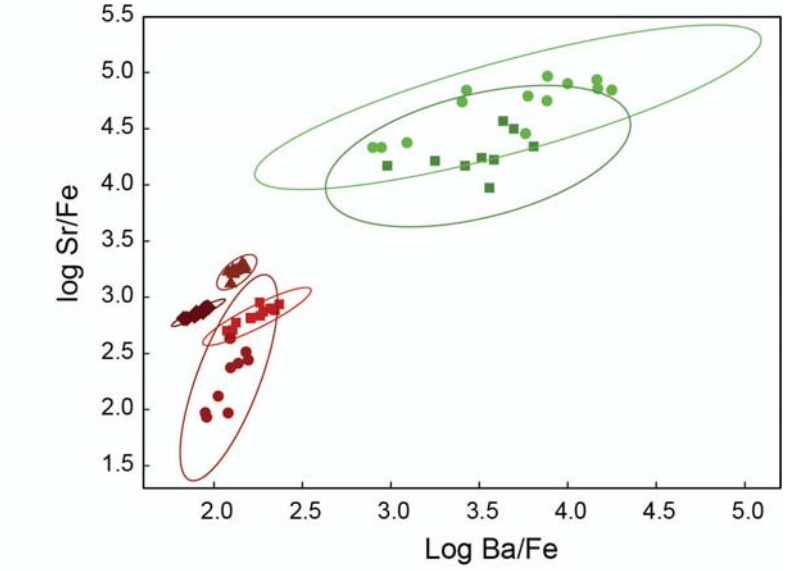


Figure 34 – Diagramme binaire log Sr/Fe et log Ba/Fe, éléments corrélés au fer dans les ferricrètes, discrimination selon le type de matière première.

Ellipses de confiance : 95 %.

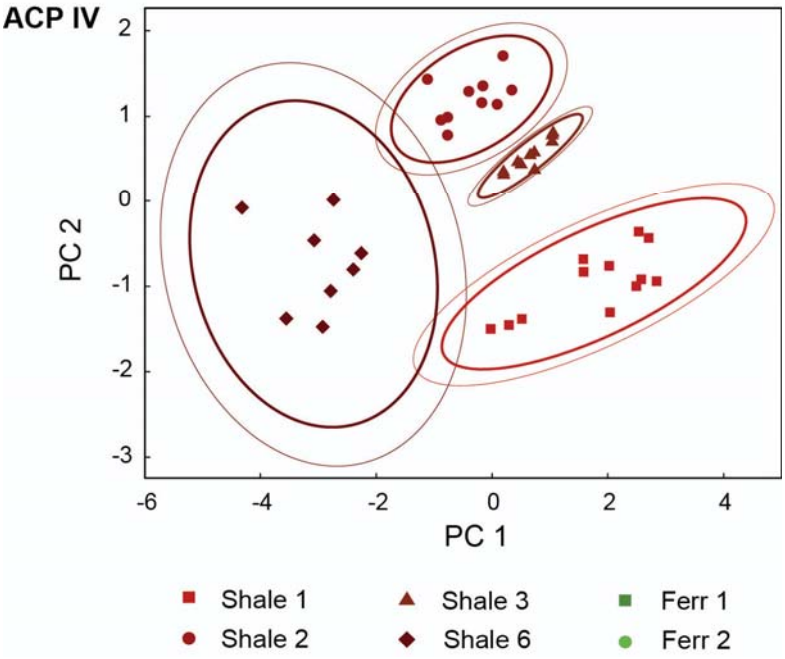


Figure 35 - Composantes 1 et 2 de l'ACP IV réalisées sur les logs des rapports au fer des éléments As, Ba, Cr, Sb et V, discrimination entre les sources de shale.

Total de la variance : 87 %.

Ellipses : 90%, 95 %.

Valeurs manquantes : absentes.

- **Attribution d'échantillons archéologiques**

Les deux méthodes de traitement utilisées précédemment, sont chacune susceptibles de donner des indications sur l'attribution d'échantillons archéologiques à l'une ou l'autre des sources. Ce sont nos modèles de référence. Un total de dix échantillons, six de shale et quatre de ferricrètes, a été analysé dans les mêmes conditions que les échantillons géologiques, et les données injectées dans chacun des modèles. La nature des échantillons a été déterminée à partir de la méthode de classement définie plus haut (voir III.3.2).

Ferricrètes

Les éléments traces seuls permettent d'attribuer trois échantillons de ferricrètes sur quatre (PC 1 et 2 de l'ACP I, Figure 36). Les logarithmes des rapports donnent de meilleurs résultats, tous les ferricrètes archéologiques deviennent compatibles avec la distribution des ferricrètes géologiques (ACP III, Figure 37). Toutefois, le faible nombre de sources considérées ne permet pas d'affirmer une relation stricte entre les échantillons archéologiques et la source Ferr 2 ou Ferr 1, seulement de constater une affinité de composition.

L'une des pièces décrite au départ comme shale présente les mêmes caractéristiques qu'un ferricrète (Arch 9), quelle que soit la méthode de traitement utilisée. Cette pièce ne peut donc être comparée aux sources de shale dans les modèles établis précédemment. Il s'agit d'une forme d'altération secondaire plus avancée (shale induré).

Shales

Trois échantillons de shale sur cinq s'accordent avec la distribution des shales géologiques d'après l'ACP I (ensemble des éléments traces, PC 1 et 2) (Figure 36). L'ACP II restreinte à quelques éléments donne le même résultat, et permet d'attribuer ces trois échantillons à la source Shale 1 (Figure 38). Avec les logarithmes des rapports, non plus trois mais quatre échantillons entrent dans la distribution de la source Shale 1 (ACP III, Figure 37). Le dernier reste en dehors de la répartition des sources étudiées. Selon l'ACP IV, si la séparation des sources est meilleure globalement, deux sources se recoupent partiellement à 95 % d'intervalle de confiance (PC 1 et 2) (Figure 39). Du fait de ce recouvrement, seulement trois échantillons peuvent être attribués à la source shale 1, contrairement à précédemment. Un quatrième est situé à la limite entre les sources Shale 1 et 6.

Pour aller plus loin, les éléments de plus grands poids selon l'axe PC 1 et PC 2, respectivement Ba et As, ont été isolés. Le diagramme binaire des logs des rapports pour ces

deux éléments attribue quatre échantillons archéologiques à la source Shale 1 (Figure 40). Cette représentation apparait la plus efficace pour traiter de la provenance des shales dans le contexte de Diepkloof Rock Shelter. Elle permet en effet de comparer une source locale à des sources semi-locales ou allochtones, ce qui est l'un des meilleurs moyens pour vérifier d'une part l'origine anthropique des pièces, d'autre part pour isoler des pièces qui auraient été transportées sur de longues distances.

Altérations possibles

De faibles différences d'attribution sont observées sur les diagrammes binaires des logs éléments traces/fer sélectionnés, savoir As, Ba, Cr, Sb et V. Il y a toujours au moins trois échantillons sur 4 attribués à la source Shale 1, mais ce ne sont pas toujours les mêmes. Ceci peut être à la variabilité interne de la source, où à une légère altération des échantillons archéologiques. Quoi qu'il en soit, leurs teneurs en éléments traces, considérées dans le détail, ne sont pas strictement les mêmes que celle de la source. Une analyse multivariée prenant en compte plusieurs éléments apparait donc comme le meilleur moyen de s'affranchir de ce léger biais possible : la variance globale, celle caractérisant la source d'origine, prend le dessus sur les petites variations de chaque élément.

Synthèse

Entre les deux méthodes testées, le traitement à partir des logarithmes des rapports apparait plus avantageux dans le contexte étudié. Alors que seulement trois échantillons sont attribués à la source Shale 1 en considérant les teneurs absolues, les teneurs relatives lui en associent quatre. Cette attribution est validée à la fois par l'ACP III, le diagramme binaire log As/Fe et log Ba/Fe, et dans une moindre mesure l'ACP IV. La probabilité est donc grande que quatre et non trois échantillons appartiennent à la source Shale 1. Cette attribution est également cohérente avec le fait que cette source est située à l'intérieur même de l'abri.

Ces différences d'attribution s'expliquent par un échantillonnage qui ne rend pas compte de la variabilité intra-source dans son ensemble. En effet, si on considère le diagramme Fe_2O_3 en fonction d'Al_2O_3, on constate que l'échantillon étant situé en dehors de la source shale 1 (Arch 10) a une composition différente en éléments majeurs (Figure 41). La pondération permet donc de s'affranchir en partie de la limite de l'échantillonnage, celui-ci ne représentant pas toujours fidèlement la variabilité intra-source telle qu'elle existait au moment de l'exploitation.

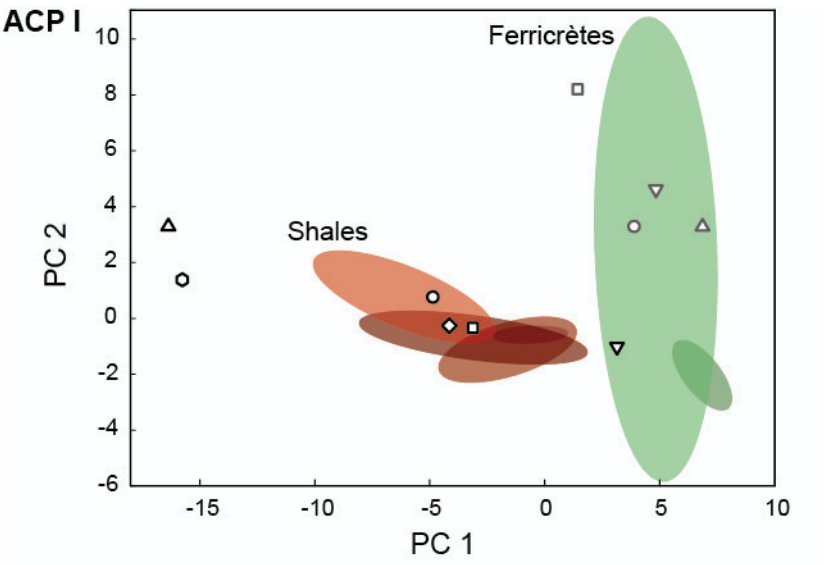


Figure 36 – Attribution de 10 échantillons archéologiques selon l'ACP I réalisées sur l'ensemble des éléments traces. Discrimination selon le type de matière première.

Ellipses de confiance : 95 %.

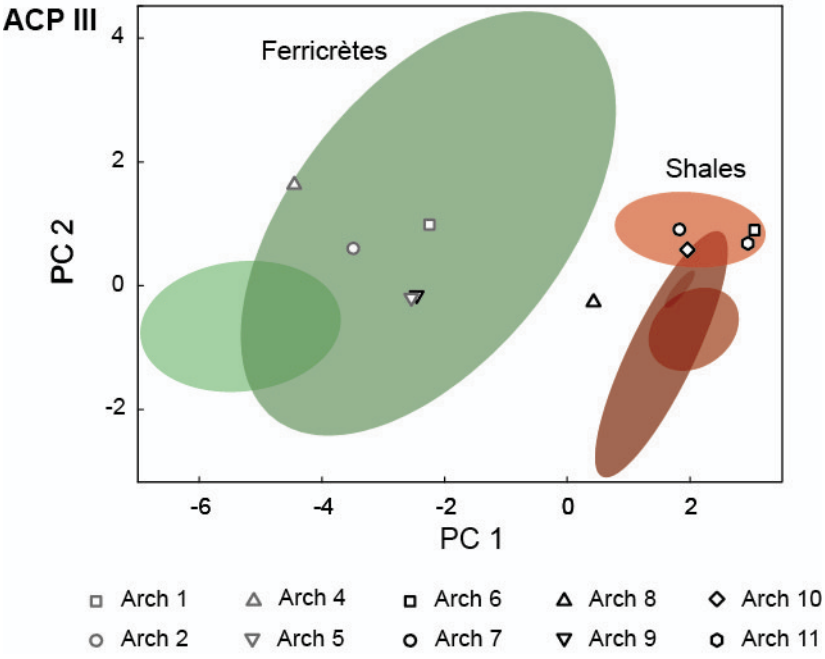


Figure 37 - Attribution de 10 échantillons archéologiques selon l'ACP III réalisées sur les logs des rapports éléments traces/fer.

Discrimination selon le type de matière première.

Ellipses de confiance : 95 %

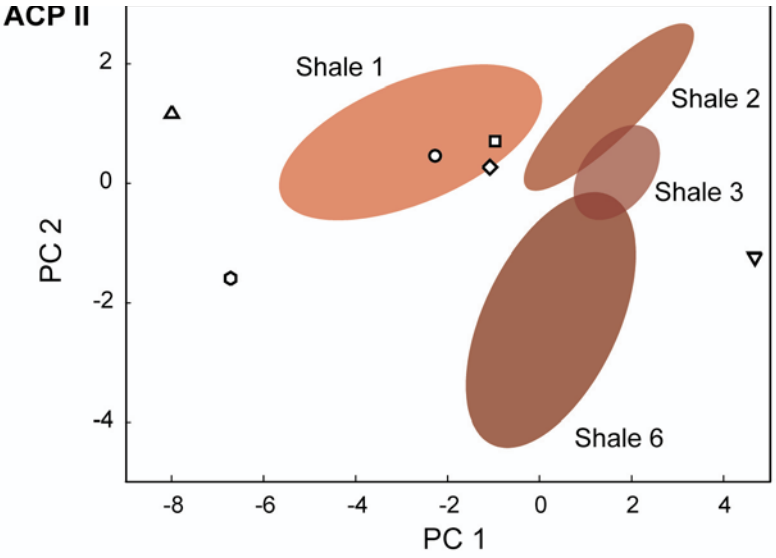


Figure 38 – Attribution de 5 échantillons archéologiques selon l'ACP II sur une sélection d'éléments traces.

Répartition des sources de shale.

Ellipses de confiance : 95 %.

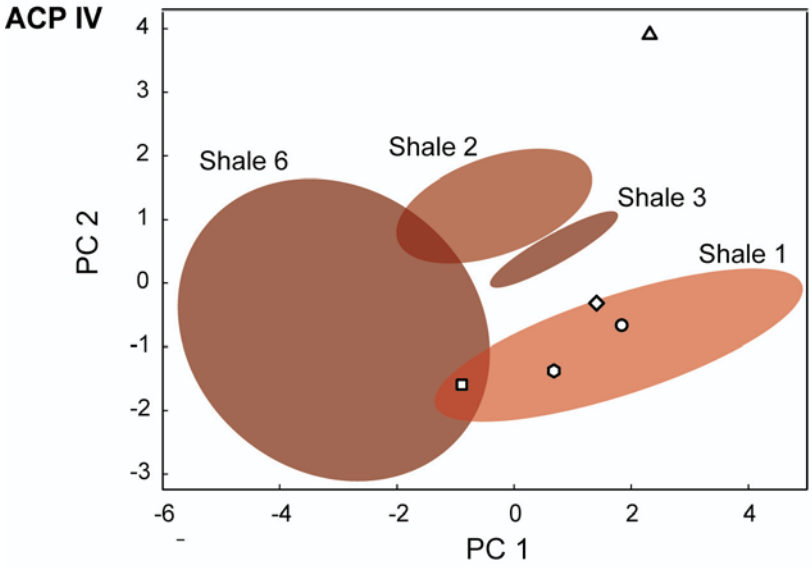


Figure 39 - Attribution de 5 échantillons archéologiques selon l'ACP IV réalisées sur une sélection de logs de rapports éléments traces sur le fer.

Répartition des sources de shale.

Ellipses de confiance : 95 %.

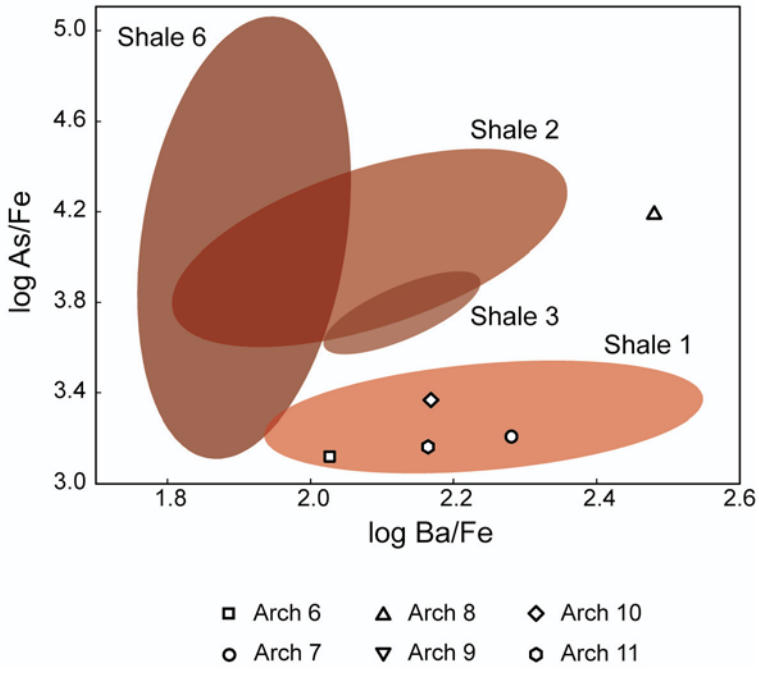


Figure 40 - Attribution de 5 échantillons archéologiques selon les diagrammes binaire de log As/Fe et log Ba/Fe.

Répartition des shales.

Ellipse de confiance : 95 %.

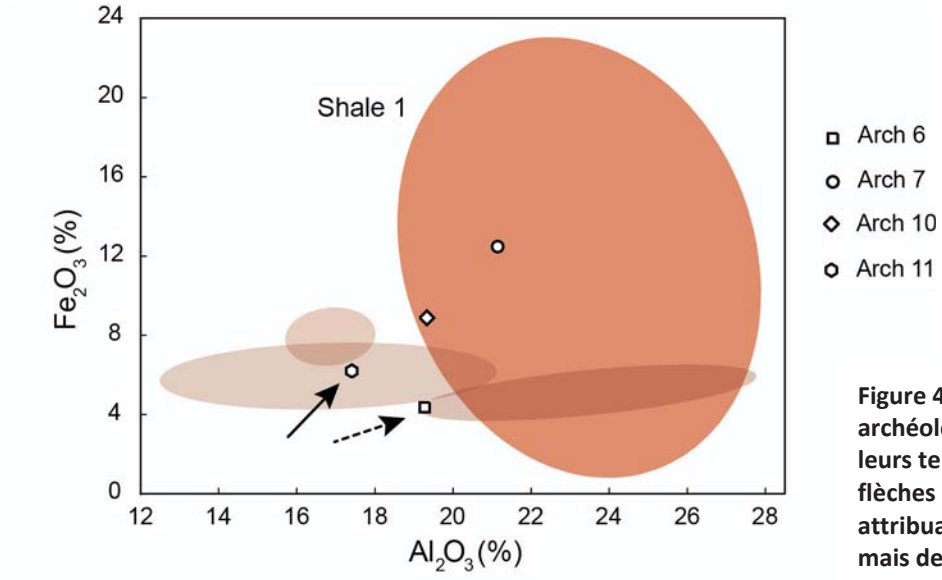


Figure 41 – Répartition des shales archéologiques en fonction de leurs teneurs Fe_2O_3 et Al_2O_3. Les flèches indiquent ceux attribuables à la source shale 1, mais de composition en éléments majeurs différente de l'échantillonnage de cette source.

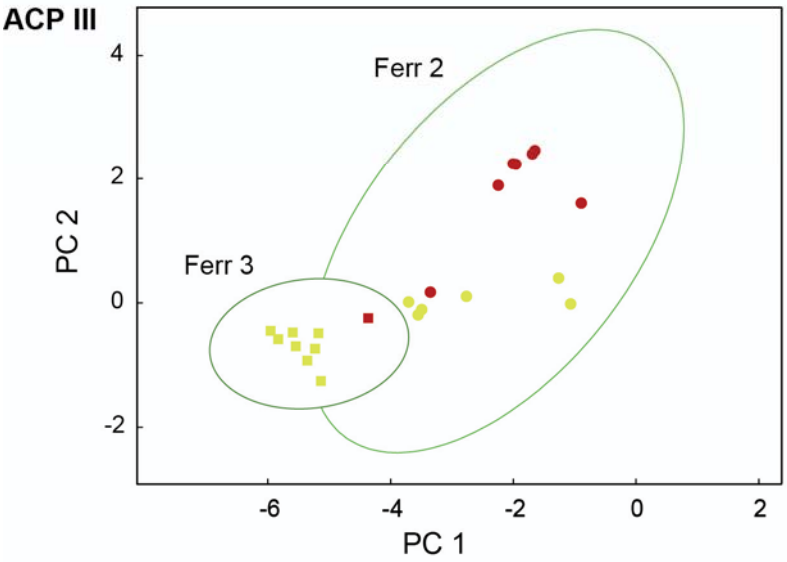


Figure 42 – Répartition des échantillons riches en goethite (jaune) ou en hématite (rouge) dans les sources de ferricrètes.

- **Bilan et discussion**

Nous avons pu montrer aussi bien par l'étude des échantillons géologiques qu'archéologiques, qu'il existe une différence entre la classification des roches qu'on peut proposer à partir de leurs caractéristiques macroscopiques et chimiques, et la « nature » géochimique des matériaux. Les implications de cette observation pour les recherches de provenance sont importantes. Cela nécessite de passer par deux étapes de traitement, l'une où toutes les sources sont prises en compte, l'autre adaptée à la « nature » des matières premières. Cela signifie également que la notion de source est difficile à définir. Il faut tenir compte du lieu de prélèvement mais aussi de la géochimie des matériaux pour définir chaque source. Les cas

limites rencontrés sont trop peu nombreux pour que l'on puisse proposer d'autres critères que la géochimie pour faire cette distinction dans le cadre de ce travail.

Cette caractéristique des sources ferrugineuses pourrait être d'ordre plus général, si on compare les conclusions de ce travail à celles de l'unique étude qui est parvenue jusqu'à la comparaison directe entre sources géologiques et échantillons archéologiques (Eiselt et al., 2011). Eiselt et collaborateurs ont en effet dû distinguer deux types de sources en fonction de la nature des roches, des « hématites terreuses » d'une part, et des « hématites spéculaires » d'autre part. De même, les échantillons archéologiques sont séparés en deux groupes. Au contraire de cette étude, aucun cas limite n'est observé.

En ce qui concerne plus spécifiquement les ferricrètes, le faible nombre d'éléments traces associés au fer est une limitation importante. Ceci pourrait être en partie dû à la variabilité des oxydes de fer présents. Selon l'ACP réalisée à partir des teneurs absolues comme à partir des logarithmes des rapports sur le fer (ACP I et III), on observe en effet une différence de répartition des échantillons Ferr 2, corrélée en partie à la nature des oxydes de fer présents, goethite ou hématite. Ceux plus riches en goethite sont distincts de la majorité de ceux riches en hématite (Figure 42). Cette disparité constitue une limite pour la recherche de provenance pour les ferricrètes. Etant donné le faible nombre de sources étudiées pour les ferricrètes, il n'a pas été possible (ni utile) d'aller plus loin pour pallier cette limite.

En ce qui concerne les shales en revanche, l'approche développée présente un fort potentiel. En effet, bien que distantes d'à peine 10 km dans certains cas, les sources sont aussi bien discriminées par les teneurs absolues en éléments traces que par les teneurs pondérés par le fer. De plus, la variabilité interne des sources est en grande partie pondérée par l'utilisation des teneurs relatives (logarithmes des rapports). De manière générale, une ACP sur plusieurs logarithmes est préférable car elle permet de limiter des variations apparemment aléatoires de teneurs en éléments traces, compensant ainsi davantage les problèmes de variabilité intra-source et d'éventuelles altérations des matériaux archéologiques. Dans le cas étudié toutefois, l'utilisation du diagramme binaire des logarithmes des rapports de plus haut poids dans le calcul de la variance, Ba/Fe et As/Fe, est plus intéressant, car il permet de comparer la source locale aux autres sources.

d. Eléments traces : analyses de surface par PIXE

Deux choix sont possibles pour l'étude de provenance par PIXE : soit analyser l'ensemble du corpus géologique afin de réaliser un référentiel spécifique à la méthode et à l'analyse de surface ; soit ne conserver que les éléments pour lesquels il a été vérifié que les résultats de l'analyse sur poudre par ICP jusqu'à l'analyse de surface sur échantillons archéologiques sont comparables à 2σ près, et comparer les données PIXE de surface au corpus défini par ICP.

Nous avons fait le choix, pour limiter le nombre d'analyses, de travailler avec le même corpus de référence que précédemment. L'étude sera donc restreinte aux quatre éléments déterminés précédemment comme les moins susceptibles de varier : As, Nb, Pb et Y. Ces éléments ont l'avantage d'être tous corrélés positivement au fer au moins dans les échantillons de shale. Les logarithmes des rapports peuvent donc être utilisés.

- **Attribution d'échantillons géologiques**

Un test a été réalisé afin de vérifier que les échantillons géologiques analysés en surface sont bien attribués aux sources dont ils sont issus, lorsque les résultats PIXE et ICP sont comparés. Une analyse en composante principale a été réalisée à partir des teneurs ICP-MS (logs des rapports sur le fer, ACP V). Les coordonnées des teneurs obtenues en surface par PIXE ont été calculées en parallèle. Pour les ferricrètes, les teneurs en éléments traces sont trop souvent en dessous des limites de détection, ce qui ne permet pas de calculer des coordonnées par ACP. Ils peuvent être étudiés à partir des diagrammes binaires des logs des rapports.

On vérifie bien que les deux échantillons de shale étudiés sont tous attribués à leur source d'origine selon les composantes 1 et 2 (Figure 43). Les sources sont cependant moins bien séparées que lorsqu'un plus grand nombre d'éléments traces étaient considérés.

Sur les diagrammes binaires des logarithmes, les échantillons analysés par PIXE sont également attribués convenablement aux sources dont ils proviennent, les shales comme les ferricrètes. L'analyse de surface doit donc permettre d'attribuer des échantillons inconnus. Le diagramme binaire qui permet le mieux de séparer les sources est le diagramme des logs As/Fe et Pb/Fe (Figure 44).

- **Attribution d'échantillons archéologiques**

Parmi les échantillons archéologiques, cinq ont servi à tester la validité du modèle précédemment établi, trois shales et deux ferricrètes. On vérifie que les trois shale suivent bien les mêmes tendances que précédemment suivant l'ACP précédente (ACP V, Figure 45) :

- deux entrent dans la distribution de la source shale 1 (Arch 5 et 6) ;
- le troisième est entre les sources de shale et de ferricrètes (Arch 7).

Ces résultats sont en tous points compatibles avec ceux de l'ICP.

Les mêmes conclusions sont observées pour les shales sur le diagramme binaire des log As/Fe et log Pb/Fe. Pour les ferricrètes, on montre également que les échantillons archéologiques sont compatibles avec les sources géologiques étudiées (Figure 46).

- **Conclusion**

L'analyse de surface par PIXE présente le potentiel nécessaire pour entreprendre des recherches de provenance. Il a fallu néanmoins sélectionner rigoureusement les éléments étudiés pour éviter les effets des altérations de surface et autres biais. Le faible nombre d'éléments traces considérés rendent les discriminations entre sources moins évidentes par rapport à l'analyse sur poudre par ICP. Le PIXE pourrait donc être limité à l'analyse des pièces présentant des traces anthropiques, pour lesquelles le recours au prélèvement est plus difficile à justifier.

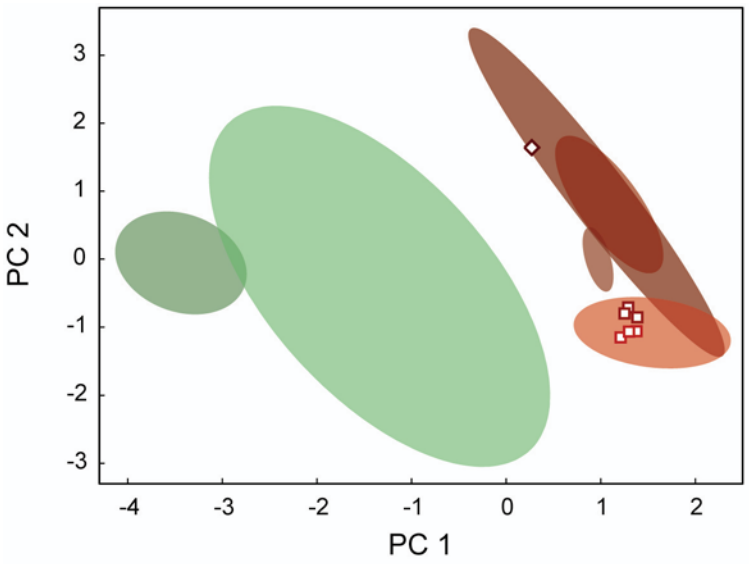


Figure 43 – Composantes 1 et 2 de l'ACP V réalisées à partir des logs des rapports d'As, Nb, Pb, Y (dosage ICP) et distribution des échantillons géologiques analysés par PIXE.

Total variance : 97 %

Shale 1 (14043a)
Shale 1 (14050b)
Shale 6 (14696c)
Ferr 2 (14699a)

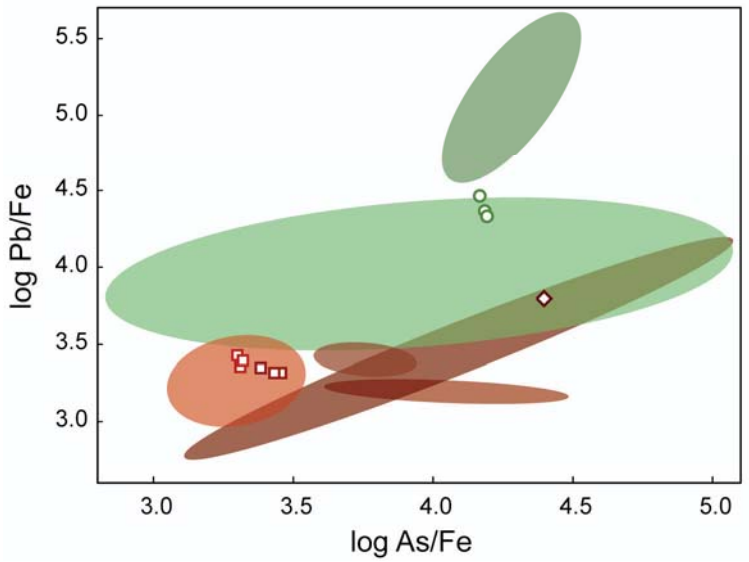


Figure 44– Diagramme binaire de log As/Fe et log Pb/Fe, distribution des échantillons géologiques analysés par PIXE.

Ellipses de confiance : 95 %

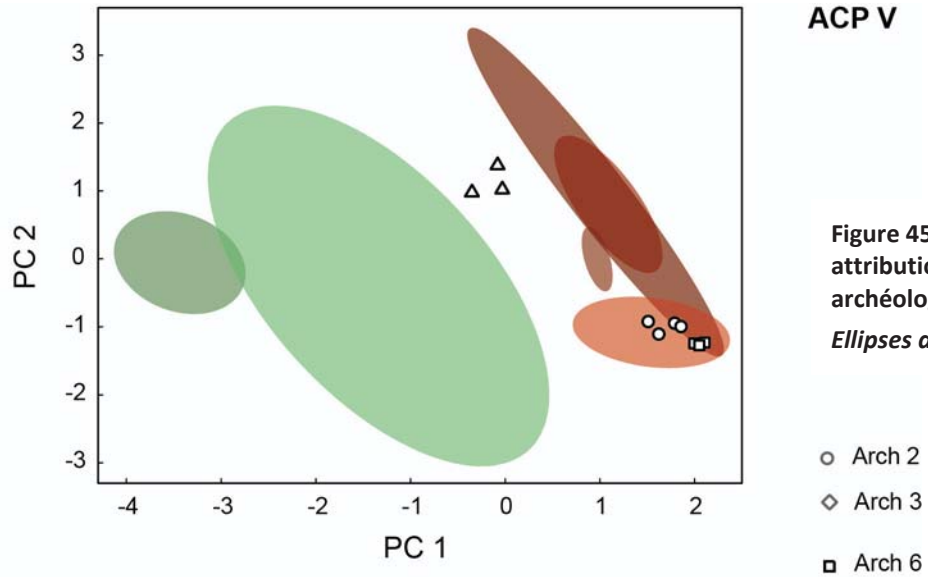
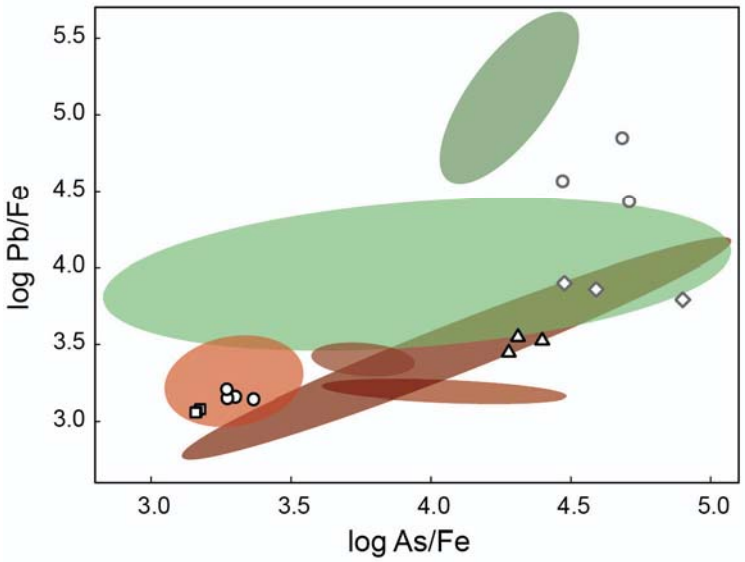


Figure 45 –ACP V (dosage ICP) et attribution de 3 échantillons archéologiques analysés par PIXE.

Ellipses de confiance : 95 %



Arch 2
Arch 3
Arch 6
Arch 7
Arch 8

Figure 46 – Diagramme binaire de log As/Fe et log Pb/Fe, attribution de 5 échantillons archéologiques analysés par PIXE.

Ellipses de confiance : 95 %

e. Complémentarité des méthodes et bilan

Cette partie détaillée sur les recherches de provenance, s'appuyant sur plusieurs méthodes, depuis l'observation jusqu'à l'analyse par faisceau d'ions, montre que chacune apporte une contribution à part entière à la discrimination entre sources, y compris l'observation à la loupe binoculaire.

Un schéma de synthèse des différents indices de provenance pouvant être utilisé dans le contexte géologique étudié a pu être établi pour les sources de shale, à partir des informations obtenues (Figure 47).

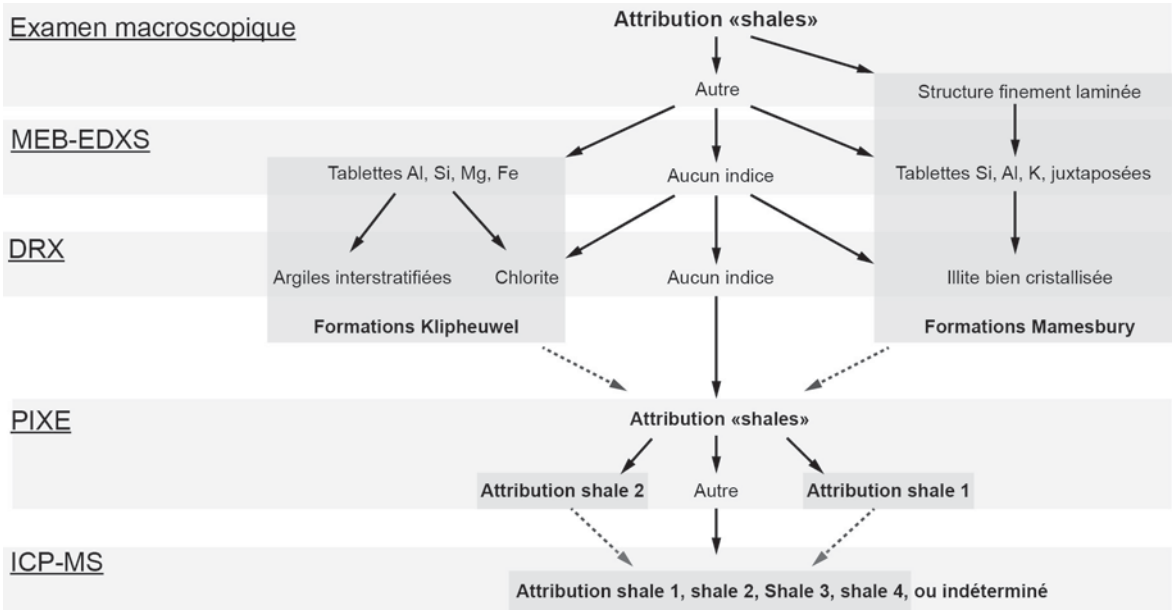


Figure 47 – Schéma de synthèse établi à partir de différentes méthodes pour déterminer la provenance ou l'origine géologique d'ocre (shales) dans le contexte proche de Diepkloof Rock Shelter, Afrique du Sud.

La structure est un premier critère pour séparer les shales en fonction de leur origine géologique. Examen macroscopique et MEB-EDXS sont complémentaires. Le MEB-EDXS permet d'observer la structure à une échelle plus fine (microstructure), et de caractériser la composition élémentaire des grains et cristaux observés. Dans le cas où l'état de surface est représentatif de la globalité de l'échantillon, observation et analyse peuvent être pratiquées en surface. Plus une surface observée sur l'échantillon est importante, meilleure est la représentativité de l'observation.

La DRX met en évidence la présence de différentes familles d'argile en fonction de l'origine géologique des sources. A l'inverse du MEB-EDXS, l'application non invasive est très limitée, du fait de la difficulté à identifier les argiles sur échantillons massifs. L'analyse sur poudre orientée est indispensable pour conclure.

Pour les ferricrètes, les indices de provenance à partir du MEB-EDXS sont moins clairs si on ne considère que les sources géologiques. La forme des cristaux d'oxydes de fer est le seul critère qui peut être utilisé, pour identifier des formes de recristallisation caractéristiques des altérations secondaires associées aux formations Malmesbury. Il n'y a pas de phases minéralogiques caractéristiques.

L'analyse des éléments traces est l'une des approches les plus complètes, puisqu'elle permet d'utiliser un même critère (sélection d'éléments traces) pour discriminer plusieurs

sources en même temps. La mise en œuvre de recherches de provenance dans le cas d'échantillons à la composition très variable comme les ocres impose cependant une limite : les sources doivent être étudiées en prenant en compte la nature des roches. Les meilleurs résultats ont été obtenus lorsqu'il a été possible de réaliser des groupes macroscopiques ou minéralogiques au préalable, et en réalisant un traitement par analyse statistique en deux étapes.

Entre les deux techniques d'analyse élémentaire utilisées, ICP et PIXE, les modèles de référence les plus fiables sont obtenus avec celle qui permet le dosage du plus grand nombre d'éléments traces, l'ICP-MS. En revanche, le caractère non-invasif du PIXE, apparait plus adapté pour une première approche, et pour étudier des pièces sur lesquelles il n'est pas possible de prélever.

III.3.4. Traitement thermique

Les objectifs principaux des recherches menées sur la question du traitement thermique ont été la constitution d'un corpus de référence en complément des données bibliographiques, la comparaison des données de laboratoire avec celles obtenues à partir d'un feu expérimental, et la comparaison de différentes méthodes pour le diagnostic de chauffe. Trois méthodes ont été utilisées, DRX, MET, et TL. L'application des deux dernières méthodes, toutes deux invasives, a été limitée en ce qui concerne l'application aux échantillons archéologiques, en raison du contexte à Diepkloof qui n'est pas favorable à une distinction entre traitement thermique et chauffe accidentelle. En revanche, la réalisation d'un foyer expérimental s'est avérée cruciale pour mieux comprendre les transformations mises en jeu.

a. Méthodes basées sur l'état de cristallinité de l'hématite

- **Protocole expérimental**

Pour l'étude des caractéristiques cristallines d'une l'hématite issue d'un chauffage de goethite, deux types d'expérimentation ont été réalisées : certaines en laboratoire, d'autres en foyer. Les expérimentations en four permettent de réaliser des observations dans des conditions reproductibles, et d'établir ainsi un référentiel, tandis que les expériences en foyer permettent d'évaluer l'influence des conditions de chauffe spécifique à un feu de bois sur les transformations thermiques, pour diverses matières premières.

Les expérimentations en laboratoire ont porté sur un échantillon de goethite synthétique et quatre goethites naturelles, trois provenant de France (Charente) et une d'Afrique du Sud (source Ferr 1). Ces goethites naturelles sont caractérisées par des raies larges en DRX, témoins d'une faible cristallinité ou d'une taille de cristaux très petite (de l'ordre du µm). Une première série d'expérimentations a été réalisée sur 150 mg de poudre disposée dans un creuset. Les dernières expérimentations ont concerné 500 mg de poudre.

Les échantillons ont été chauffés dans un four à moufle (Carbolites Furnaces) suivant un cycle de température différent pour chaque série :

- Série 1 : montée en température 400°C/h, palier d'1h à la température choisie, descente en température 900°C/h. La température a été contrôlée en direct grâce à un thermo-couple placé dans un des creusets.

- Série 2[25] : montée en température 1200°C/h, palier d'1h à 150°C, montée 1200°C/h, jusqu'à 700°C, puis différents paliers à différentes températures pour qu'elle se stabilise entre 400 et 500°C ; descente à 1200°C/h (voir cycle thermique, Figure 48A). La température ont été enregistrée au cours de la chauffe étant donné qu'elle n'est pas complètement stabilisée (pertes de chaleur dues au système).

Réf.	Origine	Type	Composition	Série (cycle)	T° de chauffe	Tps de chauffe
Goethite Syn.		Poudre	Goethite	1 1 1 1 2	250°C 300°C 400°C 500°C, 480°C max.	1h Voir cycle
12881a	Blanzac, Charente	Nodule ferrugineux	Goethite (quartz)	1 1 1 1	250°C 300°C 400°C 500°C	1h
13678b	Soyaux, Charente	Nodule ferrugineux	Goethite	1 1	250°C 300°C	1h
13679e	Mouthiers, Charente	Nodule ferrugineux	Goethite (quartz)	1	300°C	
14697c	Redelinghuys, Afr. Du Sud	Ferricrète (Ferr 1)	Goethite (quartz)	2	480°C max.	Voir cycle

Tableau 24 – Caractéristiques des échantillons de référence chauffés et cycles thermiques appliqués.

Le foyer expérimental[26] a été reproduit à partir d'une fosse remplie de sédiments archéologiques de sites sud-africains du Western Cape (Diepkloof Rock Shelter et Elands Bay Cave), charbonneux et cendreux. Du bois de protea (arbuste du fynbos, végétation locale) et du bois de chauffage provenant de Namibie ont servi à faire le feu. Un total de 10 kg de bois a été utilisé, 5 au départ puis 2.5 kg au bout de 20 min et 40 min. Des échantillons de shale et ferricrète collectés en Afrique du Sud ont été enterrés à -10, -5 cm sous la surface et au-dessus des sédiments, directement sous le feu, en accord avec d'autres expérimentations (voir Wadley,

[25] Cette série expérimentale a été réalisée en collaboration avec A. Brodard dans le cadre de sa thèse de doctorat, afin de tester l'influence d'une atmosphère saturée en vapeur d'eau sur les transformations qui se produisent. Un dispositif particulier a donc été utilisé, pour apporter de la vapeur dans le four. Les résultats obtenus en atmosphère saturée de vapeur d'eau n'apportant pas d'information dans le cadre de la chauffe d'ocres préhistoriques, n'ont pas été intégrés à l'étude.

[26] Ce foyer a été réalisé à Cape Town par Cuan Hahndiek (étudiant en master, Université du Cap). Une partie des échantillons étudiés ont été collectés par C. Hahndiek, l'autre provient de nos prospections. Les échantillons ont été étudiés par DRX et colorimétrie dans le cadre du stage de C. Hahndiek et F. Pottier (étudiant en master, Université de Bordeaux 3).

2009). Certains contiennent de la goethite, tandis que d'autres contiennent de l'hématite. Des thermocouples ont été placés aux mêmes profondeurs. Les courbes de température sont données ci-dessous (Figure 48B).

Les dernières flammes ont été observées environ deux heures après le début du feu. Les sédiments sous le foyer n'ont été creusés qu'après 48h, quand leur température est devenue à nouveau proche de la température extérieure.

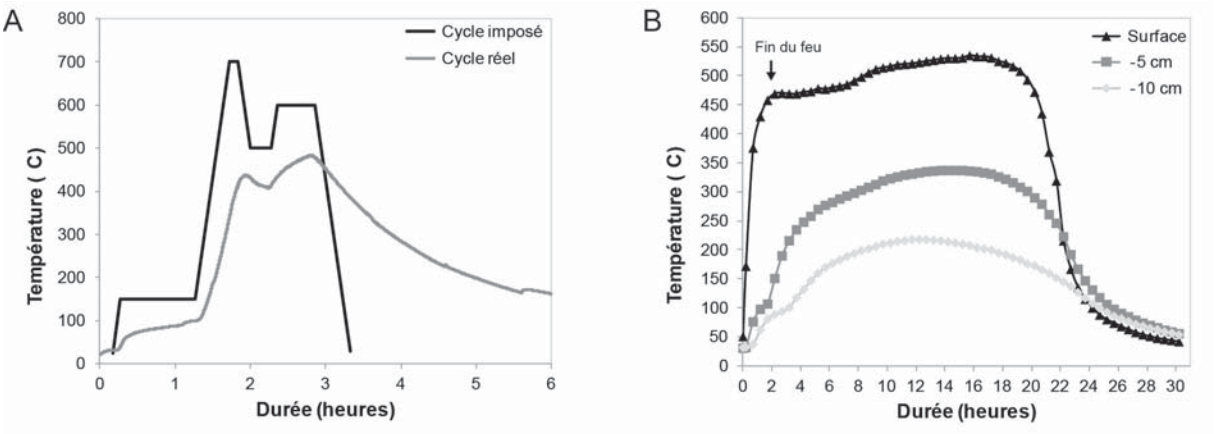


Figure 48 – Cycle thermique imposé aux échantillons expérimentaux dans un four à moufle (A) et températures enregistrées à l'aplomb du feu expérimental, à la surface des sédiments, à 5 cm et à 10 cm en dessous du foyer (B).

Figure 49 – Disposition des pièces d'ocre et des thermocouples à l'aplomb du feu expérimental (ici surface), et vue du feu en fonctionnement.

Réf.	Source	Composition	Position	T° max.
14048v	Shale 1	Quartz, **hématite**, kaolinite, illite/musovite, anatase	Surf	535°C
			- 5 cm	337°C
14055l	Shale 1	Illite/musovite, **hématite**, kaolinite, quartz, anatase	Surf	535°
			-5 cm	337°C
15206a et b	Shale 1	Quartz, kaolinite, illite/musovite, **hématite** anatase	Surf	535°
			-10 cm	218°C
14697j et k	Ferr 1	**Goethite** (quartz)	Surf	535°
			-10 cm	218°C
15207a et b	Ferr 5	**Hématite**, kaolinite, illite/musovite (quartz)	Surf	535°
			-10 cm	218°C
15476	Shale/ferr*	**Goethite**, illite/musovite, quartz	Surf	535°
			-5 cm	337°C
15504	Shale/ferr **	**Hématite**, pyrophillite, kaolinite, quartz	Surf	535°
			-5 cm	337°C

Tableau 25 – Caractéristiques des échantillons placés dans le foyer expérimental. *Echantillon collecté en dehors du contexte géologique d'étude (Swartberg). **Idem (Warmwaterberg)

- **Diffraction de rayons X**

Expériences en laboratoire

Les cinq goethites chauffées, bien que présentant des différences de largeur de raies, produisent systématiquement à 300°C, 400°C et 500°C une hématite avec élargissement anisotrope (Figure 50 ; Figure 51). De même qu'observé par ailleurs, l'élargissement s'estompe en même temps que la température augmente : il est moins marqué à 500°C qu'à 300°C. L'élargissement anisotrope des raies est donc un caractère non dépendant des caractéristiques cristallographiques des goethites étudiées.

Pour la goethite synthétique chauffée à 500°C, l'inversion d'intensité entre les deux raies principales de l'hématite n'apparait presque plus. En revanche, l'hématite produite à partir des goethites naturelles conserve une plus forte anisotropie et inversion d'intensité à 500°C que celle obtenue à partir de goethite synthétique. L'état de cristallinité de la goethite joue donc sur celui de l'hématite produite.

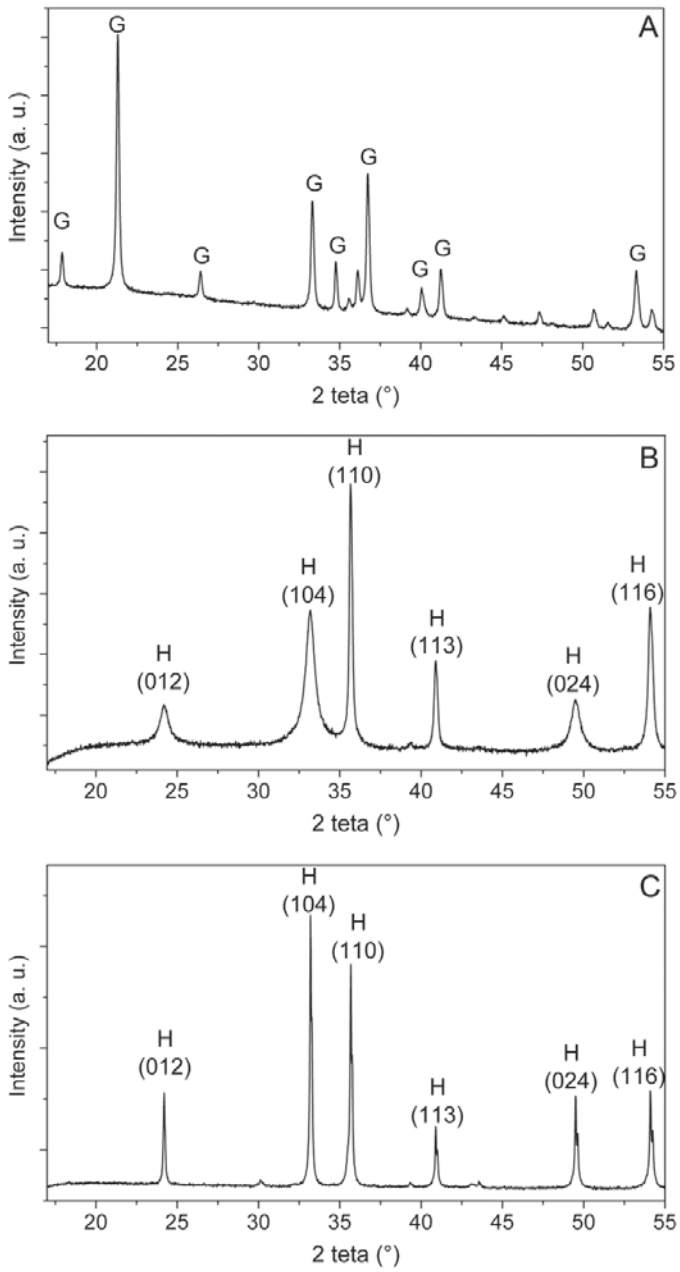


Figure 50 – Diffractogramme d'une goethite synthétique (A) de la même goethite chauffée à 300°C (B) et d'une hématite naturelle bien cristallisée (C) (provenance : île d'Elbe).

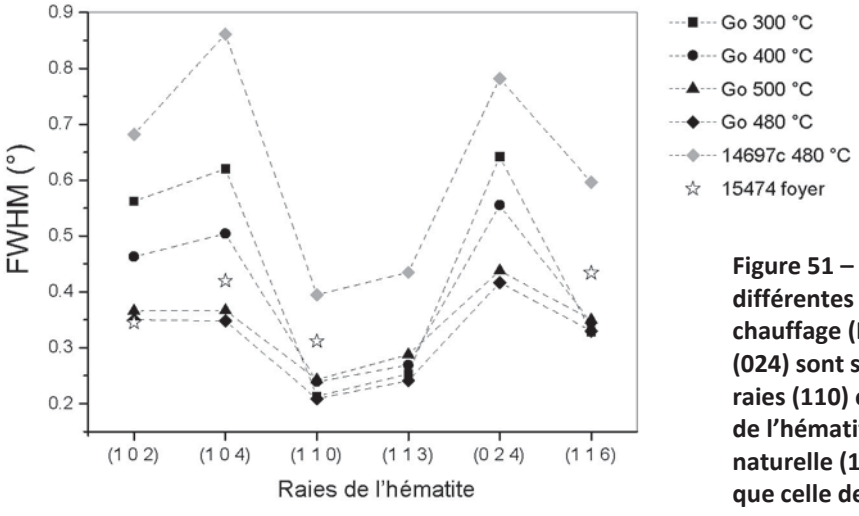


Figure 51 – Largeur à mi-hauteur des raies de différentes hématites obtenues par chauffage (FWHM). Les raies (102), (104) et (024) sont systématiquement plus larges. Les raies (110) et (113) sont plus fines. Les raies de l'hématite produite à partir de goethite naturelle (14697c) sont toutes plus larges que celle de la goethite synthétique chauffée selon le même cycle de température.

Foyer expérimental

La température atteinte en fonction de la profondeur peut donner des indications sur les transformations susceptibles d'avoir eu lieu dans les différents échantillons :

- En surface : à plus de 500°C, la goethite a pu se transformer en hématite ou maghémite. L'hématite ne devrait pas se transformer à moins que les conditions soient suffisamment réductrices. On s'attend alors à trouver de la magnétite. Enfin, la kaolinite devrait s'être en partie décomposée.
- A 5 cm de profondeur : à plus de 300°C la déshydroxylation de la goethite a eu lieu. Les autres phases ne devraient pas subir de transformations.
- A 10 cm de profondeur, la température atteinte n'est pas suffisante pour avoir entraîné de transformations chimiques des minéraux présents (pas plus de 220°C).

En ce qui concerne la kaolinite, on vérifie bien qu'après chauffage en surface elle s'est en grande partie décomposée (Tableau 26). L'illite, bien que sa structure n'apparaisse que peu modifiée, présente un léger élargissement des raies, indiquant que sa cristallinité diminue.

La goethite s'est transformée à 5 cm de profondeur et en surface, tandis que les températures atteintes à 10 cm de profondeur ont été trop faibles pour qu'un changement se produise. En surface, une phase maghémite se forme dans les deux échantillons de goethite chauffés (raie (5 1 1) à 1.60Å) (Figure 52), mélangée ou non avec un peu d'hématite (14697j et 15476). A 5 cm de profondeur, seule l'hématite apparait. Cette hématite est caractérisée par un élargissement anisotrope des raies (Figure 51). Celui-ci est moins prononcé que sur les goethites chauffées en four.

L'hématite subit des changements uniquement lorsqu'elle est chauffée en surface des sédiments. Les transformations sont difficiles à observer sur les diffractogrammes en ce qui concerne les échantillons argileux, les raies de l'hématite et de la maghémite étant superposées à celles des argiles. Dans les échantillons où il y a davantage d'oxydes de fer présents, l'hématite se transforme en partie en une phase maghémite/magnétite. Dans un cas, les raies de cette phase sont positionnées aux mêmes angles que pour le chauffage de goethite (raie (5 1 1) à 1.60Å) (15504). La transformation de l'hématite produisant *a priori* de la magnétite en conditions réductrices (voir II.1.2.a), il est possible qu'une réoxydation ait eu lieu, dans les conditions de chauffe ou dans le cours laps de temps entre l'expérimentation et la mesure.

Cette dernière observation à des implications importantes : cela signifie que la détection d'une phase maghémite/magnétite en DRX ne permet pas de conclure quant à l'oxyde de fer

présent avant chauffage. Même en cas d'identification plus spécifique de la maghémite, par spectrométrie Raman, il ne serait pas possible de conclure. Sur des périodes de temps longues de l'ordre de milliers d'années, en effet, il y a de fortes probabilités qu'une phase magnétite qui se serait formée à partir d'un chauffage d'hématite se soit réoxydée en maghémite. Cette dernière est donc caractéristique d'une chauffe, mais pas nécessairement d'une chauffe de goethite.

Réf.	Source	Position	Hematite	Goethite	Magh/magn	Illite/musc.	Kaolinite
14048v-0	Shale 1		++			+	+
Surf	Shale 1	Surf	++			+	+
-5 cm	Shale 1	5 cm	++			+	+
14055l-0	Shale 1		++			+++	++
Surf	Shale 1	Surf	++			+++ (≠)	+
-5 cm	Shale 1	5 cm	++			+++	++
15206a-0	Shale 1		+			+	+
Surf	Shale 1	Surf	+			+ (≠)	-
-10 cm	Shale 1	10 cm	+		?	+	++
14697j-0	Ferr 1			+++			
Surf	Ferr 1	Surf	+		+++ (magh)		
-10 cm	Ferr 1	10 cm		+++			
15207a-0	Ferr 5		+++			+	+
Surf	Ferr 5	Surf	++		+++	+	
-10 cm	Ferr 5	10 cm	+++			+	+
15476-0	Shale-fer 8			+++		++	
Surf	Shale-fer 8	Surf			+++ (magh)	++	
-5 cm	Shale-fer 8	5 cm	+++ (anorm)			++	
15504-0	Shale-fer 9		+++			++	+
Surf	Shale-fer 9	Surf	+		+++ (magh)	+	-
-5 cm	Shale-fer 9	5 cm	+++			++	+

Tableau 26 – Résultats obtenus par DRX sur poudre illustrant les transformations des oxydes et des argiles au cours de la chauffe en foyer expérimental.

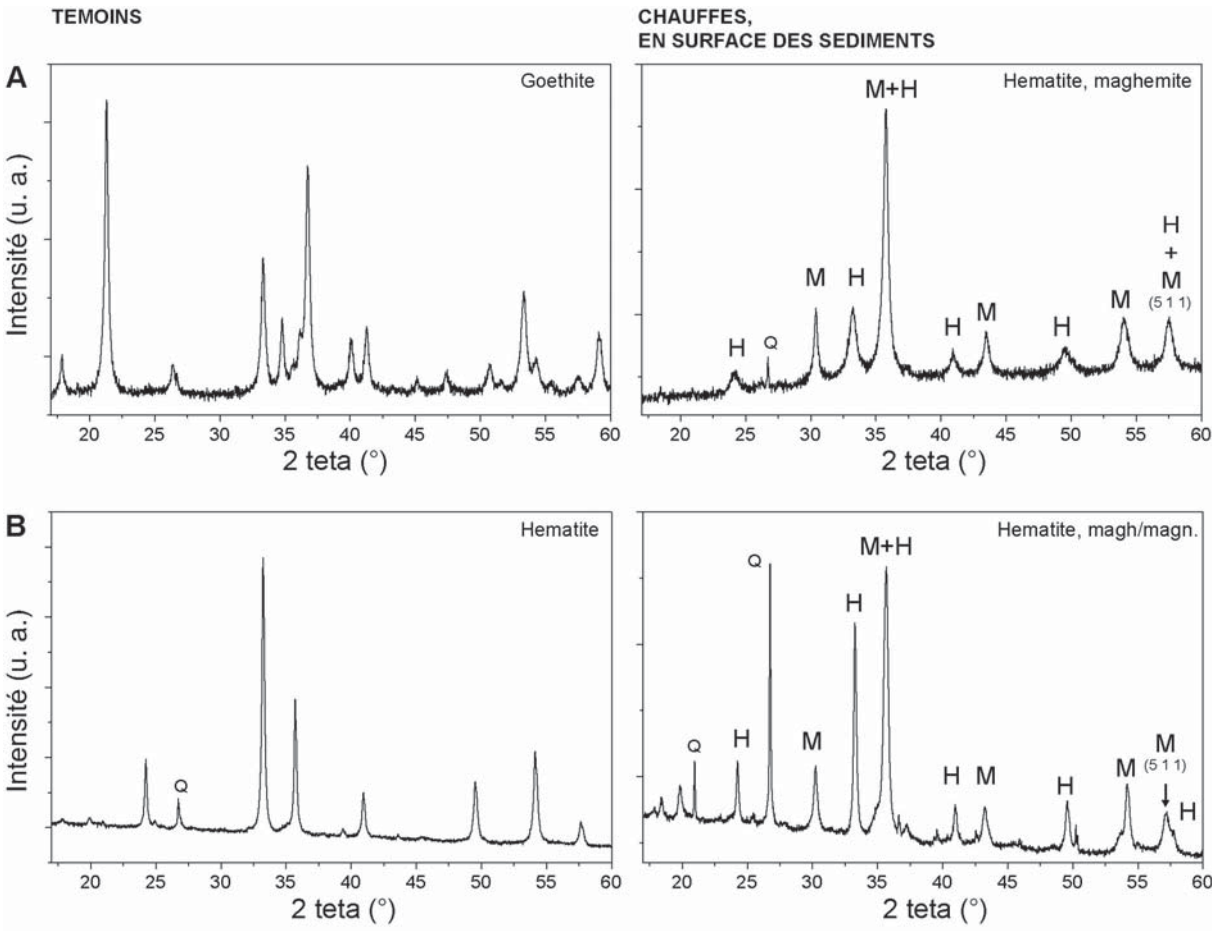


Figure 52 –Diffractogrammes montrant les différentes transformations thermiques pouvant se produire lorsqu'une pièce est placée en surface des sédiments, directement sous le feu. Nodule de goethite (14697j) se transformant en hématite et maghémite (A) ; nodule d'hématite (15207a) se transformant en une phase intermédiaire entre maghémite et magnétite (B).

- **Microscopie électronique en transmission**

Expériences en laboratoire

Des pores sont systématiquement observés dans les goethites chauffées en four. Les cristaux de goethite synthétique sont constitués de cristaux aciculaires d'environ 50nm de large pour quelques centaines de nm de long. Lorsqu'ils sont chauffés à 400°C, des pores allongés à sphériques sont visibles à l'intérieur des aiguilles. A 500°C, les pores sont davantage sphériques et en moyenne plus larges (Figure 53A).

Dans la goethite naturelle (14697c) les cristaux sont soit irréguliers soit sous forme de grands cristaux aciculaires de plus de 50 nm de large. Lorsqu'ils sont chauffés à 500°C de nombreux pores apparaissent, sphériques, allongés ou en canaux, de largeur toujours strictement inférieure à 20 nm (Figure 53B). Parfois, étant donné l'épaisseur des cristaux, structures en canaux et superposition de pores leur donnent un aspect vermiculé.

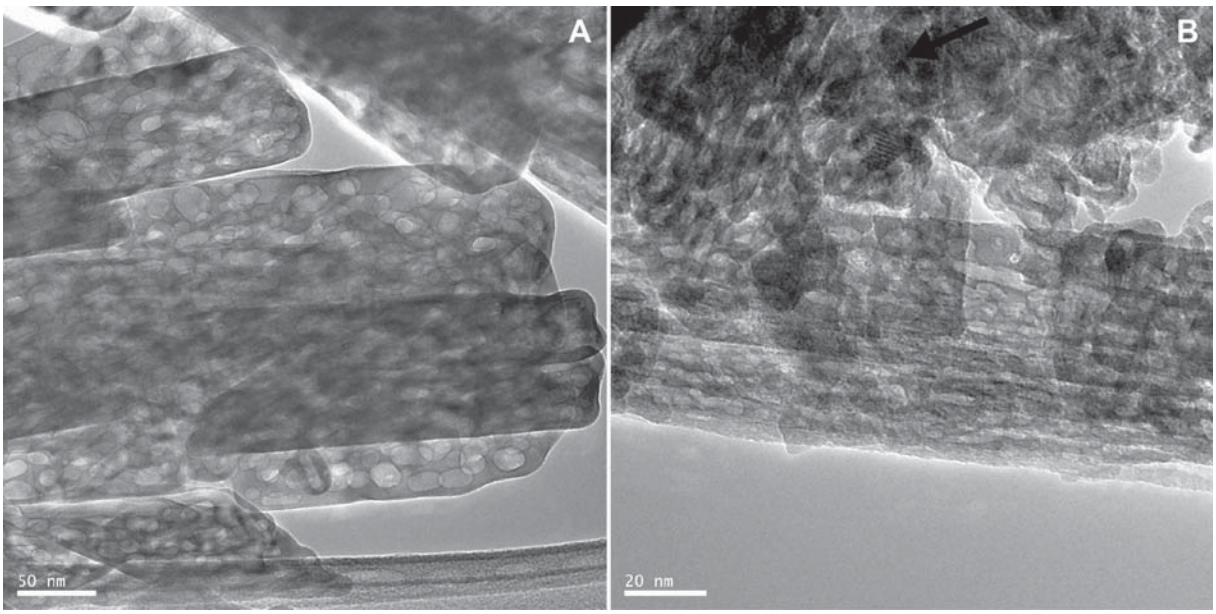


Figure 53 – Images en transmission des cristaux d'hématite obtenue par chauffage de goethite, une goethite synthétique chauffée au maximum à 480°C et une goethite naturelle (14697c) chauffée selon le même cycle.

Foyer expérimental

Seul un échantillon contenant initialement de la goethite, un ferricrète (14697j) a été sélectionné pour l'étude au MET. Il provient de la même source que l'échantillon chauffé à 500°C en laboratoire (Ferr 1). Aucun pore n'a été observé dans les cristaux d'hématite ou de maghémite formés après la chauffe.

L'absence de pores est difficile à corréler à un facteur en particulier. Plusieurs hypothèses sont possibles, cela peut être dû à la petite taille et la forme des cristaux, petits et irréguliers par rapport aux cristaux aciculaires observés précédemment ; à la présence de silicium, détecté partout en périphérie des cristaux d'oxydes de fer ; ou encore aux conditions de chauffe. Dans tous les cas, l'absence de pores ne doit donc pas systématiquement être interprétée comme une absence de chauffe. Davantage d'expériences sur des goethites naturelles aux caractéristiques différentes des goethites synthétiques seraient nécessaires pour comprendre les conditions précises menant à la formation de pores dans les cristaux.

- **Bilan**

Les expériences de laboratoire sur goethite synthétique confirment les observations décrites dans la littérature. Toutefois, si la chauffe d'une goethite synthétique donne des résultats très reproductibles, les goethites naturelles étudiées présentent quelques différences avec ce modèle :

- En DRX, l'élargissement anisotrope des raies et l'inversion d'intensité se maintiennent à plus haute température.
- Au MET les faciès des pores pour une même température de chauffe sont variables.

La variabilité de taille des cristaux peut expliquer la variabilité de faciès des pores pour un même échantillon : la chaleur ne diffuse pas de la même façon selon la taille des cristaux.

L'expérience en conditions « réelles » apporte des éléments nouveaux. La possible transformation de l'hématite en maghémite (avec intermédiaire ou non) signifie que dans le cadre d'une application archéologique sa présence ne permet pas de définir s'il y a eu chauffe de goethite ou d'hématite. En théorie, l'observation au MET devrait permettre de faire cette différence puisque des pores doivent être observés dans les cristaux de la maghémite comme si un oxy-hydroxyde était présent à l'origine. Toutefois, dans le cadre de cette étude, cela n'a pas été observé. Ces nouvelles données expérimentales incitent donc à davantage de prudence dans l'interprétation des données archéologiques.

Enfin, cette expérience ne permet pas de dégager de critères qui permettraient de distinguer un échantillon chauffé à l'air d'un échantillon chauffé dans les couches archéologiques. Seule la chauffe en présence de matière organique est décelable par la présence de maghémite. L'analyse chimique reste donc limitée dès lors qu'il s'agit de discuter de l'intentionnalité de la chauffe observée.

b. Méthodes basées sur la luminescence des cristaux de quartz

Les méthodes basées sur les propriétés de luminescence des cristaux ne sont pas applicables comme précédemment sur des échantillons expérimentaux. En effet, une irradiation progressive sur plusieurs milliers d'années après une chauffe et une irradiation ponctuelle n'ont pas les mêmes effets sur la luminescence des cristaux. Un test de thermoluminescence sur échantillons archéologiques et géologique pour comparaison a été préféré. Une sélection a été opérée à partir des données de DRX, avec pour critère principal la présence de quartz, en considérant différentes matières premières (shales et ferricrètes). La description minéralogique de ces échantillons est donnée dans le Tableau 27.

Le principe du test réalisé consiste à acquérir par chauffage le signal de luminescence correspondant à la dose d'irradiation naturelle reçue par un échantillon et de mesurer en parallèle le même signal après ajout d'une dose d'irradiation artificielle. On obtient ainsi trois courbes de thermoluminescence par échantillon : signal naturel ; signal naturel + une dose

ajoutée ; signal naturel + deux doses ajoutées. Les caractéristiques de ces trois courbes permettent de déterminer si un échantillon a été chauffé ou non dans le passé. L'ensemble des courbes obtenues est présenté en annexe (ANNEXES V.10 et VI.8).

Num.	Type/source	Hematite	Goethite	Maghémtite	Quartz	Illite/musc.	Kaolinite	K-Feldspath
Géologique								
14055a	Shale1	++			+++	++	+	-
14697e	Ferr1		+++		+			
14699c	Ferr 2		++		+++			
14699f	Ferr 2	++	+		+++			
14055a	Ferr 2	++			+++	++	+	-
Archéologique								
Arch 1	Ferricrète	++		+++	+			-
Arch 2	Ferricrète	++	+++		-		++	
Arch 3	Ferricrète	+++	?		-			
Arch 5	Ferricrète	+++		++	++	-		
Arch 9	Shale	+	+		++	+++	+	-
Arch 12	Shale	+		++	+++	++		
Arch 13	Ferricrète	+++		?	++			
Arch 14	Ferricrète	++		+++	+	-		
Arch 15	Ferricrète	+++			++		+	
Arch 16	Shale	++			+++	++	+	

Tableau 27 – Composition minéralogique (résultats de l'analyse par DRX sur poudre) des échantillons ayant subi un test de luminescence pour déterminer leurs caractéristiques thermiques.

- **Echantillons géologiques**

Quelques échantillons comportant de la goethite seule, dont on pourra se servir de référence, et d'autres avec un peu d'hématite, pour comparaison, ont été étudiés (total de 5). Deux des échantillons ont dû être laissés de côté en raison d'un test non concluant. Il s'agit d'un échantillon de goethite qui ne contient pas assez de quartz et ne présente pas de signal TL (14697e) et d'un échantillon de shale dont le signal n'est pas assez reproductible (14055a).

Un des échantillons de goethite est caractérisé par une absence de croissance du signal (14699c). Il pourra servir de référence (Figure 54A). Pour les deux autres échantillons, qui contiennent un mélange d'hématite et de goethite (14699f et h), un signal naturel est bien visible et il augmente avec l'ajout de dose sur une plage de température inférieure à 380°C. Les pièges d'énergie correspondante ne sont pas saturés, ce qui signifie que les pièces ont subi une chauffe peu intense dans le passé. Ce résultat inattendu montre qu'il ne faut pas nécessairement

émettre le postulat qu'un échantillon géologique n'est pas chauffé. Les activités humaines comme les incendies sont susceptibles d'avoir affecté des sources géologiques actuelles.

- **Echantillons archéologiques**

Parmi les 10 échantillons sélectionnés, trois ont un signal naturel de thermoluminescence quasi inexistant, ne permettant pas de conclusions. Ce sont les trois échantillons les plus pauvres en quartz (Arch 2, 3 et 14).

Plusieurs pièces présentent en revanche un signal naturel distinctif, signal qui croit avec l'ajout de doses, y compris jusqu'à 500°C (Arch 1, 5, 12, 15) (Figure 54B). Ces échantillons ont donc été chauffés dans le passé, à des températures équivalentes suffisantes pour vider tous les pièges à électrons. Il peut s'agir aussi bien d'un chauffage long à faible température que d'un chauffage court à haute température, la méthode utilisée ne permet pas de le définir. Pour les derniers échantillons, une croissance en dose est visible, mais les courbes se rejoignent à partir de 380°C ou plus (Arch 9, 13, 16) (Figure 54C). Ils ont été chauffés mais de façon moins « intense » que les précédents (température plus faible et/ou temps plus court).

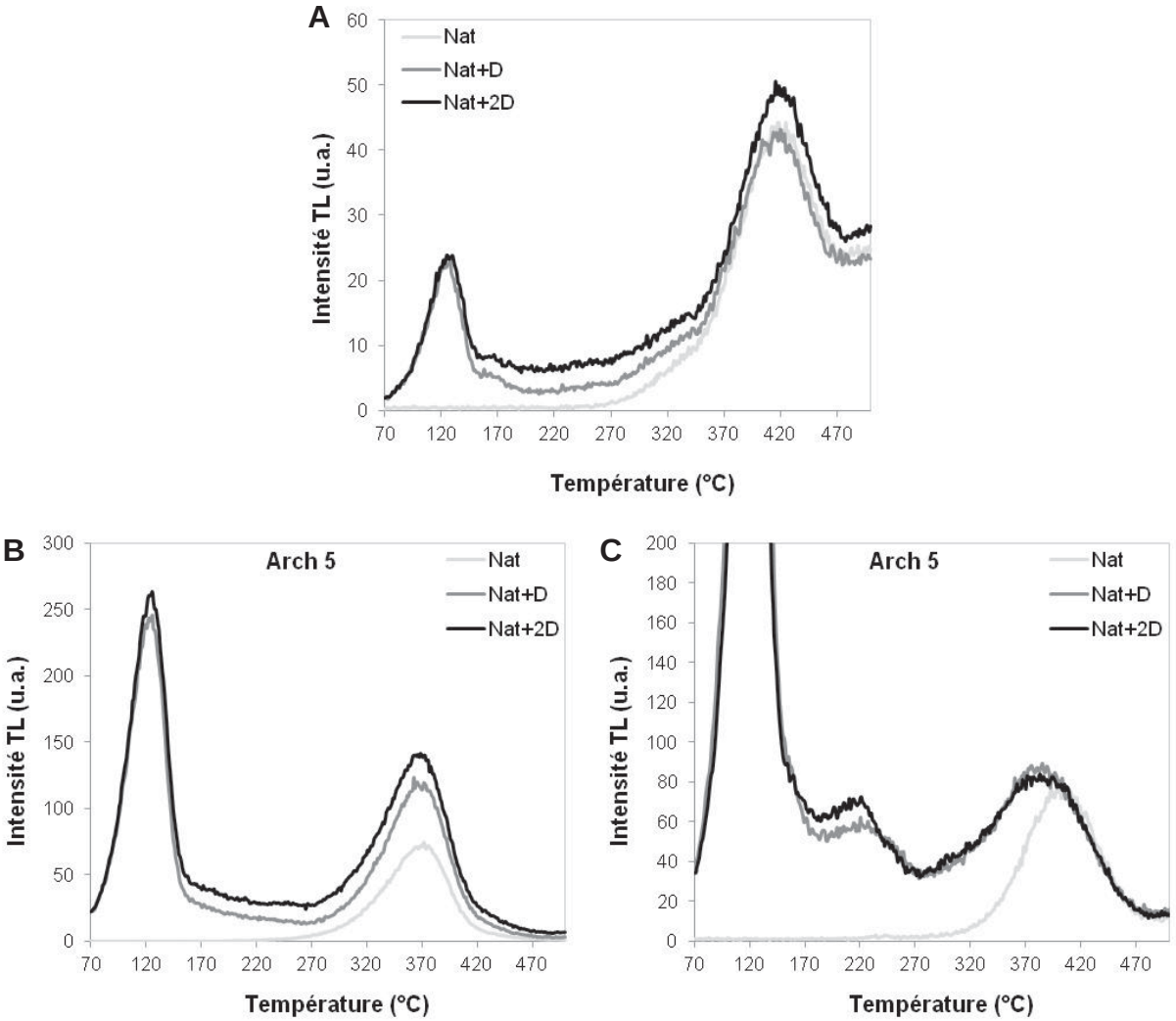


Figure 54 – Courbes de thermoluminescence d'un échantillon géologique n'ayant pas subi de chauffe dans le passé (A) et de deux échantillons archéologiques chauffés (B et C). Aucune croissance en dose n'est observée pour l'échantillon géologique. Le signal augmente en fonction de la dose ajoutée pour les échantillons archéologiques.

- **Conclusion**

La difficulté principale de la méthode réside dans la nécessité d'isoler suffisamment de grains de quartz pour obtenir un signal de luminescence exploitable. Le protocole de préparation qui a été choisi, bien que simple, satisfait à cette condition dans la grande majorité des cas, y compris dans des échantillons contenant plus de 50 % en fer. Cette méthode peut être un outil puissant pour déterminer un état de chauffe, avec une mise en œuvre et des critères de détermination le plus souvent satisfaits. Elle s'avère limitée toutefois pour quelques échantillons. Une dissolution plus drastique des oxydes de fer peut être envisagée pour palier cette limite. Une préparation plus longue doit toutefois être justifiée par un apport indéniable de la méthode par rapport aux méthodes basées sur l'état de cristallinité des oxydes de fer.

c. Complémentarité des méthodes et bilan

A partir des expérimentations réalisées dans ce travail et de la prise en compte d'une nouvelle méthode, la thermoluminescence, il est possible de proposer quelques modifications au protocole mis en place précédemment pour diagnostiquer un chauffage de goethite par DRX et MET (Pomiès, 1997 ; Pomiès et al., 1998 ; Salomon, 2009). Il faut distinguer deux niveaux dans le diagnostic, il est possible de déterminer s'il y a eu chauffage, et si oui quel était l'oxyde de fer présent initialement.

Certains indices contribuent à définir s'il y a eu chauffe ou non, comme la croissance du signal avec l'ajout de dose en thermoluminescence (test TL positif), ou la présence de maghémite (DRX), s'il a été vérifié au préalable qu'elle n'est pas d'origine naturelle. Dans le cas de Diepkloof, la caractérisation de 5 sources de ferricrètes montre que cette hypothèse est très peu probable.

Pour déterminer l'oxyde d'origine, la présence de pores au MET est le critère le plus déterminant, montrant sans doute possible que l'hématite (ou la maghémite) a été obtenue par déshydoxylation de goethite. L'absence de pores en revanche ne signifie pas l'absence de chauffage, comme cela a été observé sur un des échantillons de goethite naturelle chauffée dans un foyer.

Le cas de l'élargissement anisotrope des raies de l'hématite est plus difficile à trancher (DRX). De manière générale, il existe une possibilité que des anomalies structurales sur une hématite naturelle conduisent à ce type de profil de raies proches ou similaires d'une hématite chauffée, d'après plusieurs travaux (voir par exemple Pomiès, 1997). Dans le contexte de Diepkloof, quelques nodules de ferricrètes présentent un tel profil (ferricrètes de la source Ferr 2). Cet indice n'est donc pas des plus fiables, d'autant plus que certains d'entre eux sont légèrement chauffés d'après les tests TL. Dans ce contexte, même la présence de pores doit être interprétée avec précaution.

Si ces résultats compromettent les possibilités d'établir s'il y a eu recours à un traitement thermique à Diepkloof, ils sont cependant importants du point de vue méthodologique puisqu'ils montrent que l'association de la DRX et de la TL peut être utilisée pour proposer l'hypothèse d'une chauffe de goethite.

L'observation de pores au MET est donc l'élément le plus déterminant pour établir s'il y a eu chauffage et transformation de la goethite en hématite. En l'absence de pores, la TL permet au moins de déterminer s'il y a eu chauffe ou non, et au mieux de proposer l'hypothèse d'un

chauffage de goethite. Toutefois, étant donné que ces deux méthodes nécessitent toutes deux un prélèvement, et qu'elles sont plus difficiles à mettre en œuvre que la DRX, cette dernière reste la méthode clé pour l'étude des transformations thermiques. L'une ou l'autre des autres méthodes peuvent être choisies en fonction des résultats de DRX. Les conclusions des études précédentes et de ce bilan ont été utilisés pour établir un nouveau diagramme de décision pour aider au diagnostic d'une transformation de la goethite par chauffage (Figure 55).

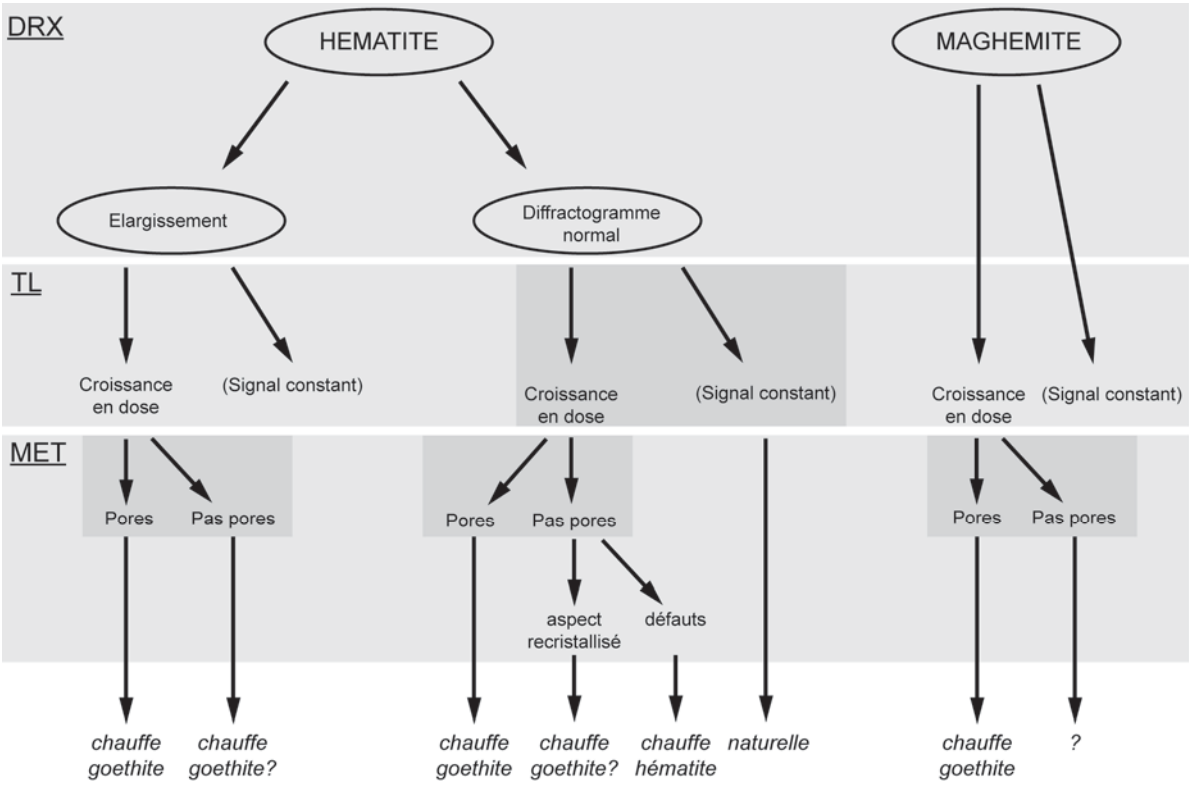


Figure 55 – Schéma de synthèse des observations suivant trois méthodes, DRX, TL et MET, permettant de définir l'état de chauffe d'une ocre et l'oxyde d'origine. Les observations entre parenthèse indiquent les cas les moins probables. Les observations surlignées sont celles qui permettent les conclusions les plus fiables.

III.3.5. Transformations mécaniques et traces d'usure

Une série d'expérimentations basées principalement sur le procédé d'abrasion ont été réalisées. Elles ont pour but de compléter les observations des études précédentes et de mieux appréhender la mise en œuvre des procédés de réduction en poudre. Il s'agit en effet de la phase des chaînes opératoires de transformation qui a laissé le plus de traces exploitables sur le site de Diepkloof.

Etant donné la documentation importante sur le sujet, l'étude a été restreinte à 10 expérimentations, toutes effectuées sur des échantillons collectés dans le Western Cape (Afrique du Sud), dans la région du site choisi pour étude. Ce corpus, bien que restreint, pourra être comparé directement aux échantillons archéologiques. En effet, toutes les matières premières employées proviennent de sources que nous avons caractérisées par ailleurs. La production des pièces à facettes convergentes a fait l'objet d'une attention particulière, étant donné l'intérêt qui leur a été porté (Watts, 2002 ; Wadley, 2005 ; Rifkin 2011).

Pour cela, nous nous sommes concentrés en priorité sur les gestes mis en œuvre au cours de l'abrasion souvent peu pris en compte dans les expérimentations précédentes. Les expériences réalisées sont listées dans le Tableau 28. Pour l'abrasion, le sens du mouvement a été soit de l'intérieur vers l'extérieur, soit en va et vient. Pour le raclage, le mouvement a été dirigé vers le bas. Pour les expériences 7 et 8, le bloc a été changé de position au cours du processus. Les changements n'ont pas été programmés, ils sont intervenus « naturellement », lorsque la position devenait inconfortable. Toutes les expériences, en particulier l'abrasion, ont été réalisées à sec.

N°	Mat. première		Outil		Procédé		
exp.	*Source*	*Dureté*	*Nature*	*Fonction*	Type	Mouvement	Durée
1	Shale 2	Tendre	Quartzite	Tablette broyage	Abrasion	1 dir., vers l'extérieur	8min
2	Shale 2	Tendre	Silcrete	Eclat tranchant	Raclage	1 dir., vers le bas	8min
3.1	Shale 1	Médium	Quartzite	Tablette broyage	Abrasion	1 dir., vers l'extérieur	1min
3.2	Shale 1	Médium	Quartzite	Tablette broyage	Abrasion	Va et vient	15min
4	Shale 5	Tendre	Quartzite	Tablette broyage	Abrasion	1 dir., vers l'extérieur	1min
5.1	Ferr 4	Dur	Quartzite	Tablette broyage	Abrasion	1 dir., vers l'extérieur	2min
5.2	Ferr 4	Dur	Quartzite	Tablette broyage	Abrasion	Va et vient	15min
6	Ferr 1	Dur	Quartzite	Tablette broyage	Abrasion	1 dir., vers l'extérieur	1min
7	Shale 2	Tendre	Quartzite	Tablette broyage	Abrasion	Vers l'extérieur, 5 orientations	1h
8	Shale 3	Tendre	Quartzite	Tablette broyage	Abrasion	Vers l'extérieur, >5 orientations	2h

Tableau 28 – Description des différentes expériences réalisées sur blocs d'ocre, caractéristiques du bloc, de l'outil, et du procédé appliqué.

Dureté : évaluée avec un cristal de calcite, d'une dureté de 3 selon l'échelle de Mohs. Tendre : facilement rayé par la calcite ; médium : peu ou difficilement rayé par la calcite ; dur : raye la calcite.

N° exp.	Faces travaillées	Profil face(s) active(s)	Stries	Quantité poudre (g)
1	1	Légèrement convexe	Groupes de stries parallèles	<1
2	1	Légèrement concave, irrégulier	Stries sub-parallèles et convergentes	1.5
3.1	1	Plan	Groupes de stries parallèles	<1
3.2	2	Plan	Groupes de stries parallèles	1.1
4	1	Légèrement convexe	Groupes de stries parallèles	<1
5.1	1	Plan	Groupes de stries parallèles	<1
5.2	2	Plan	Groupes de stries parallèles	<1
6	1	Plan	Groupes de stries parallèles	<1
7	5	Légèrement convexe	Groupes de stries parallèles	?
8	4	Légèrement convexe	Groupes de stries parallèles	14.7

Tableau 29 – Observations macroscopiques des blocs travaillés expérimentalement.

a. Observations et interprétations

Plusieurs critères ont été définis pour l'observation des blocs expérimentaux abrasés ou raclés, qui concernent l'organisation des faces usées, leur profil, l'organisation des stries, la largeur et la profondeur des stries, et la présence de poli ou lustres métalliques.

Le profil des faces peut être concave, convexe, ou plan, mais aussi régulier ou irrégulier. Les stries peuvent être parallèles ou convergentes, en groupes ou isolées (dans ce cas on parle

d'incision). Bien qu'elles soient visibles à l'œil nu, la loupe binoculaire est préférable pour décrire convenablement les stries. Leur largeur a été mesurée (logiciel d'acquisition d'image à la loupe binoculaire), et leur profondeur estimée en fonction de la différence de niveau entre le bord et le fond de la strie (contrastes et ombres).

- **Abrasion et raclage, brève comparaison**

Des critères de distinction entre abrasion et raclage sont directement observés à l'œil nu : le profil des faces actives est légèrement concave et surtout irrégulier pour le raclage, tandis que pour l'abrasion il est majoritairement plan et parcouru d'une ondulation régulière (Tableau 29). L'organisation des stries est également importante. Des groupes de stries parallèles a subparallèles sont caractéristiques d'une abrasion, tandis que des stries et des incisions plutôt convergentes définissent le raclage (Figure 56A et D). Le raclage de matériaux tendres permet de produire plus de poudre que l'abrasion, pour un même temps (Exp. 1 et 2).

- **Abrasion : influence de la matière première**

Il a pu être constaté une différence dans la taille et la profondeur des stries en fonction de la dureté des matériaux. L'abrasion de matériaux durs conduit à des stries moins marquées que celle de matériaux tendres et medium pour une même tablette utilisée. Elles ne dépassent pas les 200 µm de large sur les deux ferricrètes abrasés, plus durs que les shales, tandis qu'elles sont globalement plus larges et plus profondes sur ces derniers (Figure 56A et C). Des micro-striations internes sont visibles, ce qui n'est pas le cas pour les matériaux durs rencontrés. Sur les matériaux tendres et peu cohérents, des fragments de matière se détachent plus facilement, et la surface s'en trouve partiellement émoussée. Les stries sont donc les plus marquées sur les matériaux cohérents mais pas trop durs. Des différences de granulométrie pourraient également être en cause, mais l'absence de mesures ne permet pas d'en discuter.

Un lustre métallique a été observé sur les échantillons de ferricrètes. Il y a peut-être un lien avec la dureté des matériaux, à moins que ce ne soit dû à la forme massive des oxydes de fer, goethite dans un cas (exp. 5, source Ferr 4) et hématite dans l'autre (exp. 6, source Ferr 1). Dans les ferricrètes des sources Ferr 4 et Ferr 1 en effet, ils forment des masses compactes, tandis que dans les shales (toutes sources confondues) ils sont sous forme de

fines particules dispersées. Ces expérimentations sont en nombre insuffisant pour permettre de conclure.

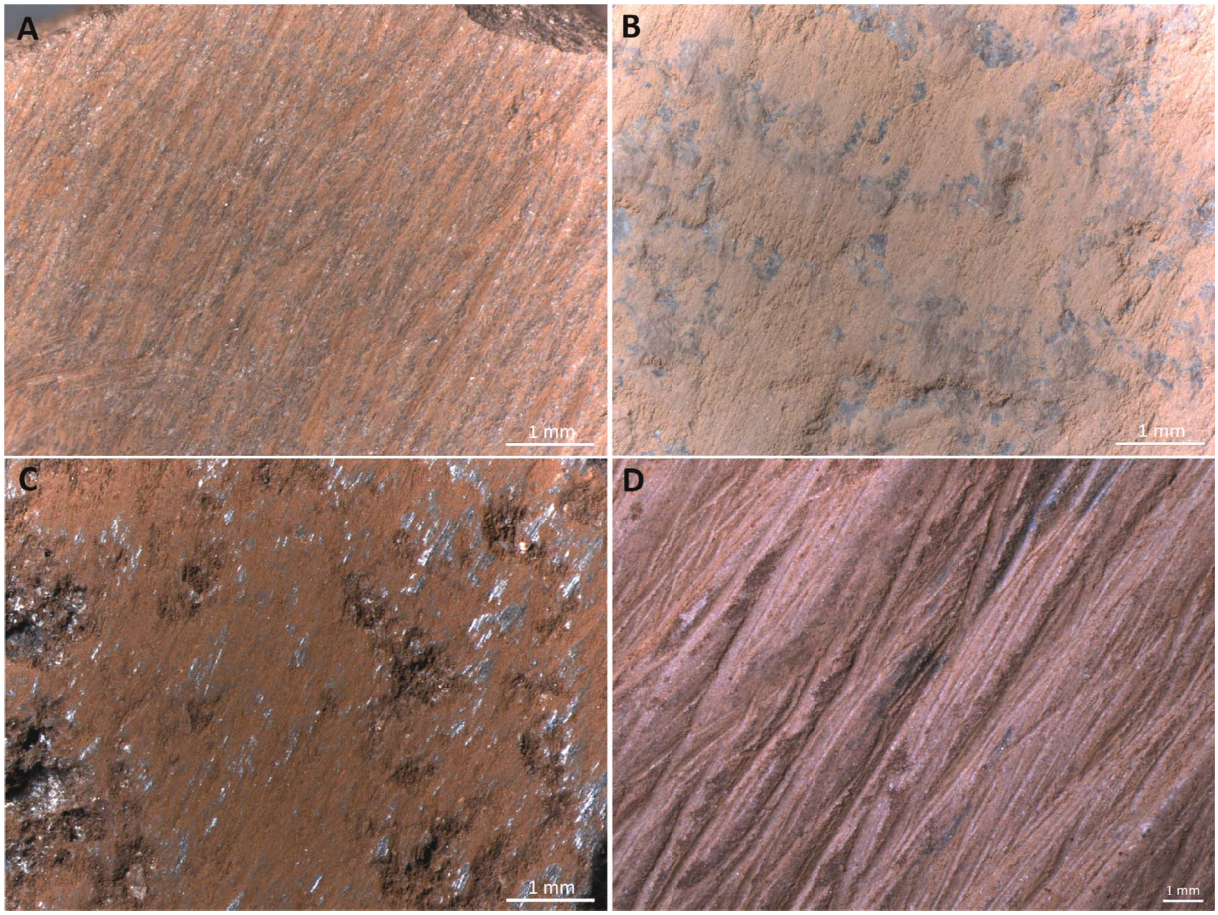


Figure 56 – Etat de surface après transformation des blocs et outils (exp. 3.2). A. Fragment de shale abrasé 15 min sur tablette de quartzite. B. Etat de la meule après l'abrasion de l'échantillon de shale. C. Nodule de ferricrète abrasé 15 min sur tablette de quartzite (exp. 5.2). D. Fragment de shale raclé 8 min avec un éclat en silcrète (exp. 2).

- **Abrasion : influence du mouvement et de la position**

Nous avons pu observer que l'abrasion suivant une seule direction, avec un contact sur la tablette dans un seul sens, crée systématiquement une facette unique plane à légèrement convexe (tablette d'abrasion elle-même plate). Etonnamment, nous avons constaté l'apparition de deux facettes juxtaposées lorsque la pièce était abrasée selon un mouvement de va et vient, séparées par une arrête en angle obtus, sur le shale comme sur le ferricrète testé. Cette arrête est orthogonale aux stries, ce qui la différencie d'une arrête entre deux facettes d'abrasion successives.

Les expérimentations les plus longues se sont révélé les plus intéressantes en ce qui concerne l'influence des changements d'orientation. En effet, au bout d'un certain temps d'abrasion, la nécessité se fait sentir de changer la pièce d'orientation. La réduction du bloc finit par gêner la préhension et l'efficacité de l'abrasion. Différentes facettes sont ainsi crées, qui finissent par converger.

La convergence en pointe, et non en forme parallélépipédique ou toute autre forme aléatoire, semble liée à des questions de préhension et d'angle d'attaque. En effet, les faces actives ne sont pas réduites parallèlement aux faces naturelles, mais de biais, car l'échantillon n'est jamais tenu parallèle au plan d'abrasion (Figure 57). Il y a toujours un certain angle entre l'orientation naturelle d'un échantillon et le plan d'abrasion (angle d'attaque fermé). Cette position permet d'appliquer une force plus grande pour un mouvement allant de l'intérieur vers l'extérieur. Le nombre d'expériences est trop faible pour savoir quelle pourrait être l'influence de la forme initiale du bloc.

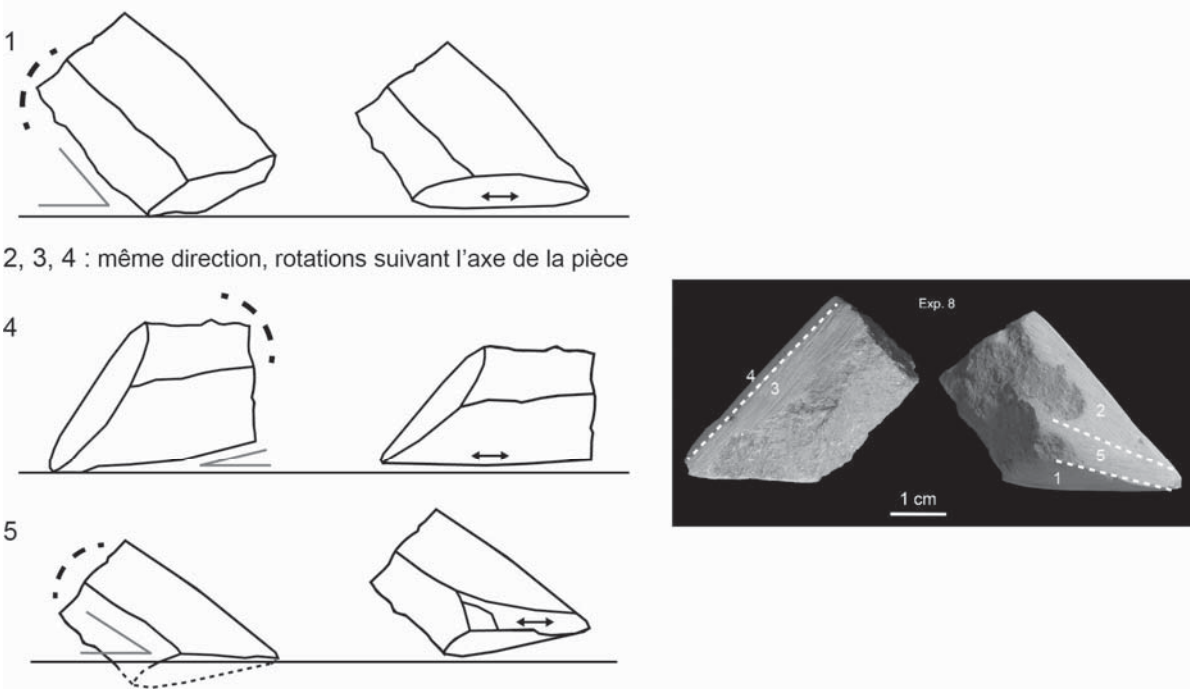


Figure 57 – Reconstitution des différentes étapes de l'abrasion d'un bloc de shale pour la production de poudre (2h de traitement, exp. 8). Les pointillés indiquent la zone tenue par l'expérimentateur, la double flèche la direction des stries et l'angle représente l'angle de dépouille aigu.

b. Traces sur les outils

Pour compléter l'étude expérimentale, les outils ont également été observés. Sur les trois tablettes en quartzite utilisées pour l'abrasion, nous avons constaté la présence de résidus d'ocre et d'un émoussé de la surface s'observe.

Les résidus d'ocre adhèrent peu à la surface lorsque l'expérience ne dure que quelques minutes, mais ils forment une couche cohérente s'incrustant dans le quartzite dès lors qu'une abrasion plus longue est réalisée, dans notre cas à partir de 15 min. Cette couche présente une striation fine mais irrégulière, plus proches d'ondulations que de stries.

L'émoussé n'est pas homogène, en raison de la faible surface du bloc qui frotte sur la meule à chaque passage. Il touche aussi bien le ciment que les grains de quartz des grès quartzitiques (Figure 56B). De fines stries, de l'ordre du dixième de millimètre, sont observées sur les grains de quartz lors de l'abrasion.

c. Bilan

Ces quelques expérimentations confirment que les matériaux présents dans le contexte de Diepkloof, shale et ferricrète, se comportent comme d'autres matériaux étudiés par ailleurs lorsqu'ils sont raclés ou abrasés. Une certaine variabilité dans la taille des stries est observée, que nous avons pu rapprocher de la dureté et la cohésion des matériaux utilisés. L'observation à l'œil nu et à la loupe binoculaire s'avère suffisante pour distinguer les procédés de transformations.

Les informations recueillies ont permis de mieux appréhender les facteurs temps et mouvements mis en jeu lors du processus d'abrasion. Nous avons pu relier la morphologie en « crayon » aux théories sur l'action des outils : c'est autant le fait de changer l'orientation du bloc que la façon dont il est tenu et l'angle d'attaque choisi lors de l'abrasion qui font que les facettes sont susceptibles de converger. Il pourrait s'agir d'une question d'efficacité et/ou de confort pour l'opérateur. Ces résultats pourraient être complétés à plusieurs niveaux pour une meilleure compréhension des choix opérés au moment de la réduction en poudre, en évaluant davantage l'influence de la composition, la structure et la dureté des matériaux dans le processus, ou en intégrant d'autres variantes au niveau de l'abrasion, comme l'ajout d'un liant tel que l'eau ou graisse. En effet, les ferricrètes apparaissent difficiles à abraser étant donné leur dureté, on peut donc envisager que des moyens supplémentaires ou des gestes particuliers aient été mis en œuvre pour faciliter leur abrasion.

Synthèse

Le protocole proposé comme point de départ peut être précisé au terme de cette recherche méthodologique.

L'application du MEB-EDXS et la DRX pour l'analyse de surface permet de classer les matières premières, malgré les limites observées au niveau de la variabilité des mesures en EDXS, et la moins bonne sensibilité de la DRX sur échantillons massifs. Les critères macroscopiques les plus pertinents pour classer les matières premières sont ensuite déterminés en les comparant aux résultats de l'analyse non invasive. On peut ainsi proposer une méthode générale d'attribution : premier examen macroscopique ; sélection d'échantillons ; analyse non invasive ; analyse invasive en parallèle sur quelques échantillons pour valider les résultats en surface ; établissement des critères de sélection ; examen complet de tout le matériel.

La mise en œuvre de presque toutes les méthodes disponibles, de l'observation visuelle à l'analyse PIXE, a permis d'établir un certain nombre d'indices de provenance. L'observation et l'analyse par MEB-EDXS est la première étape qui suit l'examen macroscopique. Elle est utilisée en surface pour déterminer la microstructure et la composition des grains de taille supérieure au micron. L'analyse par DRX en surface ne suffit pas pour identifier des indices de provenance, en revanche l'analyse sur poudre permet d'identifier des indices liés à l'origine géologique. Enfin l'analyse PIXE et l'analyse ICP-MS peuvent être proposées en parallèle. Le PIXE est utile pour l'analyse des objets sur lesquels il n'est pas possible de prélever, et l'ICP pour une attribution plus précise des échantillons archéologiques, les sources étant mieux discriminées par cette méthode. L'une comme l'autre étant contraignantes du point de vue de l'accès à l'équipement et la mise en œuvre pour l'ICP, elles sont utiles à la fin de la recherche, pour valider les hypothèses émises à partir des autres méthodes.

Les expérimentations de chauffe en four et en foyer expérimental, ainsi que la combinaison de trois méthodes, DRX, TL et MET, ont permis de proposer un nouveau mode opératoire pour déterminer si une ocre rouge a été obtenue par chauffage d'ocre jaune. La méthode la plus importante est le MET, mais l'analyse de surface par DRX est un bon moyen d'émettre un premier diagnostic, et de sélectionner les échantillons les plus pertinents pour l'étude. La TL sert à trancher dans les cas limites.

Enfin, nous avons vérifié que les transformations mécaniques les plus courantes pouvaient être identifiées à partir de l'observation macroscopique. Leurs effets sur les matières premières constituant l'assemblage de Diepkloof ont été appréhendés.

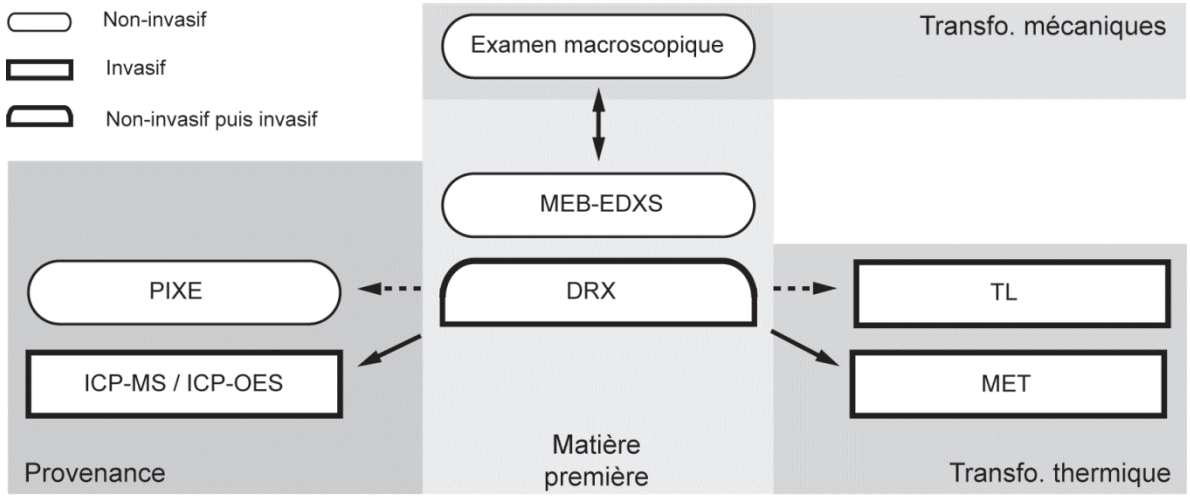


Figure 58 – Protocole mis en œuvre pour l'étude de l'assemblage de blocs d'ocre de Diepkloof Rock Shelter.

III.4. Etude du corpus principal, séquence MSA dans son ensemble

III.4.1. Caractéristiques générales : évaluation de l'état global de l'assemblage

A première vue, le matériel archéologique semble très hétérogène aussi bien par la forme, la couleur, ou l'état de surface. Avant de nous intéresser aux différents types de matière première puis aux transformations, plusieurs caractéristiques d'ordre général permettent de donner une idée de l'état actuel du corpus. Discuter de la dimension et de la masse des pièces est notamment indispensable pour estimer la représentativité de l'assemblage, par rapport au volume global de matière première apporté sur le site. Il s'agit également d'évaluer à quel point la forme actuelle des pièces diffère de ce qu'elle a été après collecte ou extraction (transformations anthropiques puis altérations taphonomiques). Enfin, certaines informations comme la description de l'état de surface sont précieuses pour une évaluation de son état de conservation.

a. Dimensions, masse, et intégrité du corpus

La dimension des pièces apparait comprise dans un intervalle limité, n'allant pas au-delà de 7 cm. La majorité présente une taille proche de la médiane située à 2.2 cm, tandis que quelques unes plus longues et plus massives tirent la moyenne vers le haut (Figure 59). La distribution n'est pas normale, mais se rapproche davantage d'une distribution logarithme normale. Ceci pourrait être la conséquence du tamisage.

Le minimum observé, 0.7 mm, est en corrélation avec la maille du tamis (0.5 mm). En-dessous de cette taille, les fragments d'ocre ne peuvent plus être comptabilisés. Les fragments de très petite taille posent un problème de représentativité. Ils sont le plus souvent issus d'une fragmentation de pièces plus volumineuses, et ne peuvent être considérées comme des « pièces » à part entière, comme le seraient des pièces facettées non fragmentées. Dans certains cas, une distinction entre pièces de taille supérieure à 1 cm et assemblage complet a été choisie pour tenir compte de cet état de fragmentation (Watts, 2010 ; Salomon, 2009). Dans ce corpus,

seulement 1 % des échantillons retenus dans les refus de tamis ont une taille inférieure à 1 cm (N=6). Etant donnée la faible contribution de ces petites pièces, elles ont été conservées pour la suite de l'analyse. La taille de la maille du tamis semble en effet un critère de distinction plus objectif. On considèrera que notre assemblage correspond approximativement à la part supérieure à 1 cm étudiée dans les autres assemblages.

En ce qui concerne la masse, elle varie de 0.1g à 57g. La majorité des pièces a cependant une masse comprise entre 1 et 4g, ce qui est relativement faible (Figure 60). La distribution des échantillons en fonction de leur masse est décroissante : leur nombre diminue au fur et à mesure que la masse augmente. On compte seulement 5 % des échantillons avec une masse supérieure à 10g (N=29). Le fait que les pièces légères soient majoritaires tend à montrer que le matériel a subi une fragmentation, seules quelques pièces massives non ou peu fragmentées subsistant. Quelques remontages à l'échelle de sous carrés ont pu être réalisés, montrant bien un état en partie fragmentaire. L'état actuel du corpus n'est donc que le reflet d'une fragmentation de pièces de plus grande taille, du fait de facteurs pour l'instant indéterminés, anthropiques et/ou taphonomiques.

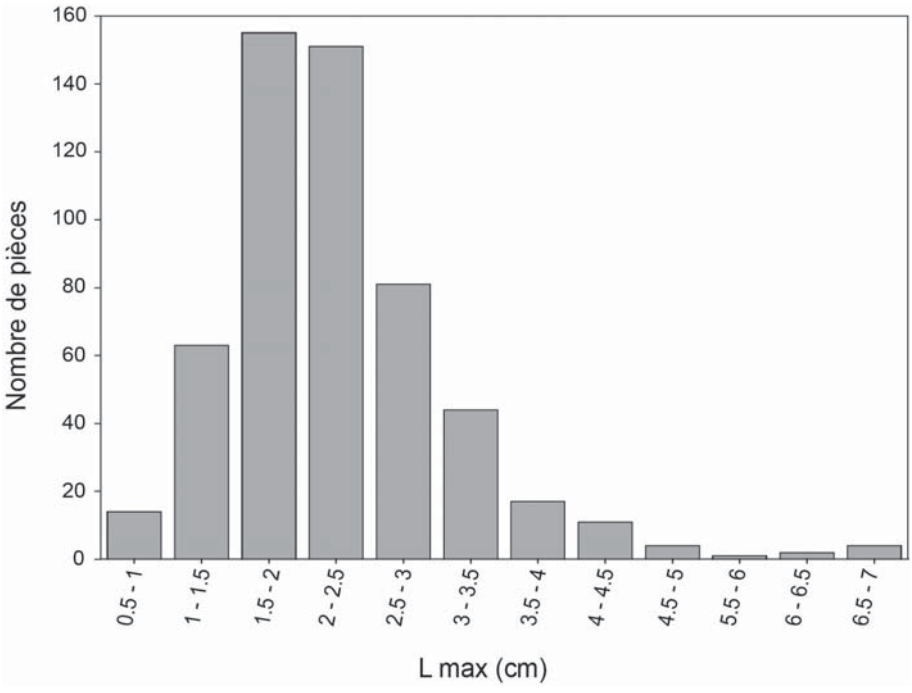


Figure 59 – Distribution du nombre de pièces en fonction de leur longueur maximale. Il ne s'agit pas d'une distribution normale, mais elle peut s'apparenter à une distribution log normale. L'absence de pièces de taille inférieure à 0.5 cm est clairement le reflet de la sélection opérée par la maille du tamis. La classe supérieure, entre 0.5 et 1 cm, est très probablement sous-estimée également.

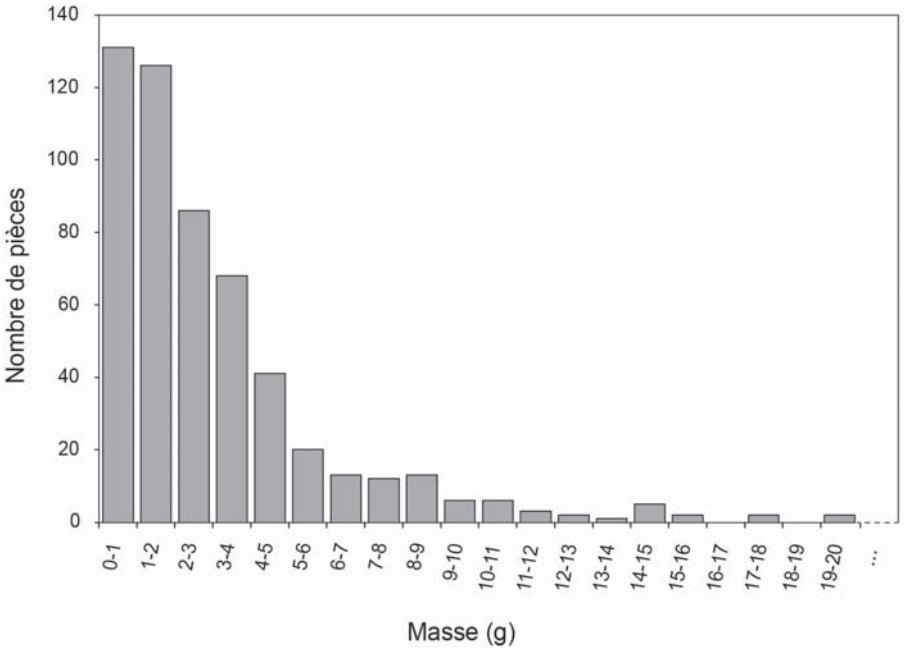


Figure 60 – Distribution du nombre de pièces en fonction de leur masse (représentation limitée aux masses inférieures à 20g). Plus la masse augmente, plus l'effectif diminue. Au-delà de 16g, on ne trouve que des pièces isolées.

Il est nécessaire étant donné cet état fragmentaire des vestiges de s'intéresser de plus près aux fragments de très petite taille, inférieure à 1 cm. Si nous ne pouvons estimer convenablement leur proportion puisqu'ils n'ont pas été conservés, il est possible de discuter de leur relative abondance via d'autres sources d'information, comme la micromorphologie ou les observations en cours de fouille. D'après l'étude des dépôts en lame mince, il apparait que les fragments d'ocre sont peu fréquents. Les dépôts tendent parfois vers les teintes brunes mais aucune lentille ou US de teinte rouge n'a été enregistrée. A la fouille, il est arrivé que de petites concentrations de poudre et fragments de teinte rouge aient été observées. Toutefois, elles n'ont pas été corrélées à la présence de plus gros fragments d'ocre ou à des outils ocrés. Au contraire, dans certains cas leur origine est apparue corrélée à une altération de plaquettes de quartzite. La fragmentation des pièces ne semble donc pas avoir produit de grandes quantités de poudre et petits fragments comme cela a été observé sur d'autres sites (voir par exemple Salomon, 2009).

b. Forme et état de surface

Concernant la forme, on trouve aussi bien des fragments de roches aux angles aigus, que des nodules et fragments de nodules dont la surface présente un cortex émoussé, lustré ou mat (Figure 61A). Au total, un cortex lustré clairement reconnaissable a été observé sur 15 % des

échantillons. Il s'agit d'un cortex sub-primaire puisqu'aucun stigmate de transport n'a été observé. Les cortex naturels mats sont plus difficiles à distinguer : ils se confondent parfois avec des émoussés pouvant résulter de phénomènes post-dépositionnels divers. Le nombre de nodules ou fragments de nodules est d'au moins 20 % lorsqu'on prend en compte les deux types de cortex.

Les cortex se distinguent d'un second type d'état de surface, caractérisé lui aussi par un émoussé, et parfois un léger lustre, mais avec d'autres caractéristiques bien distinctes. La surface a enregistré des sillons parallèles, voire de fines striations, sur une face uniquement (Figure 61B). Seuls des shales sont touchés par ce type d'altération, qui a été observé par ailleurs sur des fragments de shales géologiques collectés en place au cours des prospections géologiques. Il s'agit donc d'une altération naturelle, différente des phénomènes d'altération conduisant à la formation de nodules, et n'ayant rien à voir avec une quelconque transformation anthropique.

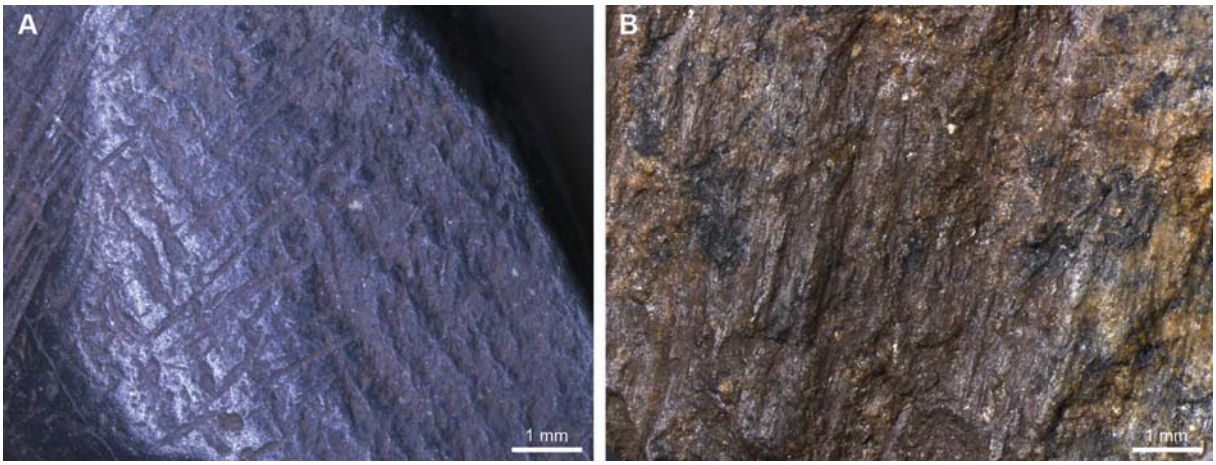


Figure 61 – Exemples d'état de surface : ferricrète avec cortex lustré recoupé par des groupes de stries subparallèles, d'origine anthropique (A) ; shale à la surface légèrement lustrée parcouru de sillons sur une surface irrégulière, liée à la lamination naturelle de la roche.

Parmi les formes sous lesquelles le matériel se présente, il faut également mentionner les blocs facettés. La surface est émoussée et striée et la morphologie initiale du bloc arasée. Des fractures sont fréquemment observées sur ces objets (1/3 d'entre eux). Les stigmates de fragmentation, lorsqu'ils sont présents, recoupent les facettes dans plus de 90 % des cas. En parallèle, les remontages sont rares (seuls deux remontages). Il s'agit a priori de déchets abandonnés au cours du procédé de transformation de l'ocre.

c. Couleur et oxydes de fer

Le rouge est la teinte principale identifiée, mais beaucoup de pièces tirent vers le brun. Les coordonnées du code Munsell, déterminées à partir du colorimètre pour une sélection de pièces, leur attribuent des teintes rouge faible, rouge foncé, rouge vif, rouge brun, ou encore brun foncé, voire gris dans certains cas (chroma proche de zéro). La teinte varie de 9R à 8YR sur les pièces analysées, soit toujours dans les teintes de rouges et brun. L'intensité et la saturation sont faibles, étant toujours strictement inférieure à 5, ce qui indique que les couleurs sont globalement foncées et peu saturées.

Les teintes rouges et brunes sont dues à la présence d'hématite, ou plus rarement de maghémite. Les deux oxydes sont fréquemment mélangés. La goethite par contre est rare, puisqu'elle n'a été observée qu'à deux reprises, toujours mélangée à l'hématite. La teinte de la pièce dans ce cas est rouge et non jaune.

Souvent, la coloration brune n'est observée que localement sur les pièces, et uniquement en surface, d'après les prélèvements que nous avons effectués. En parallèle, on constate que 20 % des pièces sont aimantées, ce qui indique qu'elles ont une susceptibilité magnétique élevée, en relation avec la présence de maghémite ou de magnétite. Une partie du matériel a donc clairement été chauffée voire brûlée, et ce accidentellement si l'on se fie à l'hétérogénéité des états de surfaces. Quelques fractures ayant pu être attribuées à un éclatement sous l'influence de températures élevées corroborent l'hypothèse d'une chauffe accidentelle. Ceci est cohérent avec d'autres observations sur le site, notamment la présence de nombreux vestiges de feux.

Dans ces conditions, la couleur initiale des blocs ne peut être établie avec certitude. Le chauffage accidentel des pièces a pu provoquer des changements de couleurs. La question de la chauffe nécessite néanmoins davantage de considérations, en particulier en ce qui concerne la possible transformation de goethite en hématite, qui, si elle a eu lieu, pourrait être intentionnelle, en parallèle des probables chauffes accidentelles post-dépositionnelles. Elle sera rediscutée ultérieurement.

d. Matières premières, proportions et état de fragmentation

Analyses chimiques et observations ont permis le tri des pièces par type de matières premières, selon les critères établis précédemment. Nous nous sommes intéressés dans un premier temps à la distribution des matières premières au sein de l'assemblage MSA complet. Ces données sont importantes pour établir les caractéristiques globales du corpus, et donner

une première indication sur le choix des matières premières. Les effectifs en nombre de pièces peuvent cependant donner une vision biaisée des proportions en matières premières en fonction de la taille et du volume des pièces considérées. Nous proposons une comparaison des proportions en nombre de pièces, masse et volume pour déterminer la complémentarité de chaque représentation. Cette approche pourra être réutilisée lorsque la sélection des matières premières sera étudiée plus en détail.

- **Proportion des différentes matières premières**

Parmi les roches ferrugineuses en présence, la matière première la plus abondante est sans conteste le shale, représentant environ 71 % de l'assemblage en nombre de pièces (Figure 62). Ce sont donc les roches argileuses présentant de faibles taux de fer qui dominent. Leur origine anthropique n'est toutefois pas certaine. Il est possible qu'une partie des fragments résulte de la désagrégation naturelle de la source de shale située au fond de l'abri. Nous avons constaté que ce phénomène se produit dans d'autres petits abris rocheux de la zone autour de Diepkloof. Déterminer leur provenance et examiner les traces anthropiques qu'ils portent est donc primordial pour connaître l'intérêt réel que ce matériau a suscité pour les occupants du site.

Les ferricrètes représentent un peu moins de 19 % de l'assemblage. Viennent ensuite les roches indurées, que nous avons appelées shale/ferricrète, avec un peu moins de 8 %. La composition de ces derniers étant le plus souvent contenue dans les mêmes intervalles que les ferricrètes, ces deux catégories représentent donc les ocres riches en fer. Les 2 % restant constituent des grès fins ou grossiers et grès quartzitiques. Les roches ferrugineuses à Diepkloof sont donc essentiellement soit des shales, soit des ferricrètes.

Toutefois, toutes les pièces étudiées ne rentraient pas dans la définition d'une roche ferrugineuse. Elles n'ont donc pas été considérées dans les proportions que nous venons de décrire (N=6). Les quelques pièces dont la nature minéralogique reste incertaine ont également été mises de côté (N=3).

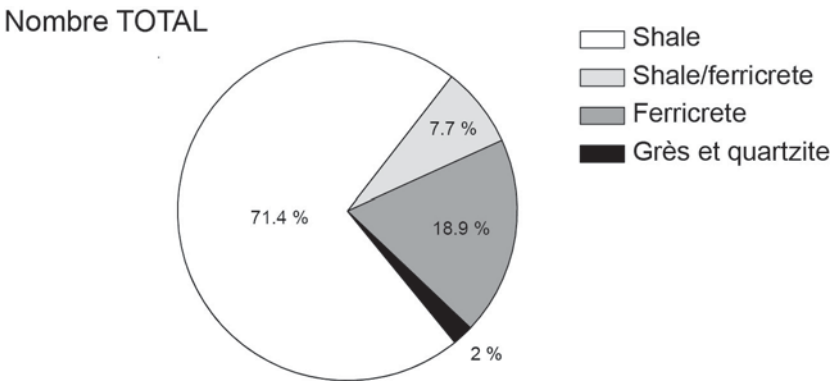


Figure 62 – Proportions des différentes matières premières identifiées au sein de l'assemblage (pourcentages en nombre de pièces). N=549.

- **Taille et volume des différents types de matière première**

Nous avons vu le problème de représentativité que peut poser l'étude du nombre de pièces, puisque celui-ci est dépendant du taux de fragmentation. Si l'une ou l'autre des matières premières est plus fragmentée que l'autre, alors sa proportion en nombre sera surestimée par rapport aux autres matières premières. Nous nous sommes donc intéressés aux paramètres pouvant être reliés à un taux de fragmentation, la longueur maximale des pièces et leur volume en fonction du type de matière première.

Les trois types de roches les plus fréquents ont été testés, à savoir shale, shale/ferricrètes et ferricrètes. La longueur maximale, tout d'abord, varie significativement en fonction de la matière première (Test U de Mann-Withney, valeur de $p<0.05$). Cette différence pourrait s'expliquer par la présence de plusieurs pièces de grande taille dans les shales. On constate en effet une étendue des données plus importante pour les shales que pour les deux autres catégories, dues à la présence de quelques pièces de grande taille (Figure 63). Par contre, la majorité des échantillons se situe dans un intervalle de taille très proche pour les trois catégories, entre 1.7 et 2.7 cm. L'absence de pièces de grande taille pour les ferricrètes et les shales peut être imputée aussi bien à une sélection opérée en amont dans le choix des nodules ou fragments apportés sur le site, qu'à leur concassage systématique.

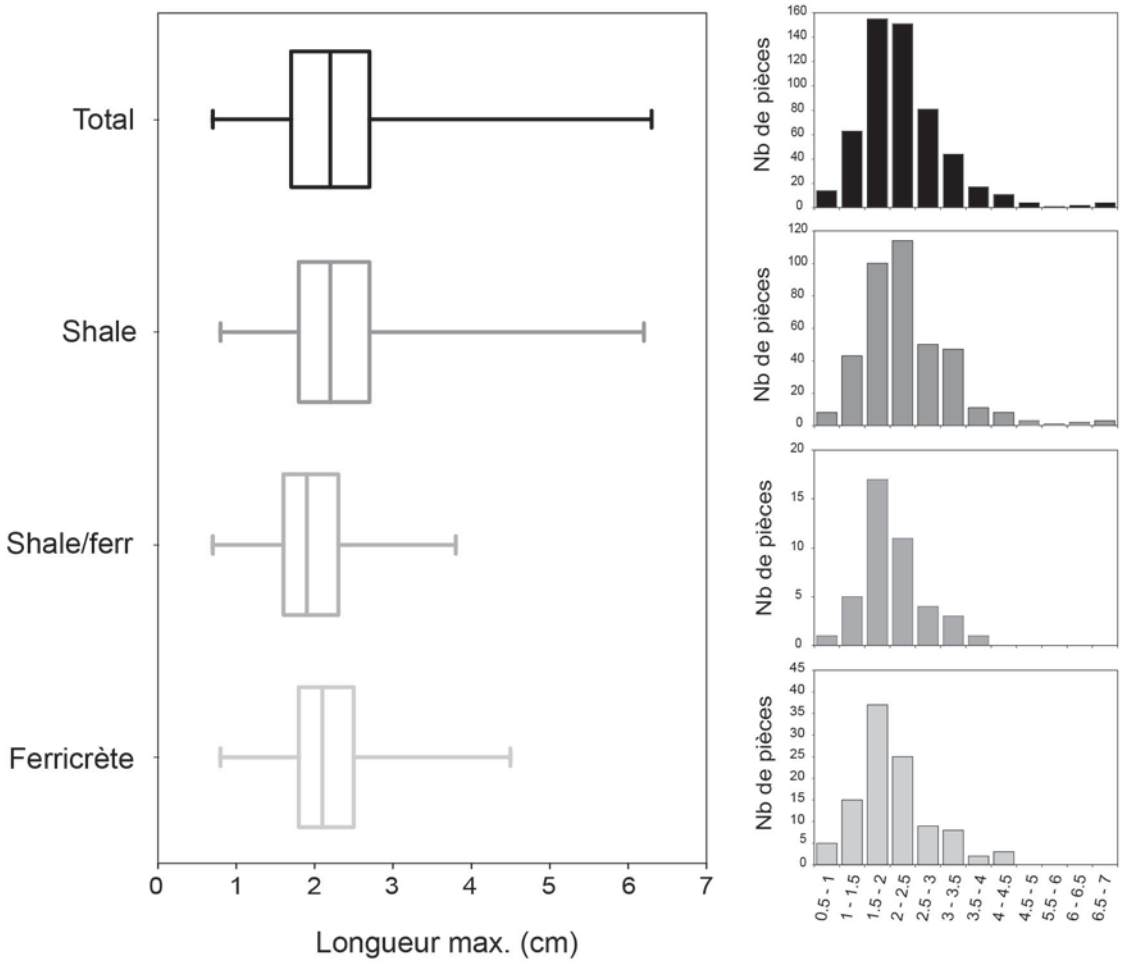


Figure 63 – Distribution de la longueur maximale des pièces en fonction des trois principales catégories de matière première. Les box-plots représentent les quartiles ainsi que les minima et maxima (distribution non normale).

La masse, bien qu'un des paramètres les plus souvent utilisés pour caractériser des quantités de vestiges, est cependant très dépendante de la différence de densité entre les matières premières. Or, dans certains cas la densité des ferricrètes peut être jusqu'à deux fois plus élevée que celle des shales. Le volume est une donnée plus pertinente, dans la mesure où il ne dépend pas de la densité. Le volume des pièces a pu être évalué en multipliant la masse de chaque pièce par la densité moyenne de la matière première à laquelle elle est attribuée. On obtient ainsi un volume théorique, entaché d'une certaine incertitude liée à l'écart-type de la densité moyenne (voir ANNEXE I.1).

Les mêmes tests que sur les longueurs ont été réalisés sur les volumes estimés. La distribution du volume en fonction du type de matière première varie significativement entre chaque type de matières premières (Test U de Mann-Withney, valeurs de $p < 0.05$). Elle est surtout marquée entre shales/ferricrètes et ferricrètes ($p=0.002$). D'après ces tests et les

distributions observées, les shale/ferricrètes sont de volume légèrement plus petit que les shales, eux-mêmes légèrement plus petits que les ferricrètes (Figure 64). Contrairement à ce que nous avons vu précédemment, la différence d'étendue des distributions n'est donc pas le principal facteur en jeu. Pour interpréter la différence observée, rappelons que, lors du classement, les shale/ferricrètes correspondaient à des pièces sans caractéristiques discriminantes, dont la densité était difficile à estimer. Or, souvent, il s'agit de pièces de très petit volume et de masse faible. Cette différence pourrait donc n'être que le résultat de notre analyse.

Pour nous en convaincre, nous avons rassemblé shale/ferricrètes et ferricrètes en une seule catégorie. En effet, l'analyse physico-chimique montre qu'ils ont une composition très proche, ainsi qu'une densité compatible aux écart-types près. Cette fois, on montre qu'il n'y a aucune variation significative du volume entre les catégories « shales » et « ferricrètes » (Test U de Mann-Withney, p=0.8).

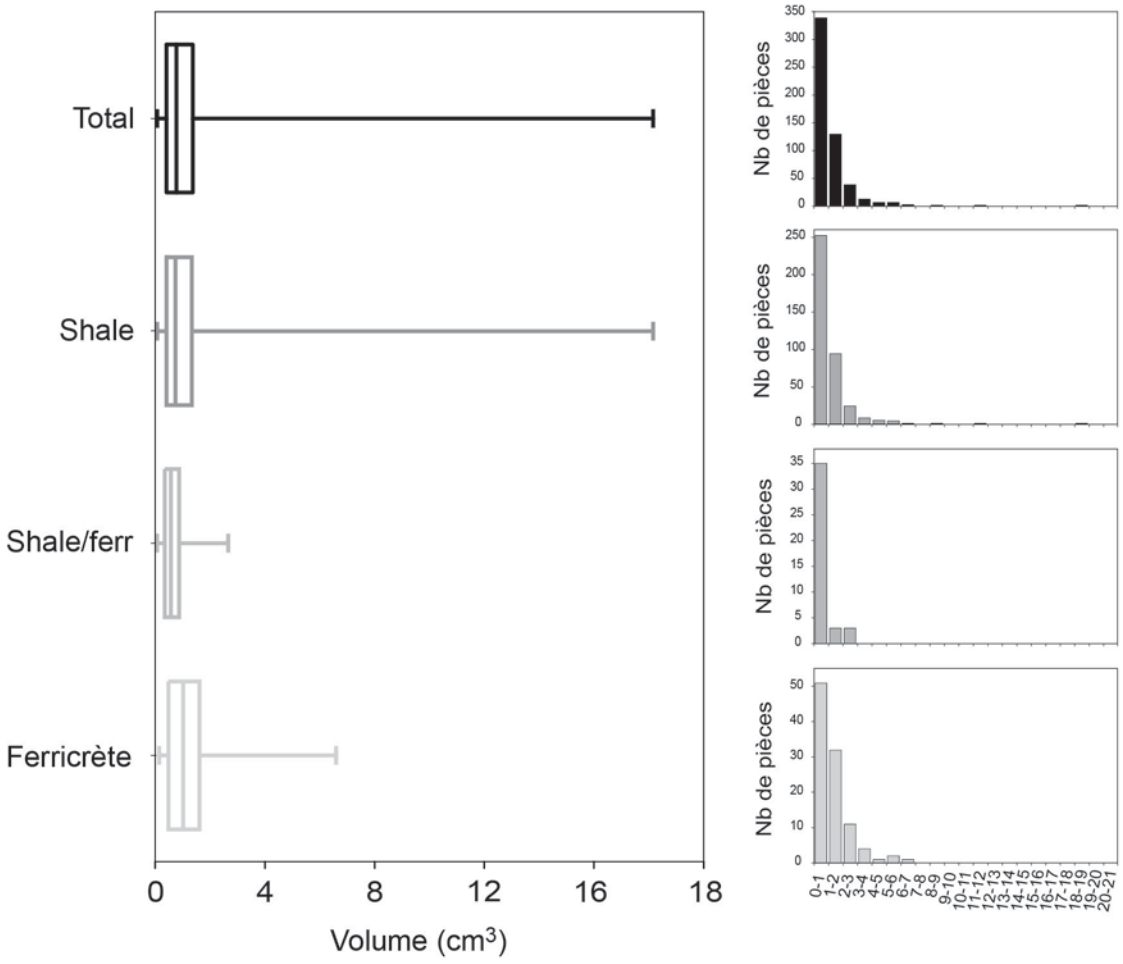


Figure 64 – Distribution du volume des pièces en fonction des trois principales catégories de matière première. Les box-plots représentent les quartiles ainsi que les minima et maxima (distribution non normale).

Au vu des informations dégagées, il y a donc bien une légère différence du volume et de la taille des pièces en fonction de la matière première. Cette différence est due pour une grande part à la difficulté de classement des matières premières, les petites pièces étant plus difficiles à attribuer que les plus grandes, et pour une moindre part à la présence de pièces plus massives parmi les shales. En revanche, rien ne permet d'affirmer qu'il y a une différence du taux de fragmentation selon les matières premières.

- **Comparaison des proportions en nombre, masse et volume**

Les proportions de chaque matière première ont été comparées en nombre, masse totale et au volume total (Figure 65). Comme attendu, la proportion en masse des shales apparait plus faible que la proportion en nombre, du fait de leur plus faible densité. Par contre, les proportions en volume sont très proches, y compris lorsqu'on tient compte de l'erreur sur le calcul du volume (Tableau 30). Entre volume et nombre de pièces, ce sont les pourcentages de shale/ferricrètes et de ferricrètes qui varient le plus. Les variations vont dans le sens de ce que nous avons décrit précédemment : le pourcentage en volume des shale/ferricrète est plus petite que le pourcentage en nombre (4.9 contre 7.7 %). Les deux types de représentations, en pourcentage de pièces ou en pourcentage du volume total, apparaissent complémentaires. Pour la suite, le nombre de pièces a été choisi pour décrire la majorité des données, mais le volume sera réutilisé ponctuellement pour compléter si nécessaire la discussion.

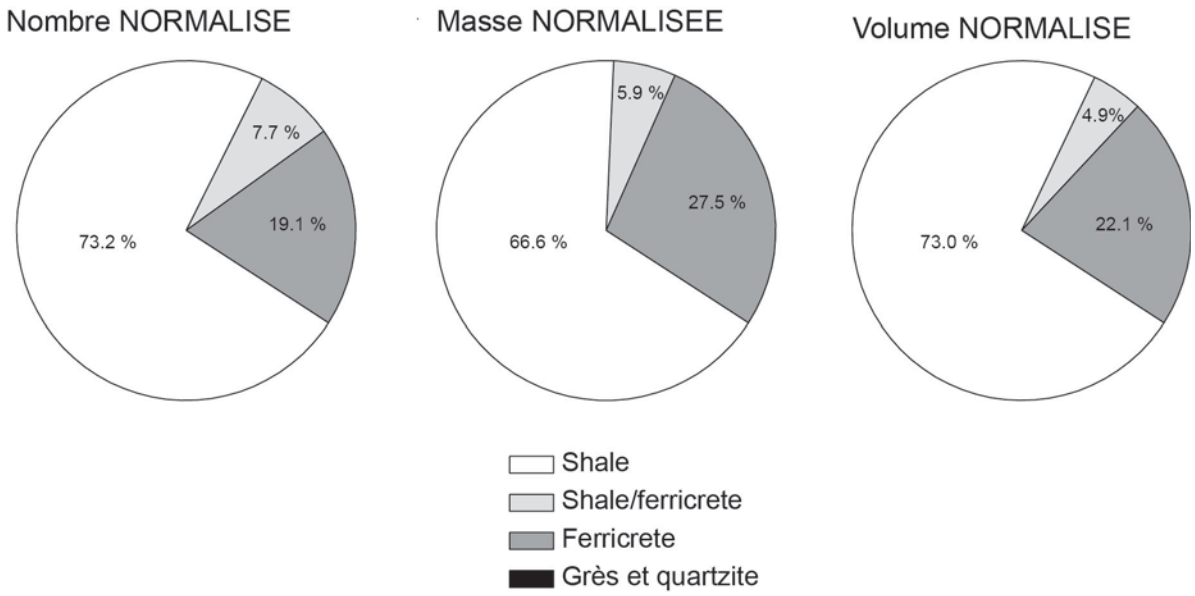


Figure 65 – Proportions en nombre, masse et volume des matières premières. La densité n'ayant été mesurée que pour les trois principales catégories, les grès et quartzite n'ont pas été pris en compte. Les résultats ont été normalisés à 100 %.

	Shale		Shale/ferricrète		Ferricrète		TOTAL
	Total (cm^3)	%	Total (cm^3)	%	Total (cm^3)	%	Total (cm^3)
Volume	432	73.0	29	4.9	131	22.1	592
Erreur	*46*		*3*		*10*		*59*
Volumes corrigés							
Vol. max	478	73.5	31	4.8	141	21.7	651
Vol. min	385	72.4	26	4.9	121	22.8	533
Si erreurs différentes							
Shale surestimé	478	**76.5**	26	**4.2**	121	**19.4**	626
Shale sous-estimé	385	**69.1**	31	**5.6**	141	**25.3**	558

Tableau 30 – Différentes estimations du volume total représenté par les trois principales catégories de matières premières. L'erreur sur le volume d'une pièce dépend de l'écart-type sur la moyenne de la densité et de l'incertitude sur la mesure de la masse. Incertitude sur le volume total : somme des incertitudes.

Synthèse

Toutes les informations réunies, sur la fragmentation, l'état de surface ou la couleur, montrent donc que le matériel a subi plusieurs types de transformations anthropiques, puis des altérations taphonomiques ayant modifié plus spécifiquement état de surface et couleur. L'origine et l'importance des différentes modifications observées n'est pas toujours possible à établir, l'action des deux facteurs pouvant s'être combinée (par exemple concassage puis fragmentation par piétinement, ou traitement thermique puis chauffe accidentelle). Cette indétermination limite nécessairement les interprétations archéologiques qu'il sera possible d'envisager à partir de l'étude du matériel.

III.4.2. Provenance et stratégies d'approvisionnement

La comparaison avec le corpus géologique permet d'établir une origine géologique voire dans le meilleur des cas une provenance pour une partie des matières premières. Ces données permettent de discuter du choix des sources visitées et des matières premières apportées sur le site, ainsi que des déplacements et de la gestion du territoire autour du site.

a. Shales

Les shales sont un cas particulier à Diepkloof, du fait de la présence d'une source située dans l'abri même (shale 1). Déterminer leur origine géologique apparait donc primordial. La caractérisation de la matière première donne des indications essentielles, qui pourront être complétées par la suite par les données sur les transformations.

- **Observations macroscopiques et MEB-EDXS**

A l'observation, les shales présentent en apparence une certaine variabilité. Celle-ci n'est pas nécessairement caractéristique d'une différence de provenance. Ainsi, alors que la présence ou l'absence de micas est un critère visuel facilement évaluable, il n'est pas relié à l'origine géologique, mais à la variabilité interne de certaines sources, notamment la source locale (shale 1). Il faut donc faire abstraction de certaines différences. Une fois ce tri fait, deux critères apparaissent davantage pertinents : la présence d'un cortex et la structure.

La présence d'un cortex sur un nodule indique qu'il a été collecté en position subprimaire ou secondaire. La présence d'un cortex n'est pas nécessairement caractéristique des nodules de ferricrètes. Environ 5 % des pièces identifiées comme des shales présentent un cortex. Ceci élimine la possibilité qu'ils se soient détachés accidentellement de la source de l'abri, et montre donc clairement qu'ils sont d'origine anthropique.

La structure macroscopique, si elle n'est pas aussi déterminante que la microstructure, est un paramètre important pour distinguer les shales, puisqu'elle est liée aux conditions de sédimentation et au degré de métamorphisme de la roche. Plusieurs échantillons de shale présentent une lamination fine, proche d'un clivage, compatible avec un faible degré de métamorphisme (faciès phyllite ou schiste). Seules les formations Malmesbury, affleurant à plus de 20 km du site, correspondent à ce critère. La microstructure des pièces archéologiques observées diffère cependant de celle décrite dans les deux sources Malmesbury étudiées : les

tablettes de micas (composition élémentaire Si, Al, K) ne sont pas réparties aussi régulièrement, ou sont moins visibles. L'analyse minéralogique et l'analyse des éléments traces est donc nécessaire pour confirmer l'hypothèse d'une origine non locale pour les pièces finement laminées.

- **Composition minéralogique**

L'analyse minéralogique révèle une plus grande homogénéité de composition parmi les shales. Les phases en présence sont presque toujours les mêmes : argiles de type illite, et/ou mica de type muscovite, quartz, hématite, et parfois une argile de type kaolinite (ANNEXE V.5 et Figure 66). Ces caractéristiques sont en tous points similaires à celles des shales issus de la source locale. De même que précédemment, il faut en déduire qu'une grande partie des fragments de shale trouvés dans les dépôts archéologiques proviennent de l'abri.

Quelques cas diffèrent cependant de ces généralités, permettant d'identifier des apports extérieurs.

La présence d'une argile interstratifiée dans un échantillon indique qu'elle provient certainement des formations Klipheuwel. Cette pièce est cependant isolée.

Alors que les deux formes d'illite sont fréquemment rencontrées dans les échantillons des shale, quelques uns ne contiennent que la forme bien cristallisée, l'illite *WCI* (Figure 66). Cette caractéristique permet de les attribuer aux sources des shale schisteux des formations Malmesbury, et de les considérer comme allochtones. Toutes les pièces présentant une lamination fine entrent dans cette catégorie. L'ensemble des pièces finement laminées peut donc être donc considéré comme non local.

Enfin, une argile différente, la pyrophyllite, apparait dans une pièce de petite taille. Elle n'a pas été rencontrée dans les sources que nous avons étudiées. Cette argile est typique d'un métamorphisme de très faible degré. Il se trouve qu'elle est fréquente dans certaines formations Table Mountain du massif du Cederberg, plus au Nord (Saggerson et Turner, 1996). Les premières formations du même type affleurent à plus de 25 km du site.

Au total, environ 3 % des shales seulement ont pu être identifiés comme non locaux (N=11). Ceci n'est toutefois qu'un minimum, puisqu'à part quand une structure finement laminée est observée, seule l'analyse sur poudre permet une attribution précise.

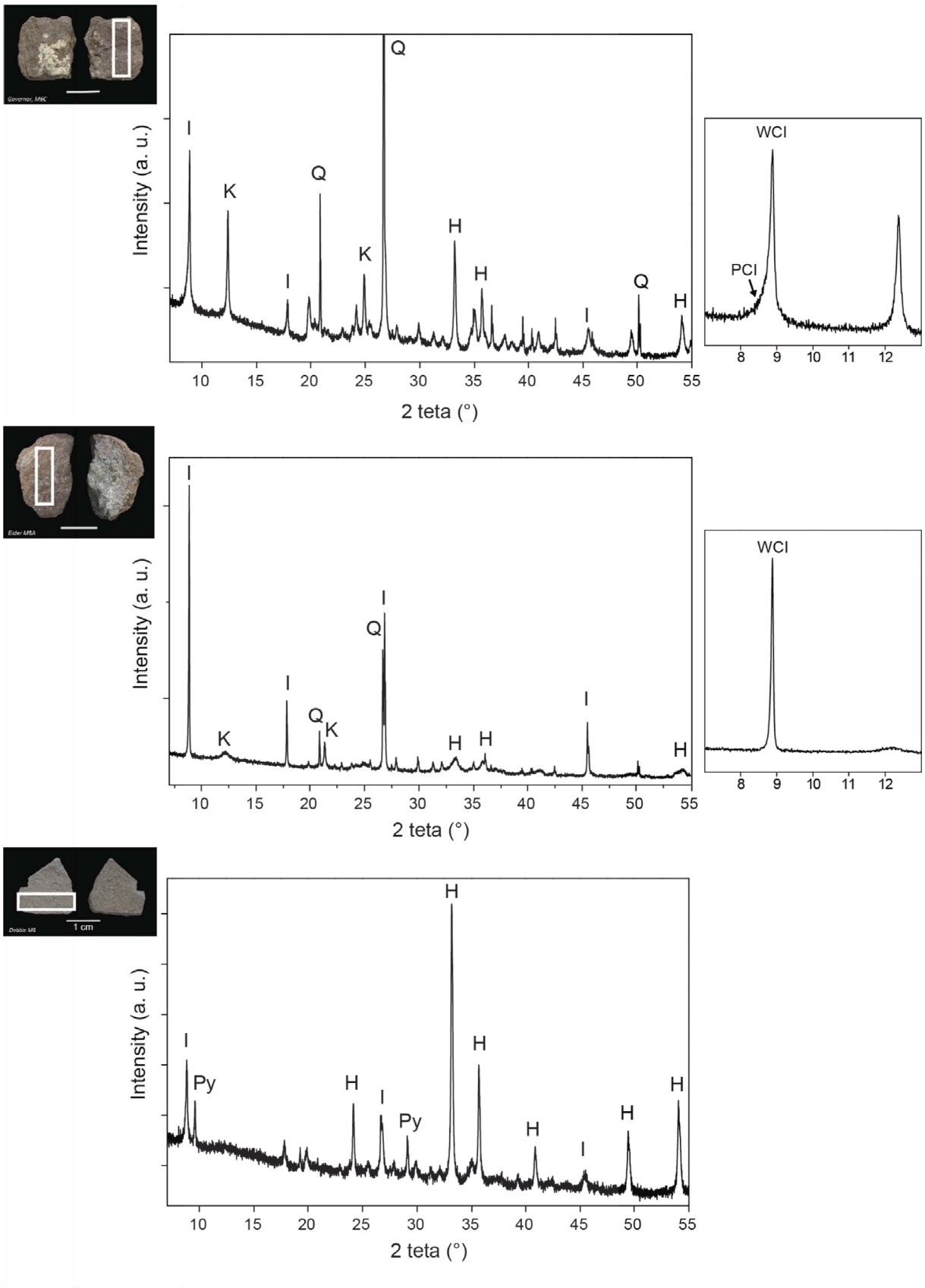


Figure 66 – Résultats de l'analyse par DRX permettant d'identifier les phases minéralogiques pour les shales. Shale sans caractéristiques particulières, illite WCI et illite PCI toutes deux présentes (A). Shale avec uniquement illite PCI (B). Shale avec pyrophyllite (C).

H : hématite ; I : illite/muscovite ; K : kaolinite ; Q : quartz ; Py : pyrophyllite.

Barre d'échelle photos : 1 cm.

	Sélection Analysés, poudre N	Tous les shales (observés+analysés) N	%
Exogènes	7	**32**	**8.2**
Dont non local	5	**11**	**2.9**
Finement laminé	2	8	2.0
(Dont avec illite WCI)	*(2)*	*(2)*	
Avec illite WCI	*1*	*1*	*0.3*
Avec pyrophyllite	*1*	*1*	*0.3*
Dont avec cortex	-	21	5.4
Dont avec argile interstratfié	*1*	*1*	*0.3*
Sans signes distinctifs	8	**360**	**91.8**
Total	**15**	**392**	**100.0**

Tableau 31 – Indices de provenance utilisés pour déterminer l'origine exogène ou allochtone de certains shales, ainsi que leurs nombre et proportions.

- **Eléments traces**

L'analyse des éléments traces (par PIXE ou ICP-MS) a porté sur un petit nombre de pièces, pour une confirmation des observations précédentes et éventuellement pour mettre en évidence un lien avec l'une des sources étudiées : échantillons sans signes distinctifs et échantillons avec illite bien cristallisée ont été choisis pour ce test.

D'ores et déjà, il apparait que les deux échantillons avec illite WCI ont un taux de fer supérieur à celui globalement observé pour la source locale : il dépasse les 30 % en Fe_2O_3 dans ces échantillons supposés non locaux, tandis que la teneur maximale en fer observée dans notre échantillonnage de la source *shale 1* ne dépasse pas 17 % en Fe_2O_3 (ANNEXE V.8).

Selon le protocole défini plus tôt, la première étape consiste à contrôler l'attribution des échantillons au type géochimique « shale ». L'ACP III, réalisée à partir d'une sélection d'éléments traces, en considérant les logs des rapports au fer, a été choisie pour cela. Elle se base en effet sur les éléments corrélés positivement au fer dans les shales. D'après cette ACP (PC 1 et 2), un des échantillons attribués aux shales n'en a pas les caractéristiques géochimiques, mais s'accorde au contraire avec celles des ferricrètes (Figure 67). Il ne peut provenir de la source locale, confirmant les conclusions de la minéralogie (pièce avec illite WCI).

La deuxième étape consiste à isoler les sources de shale. Pour cela, le diagramme binaire des log As/Fe et As/Ba est le plus adapté (voir III.3.3). Il est possible de confirmer de cette façon la provenance locale des pièces sans caractéristiques particulières (avec illite *PCI* et *WCI*), et celle exogène d'une pièce finement laminée (avec illite WCI) (Figure 68).

Les données PIXE, en utilisant entre autres l'ACP V et les logs des rapports As/Fe et Pb/Fe, donnent des résultats similaires pour les quelques pièces supplémentaires analysées (Figure 69). L'une, finement laminée, n'est pas attribuée à la source locale, tandis qu'une deuxième, sans caractéristiques particulières, s'en rapproche beaucoup, privilégiant ainsi l'hypothèse d'une provenance locale (Un point de mesure sur trois est attribué à la source shale 1).

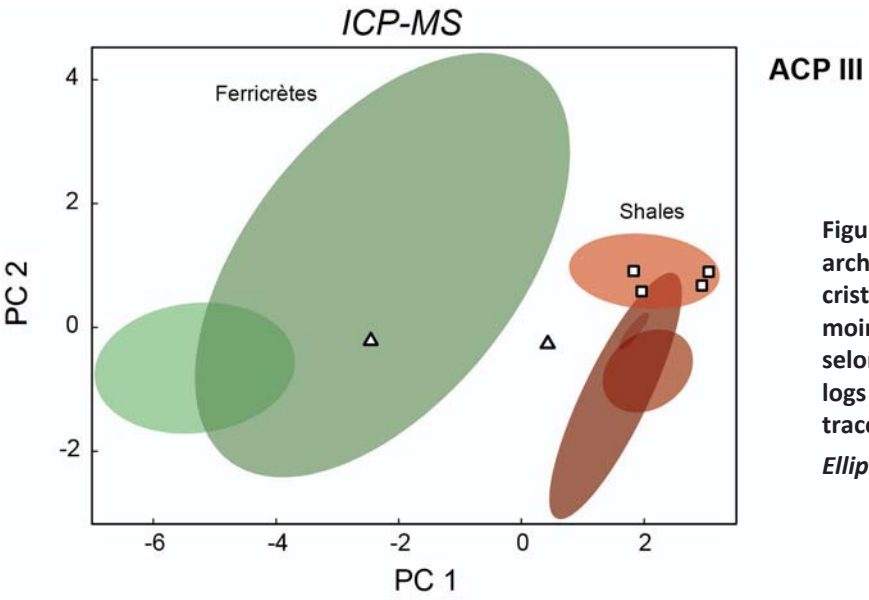


Figure 67 – Attribution de 6 shales archéologiques, avec illite bien cristallisée (WCI), ou illite plus ou moins bien cristallisée (WCI+PCI), selon l'ACP III réalisée à partir des logs des rapports des éléments traces corrélés au fer (ICP-MS).

Ellipse de confiance : 95 %.

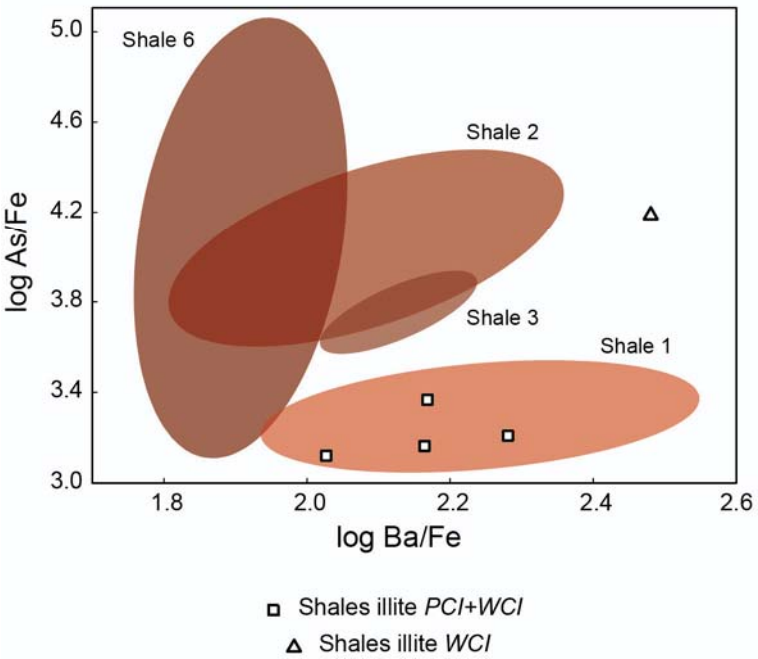


Figure 68 – Attribution de 5 shales archéologiques, avec illite bien cristallisée (WCI), ou illite plus ou moins bien cristallisée (WCI+PCI), selon le diagramme binaire log As/Fe en fonction de log Ba/Fe (ICP-MS).

Ellipse de confiance : 95 %.

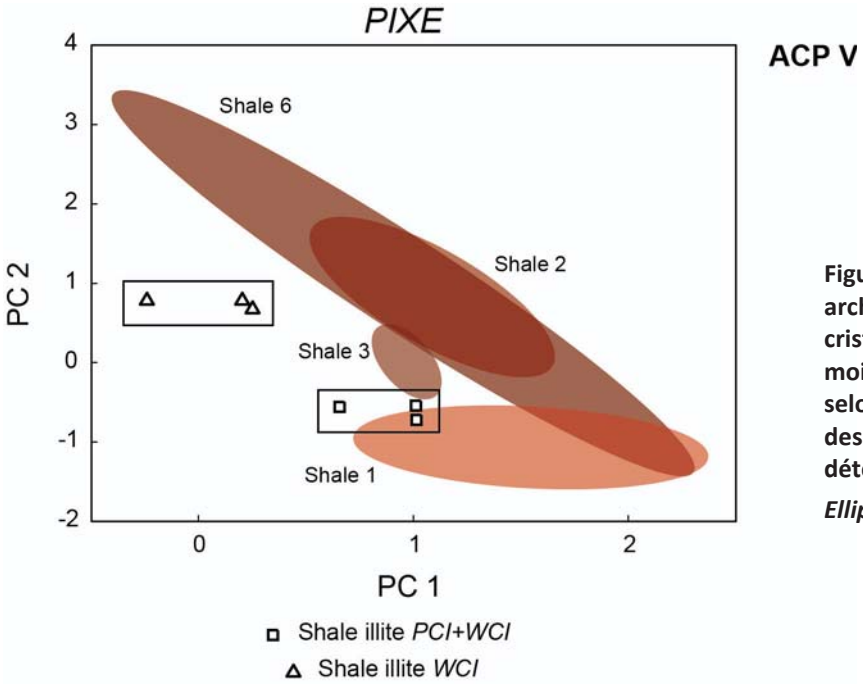


Figure 69 – Attribution de 2 shales archéologiques, avec illite bien cristallisée (WCI), ou illite plus ou moins bien cristallisée (WCI+PCI), selon l'ACP V réalisée sur les logs des rapports éléments traces/fer déterminées par analyses PIXE.

Ellipse de confiance : 95 %.

b. Ferricrètes

Les ferricrètes peuvent d'ores et déjà être considérés comme anthropiques et exogènes, car non concernés par la désagrégation de la source localisée sur le site. Le référentiel géologique des sources de ferricrètes que nous avons constitué est cependant plus pauvre que celui des shales, en raison de leur caractère plus discret dans le paysage. La source de ferricrète identifiée dans les environs du site (*Ferr 5*) correspond par exemple à un ramassage de surface et les échantillons sont trop peu nombreux pour qu'un rapprochement puisse être fait avec les échantillons archéologiques. Définir une provenance particulière pour les ferricrètes n'est donc pas envisageable en l'état des connaissances sur le contexte. Toutefois, leur origine géologique peut être discutée sur la base de quelques indices. En effet, lorsque des formations particulières affleurent à des distances éloignées du site, déterminer une origine peut permettre de montrer une provenance non locale. Certaines caractéristiques des ferricrètes, aussi bien macroscopiques que minéralogiques, tendent à montrer l'existence d'au moins deux types distincts, dont au moins un est lié à une origine géologique particulière.

- **Observations et composition minéralogique**

Les ferricrètes présentent comme les shales des structures et des microstructures variables (ANNEXES V.1 et V.4). Il existe cependant deux formes différentes de cristaux d'oxydes de fer observables à l'échelle microscopique, des cristaux en tablettes et des cristaux

prismatiques ou fibreux. Ces « types » n'ont pas tous la même pertinence en termes de provenance ou d'origine.

Dans le premier type (« type 1 »), les cristaux en tablettes sont soit dispersés dans la fraction fine comme les tablettes de micas, soit regroupés en amas (Figure 70). Il n'y a pas de limite stricte entre ces deux microstructures. Il s'agit probablement de formes d'altérations secondaires, ayant conservé en partie la microstructure de la roche d'origine, typiquement shale ou shale schisteux. Les tablettes formant des amas apparaissent cependant organisées différemment des tablettes de micas (illite/muscovite) dans les shales Malmesbury. Il est donc difficile de proposer une origine précise pour ces ferricrètes à partir de ces données. Bien que les gîtes indiqués sur la carte géologique soient majoritairement associés aux formations Malmesbury, rien ne permet d'affirmer qu'ils proviennent de ce contexte. On ne peut exclure la présence de sources plus ponctuelles dans les formations plus récentes, comme l'indiquent les quelques nodules trouvés à proximité du site.

Un autre type s'assimile à des nodules ou fragments systématiquement massifs, avec présence de cristaux aciculaires ou prismatiques, comme observé dans quelques nodules géologiques des sources *Ferr 2* et *Ferr 3*, situés près des formations Malmesbury (« type 2 »), à plus de 20 km du site (Figure 70). D'après les données de terrain recueillies par ailleurs, il semble peu probable que ce type de recristallisation ait été possible au niveau des formations Table Mountain ou Klipheuwel (voir III.3.3). Ces ferricrètes sont donc considérés comme allochtones.

La variabilité macroscopique des pièces de ferricrètes met aussi en évidence des caractères plus ambigus, comme la présence de cortex mats sans lustre, de pièces massives sans cristaux prismatiques, ou de fragments sans cortex. Leur origine est difficilement déterminable, de même que celle des ferricrètes avec cortex lustré. Leur composition minéralogique s'avère également non discriminante (ANNEXES V.5 et V.6 ; voir III.3.3).

Malgré ces indéterminations, il est possible d'établir que 16 % des ferricrètes au moins sont non locaux d'après le critère de la forme des oxydes de fer.

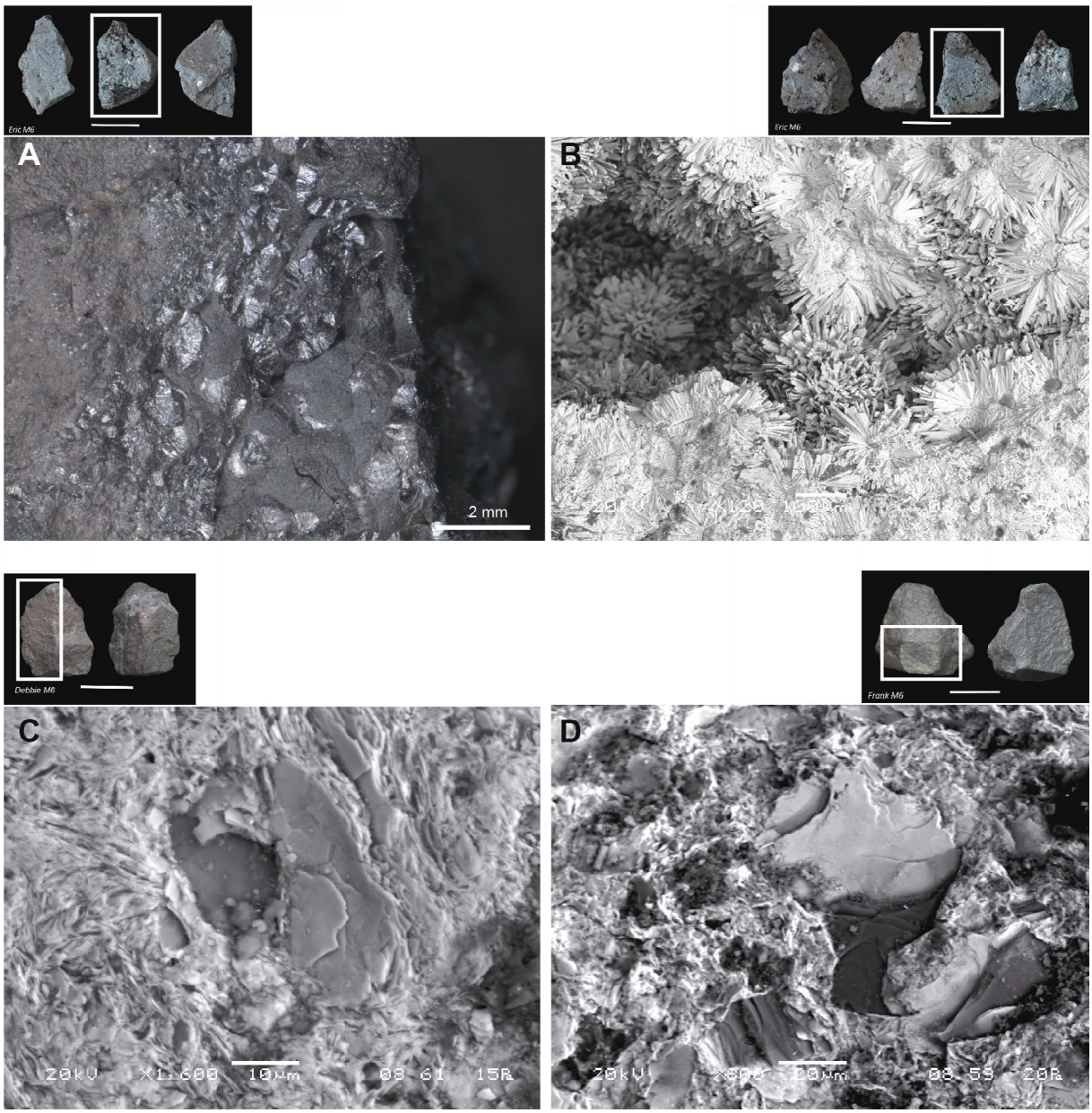


Figure 70 – Observations à la loupe binoculaire et images MEB en électrons rétrodiffusés de différents types de cristaux d'oxydes de fer dans les ferricrètes. Globules fracturés constitué de cristaux fibreux orientés radialement (A). Cristaux prismatiques orientées radialement (B). Feuillets en amas (C). Tablettes dispersées au sein d'une fraction fine (D).

Barre d'échelle photos : 1 cm.

	Sélection Analysés, surface N	Tous les ferricrètes (observés+analysés) N	%
Cristaux en tablettes (type 1)	9	9	8.7
Cristaux prismatiques (type 2)	**12**	**17**	**16.3**
Pas de signes distinctifs	15	78	75.0
Total	**36**	**104**	**100.0**

Tableau 32 – Indices de provenance utilisé pour déterminer l'origine allochtone de certains ferricrètes, ainsi que leur nombre et proportion.

- **Eléments traces**

L'analyse des éléments traces dans les ferricrètes archéologiques ne permet pas d'aller aussi loin dans l'étude de provenance que pour les shales. La principale limite réside dans le faible nombre de sources étudiées, ainsi que dans le faible nombre d'éléments traces corrélés positivement au fer. Seul le diagramme binaire log Sr/Fe en fonction de log Ba/Fe peut être utilisé pour discuter de leur provenance.

Ce diagramme met en évidence une proximité de composition entre les ferricrètes à cristaux prismatiques et les ferricrètes de la source Ferr 2, ainsi qu'entre deux ferricrètes sans signes distinctifs et les deux sources Ferr 1 et Ferr 2 (Figure 71). Le seul échantillon composé de cristaux tabulaires analysé est en revanche légèrement en dehors de la distribution des sources. Ces résultats ne permettent pas de conclusion définitive comme cela a été possible pour les shales.

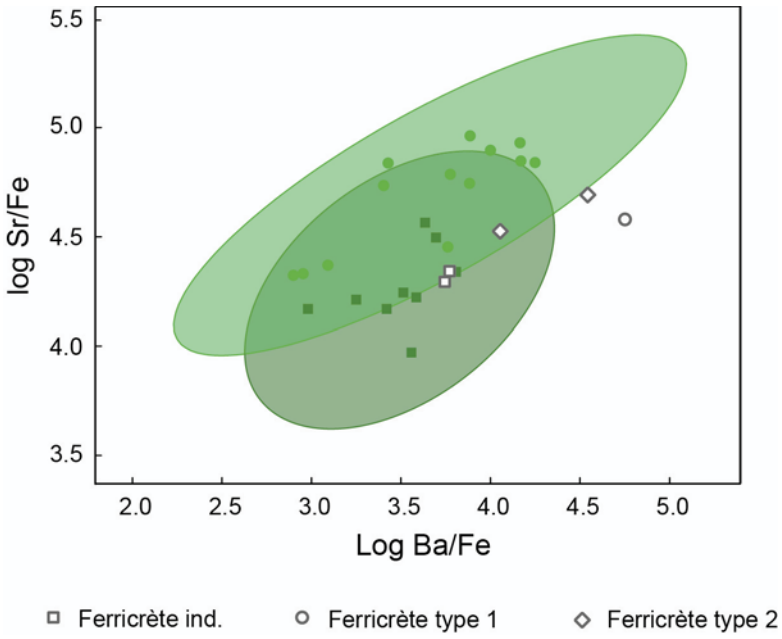


Figure 71 – Attribution de 5 ferricrètes archéologiques, dont des ferricrètes de type 1 (à cristaux tabulaires) et de type 2 (à cristaux prismatiques), selon le diagramme binaire log Sr/Fe et log Ba/Fe.
Ellipse de confiance : 95 %.

c. Shale/ferricrètes et autres matières premières

Les pièces classées comme intermédiaires entre les shales et les ferricrètes sont les plus difficiles à aborder du point de vue de l'origine géologique. En effet, il ne s'agit pas d'un type de roche à proprement parler, ils représentent différents niveaux d'altération, et donc différentes formes géologiques, aussi bien des nodules avec cortex d'altération sub-primaire que des fragments de roches sédimentaires indurées. Très peu de formes d'altération de ce type ont été

répertoriées au cours des prospections géologiques, et les rares échantillons trouvés étaient associés à des ferricrètes, eux même en relation indirecte avec des formations Malmesbury. Certains s'assimilent aux shales schisteux, de par leur structure finement laminée, leur microstructure en feuillets juxtaposés et la présence d'une illite avec un indice de cristallinité plutôt élevé.

Parmi les 42 shales/ferricrètes de l'assemblage, un seul présente de telles caractéristiques. Parmi les autres, plusieurs présentent une patine plutôt lustrée, ce qui pourrait les lier aux ferricrètes ayant les mêmes caractéristiques. De manière générale, les taux de fer des shales indurés sont globalement plus proches de ceux des ferricrètes que de ceux des shales (voir chapitre III.3.3). Ils sont donc très probablement exogènes.

En comparaison, les quelques grès quartzitiques ferruginisés observés sur le site sont d'origine locale. De telles ferruginisations ont été observées ponctuellement dans les environs immédiats du site.

d. Synthèse : stratégies d'approvisionnement

Du point de vue des stratégies d'approvisionnement, les données obtenues sur les matières premières permettent d'établir des faits nouveaux. L'affleurement de shale présent dans l'abri constitue une source d'ocre facilement accessible. Or, on constate que la part de matières premières exogènes est non négligeable : elles représentent près de 32.5 % des pièces, soit un tiers de l'assemblage (N=178), parmi lesquels 18 % de shale (N=32) (Tableau 33). Il a pu être établi qu'au moins 5 % du corpus étudié est constitué de matières premières non-locales. Ceci nous indique que la collecte de l'ocre était corrélée à des déplacements, parfois sur de longues distances. Des propriétés spécifiques ont pu être recherchées, différentes de celles des shales locaux, soit selon des critères techniques (dureté par exemple), soit selon des critères liées à la fonction (poudre pas assez colorante, pas assez siccative, etc.).

L'étude des shales peut donner quelques indications sur ces propriétés. En effet, les pièces des shale exogènes analysées ont la particularité d'être parmi les plus riches en fer. Ainsi, au MEB-EDXS, leur taux de fer est systématiquement supérieur à 10 % en Fe_2O_3, ce qui n'est pas le cas d'une partie des pièces compatibles avec une provenance locale. Par ICP-MS, il a été observé que les deux shales ne rentrant pas dans la distribution de la source locale présentent des taux de fer nettement supérieurs (plus de 30 % contre moins de 17 %, soit presque le double). La ou

les propriétés recherchées, ayant nécessitées des déplacements, pourraient donc être liées à la présence d'un taux de fer plus important.

On peut noter également, en ce qui concerne les shales finement laminés, que leur structure micacée leur confère un éclat brillant. Cet aspect spécifique peut avoir contribué à leur sélection au moment de la collecte. En effet, s'il parait plus cohérent d'imaginer une sélection basée sur le produit final recherché, et sur des propriétés, on ne peut exclure une sélection à partir de critère plus subjectif comme l'aspect extérieur, en premier lieu couleur et brillance. Les ferricrètes à cristaux prismatiques ont également des particularités à ce niveau. Chaque fois que ces cristaux sont identifiés, on constate qu'ils sont associés à la présence d'un éclat métallique. La « brillance » apparait ainsi comme un critère potentiel pour expliquer le choix de sources éloignées du site, en parallèle du taux en oxydes de fer.

Du point de vue des déplacements, la vallée du Verlorenvlei, riche en sources d'ocre, pouvait servir d'axe de circulation, notamment pour la collecte des matières premières issues des formations Malmesbury, situées en amont de la rivière, au Sud-Est du site (Figure 72). Les sources de shale Klipheuwel affleurant régulièrement le long de cette vallée, en contexte local à sub-local, apparaissent cependant peu exploitées en comparaison des sources non locales (un seul shale sur 15 analysés sur poudre). La présence d'une pièce associée aux formations Table Mountain du Cederberg indique également que d'autres vallées plus au Nord ont pu être visitées. Des ressources en ocre y sont également disponibles, mais à des distances encore plus grandes, de plus de 25 km.

	Shale		**Ferricrètes**		**Shale/ferr.**		**Grès**		**Total**	
	N	**% total**	**N**	**% total**	**N**	**% total**	**N**	**% total**	**N**	**%**
Exogènes	32	**5.8**	104	**18.9**	42	**7.7**			178	**32.4**
Dont non-local	*11*	***2.0***	*17*	***3.1***	*1*				*29*	***5.3***
Dont ind.	*21*	*3.8*	*87*	*15.8*	*41*				*149*	***27.1***
Ind. ou local	360	65.6					11	2.0	371	**67.6**
Total	**392**	**71.4**	**104**	**18.9**	**42**	**7.7**	**11**	**2.0**	**549**	**100**

Tableau 33 – Synthèse des recherches sur l'origine et la provenance des matières premières étudiées.

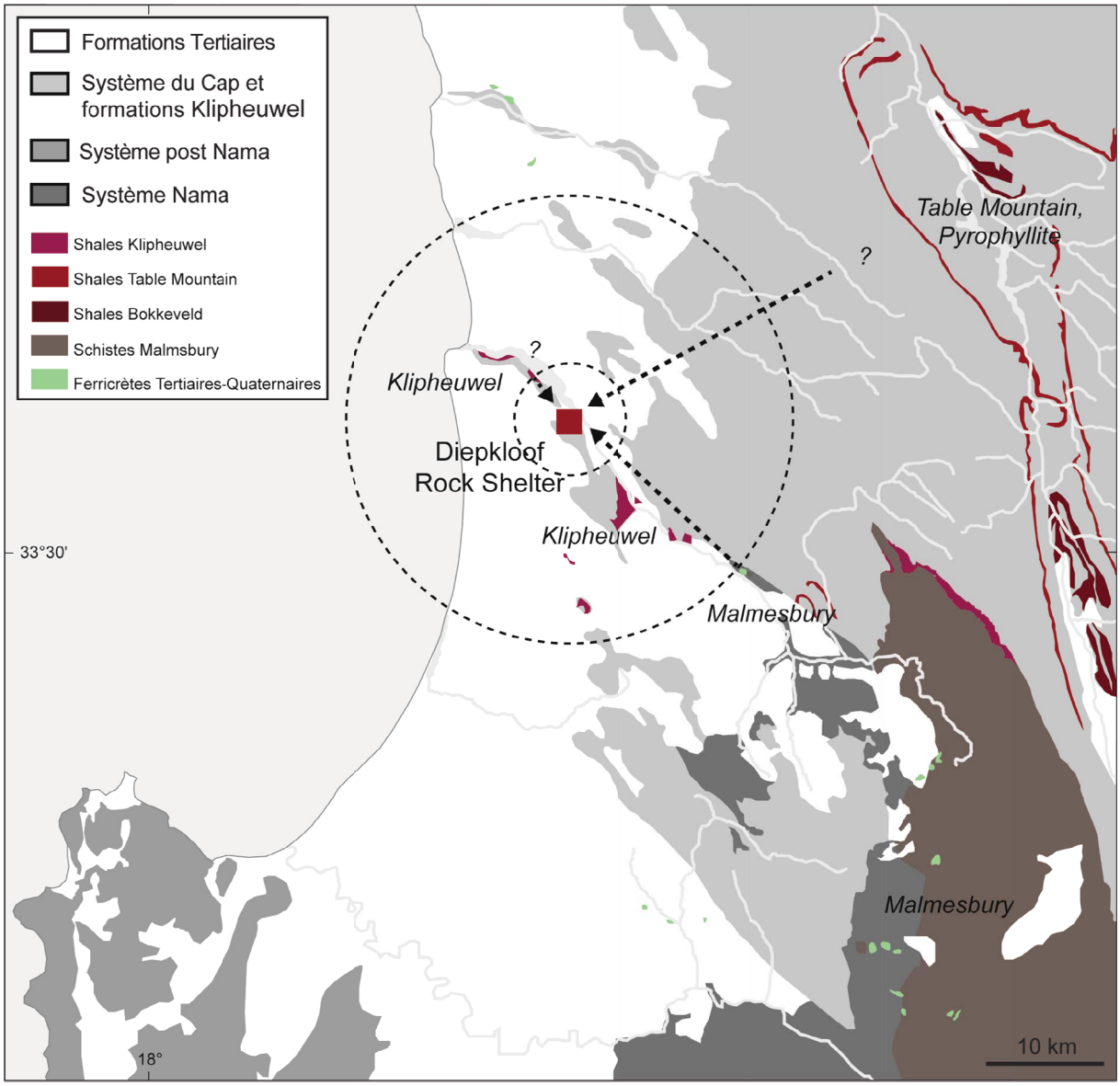


Figure 72 – Hypothèses de provenance des matières premières de nature ferrugineuse collectées et apportées sur le site, mettant en évidence différentes stratégies d'acquisition. Une première sphère d'influence très locale a été identifiée (5 km de diamètre maximum), ainsi qu'une seconde clairement non locale (au-delà de 20 km), selon deux directions, le sud-est d'une part, et probablement le nord-est (Cederberg).

III.4.3. Chaînes opératoires de transformation

a. Chauffage : transformation thermique ou biais taphonomique ?

- **Détermination du chauffage**

Plusieurs indices dont l'aimantation d'une partie des pièces et la présence de maghémite suggèrent qu'elles ont été chauffées. Environ 35 % des échantillons analysés contiennent de la maghémite, soit plus d'un tiers (N=27). Or, aucun des échantillons géologiques étudiés ne contient de la maghémite ni ne sont aimantés. La maghémite est donc bien le résultat d'une chauffe et non un composé naturel.

Les tests TL montrent que non seulement des pièces qui contiennent de la maghémite sont effectivement chauffées, mais que quelques autres ne contenant que de l'hématite le sont aussi. Celles qui contiennent de la maghémite correspondant souvent à une chauffe à des températures équivalentes plus élevées. La proportion de pièces chauffées est donc certainement plus importante que ce qu'il est possible d'estimer par la seule présence de maghémite ou l'aimantation.

- **Oxyde de fer d'origine**

On peut se demander quel était l'oxyde ou oxy-hydroxyde de fer initialement présent dans les pièces chauffées : s'agit-il d'hématite, de goethite, ou des deux ?

La forme des cristaux d'oxyde de fer donne quelques indices. Ainsi, les cristaux hexagonaux ou en tablettes sont plutôt caractéristiques de l'hématite, tandis que les cristaux aciculaires et prismatiques sont normalement des formes de cristallisation du minéral goethite. Sur les pièces étudiées par MEB-EDXS, l'une ou l'autre de ces cristallisations a été observée (ANNEXE V.4). On peut donc en conclure qu'avant chauffe certaines pièces contenaient majoritairement de l'hématite, d'autres majoritairement de la goethite.

Par diffraction de rayons X en surface, la présence d'une hématite avec élargissement anisotrope, indice d'un chauffage de goethite, est suspectée sur plusieurs pièces avec cristaux prismatiques (inversion d'intensité des raies principales de l'hématite). Elle a été confirmée sur un des échantillons analysés sur poudre (Figure 73).

Enfin, l'observation au MET confirme que de la goethite était bien présente dans certaines pièces. Des pores sont observés dans deux des quatre échantillons étudiés par cette méthode.

Ech	Type	DRX				TL	MET	Conclusion
		G	M	H	Diff Hématite			
Arch 1	Ferricrète		+++	+	?	Chauffé	Pores	Chauffe goethite
Arch 2	Ferricrète	+++		+	?	?	-	?
Arch 3	Ferricrète	-		+++	Elargissement	?	Pores	Chauffe goethite
Arch 5	Ferricrète		++	+++	Normal	Chauffé	Pas de pores	Chauffe hématite?
Arch 15	Ferricrète			+++	Normal	Chauffé	Pores	Chauffe goethite

Tableau 34 – Indices utilisés pour diagnostiquer un chauffage de goethite sur quelques échantillons archéologiques.

- **Chauffage accidentel ou intentionnel**

La deuxième question qui se pose, c'est si hématite et goethite sont chauffées toutes deux sans distinction, ou si la goethite a pu être préférentiellement chauffée. Si l'on regarde la répartition de la maghémite par rapport à la forme des cristaux des oxydes, on constate qu'il n'y a aucune tendance qui se dessine : la maghémite est présente aléatoirement quelle que soit la forme des cristaux (Tableau 35). Ceci nous indique qu'une chauffe en conditions réductrices a probablement eu lieu aussi bien sur des hématites que sur des goethites, d'après les résultats du feu expérimental étudié dans ce travail. Des conditions réductrices sont le plus souvent obtenues au contact de matières organiques (voir par exemple Pomiès, 1997 ; ce travail chapitre III.3.4), ce qui indique davantage une chauffe accidentelle de vestiges abandonnés en surface des dépôts, et brûlés au contact du bois et du charbon par l'un des feux pratiqués par la suite sur le site.

	Total analysé DRX, surface	%
Cristaux hexagonaux	11	14.3
Dont avec maghémite	*4*	*5.2*
Cristaux tablettes	23	29.9
Dont avec maghémite	*6*	*7.8*
Cristaux prismatiques	12	15.6
Dont avec maghémite	*5*	*6.5*
Indéterminé	50	64.9
Total	**77**	

Tableau 35 – Nombre de pièces contenant de la maghémite en fonction de la forme des cristaux des oxydes de fer présents.

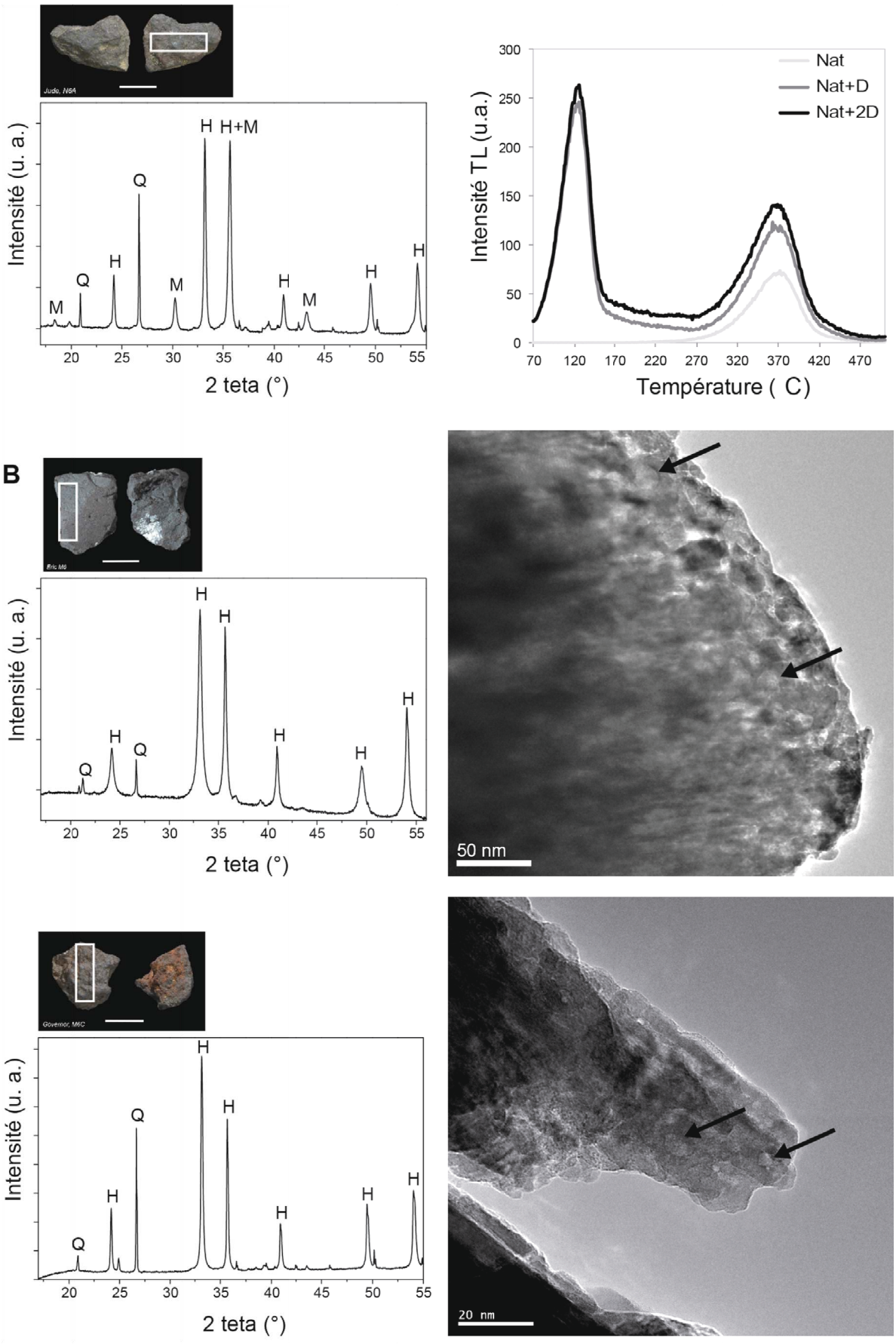


Figure 73 – Indices de chauffage décelés par DRX, TL et MET, dans trois pièces de ferricrètes. Hématite et maghémite, courbes de TL avec croissance en dose du signal : chauffé (A). Hématite avec élargissement anisotrope des raies, pores dans les cristaux: chauffage de goethite (B). Hématite et pores dans les cristaux : chauffage de goethite (C). ***Barre d'échelle photos : 1 cm.***

L'étude des caractéristiques thermiques des ocres de Diepkloof amène toutefois à tenir compte du fait qu'une partie des échantillons trouvés sur le site a contenu de la goethite dans le passé. Du point de vue de la sélection des matières premières, il faut donc considérer la possibilité que cet oxyde ait été recherché en parallèle de l'hématite. Du point de vue de la couleur, les teintes jaunes à bruns ont pu intéresser les hommes du MSA à Diepkloof. Toutefois, il ne reste à l'heure actuelle que très peu de traces de goethite (2 pièces, une en surface l'autre sur poudre, voir ANNEXES V.5 et V.6). L'autre hypothèse pour expliquer la présence initiale de goethite serait qu'elle a été collectée puis chauffée intentionnellement. Cependant, étant donné la présence de nombreux éléments soutenant la présence de chauffes accidentelles, et ce y compris en des zones où les foyers ne sont plus en place, si un traitement thermique a eu lieu seule une étude systématique de l'état de chauffe des objets pourrait permettre de le déceler en parallèle des chauffes accidentelles.

b. Transformations mécaniques

Parmi les transformations dites mécaniques, il faut distinguer la réduction de matière par débitage, soit comme méthode d'extraction, soit pour une mise en forme de l'objet, de ce qui est de l'ordre d'une réduction par usure de la surface, par abrasion ou raclage par exemple. Les stigmates de percussion sont dans l'ensemble rares ou très difficilement identifiables en tant que tels. En revanche, de nombreuses pièces présentent des facettes striées qui montrent que la surface des blocs a été usée. Un total de 90 pièces avec facettes a été décompté, soit environ 16 % du corpus. Nous nous sommes intéressés plus spécifiquement à définir si, en amont ou en aval de la production des facettes, il y a pu avoir une fragmentation intentionnelle de la matière première, puis à déterminer le procédé ayant conduit à ces traces, et enfin évaluer son intensité et l'objectif de la production.

- **Stigmates de taille**

Des stigmates de taille n'ont été distinctement identifiés que sur cinq pièces, tandis que six autres sont susceptibles d'en porter, ce qui représente seulement 2 % du total des pièces, toutes matières premières confondues. Pour les matières premières issues de formations sédimentaires, comme les shales, leur extraction nécessite dans tous les cas une fragmentation. Bien que très peu de fractures soient diagnostics, il y a nécessairement eu une étape de réduction du volume avant exploitation. Si tel est le cas, alors tout indique que la fragmentation ne s'est pas faite par débitage au percuteur, mais plutôt par concassage grossier.

Le cas des nodules est différent : ils peuvent être collectés puis abrasés sans fracturation préalable. Dans ce cas, est-il possible d'observer des stigmates de percussion, et si oui sont-elles antérieures ou postérieures à l'usure de la surface ? Dans la grande majorité des cas, les fractures sur les nodules sont postérieures aux facettes striées (85 % des nodules fracturés). Seuls deux ont été fracturés puis ensuite transformés par abrasion. On peut soupçonner dans ce cas que les pièces ont été volontairement fracturées par percussion, en particulier pour un fragment de nodule, probablement percuté sur enclume, dont la face fracturée porte des stries d'abrasion. S'agit-il d'une mise en forme pour une meilleure préhension, de la réduction d'un nodule jugé trop gros, où d'un moyen d'observer l'intérieur du nodule ? En l'absence de cas similaires, il n'est pas possible de trancher. Sur quelques nodules présentant de petites facettes, au contraire, alors que la forme initiale du bloc a été conservée, aucune trace de fracture n'est observée (N=4). Il ne semble donc pas y avoir eu une étape préalable de débitage des nodules avant la phase de transformation à proprement parler, à part pour des cas ponctuels.

En ce qui concerne les blocs avec facettes d'usure, environ un tiers d'entre eux présentent des fractures nettes, aux bords non émoussés et non arrondis (N=33), recoupant les facettes dans presque la totalité des cas (N=30). Etant donné que plusieurs pièces sont susceptibles d'avoir subi des montées en températures, au moins supérieures à 300°C si elles contiennent de la maghémite, certaines fractures pourraient être d'origine thermique. Pour les pièces les plus tendres, il faut également envisager la possibilité que les fractures soient la conséquence du frottement due à l'usure de la surface. S'il y a eu un concassage intentionnel des blocs après facettage, cela ne concerne *a priori* qu'une faible proportion de pièces.

- **Traces d'usure**

Des traces d'usure sont présentes sur 90 pièces au total, tandis que 13 autres pourraient avoir été facettées, ce qui représente un total de 18 % en nombre de pièces, un peu plus si on considère la masse ou le volume (Tableau 36). Celles pour lesquelles un doute subsiste sont particulièrement émoussées : elles présentent des faces aplanies, mais pas de stries ou seulement quelques unes. Il pourrait s'agir de fragments ayant subi une altération de leur état de surface au cours de l'enfouissement, en particulier sous l'action des sels solubles ou du piétinement. Il faut donc voir la proportion de pièces transformées comme un minimum.

Sur les objets facettés bien conservés, le procédé identifié est presque exclusivement l'abrasion. Les facettes sont recouvertes de stries parallèles à subparallèles régulièrement

disposées. Leur largeur est variable (de 40 à 400 µm selon les cas). En accord avec les résultats des expérimentations, les stries les plus fines sont observées sur les ferricrètes. Des stries fines de largeur strictement inférieure à 200 µm sont observées sur seulement 11 % des shales (N=18) contre 55% des ferricrètes (N=44). La dureté des ferricrètes comme leur granulométrie fine pourraient être à l'origine de cette différence (pour une comparaison des duretés, voir III.4.4.b).

Le profil des facettes striées est le plus souvent plano-convexe à convexe (Figure 74). Seuls deux cas de pièces avec facettes concaves ont été répertoriés. Ces deux pièces sont des petits fragments sur lesquels les stries sont courtes, ce qui ne permet pas de définir leur convergence. Dans un cas au moins leur irrégularité laisse penser à un raclage. Plusieurs pièces présentent un profil particulièrement convexe, qui ne correspond pas à ce qui est obtenu au cours d'une abrasion à sec sur une meule quasi-plane. Aucune mention de ce type de profil n'est décrit par ailleurs dans les précédents travaux expérimentaux. On peut supposer l'emploi d'une tablette d'abrasion concave. Cependant, les plaquettes de quartzite ocrées trouvées sur le site, dont la fonction est discutée plus loin, (voir c.) ont toutes une surface plane à légèrement plano-concave. Il faut peut-être envisager d'autres hypothèses pour expliquer le profil très convexe des facettes, comme par exemple l'emploi d'un liquide ou d'une substance visqueuse sur la tablette d'abrasion, qui modifierait le contact entre celle-ci et les pièces. Au lieu de former d'étroites facettes adjacentes, une légère rotation de la pièce selon l'axe longitudinal à chaque contact avec la tablette pourrait produire une seule facette convexe. Cette hypothèse n'a cependant pas été testée dans le cadre de ce travail.

Aucune gravure ou incision isolée n'a été répertoriée sur les objets étudiés. Les deux procédés identifiés indiquent l'un comme l'autre que l'objectif principal de la transformation devait être la réduction en poudre.

	Facetté		**Indéterminé**		**Non facetté**		**TOTAL**
	Total	**%**	**Total**	**%**	**Total**	**%**	
Nombre	87	**16.2**	12	**2.2**	439	**81.6**	538
Masse **Incertitude**	381 g ± 9	**21.7**	34 g ± 2	**2**	1338 g ± 44	**76.3**	1753 g ± 54
Volume **Incertitude**	114 cm^3 ± 10	**19.2**	12 cm^3 ± 2	**2**	467 cm^3 ± 48	**78.8**	592 cm^3 ± 59

Tableau 36 – Proportions des pièces facettées et non facettées au sein de l'assemblage, en nombre, masse et volume, pour les trois principaux types de matières premières (grès et quartzite non pris en compte, car leur volume n'a pas été déterminé*). Calculs incertitude : pour la masse $\Delta m = N \times 0.1$ g (incertitude de la balance) ; pour le volume $\Delta V = \Sigma \left(\Delta m_i / m_i + \Delta d_{roche} / d_{roche} \right) \times V_i$.*

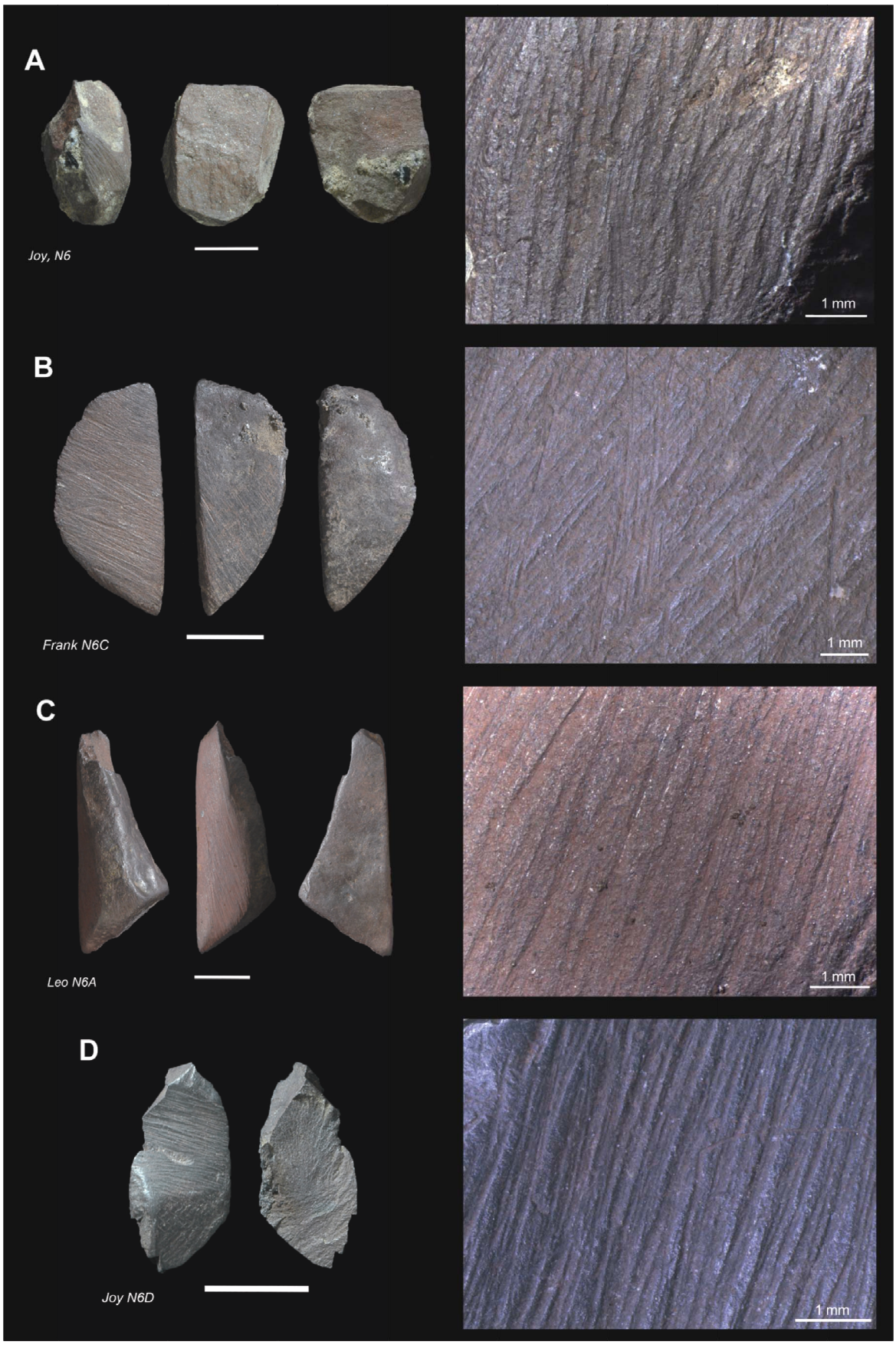


Figure 74 – Pièces facettées et détails des surfaces striées. Shale avec une facette d'abrasion recoupée par plusieurs fractures (A) ; ferricrètes avec facettes d'abrasion (B et C) ; et ferricrètes avec une face concave striée, recoupée par une fracture, soit raclée, soit abrasée sur une surface convexe (D).

Barre d'échelle photos : 1 cm.

- **Nombre de facettes et intensité d'abrasion**

Le nombre de facettes striées sur les blocs abrasés est très variable : on compte de une à sept facettes par pièce. Quelques unes sont entièrement facettées. Les pièces avec une seule facette sont cependant prépondérantes (34 %).

Le nombre de facettes a souvent été corrélé à l'intensité de l'abrasion. On considère généralement que pour estimer l'importance relative de la production de poudre par abrasion, il faut s'intéresser aux pièces avec un nombre de facettes élevé, typiquement plus de trois facettes. On comptabilise alors un total de plus de 36 % de pièces intensément abrasées. Toutefois, certaines pièces, bien que ne présentant qu'une ou deux facettes, ont été tellement réduites que la forme du bloc d'origine a été entièrement modifiée. Cette réduction intense s'observe par le fait que la facette striée couvre une surface supérieure aux autres faces de la pièce et que de profil l'angle entre les bords naturels de la pièce et la facette est aigu. La facette striée forme ainsi une véritable « base » aplanie (Figure 75). Cette morphologie est significative puisqu'elle est observée sur 11 % des objets facettés (N=9). En prenant en considération cet indice de réduction du volume, on arrive à un total de 45 % (N=41) de pièces intensément abrasées parmi les objets facettés.

Au final, cette fraction ne représente que 7 % de l'ensemble des pièces abandonnées. Il se peut que ce taux faible ne soit pas le reflet de la sélection, mais le fait d'un apport naturel en shale, ayant contribué au remplissage. Il est possible également que le matériau ne fasse pas l'objet d'une gestion stricte et qu'il y ait eu beaucoup de perte avant et au cours du processus de réduction en poudre.

- **Morphologie des blocs et mise en forme**

Les formes régulières et géométriques que prennent parfois les pièces facettées ont laissé penser dans certains cas à une possible mise en forme intentionnelle. Les expérimentations ont montré que la forme en « crayon » peut n'être que le résultat de la façon dont la pièce est tenue au cours du procédé d'abrasion, mais cette hypothèse doit aussi être testée sur cas réels. Nous nous sommes donc demandé quelles relations il était possible de faire entre la forme des blocs, le nombre de facettes (ou intensité d'abrasion) et les gestes opérés au cours du procédé d'abrasion, afin de discuter du caractère intentionnel des formes prises par les objets facettés.

La majorité des pièces facettées présente soit une morphologie irrégulière (42 %) soit une morphologie en tablette (22 %). Ces morphologies peuvent être mises en relation avec la forme

initiale des pièces, ou avec une abrasion selon plusieurs facettes sans organisation précise (Tableau 37).

Les formes tabulaires et parallélépipédiques sont plutôt associées aux pièces naturellement laminées (84 % sont laminées). Il s'agit d'une forme courante pour les fragments débités à partir de roches laminées. Toutefois, la moitié des objets tabulaires est caractérisée par une base triangulaire. Cette forme particulière intrigue de par sa redondance (11 % des pièces facettées). Les facettes striées sont placées dans ce cas sur les faces étroites, et non sur la base. Cette observation tend à privilégier l'hypothèse d'une morphologie non intentionnelle plutôt que d'une mise en forme, pouvant être le résultat d'une préhension par la face la plus large. La préhension s'avère en effet plus aisée de cette manière pour les pièces tabulaires.

La catégorie « morphologie prismatique » regroupe toute forme régulière épaisse (non tabulaire) avec une base géométrique dont à nouveau quelques objets à base triangulaire. Cette catégorie peu fréquente (moins de 8 %), regroupe non pas une mais plusieurs morphologies (différentes formes des bases), et ne comporte pas un nombre de facettes spécifiquement supérieure aux pièces tabulaires ou irrégulières. Ces géométries s'apparentent donc davantage à une coïncidence entre forme initiale et gestes effectués au cours de l'abrasion plutôt qu'une mise en forme intentionnelle.

La forme en « crayons », enfin, bien qu'il ne s'agisse pas d'une forme géométrique en soi, est significative puisqu'elle représente 20 % des objets facettés. Nous avons vu que cette forme est obtenue après un temps d'abrasion relativement long au cours duquel la pièce est changée d'orientation plusieurs fois. Parmi les « crayons », cinq ont une forme caractéristique en pyramide. Toutefois, dans deux cas la base de la pyramide correspond à une fracture : la pointe d'une pièce à facettes convergentes a été fracturée puis abandonnée. Seule une pyramide entièrement facettée, dont les facettes témoignent de multiples changements de direction, pose question en ce qui concerne une possible mise en forme. Pour le reste, il semble bien que la production de poudre seule explique la forme des blocs facettés, abandonnés à des niveaux différents de réduction.

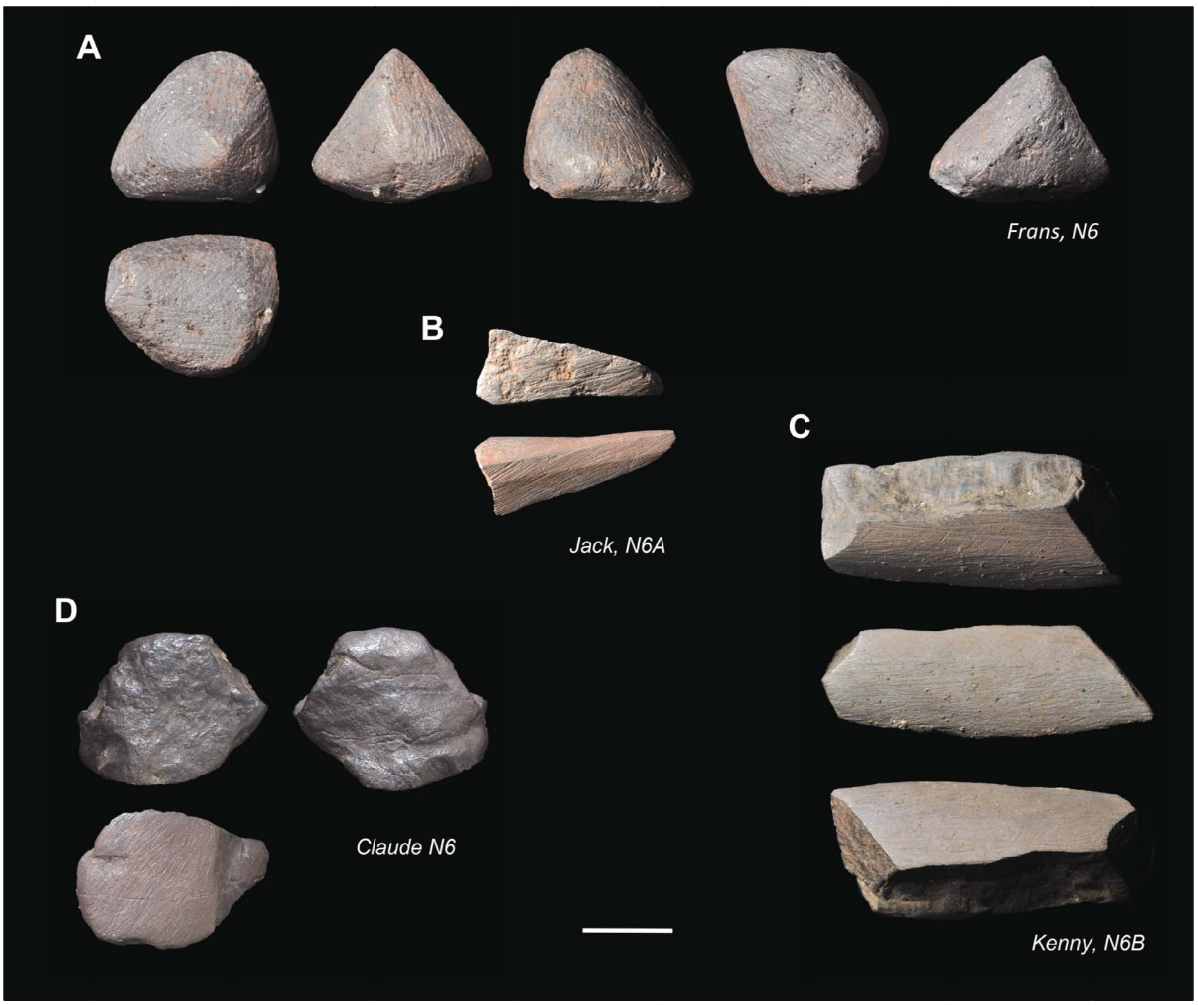


Figure 75 – Exemples de pièces intensément abrasées, une pièce entièrement facettée ayant une forme proche d'une pyramide (A) ; une pièce avec trois facettes convergentes, en « crayon », pointe sans usures secondaires (B) ; une pièce avec deux facettes latérales larges (2 « bases ») (C), une pièce une unique facette large (1 « base ») (D) (Photos : P.J. Texier et L. Dayet).

Barre d'échelle : 1 cm.

	1 face	2 faces	3 faces	4 faces	>4 faces	Bloc entier	TOTAL	%
Irrégulier	19	12	5	0	2	0	**38**	**42.2**
Dont avec base	*4*	*4*	*1*	*0*	*0*	*0*	**9**	**10.0**
Tabulaire	9	7	3	1	0	0	**20**	**22.2**
Dont avec base triangle	*3*	*5*	*1*	*1*	*0*	*0*	**10**	**11.1**
Parallélépipédique	3	2	2	0	0	0	**7**	**7.8**
Prismatique	3	2	2	0	0	0	**7**	**7.8**
« Crayons »	0	0	9	2	4	3	**18**	**20.0**
Total	**34**	**23**	**21**	**3**	**6**	**3**	**90**	**100**
%	**37.8**	**25.6**	**23.3**	**3.3**	**6.7**	**3.3**	**100**	

Tableau 37 – Nombre de blocs facettés en fonction de leur morphologie et du nombre de facettes par bloc.

- **Transformations ou utilisations secondaires**

L'état émoussé de plus de la moitié des pièces facettées permet difficilement de discuter d'une possible utilisation ou transformation secondaire à partir de ce critère. Il s'agit plus probablement d'une altération taphonomique, qui touche davantage les matériaux les plus tendres (presque 80 % des shales facettés contre 50 % des ferricrètes). Si certains de ces fragments ont été utilisés directement sur un support tendre au niveau des facettes ou des sommets, nous n'avons pu le déterminer en l'absence de stigmates plus déterminants que la présence d'un émoussé.

Pour évaluer une possible utilisation comme crayon (désigne l'outil et non la forme) pour appliquer directement la poudre sur une surface, les pointes des pièces avec sommet en facettes convergentes ont été observées avec plus d'attention. Cette pointe est dans quelques cas émoussée, mais il n'a pas été observé de petites facettes striées sur les arêtes et sommets au niveau de la pointe. Les pièces en forme de « crayon » ne semblent donc pas avoir fait l'objet d'une utilisation secondaire pour la production de traits ou dessins. Ceci confirme donc que l'abrasion a eu pour but principal une réduction en poudre des blocs.

c. Outils ayant servi à travailler l'ocre

Plusieurs outils ocrés ont été découverts sur le site. Aucun ne provient de la zone choisie pour étude, mais certains d'entre eux apportent des éléments significatifs sur les transformations de l'ocre. Il apparait donc important de les évoquer ici brièvement.

Les outils ou objets ocrés répertoriés à ce jour sont au nombre de sept. Ce nombre peut paraître faible, mais d'un autre côté il est en accord avec la rareté des traces de poudre sur le site. Tout le matériel lithique n'a cependant pas fait l'objet d'observation détaillée, le secteur principal ayant concentré pour l'instant la majorité des investigations. De nouvelles pièces avec résidus ou dépôts d'ocre pourraient donc venir s'ajouter à cet échantillonnage dans le futur.

L'ocre est présente sur deux types d'objets, des tablettes de quartzite d'une part, et des éclats de taille en silcrète ou quartzite d'autre part. La plupart provient des couches Howiesons Poort. Tous ont fait l'objet d'observations à la loupe binoculaire. Un prélèvement a été réalisé sur l'un d'entre eux, montrant que le dépôt était bien associé à la présence d'un oxyde de fer (fer détecté par MEB-EDXS).

Seules trois pièces portent des traces d'usure ou stigmates permettant des hypothèses sur l'utilisation de l'outil, et éventuellement l'origine du dépôt. Pour les autres, l'absence de signes

distinctifs ne permet pas d'interprétation cohérente. Des sillons sont notamment observés sur les dépôts d'ocre de deux tablettes de quartzite, faisant davantage penser aux sillons d'origine taphonomique sur certains blocs d'ocre qu'à une usure de la surface (Figure 76B). Il semble, d'après sa teinte foncée, que le quartzite a été chauffé, ce qui pourrait avoir conduit à un changement de l'aspect de la couche d'ocre. Nous abordons ici à nouveau l'un des problèmes taphonomiques majeurs sur le site, le problème de la chauffe accidentelle, qui a grandement contribué à modifier l'état des vestiges.

Parmi les éclats ocrés, un éclat cortical se distingue : une couche de poudre rouge recouvre une partie de sa face supérieure. Ce dépôt est parfois recoupé par des impacts de percussion, dont un plus marqué au niveau duquel on observe une fissure. Ces traces indiquent qu'il s'agit probablement d'un percuteur. Le dépôt d'ocre a eu lieu avant l'utilisation comme percuteur. Il pourrait s'agir d'un bloc ayant eu plusieurs usages, le premier en lien avec la présence d'ocre, le second comme percuteur.

Deux tablettes de quartzite ont davantage attiré notre attention. Elles proviennent de la tranchée (carré E6 et F6), d'US Howiesons Poort (US Hearth Bellow Glenda et Glen). Ces tablettes de grande dimension sont recouvertes d'une couche de poudre rouge tirant vers le rose. Sur l'une d'elles, la couche couvre presque toute la surface, tandis qu'en quelques points une fine couche de poudre jaune apparait également (Figure 76A). Un émoussé de la tablette est visible au niveau des dépôts colorés, particulièrement sur la tablette où il est le plus développé. Tout indique donc que ces objets ont servi de meule, soit meule passive de broyage, soit tablette d'abrasion pour l'ocre. Cet élément montre que l'ocre a bien été réduite en poudre sur le site. La présence de poudre jaune laisse penser que de l'ocre jaune a pu être exploitée en parallèle de l'ocre rouge. La goethite, s'il s'agit effectivement de goethite[27], peut cependant se former dans les sols à partir d'hématite, ce qui en fait un indice mais non une preuve définitive que de l'ocre jaune a bien été utilisée.

[27] Cet objet n'a pu faire l'objet d'analyses, en raison de différentes contraintes. Une exportation en France était exclue étant donné son importance, et sa taille aurait nécessité un prélèvement. Cette possibilité a été envisagée, mais finalement laissée de côté pour un travail ultérieur, plus orientée vers la question de la signification des dépôts d'ocre.

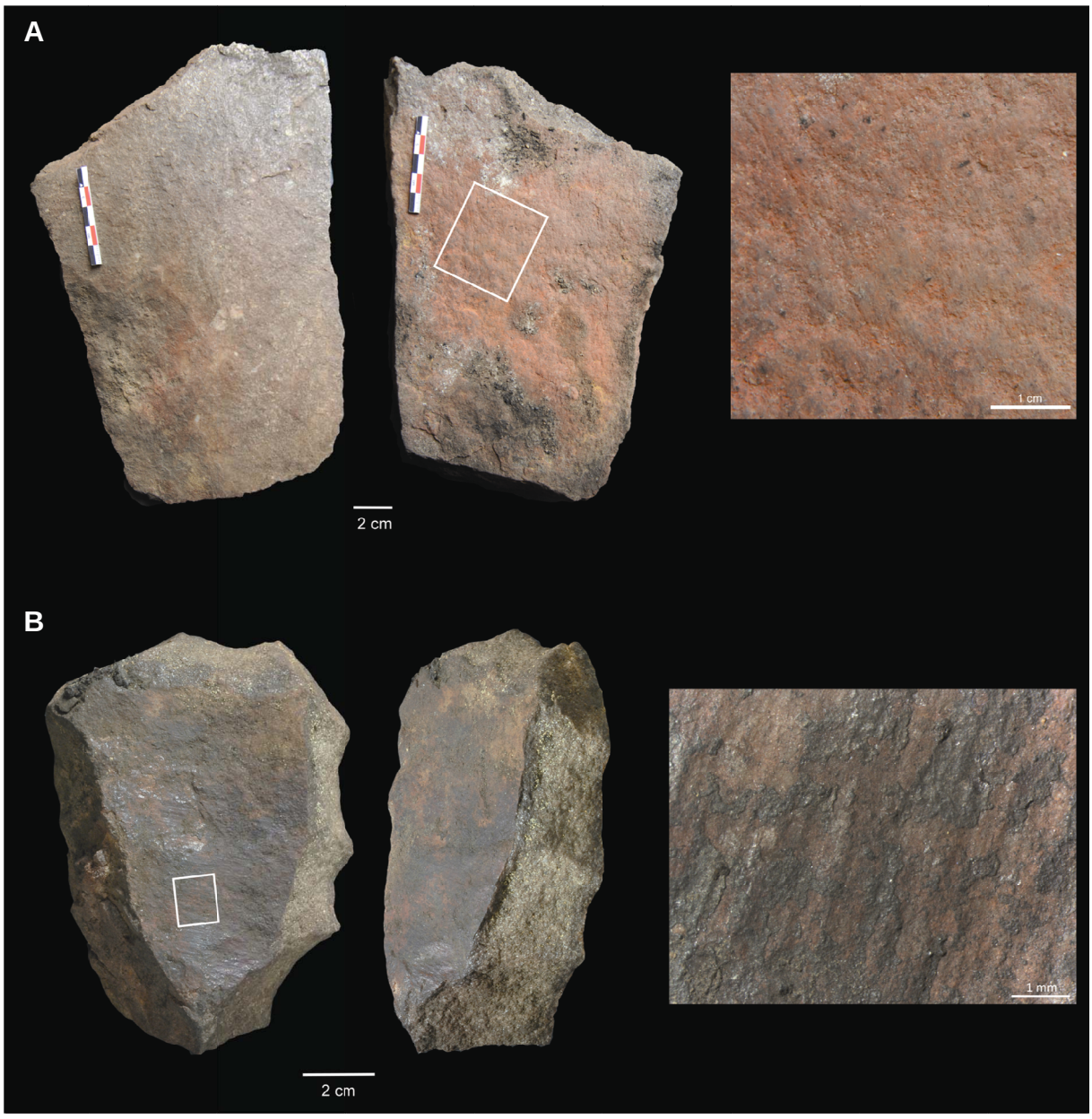


Figure 76 – Tablettes de quartzite : A. présentant un dépôt « d'ocre », associé à un émoussé important de la surface, et des striations subparallèles au niveau du dépôt ; B. présentant une couche « d'ocre » (présence d'hématite) dont la surface porte des sillons parallèles.

d. Synthèse : reconstitution des chaînes opératoires

Les différentes informations dégagées par l'étude des indices de chauffage, des traces d'usure et des marques de percussion permettent de documenter une chaîne opératoire en très peu d'étapes, orientée vers la production de poudre. Après fragmentation probable pour les roches, et une transformation le plus souvent directe pour les nodules, les pièces ont été abrasées sur tablettes d'abrasion, dont on a pu retrouver au moins deux exemples.

Aucun indice ne permet d'affirmer qu'il y a pu avoir chauffe de nodules ou fragments de goethite avant l'abrasion.

Si le raclage apparait marginalement utilisé, on ne peut exclure complètement la possibilité qu'en parallèle de l'abrasion, un broyage avec meule et broyon ait été pratiquée. Cette hypothèse est envisageable pour les shales, étant donné le nombre de fragments plus importants rencontrés.

Il existe enfin une incertitude sur la possibilité que des pièces aient été frottées directement sur des matériaux organiques, les stigmates d'une telle action étant difficiles à distinguer de l'action de divers facteurs taphonomiques.

Les différents objets ocrés étudiés n'ont pas permis non plus de documenter les étapes de post production de la poudre, avant utilisation. Aucun d'eux ne peut non plus être rapproché avec certitude d'un mode d'utilisation.

Pour discuter de la question de la fonction et de l'utilisation, il faut donc s'intéresser dans un deuxième temps aux critères de sélection de la matière première.

III.4.4. Sélection des matières premières

A présent que les différentes transformations anthropiques ont été identifiées, il est possible de croiser ces données avec celles établies précédemment sur les matières premières pour déterminer s'il y a eu une sélection plus spécifique de certaines d'entre elles.

a. Matières premières des pièces facettées

Sur l'ensemble des pièces facettées, on constate que la moitié est constituée de ferricrètes (50 %, en nombre de pièces) (Tableau 38 ; Figure 77). Shale/ferricrètes et shales viennent ensuite, représentant respectivement 27 % et 20 % des objets facettés. Bien que marginalement transformés par action mécanique, grès et quartzites ferrugineux ont malgré tout été exploités à quelques reprises (3.3 %).

La proportion des shales transformés varie significativement par rapport à celles de ferricrètes et shale/ferricrètes. Alors que seulement 5 % de la totalité des shales portent des facettes par rapport à l'ensemble des shales, cette proportion dépasse les 40 % pour les échantillons plus riches en fer, ferricrètes et intermédiaires (Figure 78). Par ailleurs, on ne constate pas de sélection préférentielle entre ces deux catégories : il n'y a pas de différence significative de traitement entre ces deux types de matière première en ce qui concerne la fraction de pièces facettées (Test du chi2, $p>0.05$). Du point de vue de la transformation par abrasion, ces deux catégories sont donc équivalentes, et peuvent être considérées comme une seule et même catégorie, celle des matières premières riches en oxydes de fer et exogènes, d'après ce que nous avons pu déterminer les concernant (voir entre autre III.3.2). Au total, cela représente près des trois quarts des pièces facettées.

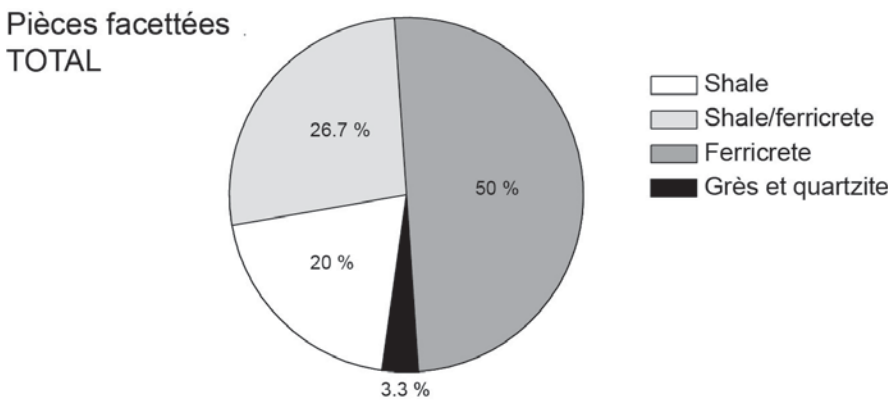


Figure 77 – Proportions des différentes matières premières parmi les pièces facettées.

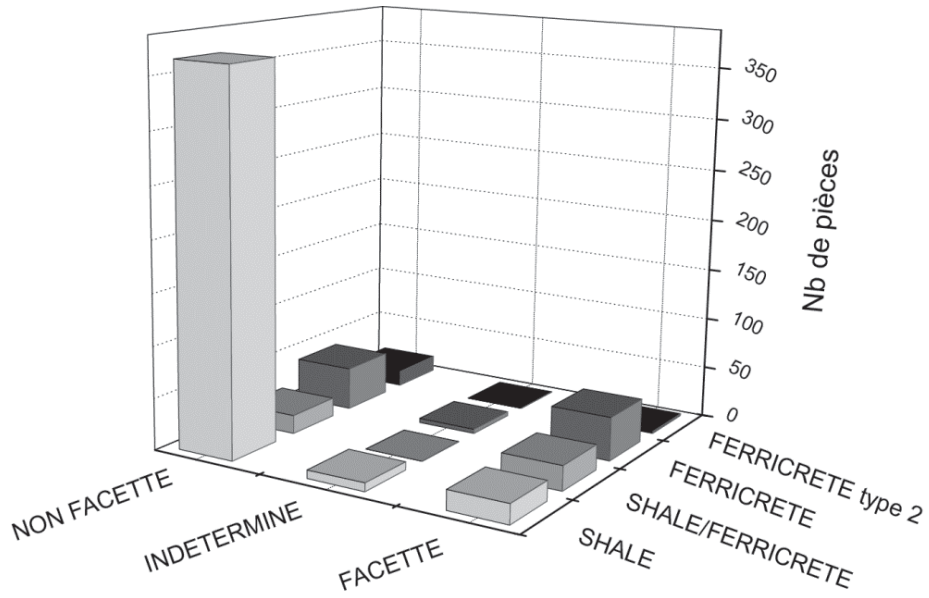


Figure 78 – Nombre de pièces avec ou sans facettes en fonction des matières premières.

Matière première	Facetté			Indéterminé		Non facetté		TOTAL	
	Nb	% mat. premières	% facettés	Nb	% mat. premières	Nb	% mat. premières	Nb	%
Shale	18	4.6	**20.0**	9	2.3	365	93.1	**392**	**71.4**
Shale/ferricrète	24	57.1	**26.7**	0	0.0	18	42.9	**42**	**7.7**
Ferricrète	45	43.3	**50.0**	3	2.9	56	53.8	**104**	**18.9**
Dont type 2	*2*	*12.5*	***2.2***	*0*	*0.0*	*15*	*88.2*	***17***	***3.1***
Grès et quartzite	3	27.3	**3.3**	1	9.1	7	63.6	**11**	**2.0**
TOTAL	**90**	**16.3**	**100.0**	**13**	**2.4**	**446**	**81.2**	**549**	**100.0**

Tableau 38 – Proportions des différentes matières premières en fonction de la présence de facettes sur les pièces, en nombre de pièces et en pourcentages.

- **Discussion : prise en compte des différentes limites taphonomiques**

Avant d'aboutir à une conclusion quant à la sélection opérée sur les pièces facettées, il faut rappeler que le nombre de pièces comptabilisées comme telles n'est qu'un minimum : les phénomènes de diagénèse dus à la présence de sels minéraux dans les dépôts, ainsi que les conséquences de multiples feux, ont pu avoir un impact sur la lisibilité et la conservation des traces d'abrasion.

Nous avons vérifié si les proportions en volume estimées pour chaque matière première concordaient avec les estimations en nombre de pièces. Il s'agit de vérifier qu'un état de fragmentation différent entre les matières premières étudiées ne soit pas à l'origine des

différences de proportion observées parmi les pièces facettées. L'évaluation du volume montre que la proportion en volue des shale/ferricrètes est moins importante que le nombre de pièces le laisse supposer (Figure 79). Etant donné qu'il s'agit de la même tendance que celle observée sur l'ensemble du corpus, il s'agit plus vraisemblablement d'une question de sélection que d'une différence de fragmentation (voir III.4.1). Toutefois, shale/ferricrètes et ferricrètes représentent à eux deux 79 % du total des pièces abrasées si on exclut les grès et quartzite, aussi bien en nombre de pièces qu'en volume. Cette adéquation (aux incertitudes près) confirme que la prépondérance de ces deux catégories par rapport aux shales n'est pas liée à une fragmentation plus forte.

En deuxième lieu, on constate que deux tiers des objets sur lesquels de possibles facettes sont présentes sont des shales. Le fait qu'ils soient plus tendres et plus friables a pu les rendre davantage sujets à une érosion superficielle de la surface (voir III.3.5). Il se peut que les proportions de pièces facettées en shale soient de ce fait sous-estimées. L'hypothèse d'une sélection privilégiée de matières premières riches en fer pour l'abrasion est une tendance, mais on ne peut l'affirmer avec certitude étant donné la difficulté d'évaluer l'impact des différents facteurs taphonomiques.

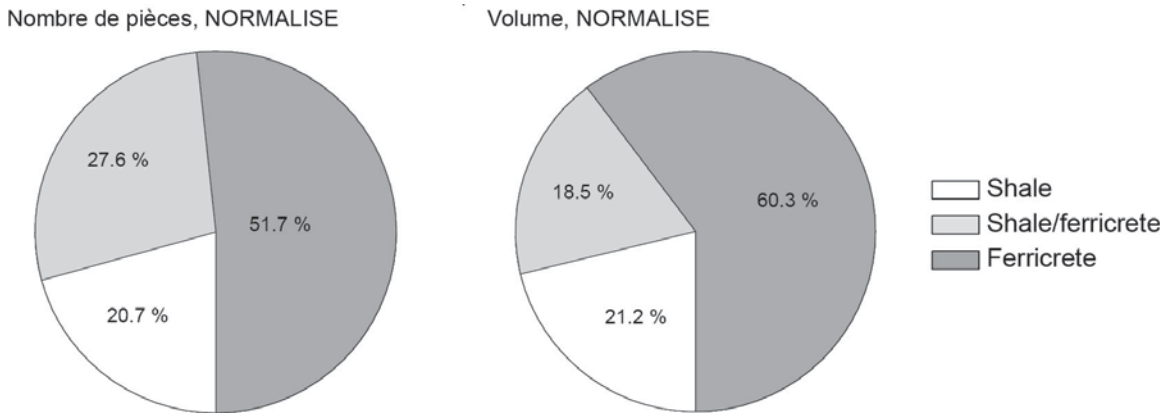


Figure 79 – Proportions des trois principales matières premières constituant les pièces facettées en nombre et en volume. Les grès et quartzite n'ont pas été pris en compte (leur volume n'a pas été déterminé) d'où une normalisation des résultats.

- **Provenance des pièces facettées**

Concernant la provenance des pièces transformées par l'homme, seuls trois blocs avec stries d'abrasion sont en matière première non locale. Parmi eux, deux sont des ferricrètes à

cristaux prismatiques (type 2). Ce nombre est faible en comparaison du nombre total de ces ferricrètes, il ne représente que 12 % de ce type de matière première, ce qui est significativement plus bas que pour les autres ferricrètes. Ces deux pièces sont toutefois intensément abrasées. Il est possible que cette matière première n'ait pas fait l'objet des mêmes traitements que les autres. Si comme la morphologie des cristaux le suggère, une partie était constituée majoritairement de goethite à l'origine, cet abandon pourrait être lié à la présence initiale de cet oxyde, peut-être moins recherchée que l'hématite. On peut supposer par exemple que ceux qui contenaient de l'hématite en quantité suffisante ont été intensément abrasés, tandis que ceux qui contenaient plus de goethite ont été abandonnés. Au cours des prospections, nous avons nous-mêmes été confrontés à la difficulté de différencier goethite et hématite dans les nodules, étant donné leur aspect brun noirâtre, et le mélange fréquent des deux oxydes.

Les résultats obtenus sur le chauffage sont en faveur de cette hypothèse. Les indices de chauffage de goethite les plus tangibles sont observés sur des ferricrètes à cristaux prismatiques non abrasés. En parallèle, les deux seules pièces analysées contenant de la goethite ne présentent aucune trace d'usure. Pour le reste du corpus, la question de la sélection de goethite est plus délicate. Il faut s'intéresser en priorité aux blocs facettés. La maghémite est détectée sur plusieurs d'entre eux, mais les autres sont constitués d'une hématite normale. En l'absence de prélèvements, rien n'indique donc que de la goethite ait été présente initialement dans l'un ou l'autre des blocs facettés analysés. Enfin, si l'on se base sur les ressources actuellement accessibles, l'hématite est prépondérante. Les éléments recueillis concordent donc davantage avec une sélection privilégiée de l'hématite, tandis que la goethite, bien que parfois collectée, n'était peut être pas nécessairement l'objet de la sélection.

b. Couleur et dureté des matières premières

Parmi les critères de sélection possibles, au moins deux n'ont pas encore pu être abordés. Il s'agit de la couleur et de la dureté, le premier ayant nécessairement joué un rôle dans la façon dont les blocs de matière première ont été choisis, au moins indirectement, le second ayant pu jouer un rôle dans les choix techniques et l'abandon de pièces sur le site après acquisition et transport. Toutefois, pour diverses raisons, en premier lieu l'aspect destructif que nécessiteraient ces mesures si elles devaient être réalisées sur un grand nombre de pièces, elles n'ont été effectuées que sur un nombre restreint d'échantillons et uniquement des échantillons géologiques. Le but de ces tests est de caractériser les différences de propriétés physiques entre

shales et ferricrètes, c'est à dire en fonction des proportions d'argiles et d'oxydes de fer, qui pourraient justifier l'exploitation de matières premières autres que celles présentes sur le site.

- **La couleur**

En ce qui concerne la couleur, nous avons vu la difficulté d'appréhender ce paramètre sur le matériel de Diepkloof, du fait de la pratique fréquente de feux sur le site. De plus, les mesures réalisées sur les blocs ne peuvent être utilisées pour qualifier la couleur de la poudre, étant donné l'influence de la granulométrie et de la forme des oxydes de fer sur leur couleur (voir Patterson, 1967 ; Cornell et Schwertmann, 2003). A la place, quelques échantillons géologiques plus ou moins riches en fer, non chauffés, et réduits en poudre, ont été comparés entre eux pour donner un aperçu des tendances qui peuvent se dégager. Trois shales de la source locale (Shale 1) ont été comparés à deux ferricrètes à base d'hématite de la source proche du site (Ferr 5), et deux ferricrètes à base de goethite d'une des sources allochtones (Ferr 1)[28].

Si l'on considère la nature du matériau, shale ou ferricrète, le paramètre qui varie le plus en fonction de la quantité de fer est la luminance L* (Figure 80). Les ferricrètes sont plus foncés que les shales. La teinte dépend en grande partie de l'oxyde de fer, goethite et hématite sont ainsi clairement distinctes. Par contre on ne constate pas systématiquement de différences de teinte ou de saturation entre shales et ferricrètes qui contiennent de l'hématite. Bien que la quantité d'hématite et la composition minéralogique sont différentes pour un échantillon de shale et un échantillon de ferricrète, leurs coordonnées a* et b* sont très proches (Tableau 39). Au vu de ces données, la source de shale local apparait donc fournir une poudre colorée de teinte proche de celle de certains ferricrètes, mais cependant plus claire.

[28] Ces données ne sont qu'indicatives, puisque pour une étude détaillée de la couleur des oxydes de fer, il faudrait contrôler au préalable la granulométrie. Ici, nous avons choisi des temps de broyage similaire pour se placer dans des conditions reproductibles, mais il n'est pas certain malgré ces précautions que la granulométrie soit la même.

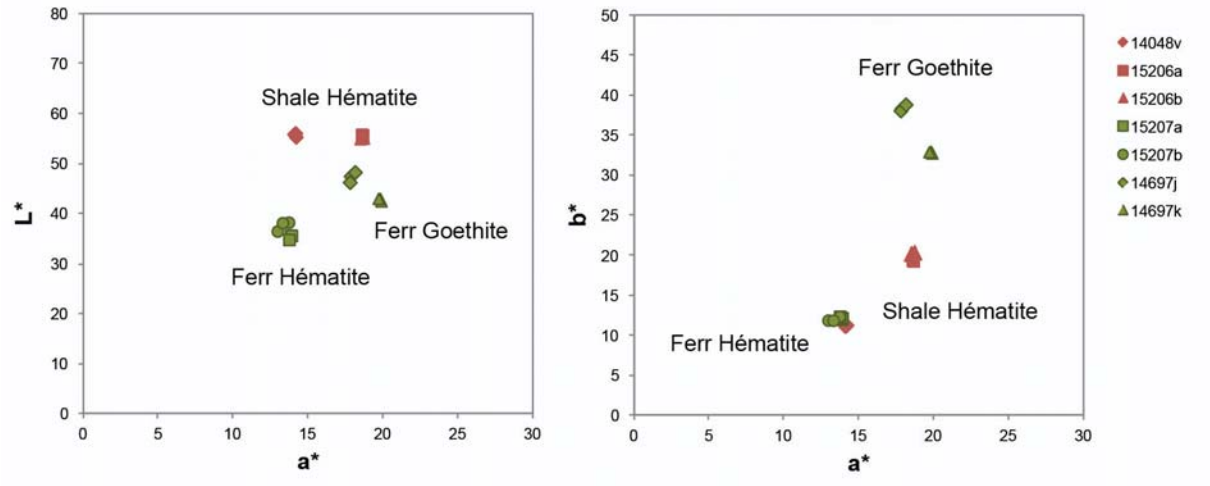


Figure 80 – Diagrammes binaires de coordonnées L* et a*, ainsi que des coordonnées a* et b* de différents échantillons géologiques, shales (rouge) ou ferricrètes (vert), à base de goethite ou d'hématite.

Réf.	Source	Localisation	Hematite	Goethite	Quartz	Illite/muscovite	Kaolinite
14048v	**Shale 1**		++		+	+++	+
15206a	**Shale 1**		+		+++	+	+
15206b	**Shale 1**		+		+++	+	++
15207a	**Ferr 5**		+++		-	+	+
15207b	**Ferr 5**		+++		+	+	+
14697j	**Ferr 1**			+++	-		
14697k	**Ferr 1**		-	+++	-		

Tableau 39 – Composition minéralogique des matières premières géologiques dont la couleur a été comparée. Étant donné le peu d'échantillons étudiés, le numéro de référence de chaque échantillon géologique a été conservé (1 échantillon=1 prélèvement différent dans la source).

- **La dureté**

La mesure de la dureté présente l'inconvénient de s'effectuer par contact avec l'échantillon, contact susceptible de laisser une marque. Pour cette raison, seules des mesures sur échantillons géologiques ont été réalisées, en utilisant l'échelle de Mohs[29], suffisante pour comparer entre elles les matières premières en présence. De même que pour la couleur, il apparait intéressant de comparer la source locale à d'autres sources plus éloignées dont les sources allochtones de ferricrètes. Les résultats sont synthétisés dans le Tableau 40.

[29] Une mesure plus précise peut être obtenue avec des systèmes plus sophistiqués, utilisant des pointes en acier ou diamant comme l'essai de Rockwell. Les mesures données ici ne sont donc qu'indicatives, permettant de montrer des tendances.

	Source	Localisation	Nb d'éch.	Dureté	Cohésion
SHALE	**Shale 1**	Locale	8	≤3	Bonne (cimenté)
	Shale 2	Locale	7	<3	Moyenne
	Shale 3	Locale	4	<3	Moyenne
	Shale 4	Locale	1	<3	Moyenne
	Shale 5	Non locale	2	<3	Moyenne
	Shale 6	Non locale	1	<3	Faible (fissile)
	Shale 7	Non locale	1	<3	Faible (fissile)
FERRICRETE	**Ferr 1**	Non locale	3	> 3 ; <5.5	Bonne (cimenté)
	Ferr 2	Non locale	2	> 3 ; <5.5	Bonne (cimenté)
	Ferr 3	Non locale	2	> 3 ; <5.5	Bonne (cimenté)
	Ferr 4	Non locale	2	> 3 ; <5.5	Bonne (cimenté)
	Ferr 5	Locale	1	≈ 3	Bonne (cimenté)

Tableau 40 – Mesure de la dureté des matières premières géologiques en fonction de la source dont elles proviennent.

Echelle de dureté : <3 : facilement rayé par la calcite ; ≈3 : difficilement rayé par la calcite ; <5.5 : rayé par l'acier (Echelle de Mohs).

Les mesures réalisées montrent que les sources de shale fournissent des matériaux tendres. Seule la source de l'abri (Shale 1) présente localement des zones plus dures. Les ferricrètes sont globalement plus durs que les shales, comme on pouvait s'y attendre. Les ferricrètes locaux, ramassés en surface, sont les moins durs. Ils sont de dureté équivalente à celle des shales les plus durs de la source de l'abri. De même que pour la couleur, on constate donc des différences générales de dureté entre les shales et les ferricrètes, qui sont cependant nuancées par des exceptions notables.

c. Discussion : critères de sélection et hypothèses d'utilisation

Au travers de l'étude de provenance des matériaux, de la comparaison des matières premières collectées par rapport aux matières premières accessibles, puis de la comparaison entre pièces abrasées et non abrasées, plusieurs critères potentiels de sélection ont été avancés.

Tout d'abord, les matières premières exogènes et allochtones apparaissent globalement plus riches en fer que la matière fournie par la source de l'abri. Concernant les matières premières identifiées comme allochtones, comme on ignore s'il en existe d'autres, c'est davantage leur localisation géographique qui est importante. Ainsi, les matières premières finement laminées ou à cristaux prismatiques proviennent très probablement d'un secteur situé au Sud ou Sud-Est du site, tandis que les shales qui contiennent de la pyrophyllite ne peuvent provenir que du Nord ou du Nord-Est d'après la carte géologique. Du point de vue de l'aspect,

celles provenant du Sud apparaissent « brillantes », soit en raison de leur structure finement micacée, soit en raison de la présence de cristaux d'oxydes de fer avec un lustre métallique.

Au niveau des matières premières transformées, les pièces facettées sont majoritairement des matières premières enrichies en fer (shale/ferricrète ou ferricrète). Toutefois, ce ne sont pas les seules à avoir été exploitées, puisque des shales aussi ont été réduits en poudre, y compris ceux pouvant être assimilés aux shales locaux. Ferricrètes comme shales s'opposent, en termes de granulométrie, aux grès, de classe granulométrique plus élevée. Si quelques grès ont été transformés, les matériaux à grains fins sont globalement prépondérants. L'aspect extérieur des shales et ferricrètes est très variable au sein de chaque type, et à l'œil il n'y a pas une frontière nette entre les deux catégories.

Autre point relevé à partir de l'examen des pièces facettées, il apparait que la goethite, si elle a pu être collectée, n'a probablement pas fait l'objet d'une réduction en poudre systématique comme l'hématite.

Nous sommes donc dans un cas de sélection complexe, où l'on peut distinguer des matières premières sélectionnées pour des raisons différentes : les matières premières allochtones pour leur taux en fer élevés, et aussi peut-être pour leur aspect ; les matières premières exogènes pour leur taux de fer élevés ; quant aux shales (ainsi que les grès et quartzite), leur présence localement en fait la matière première la plus accessible, mais leur taux de fer est moindre. Le fait qu'ils soient moins durs peut représenter toutefois un avantage technique pour la réduction en poudre. Leur sélection ne procède pas nécessairement d'une préférence pour remplir une fonction spécifique, mais plutôt d'une préférence du fait du faible investissement en temps que représente leur acquisition et transformation. La recherche privilégiée de matériaux riches en fer, par opposition, apparait sans conteste procéder d'un choix délibéré en terme de fonction et/ou de statut (fonction primaire ou autres considérations). La même conclusion peut être avancée en ce qui concerne le choix de matériaux à grains fins et la préférence pour l'hématite par rapport à la goethite.

Quelles seraient les fonctions possibles pour la poudre produite ? Tout d'abord, la fonction de charge apparait peu probable. Une charge avec un taux de fer élevé et une granulométrie fine donne un adhésif de faible qualité (Wadley, 2009 ; voir chapitre II.1.3). De plus, le procédé de réduction en poudre est l'un de ceux qui conduit à la poudre la plus fine (Salomon, 2009). Ni le choix de la matière première ni le choix de la technique de transformation ne sont compatibles

avec cette hypothèse. Les fonctions d'abrasif, de siccatif, d'agent protecteur ou de matière colorante sont par contre tout à fait compatibles avec ces critères.

III.4.5. Répartition stratigraphique

La stratigraphie de Diepkloof étant constituée de nombreuses US, le nombre de pièces par US est le plus souvent trop faible pour permettre une étude descriptive basée sur des proportions comme nous venons de le faire. Les critères d'absence ou présence apparaissent plus pertinents. On peut regarder en premier lieu si l'ocre est présente tout au long de la séquence. Puis, nous verrons si les matières premières riches en fer sont, elles aussi, présentes dans chaque unité ou si en fonction du techno-complexe identifié leur exploitation est différente. De même nous verrons ce qu'il en est de la répartition des matières premières non locales. Enfin, pour terminer, nous nous intéresserons à la répartition des pièces facettées (détails de l'ensemble des décomptes par unités stratigraphiques en ANNEXE VIII).

Lorsqu'on regarde la distribution des pièces d'ocre, toutes matières premières prises en compte, on constate qu'elles sont présentes dans presque toutes les couches, depuis le MSA ancien de type « Mike » jusqu'au post-Howiesons Poort. Seules deux US n'en ont pas livré (US Eve et US Deone). Il s'agit de deux US de faible épaisseur, ce qui est probablement le reflet du faible volume qu'elles représentent plus qu'un réel hiatus. En dessous de l'US Mike, US à partir de laquelle le corpus a été étudié en détail, des fragments d'ocre continuent d'être répertoriés, dans les niveaux MSA encore non caractérisés.

a. Répartition des matières premières

Au niveau des matières premières, les shale/ferricrètes et les ferricrètes présentent une distribution très semblable tout au long de la séquence. Ces premières catégories répondant à des critères de sélection proches d'après l'étude des transformations, elles ont été regroupées dans une catégorie unique, pièces exogènes riches en fer, en opposition aux shales, majoritairement plus pauvres en fer et issus de l'abri. Leur répartition couvre toute la séquence à quelques exceptions près. Les US dont elles sont absentes, trois seulement, sont isolées, et apparaissent comme des US où le nombre total de pièces est très faible (US Keeno, Eve et Deone; Nombre de pièces ≤ 2) (Figure 81). Cette absence provient donc plus vraisemblablement d'un manque de représentativité au niveau des US concernées que d'un hiatus. Quel que soit le complexe techno-culturel considéré, des pièces riches en fer ont donc été collectées et apportées sur le site.

Le cas des shales est plus complexe. En effet, leur répartition est très hétérogène, et de ce fait très différente de celle des pièces riches en fer. Plusieurs US du bas de la séquence ont livré

des quantités importantes de shales, jusqu'à plus de 30 pièces dans certains cas. Des variations sont toutefois observées : le nombre des shales diminue par exemple fortement entre Kim et Keeno, puis entre Julia, Jess et Jude. Ces diminutions correspondent toutes deux à des changements importants, la première précédant les débuts de l'Early HP, la seconde marquant la fin du post-HP. Il se trouve que l'US Keeno (fin du SB) est aussi une des US dans laquelle il n'y a pas de ferricrètes. Cette coïncidence d'événements pose question : en effet, nous avons vu que les shales peuvent être soit d'origine anthropique, soit d'origine naturelle. Faut-il y voir un changement induit par l'homme, et donc un possible changement culturel ? Ou au contraire ces diminutions sont elles liées aux rythmes naturels de remplissage des dépôts, éventuellement aux conditions environnementales ?

Ni l'étude de provenance, ni l'étude des traces n'ont permis d'établir avec certitude l'origine anthropique pour plus de 90 % de ce matériel. La question reste donc en suspens, mais ouvre néanmoins de nouvelles perspectives : la répartition de l'ocre et des matières premières permet à la fois de dégager des continuités et des discontinuités dans la séquence de Diepkloof.

Concernant la provenance, il est intéressant de constater que les matières premières identifiées comme non locales n'apparaissent qu'à partir de l'Intermediate Howiesons Poort (US Joy), aussi bien les shales que les ferricrètes. Elles ne sont pas rencontrées systématiquement dans toutes les US, mais seulement ponctuellement, dans 9 US, du début de l'IHP jusqu'au post-HP (Figure 81). Le fait qu'elles ne soient pas présentes dans tous les niveaux est probablement dû à un problème de représentativité. Leur absence dans les dépôts plus anciens pourrait être en revanche significative.

Un changement dans le choix des sources pourrait donc avoir eu lieu au niveau du début de l'IHP. L'examen d'un plus grand nombre de pièces devrait permettre d'éclairer davantage les quelques changements ou continuités observés en diachronie. Il sera possible ainsi d'ajouter la dimension spatiale à cette étude.

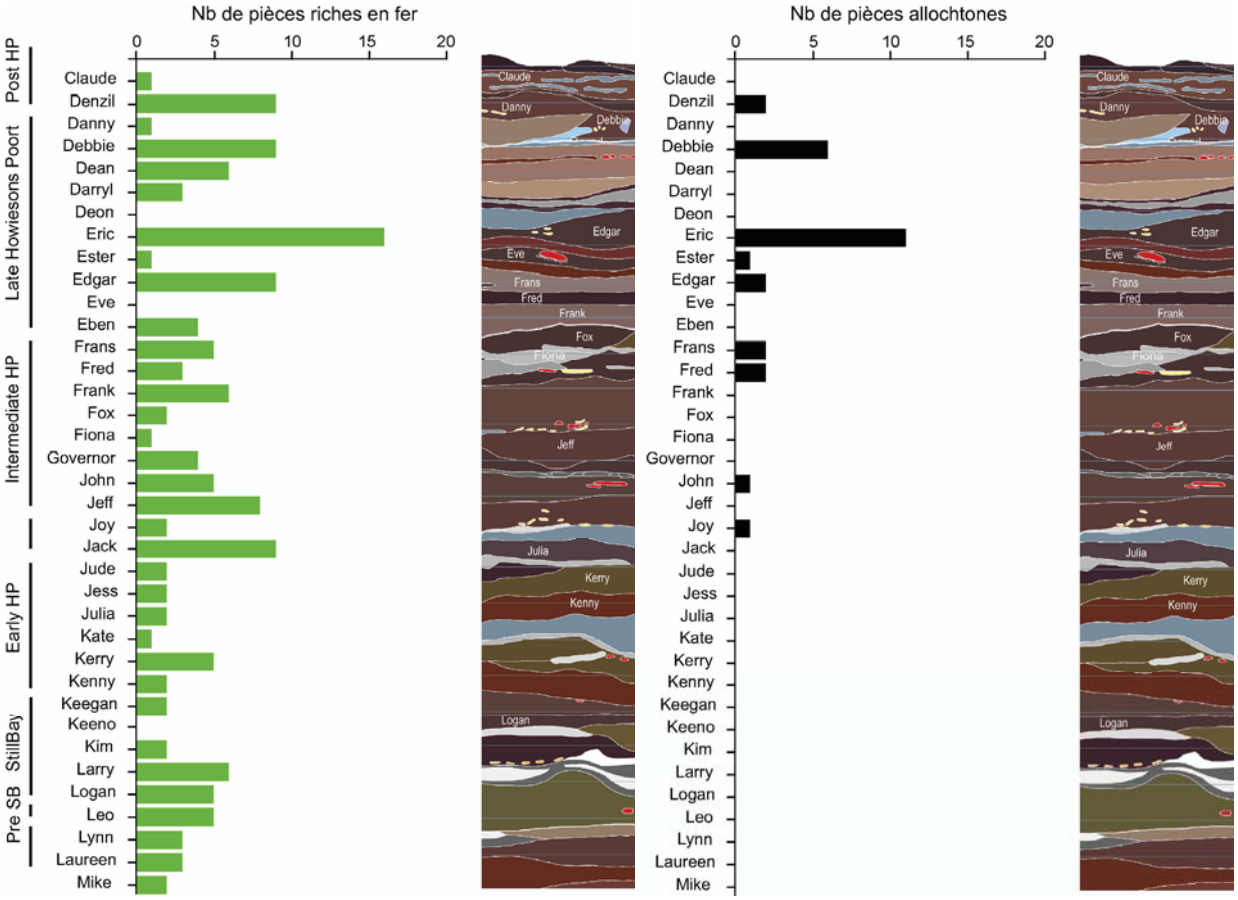


Figure 81 – Répartition du nombre de pièces riches en fer (shale/ferricrète et de ferricrète) par unité stratigraphique, ainsi que du nombre de pièces allochtones.

b. Répartition des pièces facettées

Les blocs facettés sont distribués sur l'ensemble de la séquence, du MSA ancien (type « Mike ») au post-Howiesons Poort, dans une grande majorité des US (Figure 82). Les US dont ils sont absents ne sont jamais regroupées, il s'agit plutôt de cas isolés qui ne sont pas non plus corrélés à une baisse généralisée du nombre de pièces dans un ensemble d'US. L'absence de blocs facettés n'est pas non plus corrélée à l'un ou l'autre des techno-complexes. Il s'agit plus probablement d'un manque de représentativité, étant donné les faibles nombres observés (maximum 7 objets par US). On peut donc en conclure qu'il n'y a pas de réel arrêt dans la production de poudre à partir de l'ocre sur le site, depuis plus de 100 000 ans jusqu'à 50 000.

Malgré un manque de représentativité par US, on constate que la répartition des pièces riches en fer et celle des pièces facettées est très similaire, du bas de la séquence jusqu'à l'US Ester (Late HP). Ceci est cohérent avec le fait qu'une majorité des pièces avec traces d'abrasion sont riches en fer. Au-dessus, il y a davantage d'abandon de matières premières type ferricrète, qu'il n'y a de pièces facettées. Ceci s'observe sur 4 US toutes regroupées à la fin du Late HP et le

post-HP. Un changement concret pourrait donc avoir eu lieu à ce niveau de la séquence. Il pourrait s'agir d'un changement dans la gestion de la matière première après apport sur le site.

Il a été noté enfin que les pièces ayant une morphologie en « crayon » sont légèrement plus fréquentes dans l'Intermediate et le Late HP. La pièce entièrement facettée qui intrigue de par sa forme pyramidale est localisée dans une US attribuée au début du Late Howiesons Poort (US Frans), ce qui nous a amené à étudier de plus près les morphologies des blocs sur le reste de la fouille au niveau de ce complexe.

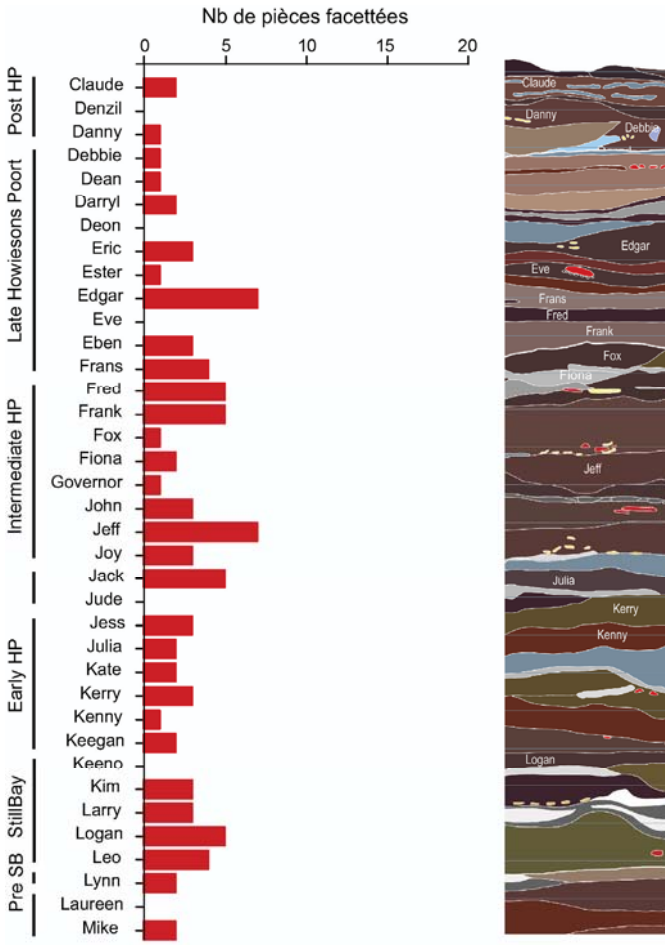


Figure 82 – Répartition stratigraphique du nombre de pièces facettées.

Synthèse

Dans cette partie, une vision d'ensemble du corpus a été donnée, en le traitant comme une seule entité, issue de l'occupation continue du site à la fin du Pleistocène. Les matières premières collectées sont de deux types principaux, shales (riches en argile) et ferricrètes (riches en fer). Un approvisionnement non local a été mis en évidence pour certains d'entre eux. Le principal procédé de transformation est l'abrasion. Les pièces les plus riches en fer ont été sélectionnées pour être abrasées. Les fonctions d'agent siccatif, agent couvrant et matière colorante sont envisageables pour la poudre produite. Ces données générales pourront être remises en perspective par la suite dans le contexte élargi de l'Afrique australe, où plusieurs assemblages n'ont été pas décrits dans le détail des niveaux d'occupation, seulement dans leur ensemble.

La répartition stratigraphique des vestiges a été abordée dans un deuxième temps afin de replacer les données acquises dans leur contexte, et définir des variations au cours du temps. Le nombre de pièces par unité stratigraphique est cependant faible, permettant de montrer uniquement de grandes tendances. Un changement significatif dans les stratégies d'approvisionnement a été mis en évidence, au début de l'Intermediate HP.

Nous allons à présent nous focaliser sur une partie plus restreinte de la séquence, pour détailler davantage l'étude des complexes Intermediate et Late Howiesons Poort.

Les principaux résultats présentés dans cette partie ont été synthétisés dans un article accepté pour publication dans le Journal of Archaeological Science.

Dayet, L., Texier, P.-J., Daniel, F., Porraz, G., 2013. Ochre resources from the Middle Stone Age sequence of Diepkloof Rock Shelter, Western Cape, South Africa. *Journal of Archaeological Science*, Diepkloof Rock Shelter special issue, http://dx.doi.org/10.1016/j.jas.2013.01.025.

III.5. Focus sur l'Howiesons Poort

Les complexes Howiesons Poort du haut de la séquence de Diepkloof, Intermediate Howiesons Poort (IHP) et Late Howiesons Poort (LHP), sont très proches en terme de technologie et typologie lithique de ce qui est observé sur les d'autres sites d'Afrique australe, en particulier Klasies River, l'une des séquences de référence. Il s'agit d'un complexe tout à fait spécifique en Afrique Australe qui évoque certaines cultures Later Stone Age, notamment par la composante géométrique de l'outillage, par sa petite taille, ou encore par la maîtrise de la fabrication d'adhésifs à base de résine.

A l'échelle de Diepkloof, l'apparition des œufs d'autruche gravés dans les US immédiatement inférieures à l'IHP, et leur présence dans presque tous les niveaux supérieurs, en font la plus ancienne culture pour laquelle une véritable tradition de d'ornementation à partir de gravures géométriques peut être documentée. La question de la diffusion de cette tradition reste encore en suspens, mais elle attire nécessairement l'attention. Surtout, elle amène à d'autres questions : en dehors de la typo-technologie lithique, y-t-il d'autres points communs entre les différentes industres HP identifées en Afrique Australe ? L'apparition de la gravure est-elle corrélée à d'autres changements au niveau des vestiges que celui des industries lithiques ? Ces questions peuvent être abordées en ce qui concerne l'exploitation de l'ocre. D'ores et déjà, quelques auteurs ont répertorié des quantités de pièces plus importantes dans les couches attribuées à ce complexe que dans les couches plus anciennes (voir chapitre I.2.1). Ceci s'observe entre autres sur le site de Klasies River (Singer et Wymer, 1982 ; Watts, 1999).

Nous nous proposons de contribuer à cette réflexion sur l'Howiesons Poort, par l'étude des pièces d'ocre travaillées dans les phases supérieures de l'HP de Diepkloof, sur une aire plus importante que jusqu'à présent, et l'étude d'une sélection de pièces provenant de Klasies River.

III.5.1. Secteur principal de Diepkloof, partie haute

Les fouilles à Diepkloof ayant été étendues au-delà de la zone définissant la séquence principale, il est possible de documenter davantage l'exploitation de l'ocre sur le site, des US Jack à Claude, soit d'un peu avant l'Intermediate Howiesons Poort jusqu'au post-Howiesons Poort. Cette étude secondaire permet d'identifier la provenance de quelques pièces supplémentaires pour discuter des stratégies d'approvisionnement, et de déterminer les procédés de transformation sur un plus grand corpus pour avoir une vision plus globale des chaînes opératoires mises en œuvre sur le site. Après un aperçu succinct des nouvelles données collectées sur l'ensemble du secteur principal, les spécificités des complexes Intermediate Howiesons Poort (IHP) et Late Howiesons Poort (LHP) ont pu être davantage discutées, grâce à une plus grande représentativité des données.

a. Nouvelles données acquises

- **Provenance des matières premières**

Parmi les 86 nouvelles pièces étudiées sur la deuxième zone d'intérêt sélectionnée, il a été possible de documenter deux nouvelles pièces non locales (un shale/ferricrète finement laminé et un ferricrète avec cristaux prismatiques). C'est peu en comparaison du nombre retrouvé sur M6-N6. Dans les unités au-dessus de Frank par exemple, niveau à partir duquel tous les carrés étudiés ont été également fouillés, nous en avions compté 24. Ceci s'explique en partie par l'absence d'observations au MEB-EDXS et d'analyses par DRX pour cette partie du corpus, méthodes qui nous avaient permis précédemment d'identifier davantage de pièces non locales que l'observation seule.

En parallèle, des nodules au cortex lustré continuent d'être exploités pendant l'IHP et le LHP, de même que des shales ou shale/ferricrète sans caractéristiques distinctes.

- **Transformations**

L'étude des facettes striées et des stries sur les pièces supplémentaires examinées permet d'identifier 42 nouveaux objets facettés, portant le total de pièces facettées examinées à 132.

Le profil et l'organisation des stries indiquent une abrasion sur matière minérale. Les traces de raclage sont totalement absentes, de même que les incisions. Cela porte à plus de 98 % la proportion de pièces abrasées sur l'ensemble de la collection étudiée, et seulement deux pièces pour lesquelles un raclage est suspecté mais non attesté.

On constate également que les fractures observées sur le matériel du deuxième corpus recoupent systématiquement les surfaces abrasées. Il n'a donc pas été identifié d'étape de concassage ou débitage avant abrasion.

Enfin, deux nouveaux objets facettés en forme de pyramide ont été trouvés dans les unités LHP. Contrairement à d'autres objets de morphologie comparable, leur base n'est pas due à une cassure.

b. Spécificité des contextes IHP et LHP

- **Stratégies d'approvisionnement**

L'examen du corpus principal a révélé que les matières premières déterminées comme non-locales, reliées à des aires particulières d'approvisionnement (ferricrète et shale Malmesbury, shale Cederberg), étaient toutes présentes dans des unités IHP, LHP ou post-HP. La présence d'autres de ces pièces dans les carrés adjacents est confirmée, bien qu'impossible à évaluer en proportion. Aucune des pièces allochtones connues n'est présente en-dessous de l'US John.

Un examen attentif des pièces non locales montrent qu'elles sont réparties de façon très hétérogène dans l'Howiesons Poort. Elles apparaissent concentrées dans certaines US, et sur une surface restreinte (voir plus loin, répartition spatiale). On compte par exemple 11 d'entre elles soit près d'un tiers dans l'US Eric, toutes issues d'un même sous-carré. Leur exploitation pourrait être liée à des aires spécifiques ou à un approvisionnement non régulier au cours du temps. Cette hétérogénéité de distribution selon les US et la faible surface fouillée pour les niveaux inférieurs incitent à la prudence quant à la différence observée entre le haut et le bas de la séquence, tout du moins sur la possibilité d'y voir un changement à partir d'une US précise. Les données du LHP sont cependant significatives : sur les neuf US de ce complexe, six contiennent de pièces classées comme allochtones. Au contraire, sur 19 unités consécutives en dessous de l'US John nous n'avons vu ni de shales finement laminés (et/ou illite WCI), ni de ferricrètes avec cristaux prismatiques.

S'il y a changement, on pourrait supposer en premier lieu au tarissement de l'une ou l'autre des sources principales visitées. Toutefois, ce changement tend non pas vers un remplacement d'un type de sources par une autre, mais par une plus grande diversité de ressources exploitées. En effet, en ce qui concerne les ferricrètes, des nodules très similaires à

ceux trouvés dans les niveaux pré-Still Bay et Still Bay continuent d'être exploités à l'Howiesons Poort et jusqu'au post-Howiesons Poort (nodules avec cortex lustré, cristaux d'oxyde de fer tabulaires), en parallèle du « nouveau » type collecté. De plus, ce changement concerne aussi les shales, dont on sait que la source la plus directement accessible est encore exploitable de nos jours. Le changement observé semble donc répondre à une organisation « autre » de l'approvisionnement en ocre.

De là, deux hypothèses opposées et aux implications différentes peuvent être émises : soit les territoires éloignés en amont de la rivière étaient moins souvent visités, ce qui fait que leur exploitation n'était qu'occasionnelle (aucune intention dans la collecte); soit ces types de matière première était sélectionnés pour des activités spécifiques pratiquées occasionnellement (sélection intentionnelle). Dans le premier cas, leur présence préférentielle dans les niveaux IHP et LHP par rapport aux niveaux plus anciens indiquerait un possible changement dans les déplacements effectués et/ou la gestion du territoire. La seconde hypothèse impliquerait non un changement économique, mais davantage un changement d'activités pratiquées sur le site, comme par exemple le développement d'une activité nouvelle. Ces deux hypothèses ainsi que leurs implications seront rediscutées ultérieurement, à la lumière du contexte archéologique global.

- **Chaînes opératoires et intensité des transformations**

Au contraire de l'approvisionnement en matière première, qui diffère comme on a pu le voir à partir d'IHP (US John), aucun changement d'ordre technique significatif n'a été observé à l'IHP ou au LHP, même lorsqu'on augmente le corpus d'étude. Le raclage, s'il ne peut être complètement exclu, apparait très marginal. Quant aux fractures, elles affectent davantage des pièces déjà abrasées, que des nodules bruts abrasés dans un second temps. Enfin, aucune trace d'usure accentuée au niveau des sommets sur les pièces à facettes convergentes n'a été observée.

A part en ce qui concerne le chauffage, pour lequel nous n'avons pas d'indices supplémentaires en l'absence d'analyses chimiques, la chaîne opératoire décrite précédemment continue donc de s'appliquer pour tout l'IHP et le LHP, sans changements visibles ni avant ni pendant.

D'autres informations nécessitent cependant d'être discutées en ce qui concerne les transformations. La question d'une éventuelle mise en forme intentionnelle a notamment été

posée, au moins pour une pièce pyramidale de l'HP. Cette pièce est particulière à plus d'un titre, puisque c'est le seul objet entièrement facetté ayant une forme de pyramide, et l'un des deux seuls nodules abrasés ayant pu être identifiés comme ferricrètes à cristaux prismatiques (type 2, non local). Les deux nouvelles pyramides identifiées ne présentent pas le même type de matière première, il s'agit d'un shale/ferricrète et d'un ferricrète sans type définissable. Nous n'avons donc pas d'éléments concluants pour suspecter une mise en forme intentionnelle.

L'intensité de l'abrasion des blocs facettés abandonnés a été estimée comme précédemment, pour voir si des différences se dégageaient en fonction de ce facteur. Les pièces avec trois facettes ou plus, et celle avec large facette formant une base artificielle ont été comptées comme intensément abrasées. On observe qu'au LHP la proportion de pièces « intensément abrasées » est proche de celle observée pour l'ensemble de la séquence, représentant moins de la moitié des pièces facettées (Tableau 41). Dans l'IHP, elle atteint en revanche plus de 60 %. Le faible nombre de pièces considérées ne permet malheureusement pas une comparaison plus fine complexe par complexe et encore moins unité par unité pour le bas de la séquence, mais ces résultats tendent à montrer que les pièces abandonnées sont plus intensément investies au IHP qu'au LHP. Ceci pourrait être lié à une plus grande récurrence des activités impliquant la préparation de poudre minérale à base d'oxydes de fer, et potentiellement à son utilisation, au cours de l'IHP.

	Total M6-N6		**IHP**		**LHP**	
	Total	**Très abrasé**	**Total**	**Très abrasé**	**Total**	**Très abrasé**
Irrégulier	38	7	16	7	17	4
Dont avec base	*9*	*8*	*3*	*2*	*4*	*3*
Tabulaire	20	4	6	2	8	1
Dont avec base triangle	*10*		*5*		*3*	
Parallélépipédique	7	2	3	2	3	0
Prismatique	7	2	3	1	2	1
« Crayons »	18	18	11	11	10	9
Total	**90**	**41**	**39**	**25**	**40**	**18**
% total		**45.6**		**64.1**		**45.0**

Tableau 41 – Nombre de blocs total et nombres de blocs « très abrasés » (plus de 3 facettes ou 1 base) en fonction de leur morphologie, pour l'IHP et le LHP, comparés à l'ensemble de la séquence.

- **Sélection des matières premières facettées**

Etant donné qu'il n'a pas été possible de déterminer l'origine naturelle ou anthropique de la grande majorité des fragments de shale, à part lorsque des traces de transformations intentionnelles sont présentes, nous nous concentrerons à présent uniquement sur les pièces modifiées par l'homme, pour discuter des critères de sélection de la matière première. Les pièces ont été regroupées par techno-complexe, et non par unité, pour garantir une meilleure représentativité des données. Il est possible ainsi de déterminer les différentes proportions en matière première des pièces facettées, pour les deux phases IHP (N=39) et LHP (N=40).

Dans les deux cas, les ferricrètes constituent la matière première la plus exploitée, puis viennent les shale/ferricrètes, et enfin les shales (Figure 83 ; Tableau 42). Bien qu'arrivant en troisième position, la part de shales présentant des facettes travaillées est non négligeable puisqu'elle est de l'ordre de 20 % à chaque fois. La sélection opérée au niveau des matières premières apparait donc relativement proche entre les deux techno-complexes HP. Elle s'assimile également à celle qui a été observée pour l'ensemble de la séquence. On montre qu'il n'y a pas de différences significatives de sélection des matières premières facettées entre le IHP, le LHP et l'ensemble de la séquence (Test du chi2, p=0.7). Cependant, la part que représentent les pièces facettées issues de ces deux techno-complexes par rapport aux autres est élevée. On constate que dans la zone étudiée précédemment plus de la moitié des objets abrasés provient des deux phases HP les plus récentes (N=49 sur 90, carrés M6-N6). On ne peut exclure dans ce cas que de faibles variations puissent exister entre l'HP et le Still Bay ou le pré-Still Bay par exemple.

En prenant en considération la répartition en volume, on ne constate pas davantage de différences significatives de répartition des matières premières entre les niveaux IHP, LHP et l'ensemble de la séquence (Test du chi2, p=0 .1).

Ces résultats montrent trois choses : ils corroborent l'hypothèse d'une sélection préférentielle de pièces riches en fer pour la production de poudre, au moins pour les deux dernières phases de l'Howiesons Poort ; ils montrent que malgré tout la proportion de shales exploités est non négligeable ; enfin, le mode de sélection à l'IHP ne change pas significativement au LHP.

	Shale		Shale/ferricrète		Ferricrète		Grès/quartzite		Total
	N	% total	N	% total	N	% total	N	% total	
LHP	9	**22.5**	13	**32.5**	18	**45.0**	0		40
IHP	7	**18.0**	11	**28.2**	21	**53.8**	0		39
Total M6-N6	18	**20.0**	24	**26 .7**	45	**50.0**	3	**3.3**	90

Tableau 42 – Nombre et pourcentages de pièces facettés pour l'ensemble de la séquence (carrés M6-N6), comparés à ceux de l'IHP et du LHP.

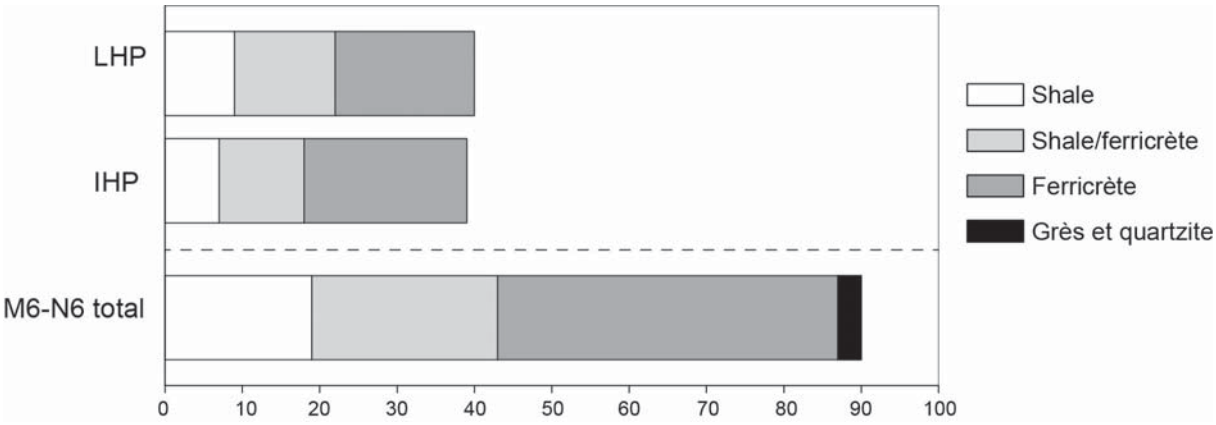


Figure 83 – Comparaison des proportions (en nombre de pièces) des différentes matières premières constituant les pièces facettées, entre l'ensemble de la séquence et les deux phases Howiesons Poort étudiées.

- ## Discussion : Fonction et statut

Du point de vue des critères de sélection et de la fonction possible, les hypothèses émises précédemment sont toujours valables. Quatre fonctions sont compatibles avec la sélection opérée : agent abrasif, siccatif, film protecteur ou matière colorante. Toutefois, si on considère la part non négligeable de shales exploités, ces hypothèses peuvent être affinées. En effet, deux possibilités peuvent être envisagées à partir de là. La première serait de supposer qu'ils remplissent chacun une fonction différente. Cette hypothèse ne permet d'exclure aucune des fonctions proposées. La poudre extraite des shales pourrait notamment avoir un pouvoir couvrant et protecteur (voir chapitre II.1.3), tandis qu'en parallèle l'hématite pourrait avoir été utilisée comme abrasif. La deuxième hypothèse serait de considérer que shales et ferricrètes remplissent une même fonction, d'où le fait qu'ils sont exploités simultanément. Dans ce cas, les fonctions de matière colorante, d'agent couvrant, et éventuellement celle de siccatif, sont celles qui correspondraient le mieux à une exploitation simultanée des shales et des ferricrètes.

Nous avons vu cependant que les shales étant plus facilement accessibles. Ils pourraient donc avoir été choisis davantage pour cette raison que parce qu'ils avaient une fonction précise. La deuxième hypothèse est dans ce cas privilégiée.

Enfin, n'ayant pas observé une exploitation différente des pièces allochtones d'aspect « brillant », tels que les ferricrètes à cristaux prismatiques ou les shales finement laminés, rien ne permet d'affirmer qu'ils aient été sélectionnés selon des critères différents des autres ferricrètes.

c. Répartition spatiale

Nous nous sommes intéressé ici à analyser la répartition des pièces pour les zones du site étudié. L'information d'ordre spatial est souvent utilisée pour définir des aires d'activités. La mise en place des dépôts à Diepkloof indique toutefois qu'il n'y a pas nécessairement une position des vestiges caractéristique de leur dernier emploi. La présence de vidange de foyers atteste davantage d'un remaniement partiel des dépôts au fur et à mesure du remplissage. Il apparait important cependant de pondérer les informations que nous venons de donner par une vision spatiale de la répartition des vestiges. Cette analyse a été réalisée sur le LHP, en comparaison préliminaire avec les deux premières US Fred et Frank de l'IHP, sur les carrés M et N, de 6 à 9.

En ce qui concerne les concentrations en pièces facettées, de même qu'il a été constaté une distribution relativement homogène selon les différentes unités stratigraphiques, de même on constate que sur tous les carrés étudiés, soit 6.5m^2, des pièces facettées sont présentes (Figure 84 ; Figure 85). On observe également une certaine cohérence dans la répartition en nombre de pièces et la répartition en volume. La répartition des pièces riches en fer ne permet pas davantage d'isoler des zones particulières au niveau de l'aire étudiée.

Autre donnée notable, on peut voir que les pièces intensément abrasées sont présentes sur presque toute la surface. Ceci est vrai aussi pour les couches Fred-Frank. On ne peut donc voir la répartition de l'ocre à Diepkloof comme le fait de la présence d'une aire de travail particulière. Par contre, les concentrations ainsi observées pourraient être significatives d'activités répétées, suffisamment pour permettre une répartition sur une grande partie de la surface d'occupation.

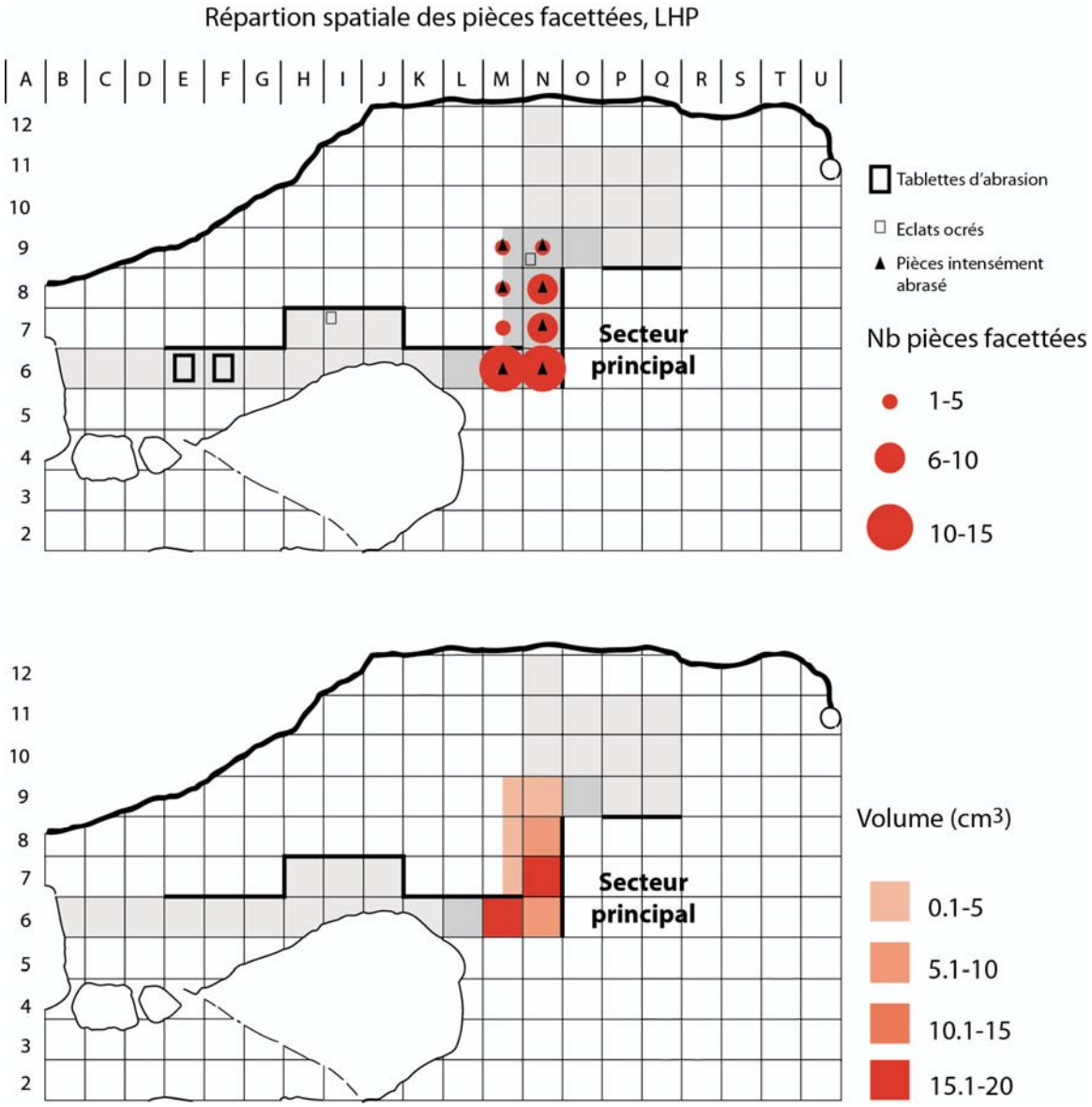


Figure 84 – Répartition spatiale des pièces abrasées, en nombre de pièces et en volume représenté pour le Late Howiesons Poort.

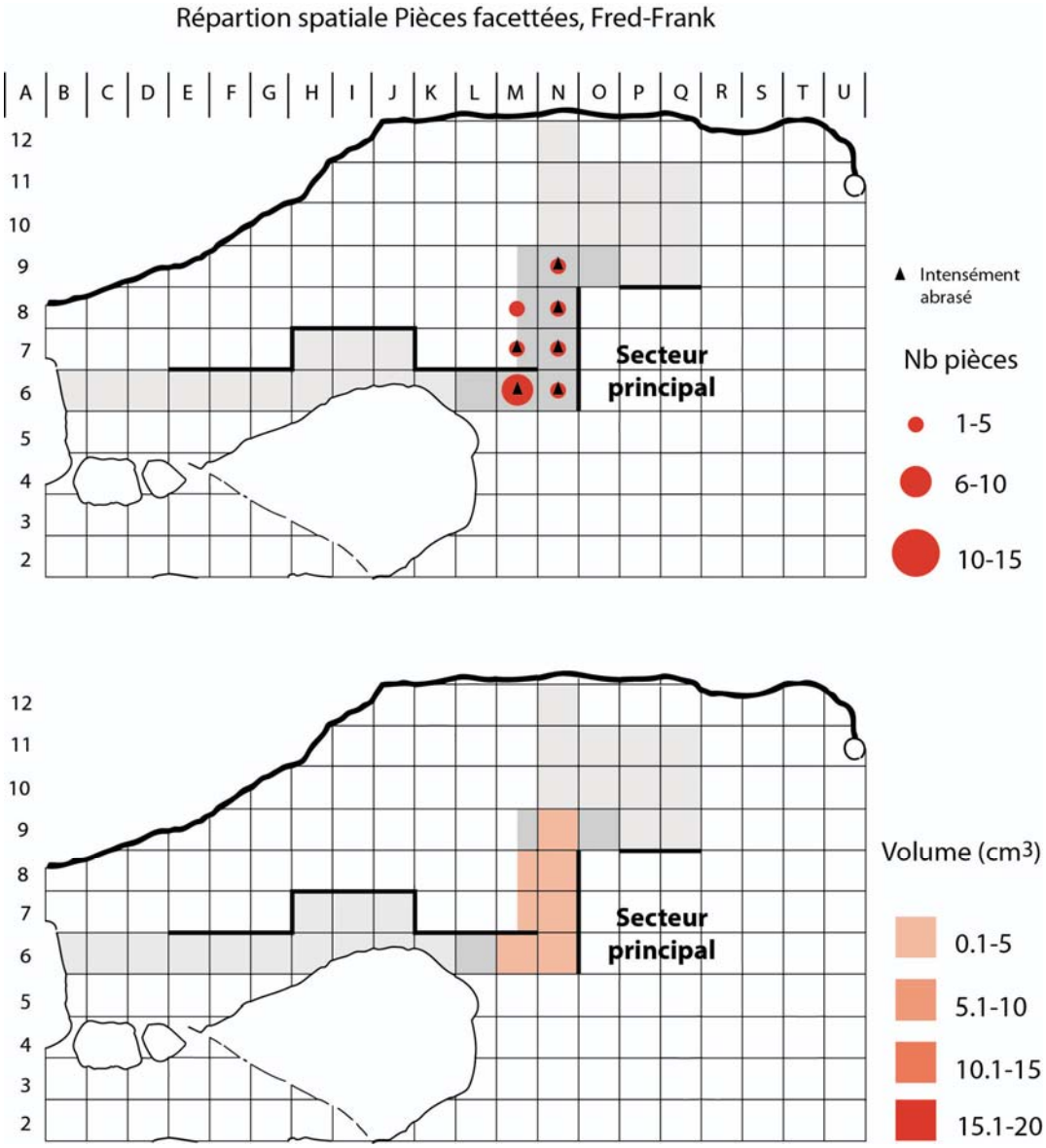


Figure 85 – Répartition spatiale des pièces abrasées, en nombre de pièces et en volume représenté pour les couches Fred et Frank de la fin de l'Intermediate Howiesons Poort.

III.5.2. Comparaison avec l'HP de Klasies River

a. Quelques mots sur le contexte de Klasies River

Klasies River désigne une localité située sur la côte Sud de l'Afrique du Sud, à environ 100 km à l'Ouest de Port Elizabeth, près la réserve naturelle de Tzitzikama, ou plusieurs sites archéologiques dont les séquences se recoupent ont été répertoriés (34'06''S ;24'24''E) (Eastern Cape). Le site principal (*Main Site*) se répartit sur cinq abris et grottes le long d'une falaise (*Cave 1, 2 ; Shelter 1A, 1B, 1C*). Les gisements archéologiques de la région ont fait l'objet d'un intérêt certain dès le début du XXe siècle, mais ce n'est que dans les années 60 que Klasies a été répertorié. Les premières fouilles ont été menées en 1967 et 1968 sous la direction de R. Singer et J. Wymer, faisant l'objet d'une première monographie en 1982, puis une deuxième campagne a été menée par H. J. Deacon en 1984.

A l'origine, des dépôts étaient présents en continuité devant et à l'intérieur des abris, représentant une puissance stratigraphique de près de 20 m (Singer et Wymer, 1982 ; Deacon, 1995 ; Wurz, 2000). Le remplissage a commencé par la grotte 1 et l'abri 1B, qui se sont comblés progressivement. La principale source de remplissage provient d'une ancienne dune calcaire (calcarénite) située au dessus de la falaise. Etant donné la répartition des dépôts, le site s'assimile davantage à un site de plein air.

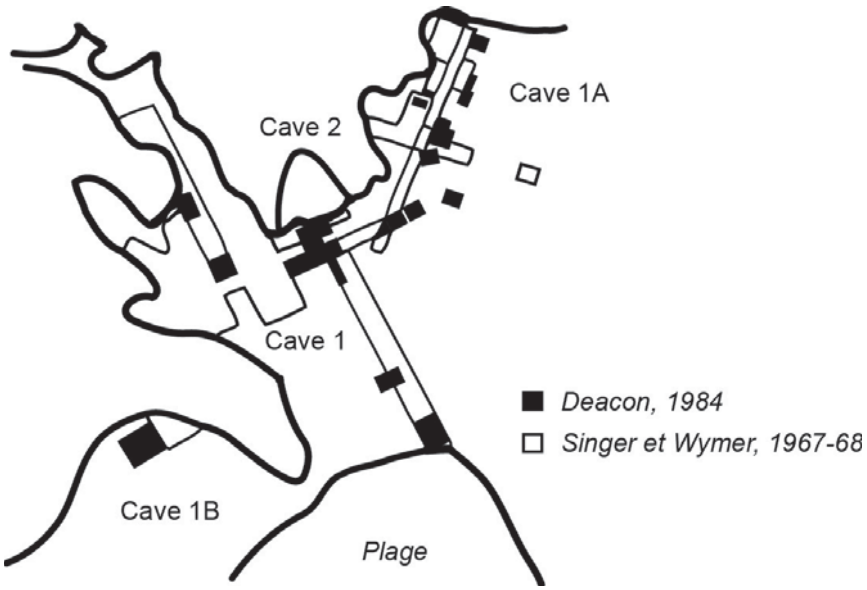


Figure 86 – Plan du site de Klasies River Main Site, et localisation des différentes campagnes de fouilles (modifié d'après Wurz, 2000).

Le site a livré divers vestiges d'origine anthropique dont des os en bon état de conservation, divers outils lithiques et déchets de taille, de l'industrie osseuse et de l'ocre. Quelques foyers sont également mentionnés par Deacon (1995). Des restes humains présentant à la fois des caractéristiques modernes et archaïques ont été découverts au niveau de la grotte 1 et de l'abri 1B dans des couches estimées à environ 90 ka (Grün et al., 1990 ; Rightmore et Deacon, 1992 ; Deacon, 1995 ; Rightmore, 2006).

La séquence chrono-culturelle comprend plusieurs unités et a été divisée en cinq grandes phases par Singer et Wymer : MSA I, MSA II, Howiesons Poort, MSA III et MSA IV. Un réexamen des industries lithiques a permis de clarifier ce découpage chrono-culturel sur la base de critères technologiques (Wurz, 2002 ; Villa et al., 2010)

Les niveaux Howiesons Poort sont situés dans la partie supérieure des dépôts, soit uniquement dans la grotte 2 et l'abri 1A. Le matériel étudié provient uniquement de l'abri 1A. Les dépôts Howiesons Poort y sont décrits comme formant une unité cohérente constituée d'une succession de lentilles de cendres, de charbons, ou de sables (Singer et Wymer, 1982). Au cours des fouilles de Singer et Wymer le complexe a été subdivisé en douze couches, individualisées sur la base d'horizons plus marqués, tous les 15 à 20 cm (couches 10 à 21 dans la monographie). Les différentes campagnes de datations permettent d'estimer un âge entre environ 55 et 65 ka pour l'Howiesons Poort de Klasies (Valeurs extrêmes ; Vogel, 2001 ; Feathers, 2002 ; Tribolo, 2003 ; Jacobs et al., 2008) (Tableau 43).

Couche	Attribution	Méthode	Date	Référence
Singer et Wymer, couche 9	MSA III	OSL	57.9 ± 2.3 ka	Jacobs et al., 2008(sc)
Singer et Wymer, couche 14	HP	Séries Uranium	65.6 ± 5.3 ka	Vogel, 2001
Singer et Wymer, couche 15	HP	Luminescence	55-60 ka	Feathers, 2002
Deacon, diverses couches	HP	TL	56 ± 3 ka (moyenne)	Tribolo, 2003
Singer et Wymer, couche 20	HP	OSL	64.1 ± 2.6 ka	Jacobs et al., 2008

Tableau 43 – Datations obtenues par différentes sources et différentes méthodes pour les couches HP et supérieur (âge minimum) de l'abri 1A de Klasies River.

b. Description du matériel

La collection complète des « matières colorantes » trouvées à Klasies est aujourd'hui conservée à l'Iziko-South African Museum au Cap. Il s'agit principalement d'ocre, rouge ou jaune, mais la présence de quelques pièces très claires laisse penser que des matériaux blancs pourraient aussi avoir été exploités. L'assemblage comprend un total de 314 pièces, tous niveaux

confondus, d'après les enregistrements de Singer et Wymer et de Deacon. Un total de 222 est répertorié pour les fouilles des premiers, contre 92 provenant des fouilles du second (Singer et Wymer, 1982 ; Wurz, 2000). Un réexamen de la collection par S. Wurz fait état d'un nombre de pièces plus important que précédemment mentionné. Elle en a reporté plus de 167 dans les niveaux HP, alors que Singer et Wymer n'en avait compté que 144 (Wurz, 2000 : 111). De plus, il n'y a vraisemblablement pas eu un ramassage systématique des pièces à la fouille, seules celles qui ont été reconnues ayant été *a priori* collectées. Les pièces conservées actuellement ne sont donc pas représentatives de l'assemblage initial. L'étude des dimensions et de la masse des pièces n'a pas permis de discuter davantage cette question en raison du faible nombre de pièces considérées (voir ANNEXE VII.1). L'enregistrement est lui aussi partiel, puisque les pièces sont aujourd'hui regroupées par lots (« bags »), sur lesquels apparait le numéro du carré et le numéro de la couche, mais aucune n'a été coordonnée dans l'espace.

Une étude détaillée du corpus a été réalisée par I. Watts (1998 ; 2002). Il s'est intéressé à la couleur, qu'il a estimé à partir de la trace laissée sur une assiette en porcelaine, en utilisant le code Munsell, à la nature de la roche, estimée à partir de la texture, et à la présence de traces d'usure. Les traces d'usure ont été décrites plus en détail par S. Wurz (2000). Plus récemment et en parallèle de cette étude, F. d'Errico et collaborateurs ont réalisé une analyse technologique ont effectuées des mesures de couleur et des analyses par Fluorescence X portable sur les pièces des couches les plus anciennes, attribuées au MSA I (d'Errico et al., 2011). Dans ce contexte, une étude complémentaire a été privilégiée. Nous nous sommes focalisé en priorité sur la caractérisation des matières premières. Une partie du protocole mis au point pour Diepkloof a pu être appliquée à Klasies pour une comparaison dans des conditions similaires.

Après examen rapide de la collection, un ensemble en particulier a attiré notre attention. Il s'agit d'une série de pièces provenant des couches 16 à 13 dans l'abri 1A (numérotation de la monographie), soit au cœur des niveaux HP, présentant une plus grande variabilité de teintes que d'autres ensembles plus anciens ou plus récents (fouille Singer et Wymer). La teinte jaune, entre autres, y est particulièrement représentée, ce qui constitue une différence majeure avec le corpus HP de Diepkloof. Les lots de ces quatre couches ont été sélectionnés pour examen détaillé en vue d'une comparaison avec Diepkloof Rock Shelter. Il s'agit de 82 pièces prêtées par le musée Iziko et exportées en France pour examen et analyse physico-chimique. Parmi elles, 39 ont été sélectionnées pour être analysées en surface. Dans ce travail, le choix a été fait de préserver l'intégrité des pièces, aussi, nous nous sommes limités à l'analyse de surface.

c. Couleur et oxydes de fer

La couleur de l'ocre à Klasies varie de rouge faible (cordonnées Munsell 10R 4/3) à rouge gris foncé (5.1YR 3/1) pour les rouges, et reste proche de jaune rougeâtre pour les jaunes (7 .5YR 6/6). On comptabilise 57 % d'objets rouges contre 33 % de jaunes, et 7 % de teinte mixte. Deux pièces particulièrement claires se distinguent, l'une légèrement rosée, l'autre légèrement jaunâtre[30].

Comme à Diepkloof, on ne peut exclure la possibilité que les pièces d'ocre aient subi une transformation chimique par chauffage, intentionnelle ou accidentelle. Mais au contraire de ce que nous avons constaté précédemment, il y a dans les niveaux HP de Klasies de l'ocre jaune contenant de la goethite, ce qui montre qu'une partie au moins n'a pas subi de transformation thermique. De plus, il n'y a pas de brun à Klasies, les pièces les plus foncées étant rouge gris foncée. Le fait que nous n'ayons pas observé des surfaces localement brunies ou noircies montre que les pièces n'ont probablement pas été au contact des flammes ou de charbons en cours de combustion comme cela a pu être le cas pour certains objets de Diepkloof.

d. Matières premières

- **Ajustement des critères de classification**

Le protocole utilisé pour la caractérisation des matières premières de Diepkloof a été en grande partie repris pour les matières premières de Klasies. Les critères définis pour l'analyse de surface ont pu être appliqués directement. Les critères définis pour l'observation n'ont en revanche qu'été partiellement réutilisés, pour deux raisons : tout d'abord, à Klasies il y a des argilites et des apatites de structure massive, dont la structure n'est pas facile à distinguer de celle des ferricrètes ; ensuite, la densité des pièces n'a pas été mesurée, ce qui ne permet pas de s'assurer du lien entre une augmentation du taux de fer et une augmentation de la densité (voir III.3.2). Au contraire, une pièce jugée peu dense s'est révélée très riche en fer, du fait que l'oxyde dans ce cas est présent sous forme de fines particules ayant conservé la structure d'un shale. Pour différencier ferricrètes, mudstones (argilite massives) et apatites, la quasi-totalité des pièces massives a été analysée. Pour différencier les shales des ferricrètes par l'observation, c'est l'aspect induré qui a été pris en compte (présence de zone « cimentée » au sein d'une structure de shale). Le fait que près de la moitié des pièces aient été analysées minimise le

[30] Pas de mesures réalisées, car les pièces sont trop friables et fragiles.

risque d'erreur d'attribution. En l'absence d'analyses physico-chimiques, si plusieurs interprétations sont possibles, la matière première a été classée comme indéterminée.

- **Proportion des différentes matières premières**

Les matières premières identifiées sont de nature très diverse : il y a principalement des shales, mais aussi quelques mudstones, quelques siltstones, des grès, quelques ferricrètes et, plus surprenant, des formes d'apatite. Les shales contiennent typiquement les mêmes argiles que ceux de Diepkloof, à savoir des argiles de la famille de la kaolinite et de l'illite et/ou des micas de type muscovite, du quartz et des oxydes de fer, pas systématiquement détectés par diffraction de rayons X. Dans les grès et ferricrètes seul le quartz et l'hématite sont observés (ANNEXE VII.3).

Pour plus de lisibilité, les matières premières ont été rassemblées en fonction de leur fraction granulométrique et de leur composition : roches à grains fins, riches en argiles et quartz ; roches à grains fins ou issues de recristallisation riches en fer (shales indurés et ferricrètes) ; roches à grains grossiers, plutôt riches en fer et quartz (grès); et enfin apatites et matières non identifiées.

En nombre de pièces, les roches à grains fins sont majoritaires (72 %, N=59). Les shales à eux seuls représentent 67 % du corpus étudié. Puis viennent les ferricrètes et les grès, représentant respectivement 11 % et 9 % des matières premières (Figure 87). Enfin nous avons pu identifier deux apatites à l'analyse. Parmi les pièces non identifiées, deux ressemblent à ces apatites par la texture et la morphologie. A part une pièce très claire, les autres présentent une teinte rouge, elles ont donc été conservées dans le corpus.

Pour comparaison, les pourcentages ont été estimés en masse (en l'absence de données sur la densité, il n'a pas été possible de calculer le volume) (Figure 87). Les proportions sont relativement proches, les grès apparaissant malgré tout légèrement plus abondants en masse que les ferricrètes.

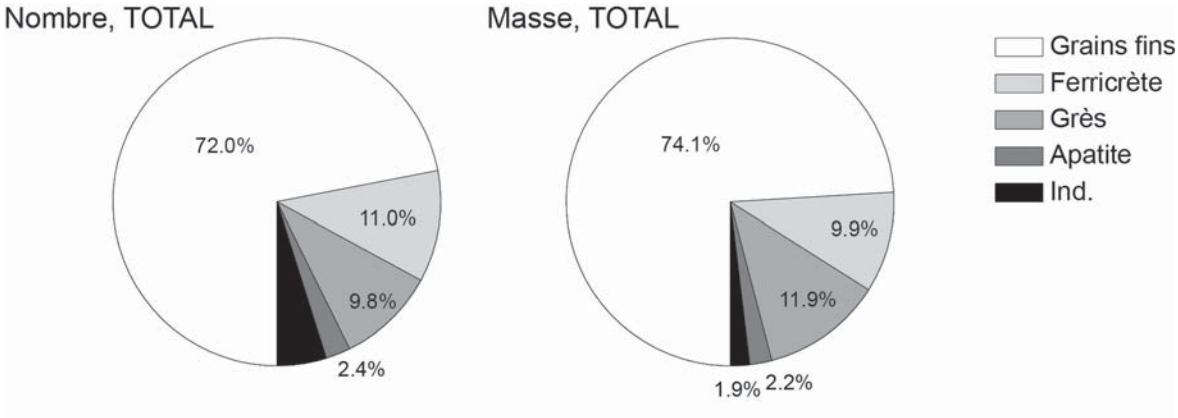


Figure 87 – Proportion des différentes matières premières sur l'ensemble des pièces examinées, en nombre et en masse (N=82).

- **Origine des matières premières**

A Klasies, la proximité du rivage et les variations du niveau de la mer au cours du MSA doivent être prises en compte avant de discuter de l'origine des matières premières. En effet, d'après les données paléo-environnementales, le niveau de la mer était potentiellement plus bas à l'Howiesons Poort, laissant la possibilité que des sources accessibles à cette époque ne le soient plus aujourd'hui (Compton, 2011). Avant de conclure à un approvisionnement non local, il faut donc prendre en compte ce biais possible. L'absence d'un référencement des sources disponibles et de la comparaison avec un corpus géologique adapté limite également les interprétations. Quelques informations peuvent toutefois être tirées d'une description plus détaillée des matières premières et d'une comparaison avec le contexte géologique.

Apatites

Tout d'abord, les « blocs » d'apatite posent question. En effet, ils possèdent peu de fer et ne présentent pas des arêtes vives comme un fragment de roche, mais une morphologie arrondie. Il ne s'agit pas non plus de nodules puisqu'ils n'ont pas de cortex. Il pourrait s'agir soit de roches très friables qui ont été entièrement émoussées, mais aussi de matériaux d'origine non naturelle, fabriqués par malaxage à partir d'un mélange de différents composants. Etant donné la composition élémentaire des grains observés et la composition minéralogique globale, on peut penser à un mélange d'os pilés, de quartz, et dans un cas d'hématite. En l'absence de référentiel de comparaison, géologique et expérimental, la texture n'est pas suffisamment caractéristique pour permettre de trancher.

Roches à grains fins, shales et shales schisteux

Parmi les roches à grains fins, des structures variables sont observées, allant de massive à finement laminée. On distingue également trois types de microstructures différents :

- Microstructure en feuillets : les particules ont une forme tabulaire et sont toutes orientées dans le même plan (Figure 88A).
- Microstructure semi-organisée : les particules ont des formes tabulaires mais celles-ci n'ont pas d'orientation préférentielle.
- Microstructure désorganisée : les particules n'ont pas de forme particulière, à part quelques tablettes qui sont réparties aléatoirement au sein de la fraction fine (Figure 88B ; détail par échantillon en ANNEXE VII.3).

L'absence d'une structure organisée peut soit refléter la structure d'origine de la roche mère soit être le fait d'une altération. L'organisation en feuillets au contraire ne peut qu'être liée à la structure de la roche mère. Elle s'assimile à une microstructure de shales schisteux, telle que celle observée au sein des formations Malmesbury. Il s'agit d'un marqueur non négligeable, comme nous avons pu le montrer pour les shales de Diepkloof. Deux types de formations peuvent répondre à ce critère structural dans les environs de Klasies : les formations de schistes et shales schisteux à la base de la séquence Table Mountain et dans les niveaux inférieurs (Formations du groupe Gamtoos) (Toerien et Hill, 1989 ; Saggerson et turner, 1995) ; éventuellement les formations Bokkeveld (Figure 89). Bien que la carte géologique décrive ces dernières comme des shales, d'autres sources rapportent qu'elles ont pu subir un léger métamorphisme, ce qui pourrait avoir conduit à un léger clivage et une structure finement laminaire (Saggerson et Turner, 1995). De plus, un affleurement de shale jaune et rouge, exploitable comme matière colorante, a été répertorié au sein de cette formation à environ 20 km du site (Visser, 1939). Les formations plus anciennes affleurent, quant à elles, à environ 50 km.

Pour les autres shales, en particulier les jaunes, une origine locale est probable, des lits de shales dont certains de teinte brune affleurant non loin de l'abri ont été répertoriés (Formation Cederberg, voir Figure 89). Ils peuvent également être apparentés aux premiers mais avoir subi des altérations ayant modifié leur structure (phases de recristallisation lors d'un enrichissement en fer par exemple).

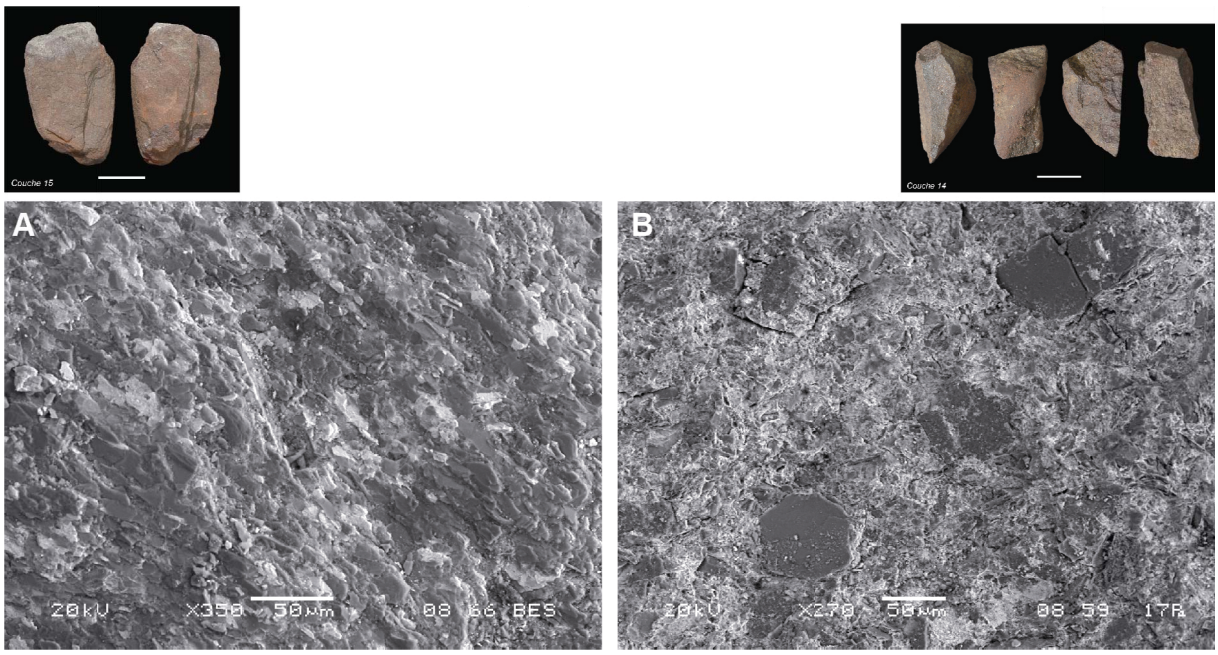


Figure 88 – Microstructures de roches à grains fins observées au MEB-EDXS en électrons rétrodiffusés. Microstructure en feuillets juxtaposés (A), et microstructure avec tablettes silteuses (taille entre 4 et 66µm) dispersées au sein de la fraction fine (B). ***Barre d'échelle photos : 1 cm.***

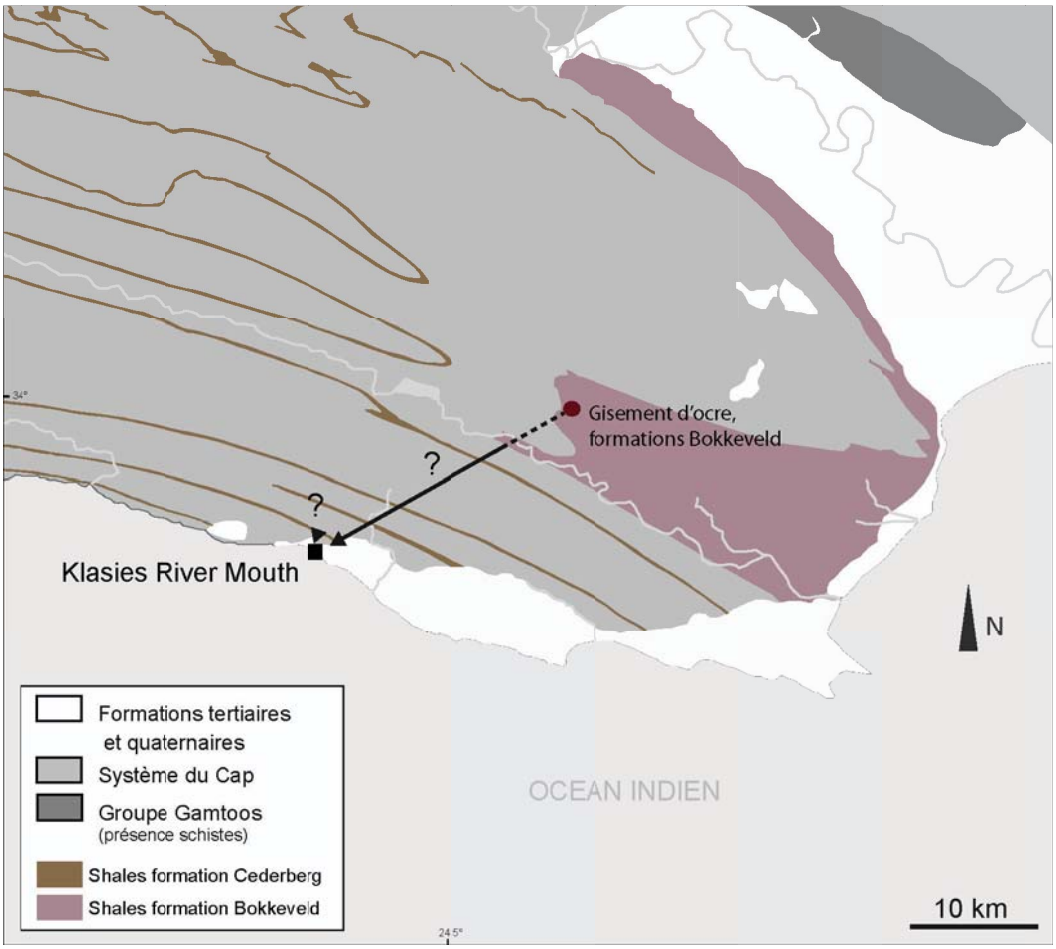


Figure 89 – Carte géologique des environs de Klasies représentant les principales formations ayant pu être exploitées pour l'acquisition des roches à grains fins.

Grès

Les grès et grès quartzitiques constituent la majorité des formations aux alentours du site. Ils appartiennent à des niveaux Table Mountain au sein desquels le site lui-même s'est formé (Singer et Wymer, 1982). Ils sont donc très certainement locaux.

Ferricrètes

Quelques veines de ferricrètes sont répertoriés au sein des grès locaux (Singer et Wymer). Les ferricrètes massifs pourraient être associés à ces recristallisations ponctuelles. En revanche, les ferricrètes s'apparentant à des shales indurés sont certainement associés aux sources de shales. Leur microstructure est effet comparable à celle d'une partie des shales, constituée de particules tabulaires disposées aléatoirement.

- **Synthèse et comparaison avec Diepkloof Rock Shelter**

Les matières premières collectées à Klasies sont très variables, en particulier du point de vue de la granulométrie. La présence d'apatite n'avait encore jamais été rapportée sur les sites MSA. L'une est très claire, légèrement rosée, l'autre est rouge clair. Leur texture peut laisser penser à une origine non naturelle. Par rapport à Diepkloof, les ferricrètes sont beaucoup plus rares, et les grès plus fréquents. Du point de vue de l'origine des matières premières, un approvisionnement local est probable, bien qu'un approvisionnement sur de plus longues distances reste envisageable (Figure 89). La sélection opérée sur les matières premières lors de la phase de transformation pourra éclairer davantage les choix anthropiques.

e. Transformations

- **Traitement thermique**

Pour discuter de l'éventualité d'un traitement thermique, nous ne disposons que des analyses de surface par diffraction de rayons X, moins sensibles que l'analyse sur poudre. Elles permettent cependant de dégager une tendance forte : la maghémite n'apparaît jamais sur les diffractogrammes. Seule l'hématite ou la goethite sont identifiées. Une hématite aux caractéristiques proches d'une hématite « anormale », c'est-à-dire présentant un élargissement anisotrope des raies et une inversion d'intensité, est en revanche observée dans un tiers des échantillons analysés. Ces échantillons ont pu être chauffés en conditions oxydantes ou très peu réductrices, conduisant à la transformation de goethite en hématite « anormale ». Un contact direct avec de la matière organique est très peu probable.

On trouve des d'échantillons d'hématite « anormale » dans trois des quatre couches. A chaque fois, à part un échantillon isolé, les autres sont répartis par lots de trois ou quatre dans un même carré. Cette répartition non aléatoire laisse supposer une chauffe en une seule fois s'il y a eu chauffe. Aucun foyer en place n'a été décrit dans les couches 16 à 13, mais la présence de lentilles charbonneuses et de lentilles de cendres témoigne que des feux ont bien été pratiqués sur le site. Il serait intéressant de déterminer par observation des cristaux au MET si toutes les hématites d'un même « lot » proviennent d'un chauffage de goethite, ce qui pourrait laisser envisager une chauffe intentionnelle.

- **Transformations mécaniques**

Stigmates de percussion

Les fractures nettes sont relativement fréquentes, elles sont observées sur plus de 18 % des pièces (N=15). En revanche, les stigmates de percussion sont plus rares (N=4). Sur les blocs où des fractures et facettes d'usure sont observées simultanément, les traces d'usure sont susceptibles d'être postérieures à la fracture dans deux cas sur quatre.

Traces d'usure

Les traces d'usure s'assimilent, dans la majorité des cas, à des facettes d'abrasion (groupes de stries parallèles à subparallèle, profil plan ou convexe régulier). Toutefois, plusieurs objets présentent des faces planes et émoussées mais pas de stries (Figure 90C). L'aspect régulier de la face émoussée laisse penser à une facette abrasée dont les stries ont été entièrement émoussées. Ces pièces sont considérées comme potentiellement abrasées. Au total, près de 16 % des pièces présentent des traces d'abrasion, pourcentage qui pourrait s'élever à 27 % si on considère les traces d'usure plus contestables (N=22).

Morphologie des blocs facettés

Aucune forme géométrique n'a pu être identifiée parmi les blocs facettés examinés. Deux objets seulement ont un apex constitué d'au moins trois facettes convergentes.

Encoches

Le plus grand des blocs du corpus étudié, d'une longueur maximale de plus de 7 cm, se distingue du reste des pièces étudiées par plusieurs aspects. L'objet, tabulaire, présente une fracture sur le côté, peut-être un enlèvement. L'autre côté est abrasé (facette oblique par rapport à la base de la pièce). L'une des bases est également en partie abrasée, et marquée de

deux encoches au profil arrondi (Figure 90A). Elles semblent avoir été réalisées en une seule étape, avec un objet émoussé au profil arrondi et non tranchant. Le fond de l'encoche est jaune, de même que quelques zones sur les côtés, tandis que le reste de la pièce est rouge vif à rouge foncé. Ce bloc est sans conteste particulier. Ce n'est pas une gravure du point de vue du procédé, comme une des pièces de niveaux plus anciens (d'Errico et al ; 2011), mais il pourrait s'agir de marques intentionnelles[31].

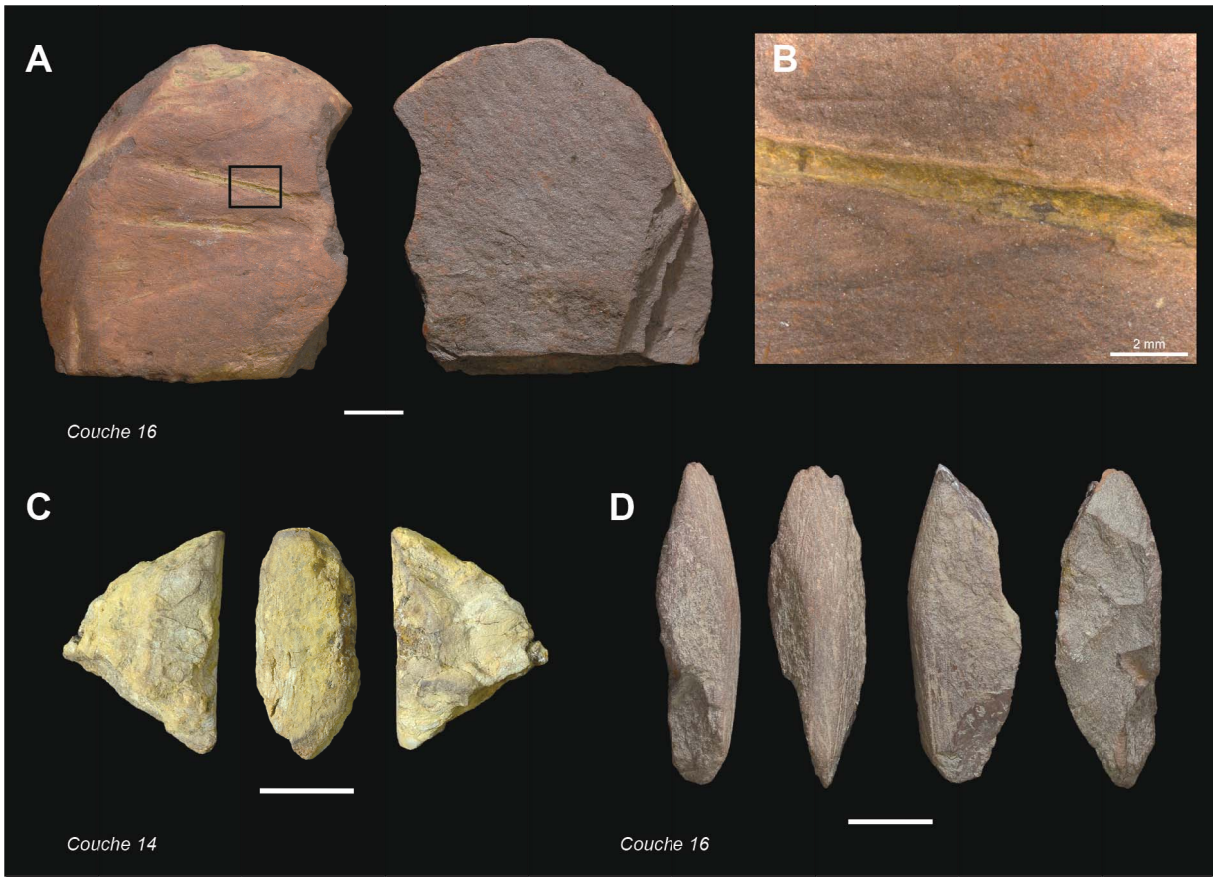


Figure 90 – Pièces avec traces d'usure ou possibles traces d'usure. Bloc de shale avec traces d'abrasion et encoches (A) et détail d'une des encoches (B) ; Bloc de shale jaune avec face aplanie émoussée, peut-être abrasée (C) ; Bloc de shale présentant deux facettes d'usure, recoupée par une fracture ou des enlèvements (D). ***Barre d'échelle : 1 cm.***

- **Synthèse et comparaison avec Diepkloof Rock Shelter**

A Klasies, l'étape de fragmentation des blocs apparait plus marquée qu'à Diepkloof, les fractures étant plus nettes. Ceci s'explique par la nature des matières premières concernées, très peu laminées et ne se délitant pas nécessairement selon des plans de lamination.

[31] Ce type de traces nécessiterait la mise en place d'expérimentations adaptées. Cette étape supplémentaire nécessaire pour proposer une interprétation cohérente dépasse cependant le cadre établi dans ce travail.

Après fragmentation, les blocs ont été abrasés. Etant donné l'absence de mise en forme particulière des blocs, notamment la faible proportion de pièces « appointées », une application directe semble peu probable. L'abrasion est très certainement orientée vers la production de poudre. Le corpus est trop faible pour exclure la possibilité de raclage en parallèle. La présence d'encoches n'a pu être interprétée en l'absence d'expérimentations spécifiques.

Un chauffage avant l'abrasion ou après abandon est possible. Il faudrait pour attester définitivement le chauffage comparer avec des hématites naturelles proches du site et réaliser quelques observations au MET. Seuls deux des blocs pouvant résulter d'une chauffe sont abrasés.

f. Sélection des matières premières

Parmi les pièces facettées, au nombre de treize, douze sont des roches à grains fins, dont dix shales. Ces derniers pourraient donc avoir été préférentiellement choisis pour l'abrasion (Figure 91 ; Tableau 44). La même tendance est observée en ce qui concerne les pièces ayant peut-être été facettées, huit sur neuf étant des roches à grains fins. En revanche, aucun ferricrète n'apparait clairement abrasé. Ces résultats sont compatibles avec ceux décrits par I. Watts (2002), qui établit que la majorité des pièces facettées sont des shales (30 sur 48). D'après cette étude, le reste est surtout constitué de grès tandis que seulement deux « oxydes de fer » facettés ont été décomptés.

Du point de vue de la teinte, seules les matières premières rouges apparaissent clairement abrasées. Toutefois, des facettes émoussées sont visibles sur deux pièces de teinte jaune (Tableau 45 ; Figure 91).

	Roche à grains fins		**Oxyde de fer**		**Grès**		**Apatite**		**Ind.**		**Total**	
	N	**%**	**N**	**%**	**N**	**%**	**N**	**%**	**N**	**%**	**N**	**%**
Facetté	12	85.7	0	0.0	1	7.1	0	7.1	0	0.0	13	**15.9**
Indéterminé	7	87.5	1	12.5	0	0.0	1	0.0	0	0.0	9	**11.0**
Non facetté	40	66.7	8	13.3	7	11.7	1	1.7	4	6.7	60	**73.2**
Total	**59**	**72.0**	**9**	**11.0**	**8**	**9.8**	**2**	**2.4**	**4**	**4.9**	**82**	**100.0**

Tableau 44 – Nombres et pourcentages de pièces en fonction de leur matière première et de la présence de facettes.

	Rouge		Jaune		Rouge, Jaune		Clair, rougeâtre		Clair, jaunâtre		Total
	N	%	N	%	N	%	N	%	N	%	
Facetté	11	78.6	0	0.0	2	14.3	1	7.1	0	0.0	**14**
Indéterminé	6	75.0	2	25.0	0	0.0	0	0.0	0	0.0	**8**
Non facetté	30	50.8	25	42.4	4	6.8	0	0.0	1	7.1	**60**
Total	**47**	**57.3**	**27**	**32.9**	**6**	**7.3**	**1**	**1.2**	**1**	**1.2**	**82**

Tableau 45 – Nombres et pourcentages de pièces en fonction de leur teinte et de la présence de facettes.

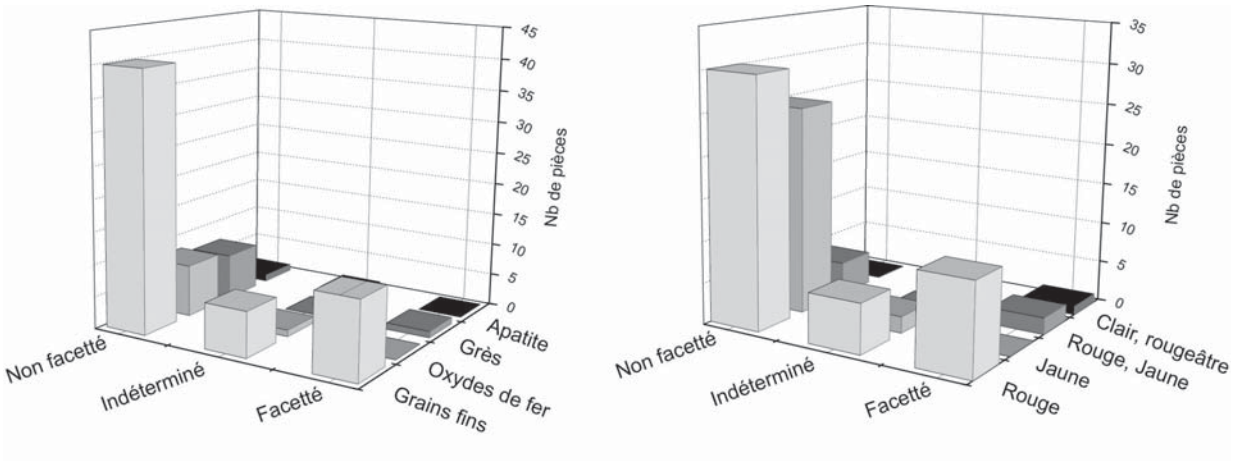


Figure 91 – Nombre de pièces avec ou sans facette en fonction de la matière première et en fonction de la teinte.

- **Comparaison avec Diepkloof et discussion**

L'exploitation des matières premières à Klasies ne suit donc pas les mêmes modalités de sélection qu'à Diepkloof, si l'on compare les proportions différentes de shales et d'oxydes de fer transformés sur les deux sites.

Plus encore que Diepkloof, le site de Klasies pose la question de l'intérêt porté aux matériaux jaunes et indirectement à la goethite. A Diepkloof, aucune pièce jaune n'est répertoriée, et la goethite est présente très marginalement. Si quelques ferricrètes ont pu contenir initialement de la goethite, nous avons conclu à une collecte non intentionnelle, hématite et goethite pouvant être confondues du fait de leur apparence et de leur occurrence simultanée sur une même source. A Klasies, cette hypothèse est exclue, étant donné le nombre important de blocs jaunes. Il reste donc deux hypothèses possibles, non exclusives pour expliquer la collecte régulière de goethite : soit elle a été exploitée en tant que telle ; soit elle a été collectée pour être transformée en hématite par chauffage. Le fait que deux pièces jaunes au moins puissent avoir été abrasées soutient la première hypothèse. Au niveau du chauffage, les indices de chauffe observés sont trop faibles pour permettre d'affirmer la chauffe et encore plus

pour trancher entre chauffe accidentelle ou intentionnelle. Les deux hypothèses sont toutefois compatibles.

Finalement, le fait que non pas un, mais peut-être deux matériaux colorés (hématite, goethite), ont été collectés puis abrasés, tend à favoriser une utilisation comme matière colorante. Les fonctions d'abrasif ou siccatif sont peu probables étant donné l'abandon des pièces les plus riches en fer. Une utilisation comme charge n'est pas exclue, mais l'étude des blocs d'ocre seule ne peut permettre de trancher.

Chapitre IV. Discussion : de Diepkloof Rock Shelter au MSA d'Afrique australe

Il convient à présent de replacer les données acquises dans un contexte plus global, pour discuter de plusieurs questions clés à l'échelle du site, puis à l'échelle régionale.

Le site de Diepkloof rock Shelter présente plusieurs particularités à la lumière desquelles les résultats peuvent être discutés, en mettant notamment en parallèle les différents types de production, motifs gravés, poudre colorée, et industries lithiques, pour mieux cerner comment l'exploitation de l'ocre s'intègre du point de vue socio-économique, technique et éventuellement symbolique dans les complexes culturels se succédant à Diepkloof.

A l'échelle régionale, nous aborderons la difficile question de l'influence de l'environnement local en opposition à l'influence du contexte culturel sur les pratiques associées à l'exploitation de l'ocre, depuis la collecte jusqu'à l'utilisation. La question au cœur de cette réflexion est celle du statut du matériau « ocre ». En parallèle, la façon dont l'ocre est exploitée dans différents sites du MSA pourra aussi contribuer à la restitution des différentes cultures s'étant succédé au cours du MSA entre environ 100 et 50 ka en Afrique australe.

IV.1. L'ocre à Diepkloof Rock Shelter, mise en perspective

IV.1.1. Stratégies d'approvisionnement

Plusieurs points importants ont été mis en évidence dans les stratégies d'approvisionnement à Diepkloof : les shales locaux ont probablement été exploités, mais de manière secondaire ; des nodules de ferricrètes d'origine non déterminée ont été apportés et exploités en parallèle ; des nodules ou fragments de nodules de ferricrètes acquis à plus de 20 km du site ont été apportés et partiellement exploités à partir de l'Intermediate Howiesons Poort.

Ces modalités d'exploitation recoupent en partie celles des matières premières mises en jeu dans la production des industries lithiques. Ainsi, de manière générale, les matières premières dominantes sont soit des matières premières locales soit des matières premières allochtones, tandis que des matières premières semi-locales, pourtant présentes à moins d'une dizaine de kilomètres du site en amont et en aval, n'ont été que très peu exploitées (Porraz, 2009 ; en préparation).

Les sources de ferricrètes et shales non locaux sont quant à elles globalement réparties dans la même aire que celles des silcrètes non locaux, au sud sud-est de l'abri, à plus de 20 km, et même pour la majorité à plus de 40 km (Porraz et al., 2008). Des silcrètes de textures similaires sont également reportés plus au Nord, en lien avec des terrasses tertiaires à quaternaires, également à plus de 20 km du site. Les prospections en ce qui concerne les ferricrètes ont été limitées dans ce secteur (une seule source échantillonnée par G. Porraz, Ferr 4), ce qui constitue sans doute, avec le secteur du Cederberg plus à l'Est, une piste à approfondir pour lever certaines indéterminations quant à la provenance d'une partie des ferricrètes et des formes indurées de shales. **Le fait que des sources géographiquement proches ont été exploitées pour l'acquisition des ferricrètes et des silcrètes suggère des déplacements non spécifiques à l'acquisition d'un seul type de matériau.**

La forme sous laquelle les blocs ont été apportés sur le site n'a pu être que partiellement discutée jusque là, étant donné la difficulté d'établir l'état initial des pièces. Shale et quartzite apparaissent quelquefois sous forme de fragments massifs, de taille plus élevée que la majorité des pièces, ce qui est concordant avec leur origine locale, où le transport est facilité. Pour les

ferricrètes, l'absence de pièces de grande taille pourrait indiquer un apport privilégié de petits nodules ou de fragments préalablement concassés. Cette hypothèse est en accord avec le choix opéré sur les silcrètes, apportés sous forme de petits nodules ou nucléus (Porraz et al., 2008 ; soumis). Pour les ferricrètes allochtones, nous avons pu observer au niveau des sources que les nodules étaient de taille variable, et qu'ils peuvent être de plus grande taille que ceux trouvés sur le site (jusqu'à 10 cm environ). Une sélection en fonction de la taille a donc probablement eu lieu, au moins pour les ferricrètes des formations Malmesbury. **Cette sélection suggère une mobilité importante, ce qui constitue élément supplémentaire en faveur de déplacements non spécifiques à un matériau, voire non spécifique à l'acquisition de matières premières minérales.**

Il existe toutefois au moins une différence importante dans les stratégies d'approvisionnement en ferricrète et en silcrète, en l'état actuel des connaissances. En effet, alors que l'exploitation de silcrètes allochtones devient prépondérantes au début de l'Early Howiesons Poort, voire dès la fin du Still Bay (Porraz et al., soumis), les ferricrètes provenant des mêmes formations n'apparaissent qu'à l'Intermediate Howiesons Poort, au niveau de l'US Joy. Cette US est également particulière en ce qui concerne les silcrètes, puisqu'on constate une nette augmentation de la proportion de matières premières allochtones entre cette US et l'US précédente Jack. **Ces données tendent à montrer non pas un changement synchrone dans les stratégies d'approvisionnement au début de l'HP, mais peut être des changements en plusieurs temps, les stratégies d'acquisition de l'ocre n'étant pas modifiées en même temps que celles relevant de la production d'outils. Si cette hypothèse est confirmée, elle pourrait permettre de préciser les mécanismes qui ont contribué aux différents changements survenus au cours de l'Howiesons Poort à Diepkloof.**

IV.1.2. Chaînes opératoires

Une chaîne opératoire dominante a été mise en évidence à Diepkloof, avec deux variantes si on considère la différence de fragmentation entre les shales et les ferricrètes. Si les premiers ont été nécessairement fragmentés, et non les seconds, l'un comme l'autre ont été abrasés pour produire de la poudre. Les étapes postérieures à la production de poudre ne sont cependant pas connues en l'absence d'indices tangibles comme des outils ou contenants ayant pu servir à mélanger, appliquer ou contenir la poudre ou un mélange.

Il existe d'autres incertitudes en ce qui concerne les chaînes opératoires telles que nous avons pu les décrire : une partie des shales a pu être concassée puis broyée; certains blocs ont pu être frottés sur des matériaux tendres comme la peau.

La faible quantité de résidus de poudre rouge dans les dépôts ne permet pas d'envisager la présence d'ateliers de broyage tels que ceux décrits par exemple à Arcy-sur-Cure dans les niveaux Châtelperroniens, où les épandages de poudre sont fréquents et organisés spatialement (Salomon, 2009). Si l'organisation spatiale des vestiges à Diepkloof ne reflète pas celle de l'occupation étant donné la remobilisation des vestiges, la présence de nombreuses lentilles cendreuses et charbonneuses, indique que les activités anthropiques ont bien été enregistrées dans les dépôts (Miller et al., 2011 ; soumis), rendant l'absence d'épandage de poudre rouge significative dans les niveaux supérieurs. Toutefois la surface fouillée pour les niveaux inférieurs reste relativement faible. L'hypothèse d'un broyage reste donc possible pour le Still Bay et les niveaux inférieurs.

En l'état des connaissances, une seule chaîne opératoire, basée sur l'abrasion, est clairement identifiée à partir de l'étude des blocs d'ocre et du contexte dans son ensemble.

La continuité apparente avec laquelle cette chaîne s'exprime tout au long de la séquence contraste avec la succession des différents technocomplexes, chacun mettant en jeu des chaînes opératoires distinctes pour la production d'outils de typologie elle-même distincte. Il est nécessaire toutefois de s'interroger sur cette absence de changements.

Tout d'abord, reflète-elle une continuité ou une convergence de choix dans le procédé comme une adaptation à la matière travaillée ou au but au sein des techno-complexes qui se sont succédés ? Du point de vue des techno-complexes, plusieurs indices montrent que cette succession n'est pas le fait de ruptures de transmission, comme cela pourrait se produire en cas de remplacement de population, mais plutôt de changements opérés graduellement et *in situ* (Porraz et al., soumis). Entre le Still Bay et l'Howiesons Poort par exemple, le changement dans le choix des matières premières commence à s'amorcer dès la fin du Still Bay, tandis que des pointes bifaciales sont encore présentes au début de l'Early Howiesons Poort. On peut donc bien parler de continuité, plutôt que de convergence. Cependant, les propriétés mécaniques des matériaux sélectionnés ne changent pas fondamentalement au cours du temps. Leur dureté par exemple reste toujours forte (au moins supérieure ou égale à celle de la calcite) pour un matériau qui doit être réduit en poudre. Les contraintes induites par le choix de matière première ne changent donc pas.

Si l'hypothèse d'une continuité semble privilégiée, une deuxième question se pose : s'agit-il d'une continuité technique ou d'une continuité d'organisation de la chaîne de transformation ? Bien que transformer l'ocre relève de gestes successifs et pas seulement de la mise en œuvre d'une technique, il est difficile d'argumenter en faveur de cette proposition. En effet, la forme des pièces abrasées et l'intensité avec laquelle elles ont été consommées sont variables, ce qui suggère une transformation qui ne nécessite pas d'opérer des gestes ou des mouvements calculés pour parvenir au but recherché. L'adaptation à la forme initiale du bloc, repérée sur les objets tabulaires en opposition aux objets irréguliers, relève davantage d'une question de confort de l'opérateur (prise en main et application de la force) que d'une question de qualité du produit fini. En d'autres termes, les seules actions de fragmenter et d'abraser l'ocre ne représentent pas un schéma opératoire complexe : il n'est pas nécessaire d'acquérir une longue expérience pour sa réalisation, au contraire de la réalisation d'outils en pierre par façonnage ou débitage (Pelegrin, 1991 ; 1995 ; Roux et al., 1995).

Cela signifie que sa mise en œuvre ne requiert pas une transmission rigoureuse de savoir-faire. Il est donc possible qu'elle se soit transmise sans interruption malgré des contraintes internes ou externes. Plusieurs auteurs ont en effet montré l'influence de l'environnement et du contexte social sur la transmission des savoir-faire et les changements culturels (voir Leroi-Gourhan, 1964 ; Roux et al., 1995 ; Shennan, 2000). Par exemple, plus un procédé demande d'investissement en terme d'apprentissage, plus il est soumis aux contraintes sociales.

La souplesse de la chaîne opératoire basée sur l'abrasion d'une part, et des choix de matières premières très similaires au cours du temps d'autre part, pourraient donc expliquer l'absence de changements notables au niveau de la production de poudre d'oxydes de fer à Diepkloof. Il faudrait pour montrer des changements (ou des continuités) d'ordre technique connaître les étapes qui succèdent à la production de poudre.

Toutefois, cela ne suffit pas à expliquer pourquoi l'exploitation de matière première riche en fer perdure alors même que de nombreux changements sont observés, comme l'apparition des gravures sur les œufs d'autruche, ou les changements d'organisation dans l'occupation du site. Un point important nécessite d'être pris en compte, la question de la fonction de l'usage qui a été fait de ce matériau.

IV.1.3. Fonction de l'ocre

Au terme du croisement des données sur les matières premières et les transformations, nous avons pu mettre en évidence différents critères de sélection, ce qui a conduit à différentes hypothèses sur les fonctions possibles de l'ocre. Si les shales sont exploités en parallèle des ferricrètes, le caractère exogène de ces derniers montre que leurs propriétés ont été spécifiquement recherchées pour remplir une ou plusieurs fonctions particulières. De fait, une utilisation comme charge dans les adhésifs s'est avérée peu probable (granulométrie trop fine et taux de fer trop élevés). L'utilisation comme abrasif est possible, mais elle ne suffit pas à expliquer seule la transformation des shales en parallèle de l'hématite, en particulier pour l'Howiesons Poort (dureté des argiles faible). **Trois autres hypothèses sont donc privilégiées, une utilisation comme matériau siccatif, matériau couvrant (pour protéger des surfaces) et matériau colorant.**

Les données recueillies par ailleurs sur le site concordent en grande partie avec ces hypothèses. Tout d'abord l'examen des ensembles lithiques des différents niveaux n'a mis en évidence que très peu d'objets ocrés. Ceux que nous avons étudiés ne s'assimilent pas à des outils potentiellement emmanchés. De plus, aucune des nombreuses pièces à dos retrouvées dans l'Howiesons Poort ne présente de résidus d'ocre au niveau du dos (Porraz, communication personnelle), et les résidus d'adhésif analysés par ailleurs sont constitués de résine seule (Charrié-Duhault et al., soumis). La fonction de charge dans les adhésifs est donc très peu probable.

En ce qui concerne l'utilisation comme abrasif, on constate l'absence d'industrie osseuse ou d'objets de parures en matières minérales tendres, objets les plus souvent associés à l'emploi de l'hématite comme abrasif (San Ruan, 1990 ; White, 1996 ; Allard et al., 1990 ; voir Chapitre II.1.3). Bien que l'état de conservation des restes fauniques soit variable, ils sont présents tout au long de la séquence (Steele et Klein, soumis). Cette fonction semble donc elle aussi peu probable.

Cependant, ni l'hypothèse d'une utilisation comme agent siccatif et protecteur, ni celle d'une utilisation comme matière colorante n'ont pu être corroborées par d'autres données. Aucun résidu d'ocre n'est présent sur les grattoirs, racloirs ou autres outils examinés et susceptibles d'avoir été utilisés pour le traitement de la peau par exemple. L'étude fonctionnelle des outils est pour l'instant trop peu avancée pour savoir si de la peau animale a été travaillée ou

non à Diepkloof (Igreja-Dearaujo et Porraz, soumis). Il n'y a pas non plus de suspicion que les quelques tablettes et fragments de quartzite découverts dans les niveaux archéologiques portent de traces de peinture. Quant aux œufs d'autruche, nous avons vu qu'ils ne portent pas de traces de coloration (Texier er al., 2010).

En résumé, quelle qu'ait été la fonction de l'ocre, il est peu probable qu'elle ait un lien avec les vestiges qui nous sont parvenus. **Cela implique une utilisation sur des surfaces non conservées, en particulier sur des matériaux organiques ou dans le cas de la peinture, une utilisation corporelle. Les trois hypothèses principales ne peuvent donc être départagées à partir de l'observation du contexte archéologique.** Si l'on se réfère aux quelques exemples ethnographiques que nous avons détaillés, il est tout à fait envisageable que plusieurs fonctions aient été mises en œuvre simultanément dans des contextes différents, voire dans un même contexte (voir également Rifkin, 2012b). L'exemple le plus parlant est celui d'une utilisation pour la conservation/protection des peaux animales, puisqu'alors l'action siccative comme l'action couvrante participe au rôle utilitaire, tandis que le pouvoir colorant intrinsèque au matériau peut ajouter une valeur esthétique (fonction de matière colorante).

Du point de vue diachronique, nous n'avons pas observé de changements dans la minéralogie des matières premières sélectionnées, des pièces riches en fer étant invariablement exploitées sur le site, en parallèle de pièces plus riches en argiles. Le principal changement détecté en ce qui concerne les matières premières est un changement de stratégies d'acquisition, ce qui ne permet pas d'affirmer un changement de fonction. Il faudrait pour voir éventuellement apparaître des changements significatifs dans l'exploitation des différentes catégories de matières premières étudier un corpus plus important pour les niveaux inférieurs. A ce stade des recherches, il n'est donc pas possible de discerner s'il y a eu un changement de fonction au cours du temps.

Nous atteignons ici les limites du raisonnement déductif proposé pour interpréter aussi bien les données acquises dans le cadre de ce travail que celles issues du contexte général.

On ne peut toutefois manquer de faire le parallèle entre la production de poudre colorée et colorante d'une part, et la réalisation de motifs au moyen de la technique de la gravure d'autre part, à partir de la fin de l'Early Howiesons Poort. La variabilité des motifs des gravures apparait suffisante pour montrer une réelle maîtrise dans la manipulation de ces signes, et d'une

capacité d'innovation (Texier et al., 2010 ; en préparation). Est-il possible dans ce cas qu'il y ait eu une transposition de cette maîtrise à d'autres techniques, c'est-à-dire est-ce que la peinture a pu être utilisée en parallèle, sur d'autres médias qui ne se seraient pas conservés ? Ou est-ce au contraire parce qu'il y avait déjà une maîtrise de la technique de la peinture avant l'Howiesons Poort que la gravure a pu se développer ? Il ne s'agit que de questionnements et de spéculations en l'absence de faits archéologiques tangibles à Diepkloof, mais qui se devaient au moins d'être évoqués pour illustrer les enjeux que représente l'interprétation des données sur l'utilisation de l'ocre.

IV.1.4. Statut et rôle de l'ocre à Diepkloof

Bien que nous n'ayons pu trancher entre plusieurs fonctions pour l'ocre, la question de son statut reste la question majeure, puisque c'est par elle que nous pourrons tenter de comprendre la longue tradition d'acquisition et de réduction en poudre de matériaux ferrugineux rouges mise en évidence à Diepkloof.

Nous avons vu à quel point il était vain de tenter de démêler les considérations à l'origine de telle ou telle fonction, tant les cas varient et tant les considérations se mêlent généralement l'une à l'autre (voir chapitre II.1.3). La valeur « utilitaire » ou « symbolique » de l'ocre ne peut donc être discutée de façon directe, d'autant moins compte tenu de l'indétermination sur sa fonction. En dehors de la fonction qu'ils occupent, de nombreux matériaux peuvent acquérir un « statut » ou une « valeur » propre au sein d'une culture. Souvent, lorsque c'est le cas, on parle de « valeur symbolique », en opposition à « utilitaire » et à un usage quotidien (Moncel et al., 2009). Il ne s'agit pas de la ou des valeurs associées à une fonction ou une utilisation spécifique, mais celle associée à un contexte dans son ensemble. Nous nous proposons d'étendre cette notion aux autres « valeurs » définies dans ce travail, à savoir par exemple esthétique ou indexique, et de parler ainsi de statut. Le contexte archéologique est nécessairement le moyen le plus direct pour discuter de ce statut (contexte funéraire ou site d'habitat par exemple), mais il est possible également de considérer l'investissement que son acquisition et sa transformation requiert (Kuhn et Stiner, 2007 ; Wilkins, 2010).

Du point de vue des stratégies d'approvisionnement, nous avons pu montrer une acquisition sur de longues distances, corrélées à des déplacements non spécifiques. Il n'y a donc pas lieu de penser que « l'ocre », ait pu avoir un statut différent des silcrètes par exemple.

L'aspect particulier des ferricrètes et des shales non locaux ne suffit pas à leur attribuer un statut différent. La pièce entièrement abrasée en forme de pyramide est le seul indice qui laisse penser à un traitement particulier, mais l'absence de redondance de tels objets ne permet pas d'y voir un élément significatif. La possibilité d'un approvisionnement plus lointain, impliquant la région du Cederberg, est une piste non négligeable qui pourrait potentiellement mettre en évidence des schémas d'acquisition plus complexes.

Du point de vue des procédés de transformations, les étapes de la chaîne opératoire reconstituée ne permettent pas en l'état actuel des données de montrer qu'un investissement important a été apporté à la transformation de l'ocre.

Du point de vue du contexte, nous n'avons que très peu d'indices sur les activités pratiquées sur le site et leur organisation. Tout suggère qu'il s'agit d'un site d'habitat, mais on ne peut aller plus loin.

Les activités liées à l'ocre sont cependant bel et bien ancrées dans les modes de vie des différents complexes « culturels » identifiés. Le fait même qu'il n'y ait pas d'arrêt d'exploitation au niveau des transitions entre l'anté-Still Bay et le Still Bay, puis entre celui-ci et l'Early Howiesons Poort, montre que cette dernière dépasse un cadre culturel restreint. Les chaînes opératoires en jeu dans ces différents techno-complexes impliquent en effet des conceptions différentes de l'outil produit. De même, la production de gravures sur un objet comme un contenant pour liquide en œuf d'autruche implique une autre considération de cet « objet » à partir de l'Early Howiesons Poort, moment où elle apparait. Le fait que l'exploitation de l'ocre perdure, selon un critère de sélection qui semble constant, pourrait laisser penser que l'ocre occupait une place à part à Diepkloof, soit parce qu'elle représentait un avantage certain du point de vue technique (rôle purement utilitaire), soit selon d'autres considérations que le contexte ne permet pas de discuter plus avant.

Cette question doit donc être abordée à présent dans un contexte élargi, à l'échelle de l'Afrique australe. L'ensemble des données acquises et le résultat de cette discussion peut être synthétisé, en vue d'une comparaison avec d'autres sites (Figure 92).

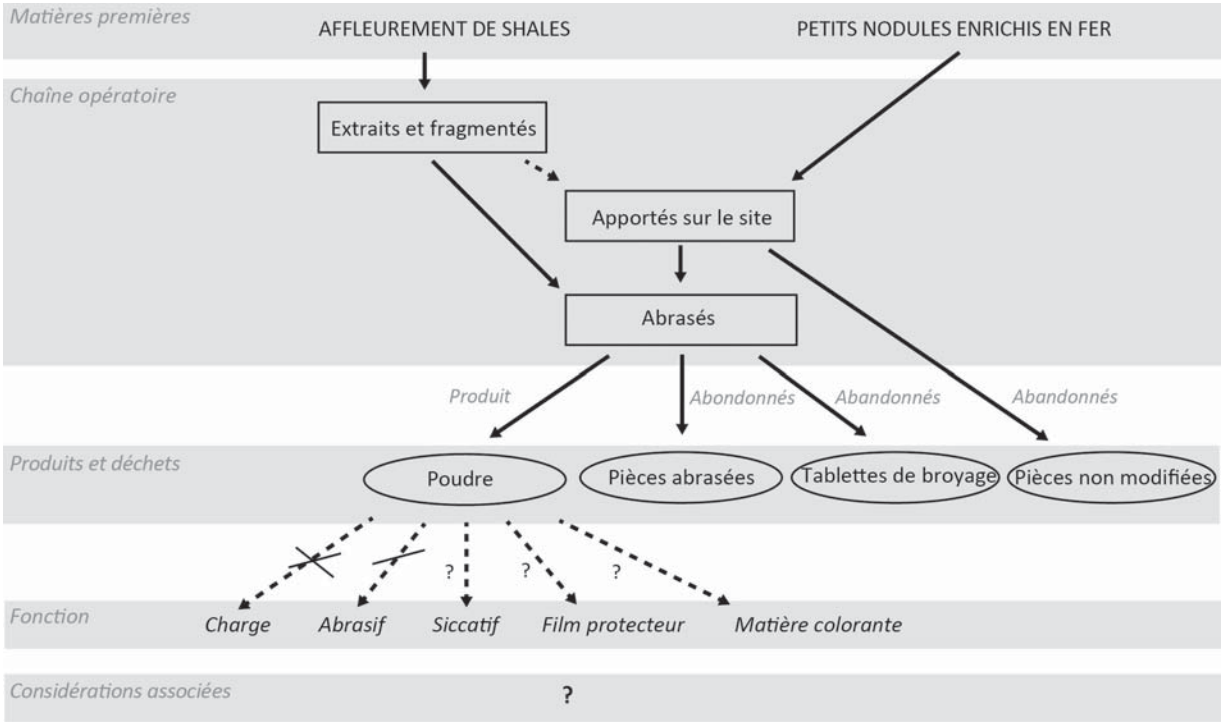


Figure 92 – Schéma de synthèse illustrant les différentes étapes de l'exploitation de l'ocre à Diepkloof, collecte de la matière première, chaîne opératoire de transformation et enfin hypothèse sur les fonctions possibles. Les étapes intermédiaires suivant la production de poudre et précédant l'utilisation ne sont pas connues, et les considérations associées difficiles à établir sans comparaison avec d'autres sites.

IV.2. Mise en perspective dans le contexte du MSA d'Afrique australe

IV.2.1. Acquisition et sélection de la matière première

Bien que près d'une quinzaine d'assemblages MSA aient fait l'objet d'un examen en ce qui concerne la matière première, la question de la provenance et des stratégies d'approvisionnement a été peu traitée. Cette question n'est abordée que sur les sites de Pinnacle Point et Blombos Cave. Du point de vue du contexte, la séquence de Pinnacle Point est en partie antérieure à celle de Diepkloof, estimée entre 160 et 90 ka environ (Marean et al., 2007). Celle de Blombos apparait en partie contemporaine, avec notamment une phase antérieure au Still Bay estimée à 100 ka, et deux phases Still Bay estimées entre 85 et 70 ka (Henshilwood et al., 2001 ; Jacobs et al., 2006). La question de la sélection des matières premières y est davantage développée, permettant des comparaisons avec les données de Diepkloof.

En premier lieu, il a été avancé que des pièces riches en oxydes de fer ont été préférentiellement exploitées à Pinnacle Point Cave 13B (Watts, 2010) et à Blombos Cave (Henshilwood et al., 2001). Ainsi, les proportions « d'oxydes de fer[32] » transformés sont plus élevées que pour les shales ou les siltstones. Sur ces deux sites, toutefois, comme à Diepkloof, les quantités de roches à grains fins, shales ou silstones, sont globalement plus élevées que celles des « oxydes de fer » (en nombre). A Blombos notamment, des siltstones ont été concassés et broyés, au moins au niveau de la phase M3, la plus ancienne (Henshilwood et al., 2011). Les roches à grains fins pourraient donc y avoir été davantage exploitées que ce que suggèrent les traces d'usure sur les blocs. De même qu'à Diepkloof, il n'est pas possible de déterminer avec certitude si les roches fortement ferruginisées (« oxydes de fer », ferricrètes ou shales indurés) ont été plus exploitées que les roches à grains fins peu ferruginisées, (shales et siltstones), même si l'état actuel des pièces pourrait le laisser supposer. A Diepkloof, seule la différence dans les stratégies d'acquisition a permis de trancher en faveur d'une sélection intentionnelle.

[32] Catégorie définie à l'observation, en évaluant la densité et le degré d'altération de la roche

Les données de Klasies concernant l'Howiesons Poort contrastent en revanche. Dans les niveaux HP, les roches à grains fins sont à la fois prépondérantes et préférentiellement transformées. Les roches plus riches en fer n'y sont pas spécifiquement collectées et encore moins transformées.

Les similitudes observées entre Pinnacle Point et Blombos Cave pourraient être le reflet d'un contexte géologique proche, du fait, entre autres, de la proximité des shales Bokkeveld (Watts, 2010). De manière générale, I. Watts a montré que le contexte géologique pouvait être à l'origine de différences régionales dans le choix des matières premières sur quelques uns des sites majeurs où l'ocre a été exploitée (Watts, 1998 ; 1999 ; 2002). Pour Klasies, il n'est pas possible de conclure, étant donné l'absence de données sur l'abondance relative entre shales et ferricrètes dans l'environnement local. En revanche, Diepkloof est géographiquement éloigné de ces trois sites, et le contexte géologique y est différent. Les formations Bokkeveld en particulier sont très éloignées du site, tandis que d'autres formations affleurent à proximité, comme les shales Klipheuwel. De ce point de vue, l'exploitation de roches à grains fins et de roches riches en fer sur trois sites différents pourrait refléter une « convergence » ou une origine commune dans les besoins en matières premières, autant qu'une adaptation à l'environnement.

En ce qui concerne la teinte des matières premières, Klasies se distingue également des trois autres sites décrits par la présence de matières premières jaunes. Ce n'est pas le seul site où de l'ocre jaune a été reporté, puisqu'on en trouve également à Apollo 11 (Namibie), Hollow Rock Shelter et Umhlatuzana (Watts, 2002). Des traces de transformation apparaissent sur certains des blocs jaunes, montrant qu'ils ont bien été utilisés pour leur teinte. Au contraire, à Diepkloof les données sur le chauffage de l'ocre et les contextes géologiques locaux nous semble indiquer que la goethite, et donc l'ocre jaune, n'a pas été particulièrement exploitée (voir Wadley, 2009 ; chapitre III.4.4).

Du point de vue diachronique, les quelques changements décrits dans les proportions de matières premières à Blombos et Pinnacle Point sont interprétées comme le résultat des variations du niveau de la mer (Henshilwood et al., 2001 ; Watts, 2009 ; 2010). En cela, le contexte de Diepkloof apparait beaucoup plus favorable pour discuter de changements dans les stratégies d'acquisition.

IV.2.2. Transformation et chaînes opératoires

Les procédés de transformation de l'ocre ont été décrits sur plusieurs sites en Afrique du Sud, en particulier Sibudu Cave, Blombos Cave, Pinnacle Point et dans une moindre mesure à Klein Kliphuis. Le site où les chaînes opératoires de transformation sont le mieux décrites est celui de Blombos. Près de six procédés de transformation y sont répertoriés : abrasion, raclage, concassage, broyage, mélange avec un liant, et gravures, impliqués dans différentes productions (Henshilwood et al., 2001 ; 2002 ; 2009 ; 2011 ; Watts, 2009).

Cette variété de procédés contraste clairement avec la prépondérance de l'abrasion, et la rareté du raclage à Diepkloof, ainsi qu'à Sibudu Cave (Hodgskiss, 2010). De manière générale, l'abrasion est majoritaire sur tous les sites actuellement étudiés (Watts, 2002 ; Avery et al., 2008 ; MacKay, 2010) (Tableau 46). A Pinnacle Point, le raclage est plus fréquent mais reste également limité (Watts, 2010).

Le raclage a été associé à deux reprises à un choix technique plus adapté à la faible dureté des matériaux traités (Watts, 2009 ; 2010 ; Rifkin, 2011). La dureté et la cohérence des shales locaux et des ferricrètes à Diepkloof est en accord avec cette observation, leur dureté étant proche ou supérieure à 3 selon l'échelle de Mohs, comme les matières premières abrasées à Pinnacle Points, au contraire d'une grande partie des pièces raclées à Blombos. **Les différences observées relèvent donc *a priori* d'une adaptation du choix du procédé à la matière première collectée.**

La gravure et la transformation secondaire des blocs après mise en forme en « crayons » apparaissent également caractéristiques de l'assemblage de Blombos. D'autres gravures sur blocs d'ocre ont été reportées, notamment à Klein Kliphuis (MacKay et Welz, 2008) et Klaises River Mouth (Singer et Wymer, 1982 ; d'Errico et al., 2011). Celles de Blombos s'approchent davantage d'un motif organisé, répondant à une recherche de symétrie (d'Errico et al., 2011). Concernant la transformation secondaire des « crayons », au vu du caractère récent des expérimentations réalisées pour la diagnostiquer, un réexamen des assemblages précédemment examinés serait nécessaire avant d'affirmer qu'il est spécifique à Blombos.

Gravure et application directe sur un support sont plus difficiles à lier à une adaptation comme c'est le cas pour le raclage.

Les implications en ce qui concerne la gravure de motifs ont été discutées par plusieurs auteurs, et sont davantage associées à la question de la valeur symbolique de l'ocre et, de

manière générale, aux comportements « symboliques » au sens large (Henshilwood, 2009 ; Conard, 2010 ; Henshilwood et Dubreuil, 2011 ; Henshilwood et d'Errico, 2012).

Le fait d'appliquer la poudre, soit directement, soit en la mélangeant à un liant implique deux chaînes opératoires bien distinctes. Ceci pourrait être lié à deux objectifs différents, comme deux fonctions différentes par exemple, ou à des choix de supports de nature différente. Dans l'optique d'une production de peinture, il pourrait également s'agir de deux étapes différentes, d'abord l'esquisse au « crayon », puis la peinture, fait qui a été observé dans certains contextes d'art pariétal (Clottes et al., 1996). Cet exemple est un cas particulier, mais il illustre bien l'intérêt de combiner les deux procédés. Quelle que soit leur mise en œuvre à Blombos, ils attestent d'une multiplication des étapes de transformation successives ou parallèles dans lesquelles l'ocre est impliquée. **Il est possible, au contraire de Diepkloof, d'envisager qu'il s'agisse d'une ou plusieurs traditions techniques, mêlant divers procédés et peut-être divers buts, mais basée sur la connaissance d'une classe de matériau unique, « l'ocre » (ou plus précisément les roches ferrugineuses).**

Si le cas de Blombos permet d'aller plus loin dans la description des chaînes opératoires et ce qu'elles impliquent en termes de comportements techniques, cela ne signifie pas pour autant qu'elles étaient moins avancées ou « rudimentaires » sur les autres sites. De nombreux outils en matière organique ont pu être impliqués dans ces chaînes, comme le bois, utilisé par ailleurs pour dans la fabrication de divers mélanges comme des poisons ou des adhésifs en contexte LSA (voir d'Errico et al., 2012).

Site	Procédés de transformation				Ocre sur le dos de pièces géométriques	Références
	Abrasion	Raclage	Incisions[1]	Gravure de motifs		
Afrique du Sud						
Blombos Cave	Présent	Présent	Présent	Présent	Pas d'HP	Henshilwood *et al*., 2002; 2009; Watts, 2009; Henshilwood *et al*., 2011
Border Cave	Probable					Beaumont, 1978 cited in Watts, 2002
Bushman Rock Shelter	Probable		Possible			Watts, 2002; 1998
Die Kelders	Probable			Absent	Pas d'HP	Avery *et al*., 1997; Tackeray, 2000
Diepkloof Rock Shelter	Présent	Possible	Présent (1 piece)	Absent	Absent	
Hollow Rock Shelter	Probable		Présent	Possible (2 pieces)	Pas d'HP	Evans, 1994; Watts, 2002
Klasies River Mouth	Présent	Présent	Présent (1 piece)		Absent (?)	Singer and Wymer, 1982; Wurz, 2000; Watts, 2002
Klein Kliphuis	Présent		Présent (1 pieces)	Possible (1 piece)	Absent (?)	MacKay, 2006; MacKay and Welz, 2008
Olieboompoort	Probable					Watts, 2002
Pinnacle Point Cave 13B	Présent	Présent	Présent (3 pieces)	Possible (1 piece)	Pas d'HP	Marean, 2007; Watts, 2010
Rose Cottage	Probable				Présent	Watts, 2002; Lombard, 2007
Sibudu Cave	Présent	Présent			Présent	Wadley, 2004; Wadley *et al*., 2009; Lombard, 2007; Hodgskiss, 2010
Umlathuzana	Probable				Présent	Watts, 2002; Lombard, 2007
Ysterfontein 1	Présent				Pas d'HP	Avery *et al*., 2008
Namibie						
Apollo 11 Cave	Présent		Présent			Wendt, 1976; Watts, 2002

Tableau 46 – Occurrence des différents procédés de transformation utilisé pour la production de poudre et présence d'indices d'utilisation comme charge pour les adhésif pour les principaux sites MSA d'Afrique australe dont les assemblages d'ocre ont été décrits.

IV.2.3. Fonctions et considérations associées à l'ocre

De même que dans ce travail, la fonction et la valeur « utilitaire » ou « symbolique » de l'ocre a été discutée à partir de différents éléments en Afrique australe, en particulier à partir de la sélection des matières premières, la présence ou l'absence de résidus d'ocre sur des objets associés à une utilisation, et dans quelques cas plus rares, à partir de la restitution des chaînes opératoires (Watts, 1999 ; 2002 ; 2009 ; 2010 ; Wadley et al., 2004 ; 2005 ; Hesnhilwood et al., 2009 ; 2011 ; Rifkin, 2011 ; d'Errico et al., 2011).

La fonction « utilitaire » la plus souvent mise en évidence sur des sites MSA est la fonction de charge dans les adhésifs, au travers de l'étude de résidus d'ocre sur des outils dont il a été montré par ailleurs qu'ils étaient emmanchés (Wadley, 2004 ; 2005 ; Lombard, 2007 ; Wadley et al., 2009). Trois sites ont livré des indices d'un tel usage, Sibudu Cave, Rose Cottage et enfin Umhlatuzana. La majorité des observations a été réalisée sur des pièces à dos attribuées à l'Howiesons Poort. Or, nous avons vu que cette fonction n'est pas compatible avec les données de cette étude ni avec l'analyse du matériel lithique de Diepkloof, en particulier pour l'Howiesons Poort, complexe qui est le mieux caractérisé du point de vue de l'ocre. **Ceci montre donc qu'il y a eu différents usages des matériaux ferrugineux en Afrique Australe, et pourrait suggérer qu'ils ont rempli différentes fonctions selon les sites, tout du moins au cours de l'Howiesons Poort.**

A Blombos Cave, la composition des résidus trouvés sur les deux lots d'outils trouvés dans les niveaux précédant le Still Bay, est compatible avec deux fonctions pour le mélange réalisé : protection ou décor d'une surface (Henshilwood et al., 2011). Ces fonctions sont davantage cohérentes avec les hypothèses proposées pour Diepkloof.

Tous les assemblages n'ont pas fait l'objet d'un examen spécifique en ce qui concerne les matières premières ou la présence d'ocre sur les outils. Toutefois, les données récemment publiées en ce qui concerne les assemblages lithiques de plusieurs sites comme par exemple Hollow Rock Shelter, Ysterfontein 1, Klein Kliphuis, Klaises River Mouth, Pinnacle Point Cave 13B, ou Blombos Cave, ne font pas état de la présence de résidus associés à des dispositifs d'emmanchements (Henshilwood et al., 2001 ; Villa et al., 2009 ; 2010 ; Avery et al., 2008 ; MacKay, 2010 ; Thompson et al., 2010 ; Hoberg et Larson, 2011). Parmi ces sites, deux ont livré une industrie Howiesons Poort, Klein Kliphuis et Klasies River Mouth. Du point de vue

géographique, ces sites ainsi que Diepkloof sont localisés au sud-ouest de l'Afrique du sud, tandis que ceux où un usage de l'ocre en lien avec la fabrication d'un adhésif a été postulé sont tous localisés au nord-est. **Cette répartition en deux aires suggère ainsi qu'il y ait eu des différences régionales dans l'usage de l'ocre.**

Cette différence pourrait avoir plusieurs origines, elle pourrait être le reflet d'adaptations régionales spécifiques, d'un choix strictement technique, ou encore d'un choix culturel, impliquant que l'ocre soit utilisée intentionnellement pour marquer une identité. La résine utilisée comme adhésif d'emmanchement à Diepkloof est issue d'un arbre, le bois jaune (*Podocarpus elongatus*), dont la répartition est actuellement restreinte à la région du Western Cap. Toutefois des restes de charbons indiquent l'exploitation d'un résineux de la même espèce à Sibudu (Wadley, 2001). Le choix d'ajouter de l'ocre dans un adhésif ne relève donc pas d'une adaptation directe à l'environnement. Du point de vue technique, il pourrait s'agir d'augmenter l'efficacité de l'adhésif (ou du projectile). L'absence de données sur la composition des résidus d'ocre et de la matière organique composant l'adhésif ne permet pas de conclure. **Cependant, ce choix, qu'il relève ou non d'une question d'efficacité, montre incontestablement une différence de comportements au niveau régional. Il est nécessaire de s'interroger alors sur le rôle qu'a pu jouer l'ocre de manière générale dans la mise en place des identités culturelles du MSA.**

IV.2.4. Statut de l'ocre : vers une reconstitution des dynamiques de changements au MSA ?

A l'échelle de l'Afrique australe, au moins cinq points majeurs parmi ceux discutés plus haut pourraient être significatifs pour définir ce que pourrait être le statut de l'ocre d'un point de vue général :

- Des schémas d'acquisition n'impliquant pas nécessairement de longues distances ou des déplacements spécifiques, mais répondant néanmoins à des besoins spécifiques ;
- La continuité d'exploitation de l'ocre de l'ante-Still-Bay au post-Howiesons Poort, mise en évidence à Diepkloof ;
- La diversité de procédés mis en jeu pour la transformation de l'ocre à Blombos Cave, témoignant de l'existence de plusieurs chaînes imbriquées ou au contraire relevant d'objectifs différents ;
- La possibilité que plusieurs fonctions aient été mises en œuvre simultanément ;
- Une différence régionale dans l'usage de l'ocre.

En l'état actuel des données, on ne peut montrer une acquisition spécifique de l'ocre. De ce point de vue, l'ocre, bien que recherchée pour des propriétés précises, n'a pas nécessairement un statut différent d'autres matériaux. Les données sur les stratégies d'approvisionnement restent toutefois lacunaires. Des zones d'ombre subsistent y compris à Diepkloof.

En revanche, l'investissement marqué pour sa transformation à Blombos, dans les niveaux ante-Still Bay, suggère que son statut n'est pas aussi secondaire qu'en apparence. La gravure sur au moins deux des pièces implique que les blocs en eux-mêmes ont pu acquérir un statut particulier, plutôt celui « d'objet » que de matière première pour produire de la poudre.

En ce qui concerne l'Howiesons Poort, nous avons montré que cette exploitation met en jeu différents usages et implique potentiellement différentes fonctions. Cette variété d'usages, associée à une exploitation qui persiste malgré les différents changements socio-économiques et techniques observés avant et pendant l'Howiesons Poort, suggère un statut propre. Le fait d'utiliser de l'ocre apparait au moins aussi important que la ou les fonctions mises en œuvre. Pour la fonction de charge par exemple, il existe bien d'autres matériaux davantage accessibles pour remplir cette fonction, comme les cendres, le sable, etc. (Dickson, 1981). Le choix de l'ocre pourrait donc être significatif de la place accordée au matériau en lui-même. Cette hypothèse

s'accorde également avec le fait que chronologiquement l'utilisation comme charge n'apparait qu'après une augmentation de la fréquence d'exploitation de l'ocre (l'utilisation comme charge est avérée à l'Howiesons Poort, éventuellement à Still Bay, pas avant) (Wadley, 2004 ; 2005 ; Lombard, 2007 ; 2008).

Dans l'ensemble donc, l'exploitation de l'ocre au MSA ne répond pas aux modalités d'exploitation d'un matériau « précieux » ni spécifiquement symbolique. Mais elle ne correspond pas non plus complètement à ce qu'on pourrait attendre d'un matériau uniquement « utilitaire ».

Quel rôle dans ce cas pourrait jouer un tel matériau ? L'hypothèse qu'il puisse constituer un marqueur identitaire et jouer un rôle dans l'organisation sociale des sociétés MSA apparait comme la plus à même de rendre compte des observations archéologiques comme des hypothèses que nous venons d'élaborer. Il ne s'agit pas nécessairement d'un marqueur symbolique, mais d'un marqueur passif potentiel tel qu'un index. Par exemple, le fait d'utiliser un adhésif avec de l'ocre rouge le colore, ce qui fait une différence de style « passif » (voir Sackett, 1892 ; 1986 ; Chase, 1991), avec un adhésif à base de résine comme celui de Diepkloof, de couleur noire. Cela ne signifie pas que l'intention première dans l'usage de l'ocre est la création d'un index, mais il a pu fonctionner comme tel. La même hypothèse s'applique si on considère un emploi de l'ocre pour protéger ou décorer des vêtements en peaux, et plus encore pour la transposition de ces mêmes fonctions sur le corps.

Le potentiel des « matières colorantes » comme marqueur identitaire, et son rôle dans les relations sociales, a été évalué par ailleurs, et comparé à celui des objets de parure, vu comme ayant un plus grand pouvoir d'encodage d'informations symboliques (Lock et Symes, 1999 ; Kuhn et Stiner, 2007). Un aperçu de quelques contextes d'utilisation de l'ocre documentés par des sources ethnographiques montre également son potentiel comme marqueur social, à différents niveaux, choix de supports spécifiques, utilisation différente selon les individus, et expression d'un « style » si des motifs sont réalisés. Est-ce envisageable pour le MSA ?

Plusieurs indices suggèrent des changements d'ordre sociaux au cours du MSA. Les changements observés dans la gestion de l'espace et du feu au cours de l'Howiesons Poort à l'échelle de l'Afrique australe procèdent probablement d'un changement dans l'organisation sociale des groupes (Deacon, 1995 ; Wadley et al., 2010 ; Miller et al., soumis). La production de

contenants en œufs d'autruche, et leur décor par gravure, est interprétée comme pouvant refléter des mutations d'ordre social (Texier, 2010). Les changements de stratégies d'acquisition observés à Diepkloof pour les matières premières lithiques apparaissent liés à une gestion différente du territoire, et donc à des changements d'odre socio-économiques. Enfin, les séries de perles découvertes à Blombos apparaissent davantage que l'ocre comme de potentiels marqueurs « culturels ». A quel point ces différents changements ont été motivés ou non par des changements environnementaux reste toutefois difficile à établir. Cependant, **les changements de stratégies d'approvisionnement en ocre à Diepkloof, corrélés à son possible rôle comme marqueur d'identité à une échelle régionale, entrent parfaitement dans un scénario de mutation dans l'organisation sociale des groupes humains au cours du MSA.**

Pour finir, les concepts et hypothèses introduits par L. Malafouris sont peut-être les mieux à même de retranscrire le rôle qu'a pu jouer l'ocre dans les changements observés, de même qu'elle décrit celui des perles en coquillages. Elle propose en effet que l'ornementation au moyen de perles contribue à une plus grande conscience de l'autre et de soi (Malafouris, 2008). L'ocre pourrait avoir joué ce rôle de par sa teinte particulière et sa capacité à « marquer », même passivement, une différence d'apparence entre des objets, des individus, des groupes. Ainsi, le fait même d'utiliser de l'ocre, quelle que soit la fonction mise en œuvre, aurait pu conduire à changer la vision que les individus et les groupes humains pouvaient avoir d'eux-mêmes, marquant peut-être une étape décisive dans l'acquisition d'une conscience collective et/ou individuelle.

Conclusion

Deux constats sur l'étude de l'ocre dans le contexte MSA en Afrique australe ont constitué le point de départ de ce travail :

- La question du symbolisme bien que souvent abordée reste difficile à appréhender à partir des vestiges archéologiques hors de leur contexte d'utilisation, et plus spécifiquement en ce qui concerne l'ocre.
- L'étude des matériaux, de leurs propriétés, et des stratégies mises en œuvre pour leur acquisition restait peu abordée dans ce contexte, alors même que la question des critères de sélection est cruciale pour discuter de la fonction de l'ocre.

Une approche globale a donc été mise en œuvre, qui a consisté à considérer les différents étapes de l'exploitation de l'ocre, depuis la collecte des matières premières jusqu'à leur utilisation, en mettant l'accent sur la classification des matières premières et les recherches de provenance à partir de l'analyse physico-chimique des matériaux.

L'état des lieux sur les modalités d'acquisition des matières premières, sur les chaînes opératoires de transformation, et sur les différentes fonctions de l'ocre, a permis d'en définir plus précisément chaque étape. Une discussion critique des sources ethnographiques souvent citées pour justifier une utilisation symbolique ou au contraire utilitaire montre qu'il n'est pas possible d'affirmer avec certitude laquelle de ces finalités domine en fonction des différents usages. On montre par contre qu'une part importante des pratiques mentionnées entre dans un cadre usuel plutôt que rituel. De là il apparait important de ne pas se limiter au rôle utilitaire ou symbolique[33] de l'ocre, mais de prendre aussi en compte le côté esthétique et éventuellement indexique. Les quelques recherches ethnographiques que nous avons entamées montrent qu'il reste encore beaucoup à apprendre de ces sources pour explorer les diverses pratiques liées au traitement et à l'usage de l'ocre, dans les limites inhérentes au contexte dans lequel les observations ont été faites.

L'étude de l'assemblage des ocres de Diepkloof, qui a représenté le cœur de cette recherche, permet de dresser un bilan dans une perspective méthodologique à la fois du point de vue de l'acquisition des données et de leur interprétation.

La caractérisation du matériel a tout d'abord nécessité de mettre en place un protocole adapté aux questionnements posés et aux contraintes de l'étude (possibilités de prélèvement limitées). Examen macroscopique et analyses physico-chimiques ont été combinés pour proposer un système de classement des matières premières, qui tient compte des problèmes de

[33] Selon la définition choisie dans ce travail, voir I.1.1.

leur variabilité de composition. L'application de différentes méthodes et protocoles établis précédemment pour les recherches de provenance a montré l'intérêt de croiser les données, pour palier la difficulté d'isoler des indices de provenance. La constitution d'un corpus géologique de référence s'est avérée essentielle pour tester les méthodes destructives avant d'envisager de les appliquer aux pièces archéologiques, et pour interpréter l'ensemble des données obtenues sur leur composition chimique et minéralogique.

L'adaptation concluante de ce protocole pour l'identification des matières premières sur un autre site, Klasies River Mouth, laisse envisager qu'il pourrait être adapté également à d'autres sites.

L'analyse physico-chimique et technologique du matériel à partir du protocole établi a permis de décrire les modalités d'acquisition des matières premières et les chaînes opératoires de transformation. En choisissant un corpus représentatif de l'ensemble de la séquence de Diepkloof, les données obtenues mettent en évidence une continuité dans l'exploitation de l'ocre. Les matières premières le plus souvent sélectionnées sont les plus riches en fer, tout du moins du point de vue des traces observées sur les blocs. Le procédé de réduction en poudre est principalement basé sur l'abrasion. Le changement le plus marquant est un changement dans les stratégies d'acquisition, des matières premières allochtones provenant d'un secteur particulier ayant été collectées à partir de l'Intermediate HP. L'étude d'un second corpus sur une zone plus étendue a confirmé les observations pour les unités supérieures de la séquence et montré une intensité notable de l'exploitation dans certains niveaux HP. Une discussion sur les critères possibles de sélection amène à proposer trois hypothèses de fonctions possibles pour la poudre produite : agent siccatif, couvrant ou matière colorante.

La comparaison de ces hypothèses avec celles proposées sur d'autres sites suggère une régionalisation dans l'usage de l'ocre. En parallèle d'une exploitation généralisée à l'échelle de l'Afrique australe, il y a donc bien des différences d'utilisation, comme l'avaient proposé certains auteurs. Ceci nous permet de renforcer l'idée déjà évoquée par ailleurs que ce matériau coloré a pu jouer le rôle de marqueur social, sans qu'une signification symbolique soit nécessaire. La prise en compte d'autres considérations que celles « utilitaires » et « symboliques », qui rendent mieux compte des différents usages de l'ocre, à savoir aussi « esthétiques » ou « indexique » par exemple, pourrait donc être une voie à explorer davantage pour mieux comprendre les faits archéologiques observés par ailleurs. Cela n'exclut en aucun cas un usage symbolique. Il ne s'agit pas de substituer des hypothèses à d'autres, mais de les enrichir, pour accéder à un niveau plus

général d'interprétation, où la façon dont un matériau est exploité (ou un objet fabriqué et utilisé) témoigne d'un statut dans le contexte considéré, plus directement accessible via l'observation des faits archéologiques.

En ce qui concerne l'acquisition des matières premières les interprétations à l'échelle de l'Afrique australe s'avèrent plus limitées en comparaison des conclusions sur l'usage de l'ocre. Ceci s'explique principalement par le fait que la recherche de provenance telle que nous l'avons menée, à partir de la caractérisation physico-chimique, et par comparaison avec un vaste corpus géologique, n'a encore été réalisée nulle part ailleurs dans ce contexte. Au terme de cette recherche, son potentiel apparait pourtant bien établi. En effet, seule cette approche basée sur la connaissance des sources et des matériaux les constituant permet de montrer un changement de stratégies impliquant des déplacements sur de plus longues distances. Ce changement d'ordre socio-économique entre parfaitement dans le schéma général d'une complexification de l'organisation sociale des groupes humains au MSA. Etablir à une plus grande échelle quand et comment ces changements se produisent pourrait participer à mieux comprendre les mécanismes en jeu et l'influence de différents facteurs comme la démographie, l'environnement et le contexte « culturel ».

Au final, la rareté des indices tangibles de la façon dont l'ocre a été utilisée au MSA peut laisser la place à beaucoup d'hypothèses et de suggestions, mais on ne peut se contenter d'en décrire seulement la présence ou l'absence, ou la façon dont les blocs ont été transformés. Il y a derrière cette utilisation des comportements spécifiques, indéniablement éloignés des comportements de subsistance nécessaires à la survie des groupes, qui ne peuvent être ignorés.

Liste des figures

Figure 1 – Localisation des sites Acheuléen et Fauresmith (ESA/MSA) où de l'ocre a été trouvée (en gris), et des sites MSA où l'ocre a été exploitée à partir de 160 ka, pour lesquels les assemblages ont été en partie décrits (en noir). Parmi les sites anciens, Kathu Pan est le seul pour lequel on peut montrer une exploitation. *22*

Figure 2 – Localisation de Diepkloof Rock Shelter et Klasies River Mouth. *31*

Figure 3 – Structure de la goethite et de l'hématite et comparaison entre les deux mailles cristallines (d'après Waychunas, 1991)..... *46*

Figure 4 – Structure des principales argiles (d'après Moore et Reynolds, 1989). *48*

Figure 5 – Schémas décrivant les mouvements possibles pour l'abrasion et le raclage d'un bloc d'ocre (ou tout autre matière minérale susceptible d'être réduite en poudre). Alors que le bloc est actif dans le premier cas, il est passif dans le second (outil : dessin M. Grenet). *63*

Figure 6 – Schéma illustrant les différentes étapes de transformation de l'ocre organisée selon les principales chaînes opératoires décrites en contexte archéologique. Les étapes non obligatoires sont indiquées par des traits gris. Lorsque différents types d'actions peuvent être utilisées pour réaliser une même étape, elles définissent des variantes de la chaîne principale. *70*

Figure 7 – Proposition de restitution du sous-système technique de l'ocre, à partir des différents éléments de bibliographie synthétisés et discutés dans ce chapitre. *91*

Figure 8 – Schéma illustrant le protocole d'étude du chauffage de la goethite par DRX et MET (Extrait de Pomiès, 1997). *102*

Figure 9 – Localisation de Diepkloof Rock Shelter, Western Cape. *109*

Figure 10 – Promontoire sur lequel se dresse l'abri et paysage environnant..... *110*

Figure 11 – Plan du site et de la fouille. Les secteurs fouillés ou en cours de fouille sont indiqués en gris. Trois zones distinctes peuvent être considérées, selon l'historique des fouilles. *111*

Figure 12 – Coupe frontale de la séquence complète de Diepkloof, au niveau du secteur principal, techno-complexes identifiés et datations les plus récentes obtenues par TL et OSL (Coupe : C. Miller et G. Porraz, DAO P.-J. Texier ; Séquence lithique : G. Porraz ; Datations : C. Tribolo, N. Mercier)...... *113*

Figure 13 – Outils caractéristiques des différents techno-complexes rencontrés dans la séquence de Diepkloof. A. Eclat triangulaire (pointe Levallois dans ce cas), pré-Still Bay (MSA type Mike). B. Pointe bifaciale foliacée Still Bay. C. Lame étranglée Howiesons Poort, phase intermédiaire. D. Pièces bi-tronquées caractéristiques de l'Howiesons Poort, phase tardive (Dessins : Michel Grenet)...... *117*

Figure 14 – Quelques uns des principaux motifs géométriques identifiés parmi les gravures (Photos : Pierre-Jean Texier). *119*

Figure 15 – Carte géologique des environs de Diepkloof Rock Shelter montrant les deux principaux systèmes de roches sédimentaires de la région, le système du Cap et le Système Nama. Des lits de shale sont indiqués dans certaines formations, mais rien ne permet de dire s'ils sont ou non ferrugineux. Des formations de ferricrètes issues de phénomènes tertiaires et quaternaires sont indiquées en certaines zones, parfois en relation avec les formations Malmesbury du système Nama. D'après la carte géologique au 1:250 000 de la région de la région de Clanwilliam (Visser et Theron, 1973)...... *126*

Figure 16 – Vue de quelques sources de shale. A : affleurement de shale situé au fond de l'abri, formations Table Mountain (Shale 1) ; B : affleurement de shale situé près d'Elands Bay, formations Klipheuwel (Shale 2) ; C : affleurement de shale localisé entre Redelinghuys et Piketberg, à environ 20 km de Diepkloof, formations Malmesbury (Shale 6) ; D : nodules de ferricrètes au ras du sol, formations tertiaires ou quaternaires, proche de formations Malmesbury (Ferr 2). *128*

Figure 17 – Localisation des sources principales répertoriées et prélevées au cours des prospections géologiques. *129*

Figure 18 – Protocole proposé comme point de départ pour la caractérisation des pièces archéologiques. Le choix des méthodes, leur domaine d'application, et le type de mise en œuvre à privilégier (en surface, sur poudre ou section) restent à préciser...... *131*

Figure 19 – Diagramme présentant les écarts relatifs entre EDXS et ICP pour les éléments majeurs et mineurs (teneurs >1%), pour un échantillon de shale avec Si et Al majeurs (14696ca) et pour un échantillon de ferricrète avec Fe majeur (14697a). *136*

Figure 20 – Comparaison entre les résultats d'analyse sur poudre pastillée et en surface par EDXS pour 4 échantillons géologiques. Pour les poudres, la moyenne et l'écart-type ont été calculées à partir de 6 zones d'analyses, contre 5 à 18 zones pour les surfaces, selon la planéité et la taille des échantillons. *137*

Figure 21 – Profils de composition déterminés par EDXS sur section de un échantillon de shale (Arch 6), comparé à la composition déterminée en surface. Une moyenne et un écart-type (droite et un rectangle gris) ont été calculés sur l'ensemble du profil (12 zones d'analyse). La moyenne et l'écart-type (point gris) ont été calculés à partir de 6 zones d'analyse en surface. Les résultats ont été normalisés à 100 %, en prenant en compte les éléments potentiellement présents dans les dépôts. *139*

Figure 22 – Diagramme présentant l'écart relatif entre les teneurs PIXE et ICP-MS en fonction des éléments traces, pour 3 échantillons de shales géologiques. Des différences supérieures à 20 % s'observent pour les éléments dont la raie principale est proche de celle du fer, soit avant (V, Cr), soit après (Ni, Cu, Zn, et Ga). *141*

Figure 23 – Comparaison entre les résultats d'analyse sur poudre pastillée et en surface par EDXS pour 4 échantillons géologiques. Moyennes et écart-types ont été calculés à partir de 3 zones d'analyses. *143*

Figure 24 – Comparaison des teneurs en Si, ainsi qu'en éléments traces en surface et section obtenues par PIXE sur un échantillon particulièrement touché par l'altération de surface (Arch 12, shale). Pour le silicium, le point gris correspond à la moyenne en surface, tandis que les points noirs correspondent à l'analyse en section, dont la moyenne et l'écart type sont représentés pour un rectangle gris et une droite. *144*

Figure 25 – Comparaison de l'analyse sur poudre (montage Bragg-Brentano) et de l'analyse en surface (montage faisceau parallèle) pour un échantillon archéologique riche en argiles (Arch 17, shale) et un autre riche en oxydes de fer (Arch 5, ferricrète). *148*

Figure 26 – Analyses par DRX sur section polie d'un échantillon de ferricrète archéologique (Arch 1), comparaison entre deux zones externes et une zone interne. *148*

Figure 27 – Arbre de décision établi pour la classification des matières premières par l'observation seule. *155*

Figure 28 – Images MEB en électrons rétrodiffusés montrant la microstructure des shales selon les sources, et diffractogrammes montrant leur composition minéralogique. *162*

Figure 29 – Suite figure précédente, image MEB et diffractogramme d'un échantillon de ferricrète géologique collecté sur l'une des sources associées aux formations Malmesbury. *163*

Figure 30 – Diagramme binaire des éléments majeurs fer et aluminium, exprimés en % d'oxydes, montrant les différences et similitudes de composition entre les sources de shale. *166*

Figure 31 – Composantes 1 et 2 de l'ACP I réalisées à partir de tous les éléments traces (N=36), discrimination selon le type de matière première. *166*

Figure 32 – Composantes 1 et 2 de l'ACP II réalisées sur les d'As, Cr, Ge, Nb, Nd, Pb et Th, discrimination entre les sources de shale. *166*

Figure 33 - Composantes 1 et 2 de l'ACP III réalisées sur les logs des rapports au fer de 10 éléments traces, discrimination selon le type de matière première. *169*

Figure 34 – Diagramme binaire log Sr/Fe et log Ba/Fe, éléments corrélés au fer dans les ferricrètes, discrimination selon le type de matière première. Ellipses de confiance : 95 %. *169*

Figure 35 - Composantes 1 et 2 de l'ACP IV réalisées sur les logs des rapports au fer des éléments As, Ba, Cr, Sb et V, discrimination entre les sources de shale. *169*

Figure 36 – Attribution de 10 échantillons archéologiques selon l'ACP I réalisées sur l'ensemble des éléments traces. Discrimination selon le type de matière première. *172*

Figure 37 - Attribution de 10 échantillons archéologiques selon l'ACP III réalisées sur les logs des rapports éléments traces/fer. *172*

Figure 38 – Attribution de 5 échantillons archéologiques selon l'ACP II sur une sélection d'éléments traces. Répartition des sources de shale. *173*

Figure 39 - Attribution de 5 échantillons archéologiques selon l'ACP IV réalisées sur une sélection de logs de rapports éléments traces sur le fer. Répartition des sources de shale. *173*

Figure 40 - Attribution de 5 échantillons archéologiques selon les diagrammes binaire de log As/Fe et log Ba/Fe Répartition des shales. *173*

Figure 41 – Répartition des shales archéologiques en fonction de leurs teneurs Fe_2O_3 et Al_2O_3. Les flèches indiquent ceux attribuables à la source shale 1, mais de composition en éléments majeurs différente de l'échantillonnage de cette source. 174

Figure 42 – Répartition des échantillons riches en goethite (jaune) ou en hématite (rouge) dans les sources de ferricrètes. 174

Figure 43 – Composantes 1 et 2 de l'ACP V réalisées à partir des logs des rapports d'As, Nb, Pb, Y (dosage ICP) et distribution des échantillons géologiques analysés par PIXE. 178

Figure 44– Diagramme binaire de log As/Fe et log Pb/Fe, distribution des échantillons géologiques analysés par PIXE. 178

Figure 45 –ACP V (dosage ICP) et attribution de 3 échantillons archéologiques analysés par PIXE. 179

Figure 46 – Diagramme binaire de log As/Fe et log Pb/Fe, attribution de 5 échantillons archéologiques analysés par PIXE. 179

Figure 47 – Schéma de synthèse établi à partir de différentes méthodes pour déterminer la provenance ou l'origine géologique d'ocre (shales) dans le contexte proche de Diepkloof Rock Shelter, Afrique du Sud. 180

Figure 48 – Cycle thermique imposé aux échantillons expérimentaux dans un four à moufle (A) et températures enregistrées à l'aplomb du feu expérimental, à la surface des sédiments, à 5 cm et à 10 cm en dessous du foyer (B). 184

Figure 49 – Disposition des pièces d'ocre et des thermocouples à l'aplomb du feu expérimental (ici surface), et vue du feu en fonctionnement. 184

Figure 50 – Diffractogramme d'une goethite synthétique (A) de la même goethite chauffée à 300°C (B) et d'une hématite naturelle bien cristallisée (C) (provenance : île d'Elbe). 186

Figure 51 – Largeur à mi-hauteur des raies de différentes hématites obtenues par chauffage (FWHM). Les raies (102), (104) et (024) sont systématiquement plus larges. Les raies (110) et (113) sont plus fines. Les raies de l'hématite produite à partir de goethite naturelle (14697c) sont toutes plus larges que celle de la goethite synthétique chauffée selon le même cycle de température. 186

Figure 52 –Diffractogrammes montrant les différentes transformations thermiques pouvant se produire lorsqu'une pièce est placée en surface des sédiments, directement sous le feu. Nodule de goethite (14697j) se transformant en hématite et maghémite (A) ; nodule d'hématite (15207a) se transformant en une phase intermédiaire entre maghémite et magnétite (B). 189

Figure 53 – Images en transmission des cristaux d'hématite obtenue par chauffage de goethite, une goethite synthétique chauffée au maximum à 480°C et une goethite naturelle (14697c) chauffée selon le même cycle. 190

Figure 54 – Courbes de thermoluminescence d'un échantillon géologique n'ayant pas subi de chauffe dans le passé (A) et de deux échantillons archéologiques chauffés (B et C). Aucune croissance en dose n'est observée pour l'échantillon géologique. Le signal augmente en fonction de la dose ajoutée pour les échantillons archéologiques. 194

Figure 55 – Schéma de synthèse des observations suivant trois méthodes, DRX, TL et MET, permettant de définir l'état de chauffe d'une ocre et l'oxyde d'origine. Les observations entre parenthèse indiquent les cas les moins probables. Les observations surlignées sont celles qui permettent les conclusions les plus fiables. 196

Figure 56 – Etat de surface après transformation des blocs et outils (exp. 3.2). A. Fragment de shale abrasé 15 min sur tablette de quartzite. B. Etat de la meule après l'abrasion de l'échantillon de shale. C. Nodule de ferricrète abrasé 15 min sur tablette de quartzite (exp. 5.2). D. Fragment de shale raclé 8 min avec un éclat en silcrète (exp. 2). 200

Figure 57 – Reconstitution des différentes étapes de l'abrasion d'un bloc de shale pour la production de poudre (2h de traitement, exp. 8). Les pointillés indiquent la zone tenue par l'expérimentateur, la double flèche la direction des stries et l'angle représente l'angle de dépouille aigu. 201

Figure 58 – Protocole mis en œuvre pour l'étude de l'assemblage de blocs d'ocre de Diepkloof Rock Shelter. . 204

Figure 59 – Distribution du nombre de pièces en fonction de leur longueur maximale. Il ne s'agit pas d'une distribution normale, mais elle peut s'apparenter à une distribution log normale. L'absence de pièces de taille inférieure à 0.5 cm est clairement le reflet de la sélection opérée par la maille du tamis. La classe supérieure, entre 0.5 et 1 cm, est très probablement sous-estimée également. 206

Figure 60 – Distribution du nombre de pièces en fonction de leur masse (représentation limitée aux masses inférieures à 20g). Plus la masse augmente, plus l'effectif diminue. Au-delà de 16g, on ne trouve que des pièces isolées. 207

Figure 61 – Exemples d'état de surface : ferricrète avec cortex lustré recoupé par des groupes de stries subparallèles, d'origine anthropique (A) ; shale à la surface légèrement lustrée parcouru de sillons sur une surface irrégulière, liée à la lamination naturelle de la roche. *208*

Figure 62 – Proportions des différentes matières premières identifiées au sein de l'assemblage (pourcentages en nombre de pièces). N=549. ..... *211*

Figure 63 – Distribution de la longueur maximale des pièces en fonction des trois principales catégories de matière première. Les box-plots représentent les quartiles ainsi que les minima et maxima (distribution non normale). *212*

Figure 64 – Distribution du volume des pièces en fonction des trois principales catégories de matière première. Les box-plots représentent les quartiles ainsi que les minima et maxima (distribution non normale). *213*

Figure 65 – Proportions en nombre, masse et volume des matières premières. La densité n'ayant été mesurée que pour les trois principales catégories, les grès et quartzite n'ont pas été pris en compte. Les résultats ont été normalisés à 100 %. *214*

Figure 66 – Résultats de l'analyse par DRX permettant d'identifier les phases minéralogiques pour les shales. Shale sans caractéristiques particulières, illite WCI et illite PCI toutes deux présentes (A). Shale avec uniquement illite PCI (B). Shale avec pyrophyllite (C). *218*

Figure 67 – Attribution de 6 shales archéologiques, avec illite bien cristallisée (WCI), ou illite plus ou moins bien cristallisée (WCI+PCI), selon l'ACP III réalisée à partir des logs des rapports des éléments traces corrélés au fer (ICP-MS). *220*

Figure 68 – Attribution de 5 shales archéologiques, avec illite bien cristallisée (WCI), ou illite plus ou moins bien cristallisée (WCI+PCI), selon le diagramme binaire log As/Fe en fonction de log Ba/Fe (ICP-MS). *220*

Figure 69 – Attribution de 2 shales archéologiques, avec illite bien cristallisée (WCI), ou illite plus ou moins bien cristallisée (WCI+PCI), selon l'ACP V réalisée sur les logs des rapports éléments traces/fer déterminées par analyses PIXE. *221*

Figure 70 – Observations à la loupe binoculaire et images MEB en électrons rétrodiffusés de différents types de cristaux d'oxydes de fer dans les ferricrètes. Globules fracturés constitué de cristaux fibreux orientés radialement (A). Cristaux prismatiques orientées radialement (B). Feuillets en amas (C). Tablettes dispersées au sein d'une fraction fine (D). *223*

Figure 71 – Attribution de 5 ferricrètes archéologiques, dont des ferricrètes de type 1 (à cristaux tabulaires) et de type 2 (à cristaux prismatiques), selon le diagramme binaire log Sr/Fe et log Ba/Fe. *224*

Figure 72 – Hypothèses de provenance des matières premières de nature ferrugineuse collectées et apportées sur le site, mettant en évidence différentes stratégies d'acquisition. Une première sphère d'influence très locale a été identifiée (5 km de diamètre maximum), ainsi qu'une seconde clairement non locale (au-delà de 20 km), selon deux directions, le sud-est d'une part, et probablement le nord-est (Cederberg). *227*

Figure 73 – Indices de chauffage décelés par DRX, TL et MET, dans trois pièces de ferricrètes. Hématite et maghémite, courbes de TL avec croissance en dose du signal : chauffé (A). Hématite avec élargissement anisotrope des raies, pores dans les cristaux: chauffage de goethite (B). Hématite et pores dans les cristaux : chauffage de goethite (C). Barre d'échelle photos : 1 cm. *230*

Figure 74 – Pièces facettées et détails des surfaces striées. Shale avec une facette d'abrasion recoupée par plusieurs fractures (A) ; ferricrètes avec facettes d'abrasion (B et C) ; et ferricrètes avec une face concave striée, recoupée par une fracture, soit raclée, soit abrasée sur une surface convexe (D). *234*

Figure 75 – Exemples de pièces intensément abrasées, une pièce entièrement facettée ayant une forme proche d'une pyramide (A) ; une pièce avec trois facettes convergentes, en « crayon », pointe sans usures secondaires (B) ; une pièce avec deux facettes latérales larges (2 « bases ») (C), une pièce une unique facette large (1 « base ») (D) (Photos : P.J. Texier et L. Dayet). *237*

Figure 76 – Tablettes de quartzite : A. présentant un dépôt « d'ocre », associé à un émoussé important de la surface, et des striations subparallèles au niveau du dépôt ; B. présentant une couche « d'ocre » (présence d'hématite) dont la surface porte des sillons parallèles. *240*

Figure 77 – Proportions des différentes matières premières parmi les pièces facettées. *242*

Figure 78 – Nombre de pièces avec ou sans facettes en fonction des matières premières. *243*

Figure 79 – Proportions des trois principales matières premières constituant les pièces facettées en nombre et en volume. Les grès et quartzite n'ont pas été pris en compte (leur volume n'a pas été déterminé) d'où une normalisation des résultats. *244*

Figure 80 – Diagrammes binaires de coordonnées L et a*, ainsi que des coordonnées a* et b* de différents échantillons géologiques, shales (rouge) ou ferricrètes (vert), à base de goethite ou d'hématite. 247*

Figure 81 – Répartition du nombre de pièces riches en fer (shale/ferricrète et de ferricrète) par unité stratigraphique, ainsi que du nombre de pièces allochtones. 253

Figure 82 – Répartition stratigraphique du nombre de pièces facettées. 254

Figure 83 – Comparaison des proportions (en nombre de pièces) des différentes matières premières constituant les pièces facettées, entre l'ensemble de la séquence et les deux phases Howiesons Poort étudiées. 263

Figure 84 – Répartition spatiale des pièces abrasées, en nombre de pièces et en volume représenté pour le Late Howiesons Poort. 265

Figure 85 – Répartition spatiale des pièces abrasées, en nombre de pièces et en volume représenté pour les couches Fred et Frank de la fin de l'Intermediate Howiesons Poort. 266

Figure 86 – Plan du site de Klasies River Main Site, et localisation des différentes campagnes de fouilles (modifié d'après Wurz, 2000). 267

Figure 87 – Proportion des différentes matières premières sur l'ensemble des pièces examinées, en nombre et en masse (N=82). 272

Figure 88 – Microstructures de roches à grains fins observées au MEB-EDXS en électrons rétrodiffusés. Microstructure en feuillets juxtaposés (A), et microstructure avec tablettes silteuses (taille entre 4 et 66µm) dispersées au sein de la fraction fine (B). Barre d'échelle photos : 1 cm. 274

Figure 89 – Carte géologique des environs de Klasies représentant les principales formations ayant pu être exploitées pour l'acquisition des roches à grains fins. 274

Figure 90 – Pièces avec traces d'usure ou possibles traces d'usure. Bloc de shale avec traces d'abrasion et encoches (A) et détail d'une des encoches (B) ; Bloc de shale jaune avec face aplanie émoussée, peut-être abrasée (C) ; Bloc de shale présentant deux facettes d'usure, recoupée par une fracture ou des enlèvements (D). Barre d'échelle : 1 cm. 277

Figure 91 – Nombre de pièces avec ou sans facette en fonction de la matière première et en fonction de la teinte. 279

Figure 92 – Schéma de synthèse illustrant les différentes étapes de l'exploitation de l'ocre à Diepkloof, collecte de la matière première, chaîne opératoire de transformation et enfin hypothèse sur les fonctions possibles. Les étapes intermédiaires suivant la production de poudre et précédant l'utilisation ne sont pas connues, et les considérations associées difficiles à établir sans comparaison avec d'autres sites. 292

Références Bibliographiques

Aitken, M.J., 1985. *Thermoluminescence dating*, Academic Press, London.

Alix, P., de Beaune, S., Deloge, H., Santallier, D., 2003. *Détermination et origine géologique de la matière première de l'industrie lithique du site magdalénien du Rocher de la Caille*, in: Deloge, H.e.L. (Ed.), Le Rocher de la Caille, un site magdalénien de plein air au Saut-du-Perron (Loire), Société préhistorique française, mémoire XXXI, Paris, pp. 63-75.

Allain, J., 1979. L'industrie lithique et osseuse de Lascaux, *Lascaux inconnu, XIIe supplément Gallia préhistoire*, Editions du CNRS, Paris.

Allain, J., Rigaud, A., 1989. Colles et mastics au Magdalénien., in: Olive, M., Taborin, Y. (Eds.), Nature et fonction des foyers préhistoriques. *Actes du Colloque international de Nemours (12-14 mai 1987), Association pour la Promotion de la Recherche Archéologique en Ile-de-France, Nemours,* pp. 221-223.

Allard, M., Drieux, M., Jarry, M., Pomiès, M.-P., Rodière, J., 1997. Perles en bois de renne du niveau 18 des Peyrugues, Orniac (Lot) : hypothèse sur l'origine du Protomagdalénien. *Paléo* 9, 355-369.

Ambrose, S.H., 2006. Howiesons Poort lithic raw material procurement patterns and the evolution of modern human behavior: A response to. *Journal of Human Evolution* 50 (3), 365-369.

Ambrosi, J.P., Nahon, D., 1986. Petrological and Geochemical differentiation of lateritic iron crust profiles. *Chemical Geology* 57, 371-393.

Arias, P., Laval, E., Menu, M., Sainz, C.G., Ontañón, R., 2011. Les colorants dans l'art pariétal et mobilier paléolithique de La Garma (Cantabrie, Espagne). *L'Anthropologie* 115 (3-4), 425-445.

Attard Montalto, N., Shortland, A., Rogers, K., 2012. The provenancing of ochres from the Neolithic Temple Period in Malta. *Journal of Archaeological Science* 39 (4), 1094-1102.

Audouin, F., Plisson, H., 1982. Les ocres et leurs témoins au Paléolithique en France: enquête et expériences sur leur validité archéologique. *Cahiers du Centre de Recherches Préhistoriques* 8, 33-80.

Avery, G., Cruz-Uribe, K., Goldberg, P., Grine, F.E., Klein, R.G., Lenardi, M.J., Marean, C.W., Rink, W.J., Schwarcz, H.P., Thackeray, A.I., Wilson, M.L., 1997. The 1992-1993 Excavations at the Die Kelders Middle and Later Stone Age Cave Site, South Africa. *Journal of Field Archaeology* 24 (3), 263-291.

Avery, G., Halkett, D., Orton, J., Steele, T., Tusenius, M., Klein, R., 2008. The Ysterfontein 1 Middle Stone Age Rock Shelter and the evolution of coastal foraging. *Goodwin Series* 10, 66-89.

Backwell, L., d'Errico, F., Wadley, L., 2008. Middle Stone Age bone tools from the Howiesons Poort layers, Sibudu Cave, South Africa. *Journal of Archaeological Science* 35 (6), 1566-1580.

Baffier, D., Beyries, S., Bodu, P., 1991. Histoire d'ocre à Pincevent. La question des lames ocrées, 25 ans d'études technologiques en préhistoire, *Actes des XIe Rencontres internationales et d'Histoire d'Antibes d'Archéologie, 18-20 oct*. 1990, Juan-les-Pins, APDCA, pp. 215-234.

Baffier, D., Girard, M., Menu, M., Vignaud, C., 1999. La couleur à la Grande Grotte d'Arcy-sur-Cure (Yonne). *L'Anthropologie* 103 (1), 1-21.

Barham, L.S., 1998. Possible Early Pigment Use in South-Central Africa. *Current Anthropology* 39 (5), 703-710.

Barham, L.S., 2002. Systematic Pigment Use in the Middle Pleistocene of South-Central Africa. *Current Anthropology* 43 (1), 181-190.

Beaumont, P.B., de Villiers, H., Vogel, J.C., 1978. Modern man in sub-Saharan Africa prior to 49.000 years BP: a review and evaluation with particular reference to Border Cave. *South African Journal of Science* 74, 409-419.

Beaumont, P.B., Vogel, J., 2006. On a timescale for the past million years of human history in central South Africa. *Journal of Science* 102, 217-228.

Beauvais, A., 1999. Geochemical balance of lateritization processes and climatic signatures in weathering profiles overlain by ferricretes in Central Africa. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 63, 3939-3957.

Beck, L., Lebon, M., Pichon, L., Menu, M., Chiotti, L., Nespoulet, R., Paillet, P., 2011. PIXE characterisation of prehistoric pigments from Abri Pataud (Dordogne, France). *X-Ray Spectrometry 40* (3), 219-223.

Beck, L., Salomon, H., Lahlil, S., Lebon, M., Odin, G.P., Coquinot, Y., Pichon, L., 2012. Non-destructive provenance differentiation of prehistoric pigments by external PIXE. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 273, 173-177.

Bernatchez, J.A., 2008. Geochemical Characterization of Archaeological Ochre at Nelson Bay Cave (Western Cape Province), South Africa. *The South African Archaeological Bulletin* 63 (187), 3-11.

Berndt, R.M., 1974. *Australian aboriginal religion*, Brill, Leiden.

Berndt, R.M., Berndt, C.H., 1964. *The world of the first Australians : an introduction to the traditional life of the Australian aborigines*, Angus and Robertson, Londres.

Beyries, S., 1983. Fonction et mode d'utilisation d'une série de lames ocrées capsiennes, Traces d'utilisation sur les outils néolithiques du Proche Orient. *Table ronde CNRS tenue à Lyon du 8 au 10 juin 1982, n°5, Cauvin, M.C.*

Beyries, S., Walter, P., 1996. Racloirs et colorants à Combe-Grenal : le problème de la retouche Quina. *Quaternaria Nova* 6, 167-185.

Bikiaris, D., Daniilia, S., Sotiropoulou, S., Katsimbiri, O., Pavlidou, E., Moutsatsou, A.P., Chryssoulakis, Y., 2000. Ochre-differentiation through micro-Raman and micro-FTIR spectroscopies: application on wall paintings at Meteora and Mount Athos, Greece. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 56 (1), 3-18.

Binford, L.R., 1980. Willow Smoke and Dogs' Tails: Hunter-Gatherer Settlement Systems and Archaeological Site Formation. *American Antiquity* 45 (1), 4-20.

Blatt, H., Tracy, R.J., 1996. *Petrology : igneous, sedimentary, and metamorphic.* 3rd ed., W.H. Freeman, New York.

Blauer, E., 1999. African Elegance, New Holland, Londres.

Bonneau, A., Pearce, D.G., Pollard, A.M., 2012. A multi-technique characterization and provenance study of the pigments used in San rock art, South Africa. J*ournal of Archaeological Science* 39 (2), 287-294.

Bordes, F., 1952. Sur l'usage probable de la peinture corporelle dans certaines tribus moustériennes. *Bulletin de la Société préhistorique française*, 169-171.

Botha, R., 2008. Prehistoric shell beads as a window on language evolution. Language & Communication 28 (3), 197-212.

Bouzouggar, A., Barton, N., Vanhaeren, M., d'Errico, F., Collcutt, S., Higham, T., Hodge, E., Parfitt, S., Rhodes, E., Schwenninger, J.-L., Stringer, C., Turner, E., Ward, S., Moutmir, A., Stambouli, A., 2007. 82,000-year-old shell beads from North Africa and implications for the origins of modern human behavior. PNAS 104 (24), 9964-9969.

Brandt, S.A., Weedman, K., 2002. The Ethnoarchaeology of Hide Working and Stone Tool use in Konso, Southern Ethiopia : an introduction, in: Beyries, S., Audoin-Rouzeau, F. (Eds.), Le Travail Du Cuir de La Prehistoire, APDCA, Antibes, pp. 113-130.

Broll, N., 1996. Caractérisation de solides cristallisés par diffraction X. Techniques de l'Ingénieur PE 1 080, 1-17.

Brown, K.S., Marean, C.W., Herries, A.I.R., Jacobs, Z., Tribolo, C., Braun, D., Roberts, D.L., Meyer, M.C., Bernatchez, J., 2009. Fire As an Engineering Tool of Early Modern Humans. *Science* 325 (5942), 859-862.

Buisson, D., Menu, M., Pinçon, G., Walter, P., 1989. Les objets colorés du Paléolithique supérieur : cas de la grotte de La Vache (Ariège). *Bulletin de la Société préhistorique française* 86 (6), 183-192.

Camilla, P., Aiello, L., 1997. Female Proto-symbolic Strategies, in: D, H.L. (Ed.), Women in Human Evolution, Routledge, London & New York.

Campbell, J.L., Hopman, T.L., J.A., M., Z., N., 2000. The Guelph PIXE Software Package93III : alternative proton data base. *Nucluar Instruments and Methods B* 170, 193-204.

Cartwright, C.R., soumis. Identifying the woody resources of Diepkloof Rock Shelter (South Africa) using scanning electron microscopy of the MSA wood charcoal assemblages. *Journal of Archaeological Science*.

Chahine, C., 2002. Évolution des techniques de fabrication du cuir et problèmes de conservation, in: Audoin-Rouzeau, F., Beyries, S. (Eds.), Le travail du cuir de la Préhistoire à nos jours, APDCA, *Antibes*, pp. 13-30.

Chalmin, E., Menu, M., Pomiès, M.-P., Vignaud, C., Aujoulat, N., Geneste, J.-M., 2004. Les blasons de Lascaux. *L'Anthropologie* 108 (5), 571-592.

Charrié-Duhaut, A., Porraz, G., Cartwright, C., Igreja, M., Connan, J., Poggenpoel, C., Texier, P., J. , soumis. First molecular identification of a hafting adhesive in the Late Howiesons Poort at Diepkloof Rock Shelter (Western Cape, South Africa)

Chase, P.G., 1991. Symbols and paleolithic artifacts: Style, standardization, and the imposition of arbitrary form. *Journal of Anthropological Archaeology* 10 (3), 193-214.

Chase, P.G., Dibble, H.L., 1987. Middle paleolithic symbolism: A review of current evidence and interpretations. *Journal of Anthropological Archaeology* 6 (3), 263-296.

Chazan, M., 2012. An Overview of ongoing research at Wonderwerk Cave, Northern Cape, *The 2012 Meeting of the Society of Africanist Archaeologists*, Toronto, June 20-23.

Chenorkian, 1996. *Pratique archéologique statistique et graphique*, Errance, Paris.

Clark, J.D., 1974. *Kalambo Falls prehistoric site, Volume II*, Cambridge University Press, Cambridge.

Clark, J.D., 1988. The Middle Stone Age of East Africa and the beginnings of regional identity. *Journal of World Prehistory* 2 (3), 235-305.

Clark, J.D., Williamson, K.D., Michels, J.W., Marean, C.A., 1984. A Middle Stone Age occupation site at Porc Epic Cave, Dire Dawa (east-central Ethiopia). *The African Archaeological Review* 2 (1), 37-71.

Clarke, J., 1976. Two Aboriginal Rock Art Pigments from Western Australia: Their Properties, Use, and Durability. *Studies in Conservation* 21 (3), 134-142.

Clottes, J., Menu, M., Walter, P., 1990. La préparation des peintures magdaléniennes des cavernes ariégeoises. *Bulletin de la Société Préhistorique Française* 87 (6), 170-192.

Collectif, 2001. *Les cahiers des terres et couleurs : les terres colorants, comment et où les produit-on*. 3ème édition ed., C2RMF, Paris.

Compton, J.S., 2011. Pleistocene sea-level fluctuations and human evolution on the southern coastal plain of South Africa. *Quaternary Science Reviews* 30 (5-6), 506-527.

Conard, N.J., 2008. A critical view of the evidence for a southern african origin of bahvioural modernity. *Goodwin Series* 10, 175-179.

Conard, N.J., 2010. Cultural modernity: Consensus or conundrum? *PNAS* 107 (17), 7621-7622.

Cooke, C.K., Summers, R., Robinson, K.R., 1966. Rhodesian prehistory re-examined: Part 1: The Stone Age. *Arnoldia Rhodesia* 2 (12), 1-8.

Cooper, J.M., 1946. The Patagonian and Pampean Hunters, in: Steward, J.H. (Ed.), *Handbook of South American Indians, vol. 1, The Marginal Tribes*. Smithsonian Institution, Bureau of American Ethnology, Bulletin 143, Government Printing Office, Washington, D.C., pp. 127-168.

Cornell, R., Schwertmann, U., 2003. *The Iron Oxides: Structure, Properties, Reactions, Occurrences and Uses*, VCH, Weinheim.

Couraud, C., 1983. Pour une étude méthodologique des colorants préhistoriques. *Bulletin de la Société Préhistorique Française* 80 (4), 104-110.

Couraud, C., 1988. Pigments utilisés en Préhistoire, provenance, préparation, mode d'utilisation. *L'Anthropologie* 92 (1), 17-28.

Couraud, C., 1991. Les pigments des grottes d'Arcy-sur-Cure (Yonne). *Gallia Préhistoire* 33, 17-52.

Couraud, C., Laming-Emperaire, A., 1979. Les colorants In Lascaux inconnus, *XIIe supplément à Gallia Préhistoire*, 153-170.

Crusswell, R., 1976. Techniques et cultures, les bases d'un programme de travail. *Techniques et cultures* 1, 7-59.

Cruz-Uribe, K., Klein, R.G., Avery, G., Avery, M., Halkett, D., Hart, T., Milo, R.G., Garth Sampson, C., Volman, T.P., 2003. Excavation of buried Late Acheulean (Mid-Quaternary) land surfaces at Duinefontein 2, Western Cape Province, South Africa. *Journal of Archaeological Science* 30 (5), 559-575.

d'Errico, F., 2003. The invisible frontier. A multiple species model for the origin of behavioral modernity. *Evolutionary Anthropology* 12, 188-202.

d'Errico, F., 2008. Le rouge et le noir: implications of early pigment use in Africa, the near East and Europe for the origin of cultural modernity. *South African Archaeological Society Goodwin Series* 10, 168–174.

d'Errico, F., Backwell, L.R., Wadley, L., 2012a. Identifying regional variability in Middle Stone Age bone technology: *The case of Sibudu Cave. Journal of Archaeological Science* 39 (7), 2479-2495.

d'Errico, F., Garcia Moreno, R., Rifkin, R.F., 2012b. Technological, elemental and colorimetric analysis of an engraved ochre fragment from the Middle Stone Age levels of Klasies River Cave 1, South Africa. *Journal of Archaeological Science* 39 (4), 942-952.

d'Errico, F., Henshilwood, C., 2012. The origin of symbolically mediated behaviour, in: Henshilwood, C., d'Errico, F. (Eds.), Homo symbolicus: *The Dawn of Language, Imagination and Spirituality*, John Benjamins Publishing Company, Amsterdam.

d'Errico, F., Henshilwood, C., Vanhaeren, M., van Niekerk, K., 2005. Nassarius kraussianus shell beads from Blombos Cave: evidence for symbolic behaviour in the Middle Stone Age. *Journal of Human Evolution* 48 (1), 3-24.

d'Errico, F., Henshilwood, C.S., 2007. Additional evidence for bone technology in the southern African Middle Stone Age. *Journal of Human Evolution* 52 (2), 142-163.

d'Errico, F., Nowell, A., 2000. A new look at the Berekhat Ram figurine: implications for the origins of symbolism. *Cambridge Archaeological Journal* 10, 123-167.

d'Errico, F., Vanhaeren, M., 2009. Earliest personal ornaments and their significance for the origin of language debate, in: Botha, R., Knight, C. (Eds.), *The Cradle of Language*, Oxford University Press, Oxford, pp. 16-40.

d'Errico, F., Salomon, H., Vignaud, C., Stringer, C., 2010. Pigments from the Middle Palaeolithic levels of Es-Skhul (Mount Carmel, Israel). *Journal of Archaeological Science* 37 (12), 3099-3110.

d'Errico, F., Stringer, C.B., 2011. Evolution, revolution or saltation scenario for the emergence of modern cultures? *Philosophical Transactions of the Royal Society B: Biological Sciences* 366 (1567), 1060-1069.

d'Errico, F., Vanhaeren, M., 2008b. Microscopic and technological analysis of decorated ochre crayons from Piekary IIa, layer 6. Implications for the emergence of symbolism in Europe, in: Sitlivy, Zieba, Sobczyk (Eds.), *Middle and Early Upper Palaeolithic of the Krakow region*. Piekary IIa, Musées royaux d'Art et d'Histoire, Bruxelles, pp. 149-160.

d'Errico, F., Vanhaeren, M., Wadley, L., 2008. Possible shell beads from the Middle Stone Age layers of Sibudu Cave, South Africa. *Journal of Archaeological Science* 35 (10), 2675-2685.

Darchuk, L., Tsybrii, Z., Worobiec, A., VÃ¡zquez, C., Palacios, O.M., Stefaniak, E.A., Gatto Rotondo, G., Sizov, F., Van Grieken, R., 2010. Argentinean prehistoric pigments'study by combined SEM/EDX and molecular spectroscopy. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 75 (5), 1398-1402.

Dart, R.A., Beaumont, P., 1969. Evidence of Iron Ore Mining in Southern Africa in the Middle Stone Age. *Current Anthropology* 10 (1), 127-128.

David, B., Clayton, E., Watchman, A., 1993. Initial results of PIXE analysis on northern Australian ochres. *Australian Archaeology* 36, 50-57.

Dayet, L., Daniel, F., Lefrais, Y., Dubernet, S., 2009. Analyse d'échantillons d'ocres et de coquilles d'oeufs gravés provenant de Diepkloof rock shelter (Afrique du sud), in: Texier, P., J. (Ed.), *Projet DIEPKLOOF (Western Cape, République d'Afrique du Sud) Rapport sur les travaux effectués du 16 octobre 2008 au 15 octobre 2009*.

de Balbín Behrmann, R., González, J.J.A., 2009. Les colorants de l'art paléolithique dans les grottes et en plein air. *L'Anthropologie* 113 (3-4), 559-601.

de Faria, D.L.A., Lopes, F.N., 2007. Heated goethite and natural hematite: Can Raman spectroscopy be used to differentiate them? *Vibrational Spectroscopy* 45 (2), 117-121.

de Faria, D.L.A., Venaüncio Silva, S., de Oliveira, M.T., 1997. Raman Microspectroscopy of Some Iron Oxides and Oxyhydroxides. *Journal of Raman Spectroscopy* 28, 873-878.

Deacon, H.J., 1995. Two Late Pleistocene-Holocene Archaeological Depositories from the Southern Cape, South Africa. *The South African Archaeological Bulletin* 50 (162), 121-131.

Deacon, H.J., Deacon, J., 1999. *Human Beginnings in South Africa: Uncovering the Secrets of the Stone Age*, Altamira Press, Walnut Creek.

Deacon, T.W., 1997. *The symbolic species: the co-evolution of language and the brain*, W.W. Norton & Company, New York.

Deer, W.A., Howie, R.A., J., Z., 1992. *An introduction to the rock-forming minerals*. 2ème édition ed., Longman Scientific & Technical, Harlow.

Deino, A.L., McBrearty, S., 2002. $^{40}Ar/^{39}Ar$ dating of the Kapthurin Formation, Baringo, Kenya. *Journal of Human Evolution* 42, 185-210.

Desaulty, A.-M., Mariet, C., Dillmann, P., Joron, J.L., Fluzin, P., 2008. A provenance study of iron archaeological artefacts by Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry multi-elemental analysis. *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy* 63 (11), 1253-1262.

Dickson, F.P., 1981. *Australian Stone Hatchets, a study in design and dynamics*, Academic press australia, Sydney.

Domínguez-Rodrigo, M., Mabulla, A., Luque, L., Thompson, J.W., Rink, J., Bushozi, P., Díez-Martin, F., Alcala, L., 2008. A new archaic Homo sapiens fossil from Lake Eyasi, Tanzania. *Journal of Human Evolution* 54 (6), 899-903.

Du Toit, 1954. *The Geology of South Africa*, Oliver & Boyd.

Dubreuil, L., Grosman, L., 2009. Ochre and hide-working at a Natufian burial place. *Antiquity* 83 (322), 935-954.

Durkheim, E., 1911. *Les formes élémentaires de la vie religieuse - Le système totémique en Australie, Quadrige* PUF, 7eme édition, 1985, Paris.

Einwögerer, T., Friesinger, H., Händel, M., Neugebauer-Maresch, C., Simon, U., Teschler-Nicola, M., 2006. pper Palaeolithic infant burials. Decorations on the bodies of newborns indicate that they were probably important in their community. 285. *Nature* 444, 285.

Eiselt, B.S., Popelka-Filcoff, R.S., Darling, J.A., Glascock, M.D., 2011. Hematite sources and archaeological ochres from Hohokam and O'odham sites in central Arizona: an experiment in type identification and characterization. *Journal of Archaeological Science* 38 (11), 3019-3028.

Elias, M., Chartier, C., Prévot, G., Garay, H., Vignaud, C., 2006. The colour of ochres explained by their composition. *Materials Science and Engineering*: B 127 (1), 70-80.

Erlandson, J.M., Robertson, J.D., Descantes, C., 1999. Geochemical Analysis of Eight Red Ochres from Western North America. *American Antiquity* 64 (3), 517-526.

Evans, U., 1994. Hollow Rock Shelter, a Middle Stone Age site in the Cederberg. *Southern African Field Archaeology* 3 (2), 63–73.

Fan, H., Song, B., Li, Q., 2006. Thermal behavior of goethite during transformation to hematite. *Materials Chemistry and Physics* 98 (1), 148-153.

Fiore, D., Maier, M., Parera, S.D., Orquera, L., Piana, E., 2008. Chemical analyses of the earliest pigment residues from the uttermost part of the planet (Beagle Channel region, Tierra del Fuego, Southern South America). *Journal of Archaeological Science* 35 (12), 3047-3056.

Flood, J., 1983. *Archaeology of the dreamtime*, University of Hawaii Press.

Froment, F., Tournié, A., Colomban, P., 2008. Raman identification of natural red to yellow pigments: ochre and iron-containing ores. *Journal Raman Spectroscopie* 39, 560-568.

Gallay, A., 2011. *Pour une ethnoarchéologie théorique : mérites et limites de l'analogie ethnographique*, Errance, Paris.

Geneste, J.-M., 1988. Systèmes d'approvisionnement en matières premières au Paléolithique moyen et au Paléolithique supérieur en Aquitaine, *L'Homme de Néandertal, La Mutation, Actes du Colloque International de Liège 4-7 décembre 1986*, Liège, pp. 61-70.

Gharrabi, M., Velde, B., Sagon, J.P., 1998. The transformation of illite to muscovite in pelitic rocks; constraints from X-ray diffraction. *Clays and Clay Minerals* 46, 79-88.

Gialanella, S., Belli, R., Dalmeri, G., Lonardelli, I., Mattarelli, M., Montagna, M., Toniutti, L., 2011. Artificial or natural origin of hematite-based red pigments in archaeological contexts: the case of Riparo Dalmeri (Trento, Italy). *Archaeometry* online, 1-13.

Gialanella, S., Girardi, F., Ischia, G., Lonardelli, I., Mattarelli, M., Montagna, M., 2010. On the goethite to hematite phase transformation. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* 102 (3), 867-873.

Glory, A., 1961. La grotte de Rigney (Doubs). Anciennes fouilles de M. Jacques Collot. *Bulletin de la Société préhistorique française* 58 (7), 389 - 400.

Godfrey-Smith, D., Ilani, S., 2004. Past thermal history of goethite and hematite fragments from Qafzeh Cave deduced from thermal activation characteristics of the 110°C TL peak of enclosed quartz grains. *Revue d'archéométrie* 28, 185-190.

Goldberg, P., Miller, C., Schiegl, S., Ligouis, B., Berna, F., Conard, N., Wadley, L., 2009. Bedding, hearths, and site maintenance in the Middle Stone Age of Sibudu Cave, KwaZulu-Natal, South Africa. Archaeological and Anthropological Sciences 1 (2), 95-122.

Grün, R., Beaumont, P., 2001. Border Cave revisited: a revised ESR chronology. *Journal of Human Evolution* 40 (6), 467-482.

Gualteri, A.F., Venturelli, P., 1999. In situ study of the goethite-hematite phase transformation by real time synchrotron. *American Mineralogist* 84, 895–904.

Guineau, G., 2005. *Glossaire des matériaux de la couleur : et des termes techniques employés dans les recettes de couleurs anciennes*, Brepols, Turnhout.

Guyodo, J.-N., Marchand, G., 2005. La percussion bipolaire sur enclume dans l'Ouest de la France de la fin du Paléolithique au Chalcolithique: une lecture économique et sociale. *Bulletin de la Société Préhistorique Française* 102 (3), 539-550.

Hamon, C., 2008. Functional analysis of stone grinding and polishing tools from the earliest Neolithic of north-western Europe. *Journal of Archaeological Science* 35 (6), 1502-1520.

Henshilwood, C., d'Errico, F., Vanhaeren, M., van Niekerk, K., Jacobs, Z., 2004. Middle Stone Age Shell Beads from South Africa. *Science* 304 (5669), 404.

Henshilwood, C., Dubreuil, B., 2011a. The Still Bay and Howiesons Poort, 77-59 ka: Symbolic Material Culture and the Evolution of the Mind during the African Middle Stone Age. *Current Anthropology* 52 (3), 361-400.

Henshilwood, C., Marean, C., 2003. The Origin of Modern Human Behavior: Critique of the Models and Their Test Implications. *Current Anthropology* 44 (5), 627-651.

Henshilwood, C.S., D'Errico, F., Marean, C.W., Milo, R.G., Yates, R., 2001. An early bone tool industry from the Middle Stone Age at Blombos Cave, South Africa: implications for the origins of modern human behaviour, symbolism and language. *Journal of Human Evolution* 41 (6), 631-678.

Henshilwood, C.S., d'Errico, F., van Niekerk, K.L., Coquinot, Y., Jacobs, Z., Lauritzen, S.-E., Menu, M., Garcia-Moreno, R., 2011. A 100,000-Year-Old Ochre-Processing Workshop at Blombos Cave, South Africa. *Science* 334 (6053), 219-222.

Henshilwood, C.S., d'Errico, F., Watts, I., 2009. Engraved ochres from the Middle Stone Age levels at Blombos Cave, South Africa. *Journal of Human Evolution* 57 (1), 27-47.

Henshilwood, C.S., d'Errico, F., Yates, R., Jacobs, Z., Tribolo, C., Duller, G.A.T., Mercier, N., Sealy, J.C., Valladas, H., Watts, I., Wintle, A.G., 2002. Emergence of Modern Human Behavior: Middle Stone Age Engravings from South Africa. *Science* 295 (5558), 1278-1280.

Henshilwood, C.S., Dubreuil, B., 2009. Reading the artifacts: gleaning language skills from the Middle Stone Age in southern Africa, in: Botha, R., Knight, C. (Eds.), *The Cradle of Language*, Oxford University Press, Oxford, pp. 41-61.

Henshilwood, C.S., Dubreuil, B., 2011b. The Still Bay and Howiesons Poort, 77-59 ka: Symbolic Material Culture and the Evolution of the Mind during the African Middle Stone Age. *Current Anthropology* 52 (3), 361-400.

Hodgskiss, T., 2010. Identifying grinding, scoring and rubbing use-wear on experimental ochre pieces. *Journal of Archaeological Science* 37 (12), 3344-3358.

Hoerle, S., Salomon, A., 2004. Microclimatic data and rock art conservation at game pass shelter in the kamberg nature reserve, kwazulu-natal. *South African Journal of Science*, 100, 100 (7-8), 2.

Högberg, A., Larsson, L., 2011. Lithic technology and behavioural modernity: New results from the Still Bay site, Hollow Rock Shelter, Western Cape Province, South Africa. *Journal of Human Evolution* 61 (2), 133-155.

Holtzapffel, T., 1985. Les minéraux argileux, préparation, analyse diffractométrique et détermination. *Société géologique du Nord*, S. G. N. 12.

Hovers, E., Shimon, I., Bar-Yosef, O., Vandermeersch, B., 2003. An Early Case of Color Symbolism: Ochre Use by Modern Humans in Qafzeh Cave. *Current Anthropology* 44 (4), 491-522.

How, M.W., 1962. *The mountain Bushmen of Basutoland*, J. L. van Schaik, Pretoria.

Ighilahriz, 1996. L'ocre dans l'Ibéraumorusien d'Afalou Bou-Rhummel (Algérie). *L'Anthroplogie* 100 (1), 77-87.

Igreja-Dearaujo, M., Porraz, G., soumis. First functional insights into the innovative Early Howiesons Poort technology at Diepkloof Rock Shelter (Western Cape, South Africa). *Journal of Archaeological Science*.

Inizan, M.-L., Reduron, M., Roche, H., Tixier, J., 1995. Technologie de la pierre taillée, vol. 4, C.R.E.P, Meudon.

Iriarte, E., Foyo, A., SÁNchez, M.A., Tomillo, C., SetiÉN, J., 2009. he origin and geochemical characterisation of red ochres from the Tito Bustillo and. Monte Castillo caves (Northern Spain). *Archaeometry* 51 (2), 231-251.

Jacobs, Z., Duller, G.A.T., Wintle, A.G., 2003. Optical dating of dune sand from Blombos Cave, South Africa: II--single grain data. *Journal of Human Evolution* 44 (5), 613-625.

Jacobs, Z., Duller, G.A.T., Wintle, A.G., Henshilwood, C.S., 2006. Extending the chronology of deposits at Blombos Cave, South Africa, back to 140 ka using optical dating of single and multiple grains of quartz. *Journal of Human Evolution* 51 (3), 255-273.

Jacobs, Z., Roberts, R.G., 2008. Testing times: old and new chronologies for the Howieson's Poort and Still Bay industries in environmental context. *South African Archaeological Society Goodwin Series* 10, 8-33.

Jacobs, Z., Wintle, A.G., Duller, G.A.T., Roberts, R.G., Wadley, L., 2008. New ages for the post-Howiesons Poort, late and final Middle Stone Age at Sibudu, South Africa. *Journal of Archaeological Science* 35 (7), 1790-1807.

Jercher, M., Pring, A., Jones, P.G., Raven, M.D., 1998. Rietveld X-Ray diffraction and X-Ray fluorescence analysis of Australian aboriginal ochres. *Archaeometry* 40 (2), 383-401.

Johansson, S.A.E., Campbell, J.L., 1988. PIXE: A Novel Technique for Elemental Analysis, John Wiley, Chichester.

Kandel, A.W., Conard, N.J., 2012. Settlement patterns during the Earlier and Middle Stone Age around Langebaan Lagoon, Western Cape (South Africa). *Quaternary International* 270 (0), 15-29.

Karlin, C., Julien, M., 1994. Prehistoric technology: a cognitive science?, in: Renfrew, Zubrow (Eds.), *The Ancient Mind: Elements of Cognitive Archaeology*, Cambridge University Press, Cambridge, pp. 152-164.

Kay, P., Berlin, B., Maffi, M., Merrifield, W., 1997. Color naming across languages, in: Hardin, C., Maffi, L. (Eds.), *Color categories in thought and language*, Cambridge University Press, Cambridge, pp. 21-58.

Keeley, L.H., 1980. *Experimental determination of stone tool uses: A microwear analysis*, University of Chicago Press, Chicago.

Kiehn, A.V., Brook, G.A., Glascock , M.D., Dake, J.Z., Robbins, L.H., Campbell, A.C., Murphy, M.L., 2007. Fingerprinting Specular Hematite from Mines in Botswana, Southern Africa, in: Glascock, M.D., Speakman, R.J., Popelka-Filcoff, R.S. (Eds.), *Archaeological Chemistry, American Chemical Society*, Washington, pp. 460-479.

Kim, W., Suh, C.-Y., Cho, S.-W., Roh, K.-M., Kwon, H., Song, K., Shon, I.-J., 2012. A new method for the identification and quantification of magnetite/maghemite mixture using conventional X-ray diffraction technique. *Talanta* 94, 348-352.

Klein, R.G., 1989. Biological and behavioral perspectives on modern human origins in southern Africa, in: Mellars, P., Stringer, C. (Eds.), *The Human Revolution: Behavioural and Biological Perspectives on the Origins of Modern Humans*, Edinburgh, pp. 529–546.

Klein, R.G., 2001. Southern Africa and Modern Human Origins. *Journal of Anthropological Research* 57 (1), 1-16.

Knight, C., Power, C., Watts, I., 1995. The human symbolic revolution: a Darwinian account. *Cambridge Archaeological Journal* 5 (75-114).

Kuhn, S., Stiner, M., 2007. Body ornamentation as information technology: towards an understanding of the significance of early beads, in: *Rethinking the Human Revolution: New Behavioural and Biological Perspectives on the Origin and Dispersal of Modern Humans*, Cambridge University Pezss, Cambridge.

Kuhn, S.L., Stiner, M.C., 2006. Les parures au Paléolithique, Enjeux cognitifs, démographiques et identitaires. *Diogène* 214, 47-58.

Kuman, K., Inbar, M., Clarke, R.J., 1999. Palaeoenvironments and Cultural Sequence of the Florisbad Middle Stone Age Hominid Site, South Africa. *Journal of Archaeological Science* 26 (12), 1409-1425.

Lahaye, C., Godfrey-Smith, D.I., Guibert, P., Bechtel, F., 2006. Equivalent thermal history (HE) of ferruginous sandstones based on the thermal activation characteristics of quartz. *Radiation Measurements* 41 (7-8), 995-1000.

Laloy, L., 1906. Rapport de G. Steinmann. *L'Anthropologie* 17, 153.

Le Bourdonnec, F.-X., 2007. *Aspects archéométriques de la circulation de l'obsidienne préhistorique : développements nalytiques et applications en Corse, Sardaigne et Ethiopie*, Université de Bordeaux 3, Bordeaux, Thèse de Doctorat.

Lee, R.B., 1979. *The !Kung San, men, women, and work in a foraging society*, Cambridge university press.

Leroi-Gourhan, A., 1964. *Le geste et la parole. Tome 1. Technique et langage*, Albin Michel, Paris.

Leroy, S., 2009. *Circulation au moyen âge des matériaux ferreux issus des Pyrénées ariégeoises et de la Lombardie. Apport du couplage des analyses en éléments traces et multivariées*, Université Technologie Belfort-Montbelliard, Belfort, Thèse de Doctorat.

Leroy, S., Cohen, S.X., Verna, C., Gratuze, B., Téreygeol, F., Fluzin, P., Bertrand, L., Dillmann, P., 2012. The medieval iron market in AriÃ¨ge (France). Multidisciplinary analytical approach and multivariate analyses. *Journal of Archaeological Science* 39 (4), 1080-1093.

Lévi-Strauss, C., 1973. *Anthropologie structurale*, volume II. Réédition 1958 ed., Pion, Paris.

Lewis-Williams, J.D., 2006. Debating Rock Art: Myth and Ritual, Theories and Facts. *The South African Archaeological Bulletin* 61 (183), 105-114.

Lewis-Williams, J.D., Pearce, D.G., 2004. *San Spirituality: Roots, Expression and Social Consequences*, Altamira Press, Walnut Creek.

Lima-de-Faria, J., 1963. Dehydration of goethite and diaspore. *Zeitschrift für Kristallographie* 119 (3-4), 176-203.

Leroi-Gourhan, A., Brézillon, M., 1972. Fouilles de Pincevent. Essai d'analyse ethnographique d'un habitat magdalénien (la Section 36), *VIIème Supplément à Gallia Préhistoire*, Vol. 2, Éditions du CNRS, Paris.

Lock, A., Symes, K., 1999. Social relations, communication, and cognition. , in: Lock, A., Peters, C.R. (Eds.), *Handbook of human symbolic evolution*, Blackwell Publishers, Malden.

Löffler, L., Mader, W., 2006. Anisotropic X-ray peak broadening and twin formation in hematite derived from natural and synthetic goethite. *Journal of the European Ceramic Society* 26 (1-2), 131-139.

Lombard, M., 2005. Evidence of hunting and hafting during the Middle Stone Age at Sibidu Cave, KwaZulu-Natal, South Africa: a multianalytical approach. *Journal of Human Evolution* 48 (3), 279-300.

Lombard, M., 2006. First impressions of the functions and hafting technology of Still Bay pointed artefacts from Sibudu Cave. *Southern African Humanities* 18 (1), 27-41.

Lombard, M., 2007. The gripping nature of ochre: The association of ochre with Howiesons Poort adhesives and Later Stone Age mastics from South Africa. *Journal of Human Evolution* 53 (4), 406-419.

Lombard, M., 2008. Finding resolution for the Howiesons Poort through the microscope: micro-residue analysis of segments from Sibudu Cave, South Africa. *Journal of Archaeological Science* 35 (1), 26-41.

Lundegard, P.D., Samuels, N.D., 1980. *Field classification of fine-grained sedimentary rocks*, pp. 781-786.

MacDonald, B.L., Hancock, R.G.V., Cannon, A., Pidruczny, A., 2011. Geochemical characterization of ochre from central coastal British Columbia, Canada. *Journal of Archaeological Science* 38 (12), 3620-3630.

Mackay, A., 2006. A Characterization of the MSA Stone Artefact Assemblage from the 1984 Excavations at Klein Kliphuis, Western Cape. *The South African Archaeological Bulletin* 61 (184), 181-188.

Mackay, A., Welz, A., 2008. Engraved ochre from a Middle Stone Age context at Klein Kliphuis in the Western Cape of South Africa. *Journal of Archaeological Science* 35 (6), 1521-1532.

Malafouris, L., 2008. Beads for a Plastic Mind: the 'Blind Man's Stick' (BMS) Hypothesis and the Active Nature of Material Culture. *Cambridge Archaeological Journal* 18 (3), 401-414.

Marean, C.W., Bar-Matthews, M., Bernatchez, J., Fisher, E., Goldberg, P., Herries, A.I.R., Jacobs, Z., Jerardino, A., Karkanas, P., Minichillo, T., Nilssen, P.J., Thompson, E., Watts, I., Williams, H.M., 2007. Early human use of marine resources and pigment in South Africa during the Middle Pleistocene. *Nature* 449, 905-909.

Marshack, A., 1981. On Paleolithic Ochre and the Early Uses of Color and Symbol. *Current Anthropology* 22 (2), 188-191.

Marshall, L.-J.R., Williams, J.R., Almond, M.J., Atkinson, S.D.M., Cook, S.R., Matthews, W., Mortimore, J.L., 2005. Analysis of ochres from Clearwell Caves: the role of particle size in determining colour. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 61 (1-2), 233-241.

Mathews, R.H., 1907. *Notes on the aborigines of New South Wales*, W.A. Gullick, Gov't Printer, Sidney.

McBrearty, S., Brooks, A.S., 2000. The revolution that wasn't: a new interpretation of the origin of modern human behavior. *Journal of Human Evolution* 39 (5), 453-563.

McCall, G.S., 2007. Behavioral ecological models of lithic technological change during the later Middle Stone Age of South Africa. *Journal of Archaeological Science* 34 (10), 1738-1751.

McDougall, I., Brown, F.H., Fleagle, J.G., 2005. Stratigraphic placement and age of modern humans from Kibish, Ethiopia. *Nature* 433 (7027), 733-736.

Mellars, P., 1989. Major Issues in the Emergence of Modern Humans. *Current Anthropology* 30 (3), 349-385.

Mellars, P., 2006. Why did modern human populations disperse from Africa ca. 60,000 years ago? A new model, *PNAS* 103, 9381-9386.

Meunier, A., 2002. Argiles, SGF.

Meunier, A., Velde, B., 2004. *Illite*, Springer, Verlag Berlin Heidelberg.

Millard, A.R., 2008. A critique of the chronometric evidence for hominid fossils: I. Africa and the Near East 500-50 ka. *Journal of Human Evolution* 54 (6), 848-874.

Miller, C.E., Goldberg, P., Berna, F., 2010. Preliminary geoarchaeological and micromorphological results, in: Texier, P., J. (Ed.), *Projet DIEPKLOOF (Western Cape, République d'Afrique du Sud) Rapport sur les travaux effectués du 16 octobre 2009 au 15 octobre 2010.*

Miller, C.E., Goldberg, P., Berna, F., soumis. Geoarchaeological investigations at Diepkloof Rock shelter, Western Cape, South Africa. *Journal of Archaeological Science.*

Miller, G.H., Beaumont, P.B., Deacon, H.J., Brooks, A.S., Hare, P.E., Jull, A.J.T., 1999. Earliest modern humans in southern Africa dated by isoleucine epimerization in ostrich eggshell. *Quaternary Science Reviews* 18 (13), 1537-1548.

Millot, G., 1964. *Géologie des argiles*, Masson & Cie, Paris.

Milnes, A.R., Bourman, R.P., and Fitzpatrick, R.W., 1987. Petrology and mineralogy of laterites in southern and eastern Australia and southern. Africa. *Chemical Geology* 60, 237-250.

Milo, R.G., 1998. Evidence for Hominid Predation at Klasies River Mouth, South Africa, and its Implications for the Behaviour of Early Modern Humans. *Journal of Archaeological Science* 25 (2), 99-133.

Moncel, M.H., Chiotti, L., Gaillard, C., Onoratini, G., Pleurdeau, D., 2009. Émergence de la notion de précieux : objets insolites et extra-ordinaires au Paléolithique, in: Moncel, M.H., Fröhlich, F. (Eds.), *L'Homme et le précieux, matières minérales précieuses*, British Achaeological Reports, Oxford.

Mooney, S.D., Geiss, C., Smith, M.A., 2003. The use of mineral magnetic parameters to characterize archaeological ochres. *Journal of Archaeological Science* 30 (5), 511-523.

Moore, D.M., Reynolds, J.R.C., 1989. *X-ray diffraction and the identification and analysis of clay minerals*, Oxford University Press, New York.

Mortimore, J.L., Marshall, L.-J.R., Almond, M.J., Hollins, P., Matthews, W., 2004. Analysis of red and yellow ochre samples from Clearwell Caves and Çatalhöyük by vibrational spectroscopy and other techniques. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 60 (5), 1179-1188.

Mourre, V., Villa, P., Henshilwood, C.S., 2010. Early Use of Pressure Flaking on Lithic Artifacts at Blombos Cave, South Africa. *Science* 330 (6004), 659-662.

Neff, D., Reguer, S., Bellot-Gurlet, L., Dillmann, P., Bertholon, R., 2004. Structural characterization of corrosion products on archaeological iron: an integrated analytical approach to establish corrosion forms. *Journal of Raman Spectroscopy* 35 (8-9), 739-745.

Noble, W., Davidson, I., 1993. Tracing the emergence of modern human behavior: Methodological pitfalls and a theoretical path. *Journal of Anthropological Archaeology* 12 (2), 121-149.

Onoratini, G., Arellano, A., Del Lucchese, A., Moullé, P.E., Serre, F., 21012. The Barma Grande cave (Grimaldi, Vintimiglia, Italy): From Neandertal, hunter of "œElephas antiquus", to Sapiens with ornaments of mammoth ivory. *Quaternary International* 255 (0), 141-157.

Onoratini, G., Perinet, G., 1985. Données minéralogiques sur les colorants rouges préhistoriques de Provence : démonstration que certains d'entre eux ont été obtenus par calcination de goethite. *Comptes rendus de l'Académie des sciences*, Série 2 301, 119-124.

Ospitali, F., Smith, D.C., Lorblanchet, M., 2006. Preliminary investigations by Raman microscopy of prehistoric pigments in the wall-painted cave at Roucadour, Quercy, France *Journal of Raman Spectroscopy* 37 (10), 1063-1071.

Parkington, J., Poggenpoel, C., Rigaud, J.-P., Texier, P.-J., 2003. From tools to symbols : the stratigraphic and behavioural context of intentionally marked ostrich eggshell from Diepkloof, Western Cape, in: Blackwell, L., d'Errico, F. (Eds.), *From tools to Symbols*, 16-18 mars 2003, Johannesburg, pp. 475-492.

Paterson, N., Lampert, R.J., 1985. A central Australian ochre mine. Records of the Australian Museum 37 (1), 1-9.Peabody, C., 1927. *Red paint. Journal de la Société des Américanistes* 19, 207-244.

Peile, A.R., 1999. *Body and Soul, Australian Aboriginal Studies*, Peter Bindon, Camberra

Peirce, C.S., 1998. *The essential Peirce: Selected philosophical writings*, Indiana University Press, Bloomington.

Pelegrin, J., 1991. *Les savoir-faire : une très longue histoire*. Terrain 16, 1-8.

Pellegrin, J., 1995. *Technologie lithique : le Châtelperronien de Roc-de-Combe (Lot) et de La Côte (Dordogne)*. Editions du CNRS, Paris.

Perego, F., 2005. *Dictionnaire des matériaux du peintre*, Belin, Paris.

Philibert, S., 1994. L'ocre et le traitement des peaux : révision d'une conception traditionnelle par l'analyse fonctionnelle des grattoirs ocrés de la Balma Magineda (Andorre). *L'Anthropologie* 98 (2-3), 447-453.

Pomiès, M.P., 1997. *Pigments rouges préhistoriques : goethite chauffée ou hématite nanocristalline naturelle ?* Université de Paris VI, Paris, France, Ph.D Thesis.

Pomiès, M.P., Menu, M., Vignaud, C., 2000. Lascaux, pigments préhistoriques à base d'oxydes de fer : hématite naturelle collectée ou goethite chauffée ? , in: Goupy, J., Mohen, J.-P. (Eds.), *Art et chimie, la couleur : actes du Congrès*, Editions du CNRS, Paris, pp. 18-23.

Pomiès, M.P., Menu, M., Vignaud, C., 1999. Tem observations of goethite dehydration: application to archaeological samples. *Journal of the European Ceramic Society* 19 (8), 1605-1614.

Pomiès, M.P., Morin, G., Vignaud, C., 1998. XRD study of the goethite-hematite transformation: Application to the identification of heated prehistoric pigments. *European Journal of Solid State and Inorganic Chemistry* 35 (1), 9-25.

Popelka-Filcoff, R., 2006. *Applications of elemental analysise for archaeometric studies : analytical and statistical methods for understanding geochemical trends in ceramics, ochre and obsidian*, Université de Missouri-Colombia, Ph.D Thesis.

Popelka-Filcoff, R., Robertson, J., Glascock, M., Descantes, C., 2007. Trace element characterization of ochre from geological sources. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry* 272 (1), 17-27.

Popelka-Filcoff, R.S., Miksa, E.J., Robertson, J.D., Glascock, M.D., Wallace, H., 2008. Elemental analysis and characterization of ochre sources from Southern Arizona. *Journal of Archaeological Science* 35 (3), 752-762.

Porraz, G., Texier, P.J., Rigaud, J.P., Parkington, J., Poggenpoel, C., Roberts, D.L., 2008. Preliminary characterization of a Middle Stone Age lithic assemblage preceding the «classic» Howieson's Poort complex at Diepkloof Rock Shelter, Western Cape province, South Africa). *South African Archaeological Society Goodwin Series* 10, 106-121.

Prasad, P.S.R., Shiva Prasad, K., Krishna Chaitanya, V., Babu, E.V.S.S.K., Sreedhar, B., Ramana Murthy, S., 2006. In situ FTIR study on the dehydration of natural goethite. *Journal of Asian Earth Sciences* 27 (4), 503-511.

Régert, M., Guerra, M.-F., Reiche, I., 2006. Physico-chimie des matériaux du patrimoine culturel, partie 1. *Techniques de l'ingénieur* 3780, 1-21.

Richerson, P.J., Boyd, R., R.L., B., 2009. Cultural Innovations and Demographic Change. *Human Biology* 81 (2-3), 211-235.

Rifkin, R.F., 2012a. Processing ochre in the Middle Stone Age: Testing the inference of prehistoric behaviours from actualistically derived experimental data. *Journal of Anthropological Archaeology* 31 (2), 174-195.

Rifkin, R.F., 2012b. *The symbolic and functional exploitation of ochre during the south african middle stone age*, University of Witwatersrand, Johannesburg, Ph.D Thesis.

Rigaud, J.-P., Texier, P.-J., Parkington, J., Poggenpoel., C., 2006. Le mobilier Stillbay et Howiesons Poort de l'abri Diepkloof : la chronologie du Middle Stone Age sud-africain et ses implications. *Comptes rendus Palevol* 5 (6), 839-849.

Rightmire, G.P., Deacon, H.J., 2001. New human teeth from Middle Stone Age deposits at Klasies River, South Africa. *Journal of Human Evolution* 41 (6), 535-544.

Rightmire, G.P., Deacon, H.J., Schwartz, J.H., Tattersall, I., 2006. Human foot bones from Klasies River main site, South Africa. *Journal of Human Evolution 50* (1), 96-103.

Roberts, D., 2003. *Age, genesis and significance of South African coastal belt silcretes*, Council for Geoscience.

Roebroeks, W., Sier, M.J., Nielsen, T.K., De Loecker, D., Parés, J.M., Arps, C.E.S., Mücher, H.J., 2012. Use of red ochre by early Neandertals. *PNAS* 109 (6), pp. 1889-1894.

Roque, C., Guibert, P., Duttine, M., Vartanian, E., Chapoulie, R., Bechtel, F., 2004 Dependence of luminescence characteristics of irradiated quartz with thermal treatment and

consequences for TL-dating: Application to Dating of Solutrean heated quartz pebbles from Laugerie Haute (Dordogne, France). *Geochronometria* 23, 1-8.

Rossano, M., 2010. Making friends, making tools, and making symbols. *Current Anthropology* 51 (1), 89-98.

Rosso, D., 2010. *Le traitement des matières colorantes à la Grotte du Porc-Épic (Dire Dawa, Éthiopie)*, Université de Bordeaux, Bordeaux, Mémoire.

Roth, L., H., 1899. *The Aborigines of Tasmania*, Kegan Paul, Trench, Trübner & Co, London.

Roux, V., 2007. Ethnoarchaeology: A Non Historical Science of Reference Necessary for Interpreting the Past. *Journal of Archaeological Method and Theory* 14 (2), 153-178.

Rudner, I., 1982. *Khoisan pigments and paints and their relationship to rock paintings*, South African Museum, Cape Town.

Russell, F., 1908. *The Pimas Indians*. Edition de 1975 ed., The University of Arizona Press, Tucson Arizona.

Sackett, J., 1982. Approaches to style in lithic archaeology. *Journal of Anthropological Archaeology* 1, 59-112.

Sackett, J.R., 1986. Isochrestism and style: A clarification. *Journal of Anthropological Archaeology* 5 (3), 266-277.

Saggerson, E.P., Turner, L.M., 1995. *A review of metamorphism in the Republic of South Africa and the kingdoms of Lesotho and Swaziland*, Council for Geoscience, Geological Survey of South Africa, Pretoria.

Salomon, H., 2009. *Les matières colorantes au début du Paléolithique supérieur : sources, transformations et fonctions*. Université de Bordeaux 1, Bordeaux, Thèse de Doctorat.

Salomon, H., Vignaud, C., Coquinot, Y., Pagès-Camagna, S., Pomiès, M.-P., Geneste, J.-M., Menu, M., Julien, M., David, F., 2008. Les matières colorantes au début du Paléolithique supérieur. Caractérisation chimique et structurale, transformation et valeur symbolique. *Technè* Hors-série, 17-23.

San-Juan, C., 1990. Les matières colorantes dans les collections du Musée National de Préhistoire des Eyzies. *Paléo* 2, 229-242.

San Juan, C., 1990. Colorants et Art mobilier, L'art des objets au Paléolithique. Colloque International Foix-Le Mas-d'Azil, nov. 1987, *Actes des Colloques de la Direction du Patrimoine, Foix-Le Mas-d'Azil, pp. 223-226*.

Shaham, D., Grosman, L., Goren-Inbar, N., 2010. The red-stained flint crescent from Gesher: new insights into PPNA hafting technology. *Journal of Archaeological Science* 37 (8), 2010-2016.

Sollas, W.J., 1911. *Ancient hunters : and their modern representatives*. Première ed., MacMillan, Londres.

Sollas, W.J., 1924. *Ancient hunters : and their modern representatives*. Réédition 1911, Macmillan and co, Londres.

Soressi, M., D'Errico, F., 2007. Pigments, gravures, parures : les comportements symboliques controversés des Néandertaliens, in: Vandermeersch, B., Maureille, B. (Eds.), Les Néandertaliens, biologie et cultures, C.T.H.S., *Documents préhistoriques*, Paris, pp. 297-309.

Soriano, S., Villa, P., Wadley, L., 2007. Blade technology and tool forms in the Middle Stone Age of South Africa: the Howiesons Poort and post-Howiesons Poort at Rose Cottage Cave. *Journal of Archaeological Science* 34 (5), 681-703.

Soriano, S., Villa, P., Wadley, L., 2009a. Ochre for the toolmaker: shaping the Still Bay points at Sibudu (KwaZulu-Natal, South Africa). *Journal of African Archaeology* 7 (1), 41-54.

Soriano, S., Villa, P., Wadley, L., 2009b. Ochre for the Toooolmaker: Shaping the Still Bay Pointsat Sibudu (KwaZulu-Natal, South Africa). *Journal of African Archaeology* Vol. 7 7 (1).

Steele, T., Klein, R.G., soumis. The Middle and Later Stone Age Faunal Remains from Diepkloof Rock Shelter, Western Cape, South Africa. *Journal of Archaeological Science*.

Taçon, 2004. Ochre, clay, stone and art: the symbolic importance of minerals as life-force among Aboriginal peoples of northern and central Australia, in: Boivin, N., Owoc, M.A. (Eds.), *Soils, stones and symbols: cultural perceptions of the mineral world*, UCL Press, Londres, pp. 31-42.

Testart, A., 2006. Comment concevoir une collaboration entre anthropologie sociale et archéologie ? À quel prix ? Et pourquoi? *Bulletin de la Société préhistorique française* 103 (2), 385-395.

Texier, J.P., Daniel, F., Cartwright, C., Goldberg, P., Klein, R., Mercier, N., Miller, C., Piboule, M., Poggenpoel, C., Porraz, G., Rigaud, J.-P., Steele, T., Tribolo, C., Verna, C., 2009. Projet *Diepkloof (Western Cape, République d'Afrique du Sud) - Rapport sur les travaux effectués du 16 octobre 2008 au 15 octobre 2009.*

Texier, P.-J., Porraz, G., Parkington, J., Rigaud, J.-P., Poggenpoel, C., Miller, C., Tribolo, C., Cartwright, C., Coudenneau, A., Klein, R., Steele, T., Verna, C., 2010. A Howiesons Poort tradition of engraving ostrich eggshell containers dated to 60,000 years ago at Diepkloof Rock Shelter, South Africa. *PNAS* 107 (14), 6180-6185.

Texier, P.-J., Porraz, G., Parkington, J., Rigaud, J.-P., Poggenpoel, C., Tribolo, C., soumis. MSA Patterns of symbolic communication at Diepkloof Rock Shelter (Western Cape, South Africa): the engraved ostrich eggshell collection. *Journal of Archaeological Science*.

Texier, P.J., Cartwright, C., Coudenneau, A., Klein, R., Poggenpoel, C., Porraz, G., Rigaud, J.-P., Steele, T., Tribolo, C., 2008. *Diepkloof (Western Cape, République d'Afrique du Sud) - Rapport sur les travaux effectués du 16 octobre 2007 au 15 octobre 2008*.

Thackeray, A.I., 2000. Middle Stone Age artefacts from the 1993 and 1995 excavations of Die Kelders Cave 1, South Africa. *Journal of Human Evolution* 38 (1), 147-168.

Thompson, E., Williams, H.M., Minichillo, T., 2010. Middle and late Pleistocene Middle Stone Age lithic technology from Pinnacle Point 13B (Mossel Bay, Western Cape Province, South Africa). *Journal of Human Evolution* 59 (3-4), 358-377.

Toerien, D., K., Hill, R.S., 1989. *The geology of the Port Elizabeth area*. Explanation of the sheet 3324, scale 1:250 000, Geological Survey, Department of minéral and Energy Affairs, Pretoria.

Triat, J.-M., 2004. Histoire géologique de l'ocre, *Ecole thématique interdisciplinaire CNRS : la couleur des matériaux : les oxydes et composés métalliques*, Roussillon.

Triat, J.-M., 2010. *Les ocres*, Editions du CNRS, Paris.

Tribolo, C., 2003. *Apport des méthodes de la luminescence à la chronologie des techno-faciès du Middle Stone Age associés aux premiers hommes modernes du Sud de l'Afrique*, Université Bordeaux 1, Bordeaux, Thèse de doctorat.

Tribolo, C., Mercier, N., Valladas, H., Joron, J.L., Guibert, P., Lefrais, Y., Selo, M., Texier, P.J., Rigaud, J.P., Porraz, G., Poggenpoel, C., Parkington, J., Texier, J.P., Lenoble, A., 2008. Thermoluminescence dating of a Stillbay-Howiesons Poort sequence at Diepkloof Rock Shelter (Western Cape, South Africa). *Journal of Archaeological Science* 36 (3), 730-739.

Tromeur, R., 1998. *L'ocre, exactement* ? Terres et couleurs, Broché, Paris.

Valladas, H., 1981. Thermoluminescence de grès de foyers préhistoriques : estimation de leur température de chauffe. *Archaeometry* 23 (2), 221-229.

Vallois, H.V., 1980. La sépulture et la parure de l'homme capsien d'Aïn Méterchem (Tunisie). *Bulletin de la Société préhistorique française* 77 (5), 136-140.

Van Peer, P., Fullagar, R., Stokes, S., Bailey, R.M., Moeyersons, J., Steenhoudt, F., Geerts, A., Vanderbeken, T., De Dapper, M., Geus, F., 2003. The Early to Middle Stone Age Transition and the Emergence of Modern Human Behaviour at site 8-B-11, Sai Island, Sudan. *Journal of Human Evolution* 45 (2), 187-193.

Vandiver, P., 1983. *Paleolithic pigments and processing*, Massachusetts Institute of Technology, Ph.D Thesis.

Vanhaeren, M., d'Errico, F., Stringer, C., James, S.L., Todd, J.A., Mienis, H.K., 2006. Middle Paleolithic Shell Beads in Israel and Algeria, *Science* 312 pp. 1785-1788.

Velo, J., 1984. Ochre as Medicine: A Suggestion for the Interpretation of the Archaeological Record. *Current Anthropology* 25 (5), 674.

Villa, P., Delagnes, A., Wadley, L., 2005. A late Middle Stone Age artifact assemblage from Sibudu (KwaZulu-Natal): comparisons with the European Middle Paleolithic. *Journal of Archaeological Science* 32 (3), 399-422.

Villa, P., Soressi, M., Henshilwood, C.S., Mourre, V., 2009. The Still Bay points of Blombos Cave (South Africa). *Journal of Archaeological Science* 36 (2), 441-460.

Villa, P., Soriano, S., Teyssandier, N., Wurz, S., 2010. The Howiesons Poort and MSA III at Klasies River main site, Cave 1A. *Journal of Archaeological Science* 37 (3), 630-655.

Visser, D.J.L., 1937. The ochre deposits of the Riversdale district, Cape province, Department of Mines, *Geological Series Bulletin* 9, Government Printer, Pretoria.

Visser, H.N., Theron, J.N., 1973. *Explanation notes of the 1:250 000 map 3218 Clanwilliam*. From mapping by Toerien, D.K., Visser, H.N., Rust, I.C., & Theron, J.N. , Geological series, Geological Survey, Department of Mines.

Vogelsang, R., Jürgen, R., Jacobs, Z., Eichhorn, B., Linseele, V., Roberts, R.G., 2010. New Excavations of Middle Stone Age Deposits at Apollo 11 Rockshelter, Namibia: Stratigraphy, Archaeology, Chronology and Past Environments. *Journal of African Archaeology* 8 (2), 185-218.

Volman, T.P., 1984. Early prehistory of Southern Africa, in: Klein, R.G. (Ed.), *Southern African prehistory and paleoenvironments*, Balkema, Rotterdam, pp. 169-220.

Wadley, L., 1993. The Pleistocene Later Stone Age south of the Limpopo River. *Journal of World Prehistory* 7 (3), 243-296.

Wadley, L., 2001. What is Cultural Modernity? A General View and a South African Perspective from Rose Cottage Cave. *Cambridge Archaeological Journal* 11 (2), 201-221.

Wadley, L., 2005. Putting ochre to the test: replication studies of adhesives that may have been used for hafting tools in the Middle Stone Age. *Journal of Human Evolution* 49 (5), 587-601.

Wadley, L., 2006a. Partners in grime: results of multi-disciplinary archaeology at Sibudu Cave. *Southern African Humanities* 18 (1), 315-341.

Wadley, L., 2006b. Sibudu Cave: background to the excavations, stratigraphy and dating. *Southern African Humanities* 18 (1), 1-26.

Wadley, L., 2007. Announcing a Still Bay industry at Sibudu Cave, South Africa. *Journal of Human Evolution* 52 (6), 681-689.

Wadley, L., 2009. Post-depositional heating may cause over-representation of red-coloured ochre in stone age sites. *South African Archaeological Bulletin* 64 (190), 166-171.

Wadley, L., 2010. Cemented ash as a receptacle or work surface for ochre powder production at Sibudu, South Africa, 58,000 years ago. *Journal of Archaeological Science* 37 (10), 2397-2406.

Wadley, L., Hodgskiss, T., Grant, M., 2009. Implications for complex cognition from the hafting of tools with compound adhesives in the Middle Stone Age, South Africa. *PNAS* 106 (24), 9590-9594.

Wadley, L., Sievers, C., Bamford, M., Goldberg, P., Berna, F., Miller, C., 2011. Middle Stone Age Bedding Construction and Settlement Patterns at Sibudu, South Africa. *Science* 334 (6061), 1388-1391.

Wadley, L., Williamson, B., Lombard, M., 2004. Ochre in hafting in Middle Stone Age southern Africa: a practical role. *Antiquity* 78 (301), 661–675.

Walter, D., Buxbaum, G., Laqua, W., 2001. The Mechanism of the Thermal Transformation From Goethite to Hematite. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* 63 (3), 733-748.

Walter, P., 2003. Caractérisation des traces rouges et noires sur les coquillages perforés de Qafzeh. In :, in: Vandermeersch, B. (Ed.), *Échanges et diffusion dans la Préhistoire méditerranéenne*, Editions du Comité des travaux historiques et scientifiques, Paris, p. 122.

Watari, F., van Landuyt, J., Delavignette, P., Amelinckx, S., Igata, N., 1982. X-Ray Peak Broadening as a Result of Twin Formation in Some Oxides Derived by Dehydration. *Physica status solidi* (a) 73 (1), 215-224.

Watts, I., 1999. The origin of symbolic culture, in: Dunbar, R., Knight, C., Power, C. (Eds.), *The Evolution of Culture*, Edinburgh University Press, Edinburgh, pp. 113-146.

Watts, I., 2002. Ochre in the Middle Stone Age of Southern Africa: Ritualised Display or Hide Preservative? *The South African Archaeological Bulletin* 57 (175), 1-14.

Watts, I., 2009. Red Ochre, Body Painting, and Language: Interpreting the Blombos Ochre, in: Botha, R., Knight, C. (Eds.), *The Cradle of Language*, Oxford University Press, Oxford, pp. 62-92.

Watts, I., 2010. The pigments from Pinnacle Point Cave 13B, Western Cape, South Africa. *Journal of Human Evolution* 59 (3-4), 392-411.

Waychunas, G.A., 1991. Crystal chemistry of oxides and oxyhydroxides, in: Lindsley, D.H. (Ed.), Oxide minerals: Petrologic and magnetic significance. *Mineralogical Society of America* 25, pp. 11-68.

Weinstein-Evron, M., Ilani, S., 1994. Provenance of Ochre in the Natufian Layers of el-Wad Cave, Mount Carmel, Israel. *Journal of Archaeological Science* 21 (4), 461-467.

Wendt, W.E., 1976. 'Art Mobilier' from the Apollo 11 Cave, South West Africa: Africa's Oldest Dated Works of Art. *The South African Archaeological Bulletin* 31 (121/122), 5-11.

White, R., 1996. Actes de substance : de la matière au sens dans la représentation paléolithique. *Technè* 3, 29-38.

White, T.D., Asfaw, B., DeGusta, D., Gilbert, H., Richards, G.D., Suwa, G., Clark Howell, F., 2003. *Pleistocene Homo sapiens from Middle Awash, Ethiopia. Nature* 423 (6941), 742-747.

Wilkins, J., 2010. Style, symboling, and interaction in Middle Stone Age societies. *Explorations in Anthropology* 10 (1), 102-125.

Wolska, E., 1988. Relations between the existence of hydroxyl ions in the anionic sublattice of hematite and its infrared and X-ray characteristics. *Solid State Ionics* 28-30 (Part 2), 1349-1351.

Wreschner, E.E., 1981. More on Palaeolithic Ochre. *Current Anthropology* 22 (6), 705-706.

Wreschner, E.E., Bolton, R., Butzer, K.W., Delporte, H., Häusler, A., Heinrich, A., Jacobson-Widding, A., Malinowski, T., Masset, C., Miller, S.F., Ronen, A., Solecki, R., Stephenson, P.H., Thomas, L.L., Zollinger, H., 1980. Red Ochre and Human Evolution: A Case for Discussion [and Comments and Reply]. *Current Anthropology* 21 (5), 631-644.

Wurz, S., 2000. *The Middle Stone Age at Klasies River*, South Africa, University of Stellenbosch, Ph.D Thesis.

Wurz, S., 2002. Variability in the Middle Stone Age Lithic Sequence, 115,000-60,000 Years Ago at Klasies River, South Africa. *Journal of Archaeological Science* 29 (9), 1001-1015.

Wurz, S., 2012. The significance of MIS 5 shell middens on the Cape coast: A lithic perspective from Klasies River and Ysterfontein 1. *Quaternary International*, 270, 61-69.

Wurz, S., le Roux, N.J., Gardner, S., Deacon, H.J., 2003. Discriminating between the end products of the earlier Middle Stone Age sub-stages at Klasies River using biplot methodology. *Journal of Archaeological Science* 30 (9), 1107-1126.

Wynn, T., 2009. Hafted spears and the archaeology of mind. *PNAS* 106 (24), 9544-9545.

Wynn, T., Coolidge, FrederickÂ L., 2010. Beyond Symbolism and Language: An Introduction to Supplement 1, Working Memory. *Current Anthropology* 51 (S1), S5-S16.

Young, T.P., Appendix S, geochemical analysis of ferruginous materials from Twin Rivers. 2000, in: Barham, L.S. (Ed.), *The Middle Stone Age of Zambia South-Central Africa*, Western Academic & Specialist Press, Bristol.

Zilhão, J., Angelucci, D.E., Badal-GarcÃa, E., d'Errico, F., Daniel, F., Dayet, L., Douka, K., Higham, T.F.G., Martínez-Sánchez, J., Montes-Bernárdez, R., Murcia-Mascarós, S., Pérez-Sirvent, C., Roldán-García, C., Vanhaeren, M., Villaverde, V., Wood, R., Zapata, J., 2010. Symbolic use of marine shells and mineral pigments by Iberian Neandertals. *PNAS* 107 (3), 1023-1028.

Zinnen, M., 2004. Les pigments rouges au Paléolithique. *Techniques et symboles*. Université de Liège, Liège.

- ANNEXES -

ANNEXE I

Description des méthodes utilisées

1. Examen macroscopique

Examen des blocs bruts et transformés

Nous avons vu les différents critères de classification des roches, texture, structure, minéraux présents, etc. (voir II.1.1). Pour aller plus loin, d'autres caractères peuvent être évalués : densité, magnétisme par utilisation d'un aimant, dureté par comparaison avec les minéraux de l'échelle de Mohs, teinte ou couleur de la trace par frottement sur une assiette de porcelaine. Les deux derniers critères nécessitent toutefois une action sur la roche, laissant des marques visibles. Ils n'ont donc pas été employés dans cette étude. La densité a été évaluée pour quelques échantillons en les plongeant dans un bécher d'eau et en mesurant la différence de masse dans le bécher (utilisation de la poussée d'Archimède).

Ces critères restent toutefois purement qualitatifs. Il existe pour une détermination plus précise de chacun d'eux des méthodes plus adaptées, comme la spectrocolorimétrie pour la couleur, la pétrographie ou le MEB-EDXS sur section polie pour la texture, et le MEB-EDXS pour la microstructure.

Selon la méthodologie mise en place (voir III.3.2), seuls les critères suivants ont été abordés via l'examen macroscopique des pièces, à l'œil nu et à la loupe binoculaire :

- La structure : massif, légèrement laminé, laminé, finement laminé éventuellement globulaire.
- La texture : roches à grains fins (dans certains cas des roches silteuses ont pu être distinctement identifiées, mais pas systématiquement) ; grès.
- La porosité : présence ou absence de pores.
- La présence de minéraux spécifiques : grains de quartz, micas blancs, et parfois micas noirs (uniquement dans le cas des échantillons géologiques).
- La présence d'un cortex : le type de cortex, caractéristique d'un gîte subprimaire ou secondaire, impliquant un transport (stigmates de « chocs » sur la surface du au transport, émoussé et arrondis des angles). Ses caractéristiques : mat ou lustré.
- L'état de surface général (émoussés, patines spécifiques, zones brunes localisées).

- La présence de fractures, et types de fractures (indéterminé, fracture thermique ou éclat de taille)

La loupe binoculaire utilisée est une LEICA M125, permettant des grossissements jusqu'à x100.

En parallèle, un aimant a été utilisé pour donner une indication rapide sur l'aimantation. La masse et la longueur maximales ont été mesurées. La densité enfin a été mesurée de façon simple, en utilisant un fil au bout duquel les objets ont été suspendus, et en les plongeant dans un récipient d'eau posé sur une balance. Après stabilisation de l'échantillon, on peut lire sur la balance la différence de masse due au volume d'eau déplacé par l'échantillon (poussée d'Archimède). On en déduit ainsi le volume de l'échantillon, et la densité de l'objet, connaissant sa masse.

Critères d'examen des pièces avec traces d'usures

Pour les pièces avec des traces d'usure, pour lesquelles un numéro d'inventaire spécifique a été attribué, des critères supplémentaires ont été pris en compte. La plupart a été établie d'après des travaux expérimentaux antérieurs (Salomon, 2009 ; Hodgskiss, 2011 ; Rifkin, 2012), certains ont été précisés à partir des expérimentations réalisées sur le matériel géologique des environs de Diepkloof. Les éléments suivants ont été pris en considération :

- Morphologie du bloc (Figure 93).
- Nombre et organisation des facettes d'usure.
- Profil des facettes d'usure (concave, convexe, plan, régulier ou irrégulier).
- Présence d'incisions, nombre, organisation (que des incisions isolées sur le matériel étudié).
- Présence de stries, organisation, disposition sur la facette (transversales, longitudinales, diagonales, atteignent ou non les bords), longueur, largeur, microstriations internes.
- Présence d'un émoussé, localisation.
- Présence d'un lustre métallique, localisation.

Les stries, émoussés et lustres ont été caractérisés à l'aide de la loupe binoculaire. Lorsque cela a été possible, l'ordre dans lequel les facettes ont été usées a été noté (facette striée qui recoupe les stries d'une autre facette), ainsi que l'ordre dans lequel les différentes phases de fractures et d'usures sont intervenues.

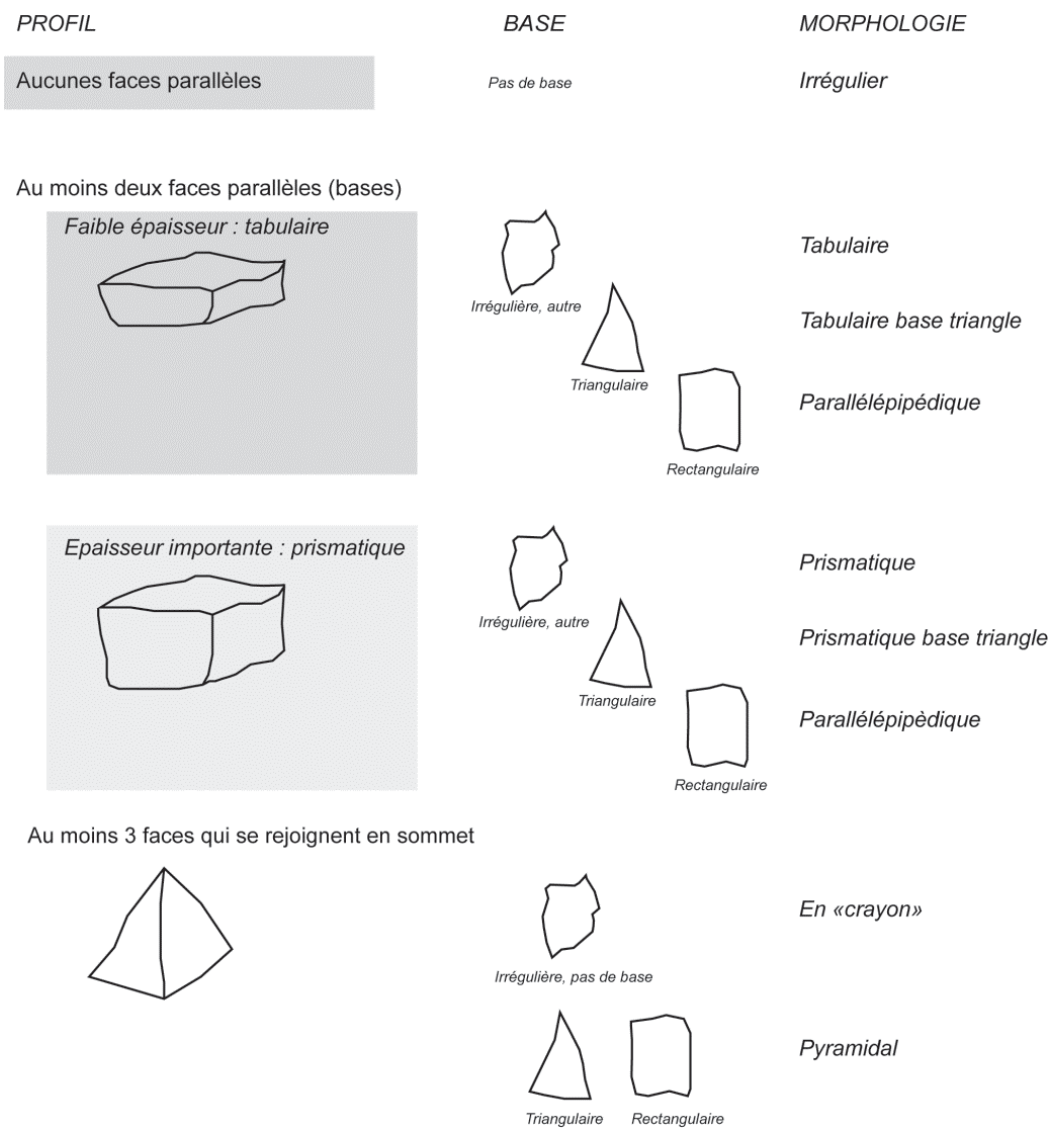


Figure 93 – Définition des différentes morphologies de blocs facettés observées à Diepkloof Rock Shelter.

2. Spectrocolorimétrie

La spectrocolorimétrie permet une mesure physique de la couleur. Elle repose sur l'acquisition du spectre de réflexion d'un objet, à partir d'une source de lumière connue. Des coordonnées sont ensuite calculées à partir du spectre de réflectance, décrivant les différentes caractéristiques de la couleur : teinte, saturation, luminance. Parmi les espaces colorimétriques utilisés, le système CIELAB est l'un des plus courants. Les coordonnées L*, a* et b* représentent respectivement la luminance, la composante selon l'opposition de couleur vert-rouge, et la composante selon l'opposition bleu-jaune. Les coordonnées du code Munsell, fréquemment employées pour déterminer la couleur des roches et minéraux à partir d'un nuancier peuvent également être calculées par ce moyen. Elles s'expriment selon trois composantes, la teinte (YR pour jaune-rouge par exemple), la valeur (luminosité, échelle de 0 à 10, 10 étant le plus foncé) et

la chroma (saturation, échelle de 0 à 10, 10 étant le plus saturé). En fonction des coordonnées, des noms de couleur peuvent être attribués.

Le spectrophotomètre utilisé pour les mesures de colorimétrie est un Konica-Minolta CM 2600d avec source intégrée et un système d'éclairage standardisé (CIE n° 15). Les mesures ont été réalisées avec une zone d'éclairage de 3 mm de diamètre, pour un angle d'observation à 10° (observateur standard) incluant la composante UV, et sans tenir compte de la réflexion spéculaire. Les coordonnées CIELAB ainsi que les coordonnées du code Munsell ont été calculées en utilisant l'illuminant standard D65 correspondant à l'éclairage moyen en lumière du jour à une température de couleur de 6500K.

D'après un test sur 21 échantillons, la correspondance entre les valeurs observées et les valeurs calculées diffèrent légèrement. La saturation est systématiquement plus faible avec le colorimètre, et la teinte tire davantage vers le jaune. Pour l'attribution de la couleur telle que définie par le code, la valeur en YR immédiatement inférieure à la valeur calculée a été choisie. Pour la valeur, nous nous sommes référés à l'entier immédiatement supérieur.

3. Microscope électronique à balayage couplé à l'analyse EDXS

L'observation au microscope électronique à balayage permet de distinguer des contrastes de topographie et des contrastes chimiques à l'échelle du micromètre, par balayage d'une surface par un faisceau d'électrons. L'interaction entre la matière et le faisceau d'électrons donne lieu en effet à plusieurs phénomènes. L'imagerie en contraste chimique se base sur le phénomène de diffusion élastique des électrons (rétrodiffusion), tandis que l'imagerie en contraste topographique se base sur la détection d'électrons secondaires. Le couplage avec un système de détection des rayons X, émis par interaction entre le faisceau d'électrons et la matière, permet de réaliser en parallèle des analyses élémentaires.

Instrument et conditions d'analyse

L'instrument utilisé au CRP2A est un microscope électronique à balayage à pression variable (MEB JEOL JSM 6460LV) (Figure 94). Il permet d'observer des échantillons non ou peu conducteurs, sans préparation, entre autres sans métallisation de la surface. Le mode *low vacuum* a été employé pour toutes les analyses de surface et pour l'analyse des poudres compactées. Les analyses ont été réalisées avec une tension d'accélération de 20 kV, et pour des

pressions variant entre 10 et 25 Pa (10 Pa pour les échantillons plus conducteurs). Pour les sections polies, afin d'améliorer la qualité des images en électrons rétrodiffusés, le mode *high vacuum* a été préféré, avec métallisation de la surface. En mode *low vacuum*, la résolution de l'imagerie a pu être améliorée en jouant sur la taille du faisceau d'électrons, et la distance de travail.

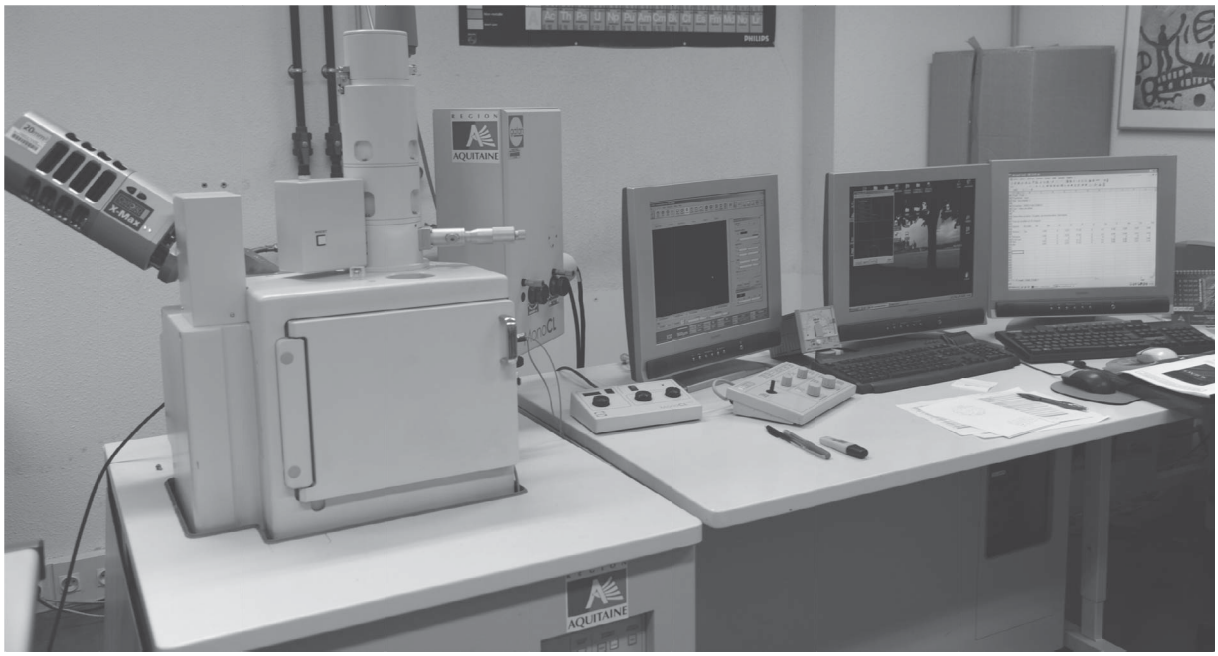


Figure 94 – Microscope électronique à balayage à pression variable utilisé au CRP2A et son système d'analyse EDXS.

Le microscope est couplé à un système d'analyse EDXS (spectromètre en dispersion d'énergie), constitué d'un détecteur à semi-conducteur SDD (spectromètre Oxford XMax 20). L'analyse est optimale pour une distance de travail de 8 mm. Des temps d'analyse courts ont été choisis pour les surfaces (60s), afin de privilégier le nombre d'analyses, et des temps plus longs pour les sections et les poudres compactées (90 ou 120s), pour lesquelles une plus grande précision était attendue. Les standards utilisés sont un feldspath orthoclase, une pyrite et une albite fournis par JEOL.

Des analyses ponctuelles sur les différents minéraux ainsi que des analyses globales de l'ordre du dixième de millimètre carré ont été effectuées. L'aire maximale qu'il est possible d'analyser tout en conservant une bonne géométrie est d'environ 600*500µm^2 (grossissement x200). C'est une surface relativement petite étant donné l'ordre de grandeur des grains de quartz dans certaines roches comme les grès (entre 60 µm et 2 mm). Il faut donc multiplier le

nombre d'analyses globales pour les échantillons hétérogènes à cette échelle. La petite taille des pièces archéologiques et leurs irrégularités de surface limitent cependant ce nombre (entre 4 et 8 analyses globales seulement). Pour compenser ce problème d'hétérogénéité, les observations et analyses ponctuelles de grains ont été multipliées.

4. Microscope électronique en transmission

Le microscope électronique en transmission (MET) fonctionne comme le MEB sur le principe de l'interaction entre un faisceau d'électrons et la matière. Dans ce cas, ce ne sont plus les électrons diffusés qui sont détectés, mais les électrons transmis passant à travers la matière. Pour cela, les échantillons doivent être suffisamment fins, de l'ordre de quelques centaines de nanomètres au maximum, comme les cristaux fins d'une poudre par exemple. L'avantage principal de cette méthode réside dans les grossissements atteints, grâce auxquels il est possible d'observer jusqu'aux plans atomiques dans les cristaux (échelle du dixième de nanomètre).

En parallèle, l'identification des cristaux observés est possible en utilisant le principe de diffraction des électrons. Le couplage avec un système d'analyse élémentaire EDXS donne accès à la composition élémentaire. Enfin, il est possible grâce à un système de balayage du faisceau de réaliser des cartographies d'éléments par EDXS.

L'appareil sur lesquels l'imagerie en champ clair a été réalisée est localisé au CREMEM (Université Bordeaux 1).

L'instrument utilisé est un microscope à transmission JEOL constitué d'un canon à effet de champ (FEG). Les observations ont été réalisées en utilisant une tension d'accélération de 200kV. Les images ont été enregistré à l'aide d'une caméra CCD. Enfin, les analyses ont été possibles grâce au couplage avec un système de micro-analyse EDXS (JEOL).

5. Analyses PIXE

La méthode PIXE, Particule Induced X-ray Emission, est mise en œuvre à partir de lignes de faisceau de protons produit par un accélérateur de particules. L'interaction entre des protons de hautes énergies et la matière provoque l'émission des rayons X, caractéristiques des éléments présents. Les éléments majeurs, mineurs et traces peuvent être dosés. L'avantage de la méthode en faisceau extrait (comme à AGLAE) réside dans la possibilité de placer des objets massifs à la sortie du faisceau pour une analyse directe sans prélèvements. De plus, du fait des hautes énergies atteintes par les particules dans l'accélérateur, la sensibilité de la méthode est

beaucoup plus élevée que celle de l'EDXS, permettant d'avoir accès aux éléments traces (la limite de détection dépend des éléments, de l'ordre de la dizaine de ppm).

Instrument et conditions d'analyse

Les analyses PIXE ont été réalisées sur l'une des lignes de faisceau extrait de l'accélérateur AGLAE (C2RMF, Palais du Louvre). Il s'agit d'un accélérateur électrostatique de type tandem, modèle Pelletron.

Les analyses ont été réalisées à partir d'un faisceau incident de protons d'énergie 3 MeV et 10 nA d'intensité. Un balayage du faisceau permet l'analyse de zones de 1 mm par 1 mm. Le détecteur de rayons X de basses énergies (0-10 keV) utilisé est un détecteur à semi-conducteur Si(Li) équipé d'une fenêtre en polymère (Moxtek AP3.3). Afin de limiter la diffusion et l'absorption des rayons X dans l'air entre l'échantillon et les détecteurs, les analyses ont été réalisées sous flux d'hélium (2,0 $L.min^{-1}$). Le dosage des éléments légers comme le sodium et l'aluminium est ainsi possible. Le détecteur des rayons X de hautes énergies (jusqu'à 40kev), permettant le dosage des éléments lourds, est un détecteur SDD. Afin de limiter l'intensité des raies du fer, pour le dosage des éléments traces d'énergies proches, deux filtres ont été placés devant le détecteur : un filtre Cr de 20 µm puis un filtre Al de 50 µm. Le rôle du filtre de chrome est d'absorber les raies du fer, tandis que l'aluminium a pour but d'absorber les raies du chrome, celui-ci pouvant être excité par le faisceau de rayons X détecté. La durée des analyses a été estimée de manière à ce que la dose reçue par une cible test soit de 2.10^6 coups pour les échantillons géologiques et de 3.10^6 pour les échantillons archéologiques.

Calcul des teneurs

La calibration des spectres et la détermination des différents paramètres de calculs (largeur des filtres et fenêtres) a été réalisée à partir du logiciel GUPIXWIN (version 2.1). Un standard de composition connue (DR-N, distribué par le SARM, CRPG à Nancy) est analysé, ce qui permet le réglage des différents paramètres (Campbell et al., 1987 ; Johansson et Campbell, 1988 ; Campbell et al., 2000). Pour vérification, la même opération a été réalisée sur un échantillon géologique de référence (14043a) analysé en parallèle par ICP. Les paramètres ont ensuite été déterminés pour le détecteur haute énergie, et afin d'obtenir une correspondance entre basses et hautes énergies, l'élément fer a été choisi comme pivot. L'ensemble des teneurs a été calculé par la suite avec le logiciel TRAUPIX, intégrant le fichier de paramètres défini par GUPIXWIN (voir Pichon et al., 2010).

Le dosage de 11 éléments majeurs et mineurs (Mn compris) et de 16 éléments traces a été possible dans les conditions d'analyse. Les autres éléments sont en dessous des seuils de détection. Pour les éléments traces dont la raie principale est située avant celle du fer (V, Cr, Mn) les teneurs ont été calculées à partir du signal du détecteur en basse énergie, tandis que pour les autres, c'est le détecteur en hautes énergies qui a été utilisé.

6. Spectrométrie d'émission optique et spectrométrie de masse

La spectrométrie d'émission atomique (AES, Atomic Emission Spectrometry), ou spectrométrie d'émission optique (OES, Optical Emission Spectrometry), est basée sur le principe d'excitation des atomes soumis à de très hautes énergies, provoquant leur ionisation et l'émission de rayonnements dans le visible caractéristique des atomes ionisés. Le dosage d'un élément s'effectue par mesure de l'intensité lumineuse émise par rapport à un standard dont la concentration est connue. Cette méthode nécessite au préalable une mise en solution de la matière puis une vaporisation de la solution.

La spéctrométrie de masse s'appuie également sur une ionisation des atomes, qui sont ensuite séparés par un champ magnétique en fonction de leur masse et de leur charge (analyseur). Le comptage des ions s'effectue suivant différents canaux spécifiques aux éléments que l'on veut doser (système de détection).

Dans le cas de l'ICP-AES et ICP-MS, l'ionisation de la matière est obtenue par une source plasma (Couplage plasma inductif, inductively coupled plasma). Ces méthodes d'analyse sont contraignantes d'une part en raison du protocole de préparation nécessitant la mise en solution, mais également pour la spectrométrie de masse par l'instrumentation nécessaire à la détection des ions. Ces analyses ont été effectuées par un laboratoire adapté, le Service d'Analyse des Roches et Minéraux (CRPG, Nancy), spécialisé dans l'analyse chimique des roches.

Préparation des échantillons, instrument et conditions d'analyse

Les échantillons ont été broyés finement dans un microbroyeur planétaire en agate, amenant la granulométrie de la poudre à un maximum de 70-80 µm. Après broyage, les échantillons ont été fondus en présence de $LiBO_2$, puis dissout par HNO_3. La solution est ensuite été injectée dans le système d'ionisation. La même préparation a été utilisée pour l'analyse des éléments majeurs et des éléments traces.

L'analyse des éléments traces a été réalisée à partir d'un spectromètre ICP-MS X7 de Thermo. Pour l'analyse des éléments majeurs, l'appareil utilisé est un ICP-OES (Icap 6500) à torche radiale (Thermo Scientific).

Calcul des teneurs

La calibration des mesures a été effectué à partir de 6 standards différents, tous distribués par le SARM (BR, DR-N, UB-N, AN-G, GH et IF-G). Le seuil de détection correspond à 6 fois la déviation standard du blanc. L'incertitude sur les mesures a été calculée pour 200 mg d'échantillon. Les éléments traces n'ayant pas été détectés dans plus de deux échantillons (Bi, Cd, Mo, Zn, W) n'ont pas été pris en compte dans les calculs, de même que ceux pour lesquels la majorité des valeurs présentaient une incertitude importante, supérieure à 25 % (Be, In, Ni).

7. Diffractométrie de rayons X

La diffractométrie de rayons X est une méthode basée sur l'interaction entre un faisceau de rayons X et la matière. Le phénomène de diffraction est la combinaison d'une diffusion élastique des rayons X par les atomes et d'interférences entre les rayons diffusés par différents plans d'atomes. Cette interaction dépend de l'organisation des atomes dans l'espace. Elle permet de caractériser des phases cristallines, c'est-à-dire toute phase dont les atomes présentent un arrangement périodique dans les trois dimensions. Les minéraux des roches se présentent majoritairement sous forme cristalline. La DRX est donc l'une des méthodes les plus utilisées pour identifier les minéraux.

Instrument et conditions d'analyse

L'appareil utilisé au CRP2A est un Bruker D8 Advance équipé d'un tube avec une anode de cuivre (longueur d'onde : 1.54 Å) et d'un détecteur CCD multicanal PSD LynxEye. Il opère en montage θ-θ, et en géométrie Bragg-Brentano pour l'analyse des poudres. Dans les conditions d'analyse, une fente de 0,3 mm est placée à la sortie du tube, et un couteau est positionné au-dessus de l'échantillon. Le détecteur fonctionne en mode multi-canal, avec une ouverture de 1°. Ces conditions sont optimales pour l'analyse aux bas angles, car elles limitent la contribution du faisceau incident au cours de l'acquisition. Ces conditions, ainsi que l'utilisation d'une anticathode au cuivre, sont idéales pour la détection des argiles, dont les raies principales sont typiquement situées entre 3 et 12° en 2θ (soit entre environ 15 à 7 Å en distance interréticulaire).

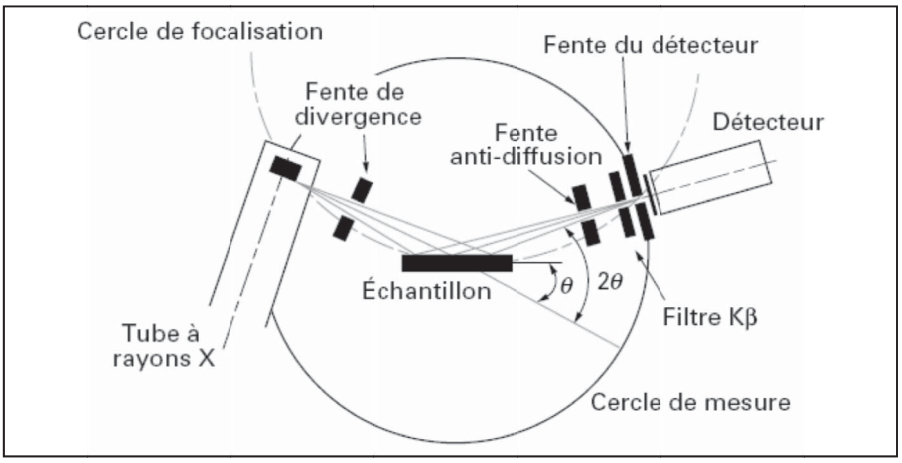


Figure 95 – Schéma de fonctionnement d'un diffractomètre de poudre en géométrie Bragg-Brentano et détail du diffractomètre Bruker D8 advance utilisé au CRP2A.

Pour l'analyse de surface, une géométrie en faisceau parallèle est obtenue en utilisant un miroir de Göbel et des fentes solaires longues. Le détecteur fonctionne en mode monocanal, (ouverture maximale de 2,6°). Une fente de 1 mm a été ajoutée après le miroir de Göbel pour limiter les réflexions parasites. Le positionnement de l'objet massif dans le plan de diffraction se fait grâce à un laser et une caméra.

Préparation des échantillons

Les poudres ont été déposées sur lames de verre (à partir d'un mélange pâteux obtenu par ajout d'eau). Cette méthode, qui a pour effet d'orienter les feuillets des argiles, permet une meilleure détection de ces dernières que la répartition de la poudre dans un godet. Sur certains échantillons toutefois, ce type de préparation a tendance à entraîner une orientation préférentielle des cristallites d'hématite. Lorsque la phase hématite a été étudiée (pour l'étude du traitement thermique par exemple), des godets ont été privilégiés.

Pour une identification plus précise des argiles, la fraction inférieure à 2 µm a été extraite, puis analysée sur poudre orientée sans traitement, après traitement à l'éthylène glycol et après chauffage à 490°C, selon le protocole décrit par Holtzapffel (1985) et revu par Meunier (2002).

Après avoir été concassés, les échantillons ont été placés dans l'eau distillée une journée ou plus pour permettre la désagrégation. Celle-ci n'étant jamais totale, les échantillons ont ensuite été broyés au mortier en agate. Différents cycles de centrifugation ont été effectués, en changeant l'eau à chaque cycle pour éliminer les sels solubles, jusqu'à ce que la poudre reste en suspension. La suspension est ensuite laissée 45 min le temps qu'une partie sédimente, puis un

prélèvement à la pipette des 2 cm supérieurs de la suspension est effectué. Ce prélèvement ne contient que la fraction fine de l'argile, supposée strictement inférieure à 2 µm.

Identification des phases

La position des raies en 2θ sur un diffractogramme dépend à la distance interréticulaire entre les plans d'atomes définissant la structure d'une phase, selon la loi de Bragg : $2.d(hkl).\sin\theta = n.\lambda$. La position des raies pour chaque phase est donnée par une base de donnée de référence réalisée par l'ICDD (International Centre for Diffraction Data ®). L'identification a été réalisée via la base de données PDF-4 (Powder Diffraction Files). Pour les échantillons sur poudre, une évaluation semi-quantitative a été possible en utilisant les coefficients de correction d'intensité I/Icor (Intensité de pic principal sur intensité du pic principal du corindon) des différentes phases (traitement par le logiciel EVA).

L'identification de la maghémite et de la magnétite a pu être précisée grâce à la position de la raie (5 1 1), autour de 57°. Pour une phase maghémite standard, cette raie est située à 1.60 Å, soit environ 57.3°, tandis que pour la magnétite elle est située à 1.616 Å, soit environ 57° (Kim et al., 2012).

L'identification des argiles est plus complexe. Nous avons utilisé pour cela diverses sources. Etant donné le protocole de préparation choisi, simplifié par rapport à certains protocoles proposés actuellement utilisés, les sources les plus récentes ne sont pas toujours les plus adaptées. Nous nous sommes donc basés en premier lieu sur des références en accord avec le protocole choisi (Millot, 1964 ; Moure et Reynolds, 1980), ce qui nous a permis d'identifier les différentes familles d'argiles. Pour l'illite et les argiles interstratifiées, nous nous sommes référés à des sources plus récentes, comme Meunier (Meunier, 2002 ; Meunier et Velde, 2004), ou les données publiées par l'USGS (United States Geological Survey).

Pour l'illite (ou illite/muscovite, les raies de l'argile et du mica étant confondues), la forme du pic principal dépend de son état de cristallinité. Il est possible de distinguer deux types d'illite : l'une bien cristallisée (Well crystallysed illite, WCI), qui présente une raie aux alentours de 9.98 Å (souvent arrondi à 10 Å) ; une autre moins bien cristallisée (Poorly cristallysed illite, PCI), à une distance interréticulaire légèrement plus élevée (aux alentours de 10.1 Å) (Gharrabi et al., 1998 ; Meunier et Velde, 2004).

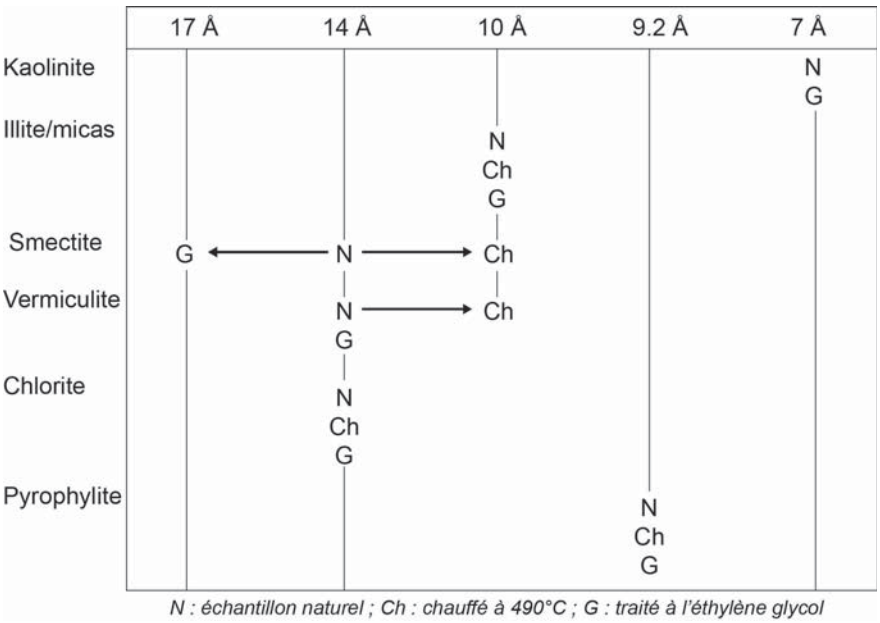


Figure 96 – Position de la raie principale des différentes familles d'argiles, utilisée pour leur identification d'après Millot, 1964, et Moore et Reynolds, 1980).

Notes : pour les argiles interstratifiées, on observe pour chaque traitement une raie principale située entre les deux pôles possibles (exemple pour l'interstratifié illite-smectite : raie entre 14 et 10 Å pour l'échantillon naturel, à 10 Å pour l'échantillon chauffé, et entre 17 et 10 Å pour l'échantillon traité à l'éthylène glycol.

Microdiffraction

L'analyse des sections a été réalisée au LAPA[34](CEA, Saclay). L'appareil utilisé est équipé d'une anode tournante en Molybdène. Un pinhole de 30µm est placé devant le faisceau pour obtenir une zone d'analyse de quelques centaines de µm maximum en faisceau rasant, et permet ainsi des microanalyses de surface (montage b). L'acquisition du signal se fait sur image plate en 2D (anneaux de diffractions). Les images plates sont scannées puis le signal enregistré (anneaux de diffractions) en traité par le logiciel FIT2D, afin d'obtenir un diffractogramme. L'identification des phases a été réalisée comme précédemment décrit.

8. Spectrométrie Raman

La spectrométrie Raman permet l'identification de composés moléculaires par excitation avec un laser. L'interaction entre un laser et la matière donne lieu à une diffusion inélastique, avec un changement de longueur d'onde. C'est l'effet Raman. Ce décalage en longueur d'onde dépend des vibrations des liaisons des molécules analysées. Un composé est caractérisé par un

[34] Analyses réalisées en collaboration avec Eddy Foy.

ensemble de bandes de longueur d'onde connues, correspondant aux différentes vibrations de liaisons.

L'appareil utilisé est un spectromètre Raman (Renishaw RM 2000) associé à un microscope confocal (Leica DMLM). Le microscope est doté d'une platine de déplacement électronique (PRIOR). Le laser utilisé est un laser rouge, de longueur d'onde 633 nm.

La calibration du spectromètre a été réalisée à partir d'une pastille de silicium avec une bande principale à 520,5 cm-1. Les mesures ont été réalisées en mode extended, avec une puissance du laser et un temps d'acquisition variables selon les échantillons. Pour les spectres de la goethite et de l'hématite, une puissance de laser de seulement 7.5mW et des temps d'analyse relativement longs ont été utilisés (20 à 100s), afin d'éviter que les oxydes de fer ne se transforment sous l'impact du laser. Les spectres sont traités par le logiciel GRAMS 32.

La spectrométrie Raman n'a été utilisée que ponctuellement, sur cinq échantillons archéologiques, sur lesquels une phase maghémite/magnétite avait été identifiée. D'après les résultats DRX, cette phase semblait plus proche de la maghémite (paramètres de maille plus grands, raies à des angles plus petits) que de la magnétite. La maghémite a pu être identifiée dans l'un deux, en utilisant diverses références spécifiques à l'identification des oxydes de fer par spectrométrie Raman (Neff et al., 2006 ; Froment et al., 2008). La présence d'hématite dans les échantillons gène cependant l'identification dans les autres échantillons.

9. Méthodes de luminescence

La thermoluminescence (TL) se définit comme un phénomène de luminescence provoqué par l'action d'un chauffage. Un signal de luminescence quel qu'il soit est observé lorsque des électrons « piégés » dans la matière sont libérés par apport d'énergie. En thermoluminescence, cette énergie est apportée sous forme de chaleur : on chauffe la matière afin de libérer les électrons accumulés dans les centres pièges des cristaux. La température à laquelle un signal est émis dépend de l'énergie des centres pièges des cristaux chauffés (nature des défauts cristallins) tandis que l'intensité des pics dépend de la quantité d'électrons piégés dans le type de centre correspondant. La stimulation par une source lumineuse peut également provoquer une luminescence des cristaux. Il s'agit de la luminescence optiquement stimulée (OSL). L'accumulation d'électrons dans un cristal dépend quant à elle de la dose et de la forme d'irradiation reçue par un cristal (rayons α, β, γ et cosmiques).

La méthode principale utilisée dans notre cas est la thermoluminescence. Le principe du test réalisé consiste à acquérir par chauffage le signal de luminescence correspondant à la dose d'irradiation naturelle reçue par un échantillon et de mesurer en parallèle le même signal après ajout d'une dose d'irradiation artificielle. On obtient ainsi trois courbes de thermoluminescence par échantillon : signal naturel ; signal naturel + une dose ajoutée ; signal naturel + deux doses ajoutées. Les caractéristiques de ces trois courbes permettent de déterminer si un échantillon a été chauffé ou non dans le passé.

Instrument et conditions d'analyse

Les expériences de TL ont été réalisées sur l'appareil conçu au CRP2A (TLauto2). Il est constitué :

- d'un plateau rotatif permettant de positionner 24 nacelles ;
- d'un four pour chauffer les échantillons de l'ambiante à 500°C ;
- d'une source β calibrée 90Sr/90Y permettant l'irradiation artificielle des échantillons délivrant un débit de dose de 0,06082 Gy ;
- d'un tube photomultiplicateur avec filtres permettant de sélectionner les longueurs d'onde dans le proche UV et le bleu (2 filtres Schott BG 12, 320-450nm).

Les paramètres utilisés sont une vitesse de chauffage : 4°C/min et un temps d'acquisition de 250ms. Aucun palier n'a été effectué au cours de la montée en température.

Les expériences d'OSL et d'IRSL ont été effectuées sur un appareil conçu et commercialisé par le Risø National Laboratory, au Danemark (TL/OSL-DA 20). Il est constitué :

- d'un carroussel permettant l'analyse de 48 disques de 9.7mm de diamètre.
- d'une plaque chauffante
- d'un système de stimulation optique constitué de deux lots de diodes électroluminescentes : bleues, émettant vers 470±20 nm ; et infrarouge, stimulation vers 870±40 nm.
- d'un tube photomultiplicateur (PM) de type EMI 9235QB, devant lequel est placé un filtre Hoya U-340.
- d'une source beta calibrée de 90Sr/90Y délivrant un débit de dose de ~9.42Gy/min.

Préparation des échantillons

Les échantillons ayant vu la lumière du jour, leur partie externe a été abrasée au papier de verre en chambre noire. Puis ils ont été broyés au mortier en agate et tamisé afin de ne

conserver que la fraction inférieure à 200µm. Une attaque acide a été réalisée pour dissoudre les oxydes de fer, pouvant limiter le signal de luminescence des cristaux de quartz. Une solution d'acide chlorhydrique (HCl) 6M a été utilisée. Il était possible à ce stade de continuer le protocole de préparation utilisé en datation, en réalisant par exemple une attaque à l'acide hexafluorosilicique (H_2SiF_6) pour éliminer les alumino-silicates. Au cas où cet étape ne soit pas nécessaire, des tests d'OSL en infrarouge (IR-SL) région du spectre où seuls les feldspaths luminescent, ont été préférés. Aucun signal n'ayant été détecté, la préparation a été stoppée. Le quartz est considéré comme le principal agent luminescent dans les échantillons.

Un test d'OSL a été pratiqué en dernier lieu sur quelques échantillons afin de s'assurer que les composantes de basses énergies, sensibles à la lumière, n'avaient pas été vidées. Le test s'est avéré positif : le signal naturel a bien été conservé dans son intégrité[35].

Protocole d'acquisition des courbes

Les courbes de thermoluminescence sont mesurées par ajouts successifs de doses d'irradiation β. Chaque expérience de TL consiste à chauffer un cristal préalablement irradié à une vitesse constante, de l'ambiante à 500°C environ. L'enregistrement du signal est réalisé en fonction de la température.

Les expériences sont réalisées sur des « aliquotes », c'est à dire des nacelles contenant de la poudre préparée précédemment, considérées comme indépendantes les unes des autres. La poudre est répartie dans chaque nacelle à l'aide d'un répartiteur volumétrique afin de s'assurer que la quantité de matière est identique dans chaque nacelle.

Au cours d'une acquisition, une nacelle subit quatre chauffages successifs :

- 1er chauffage : avec ou sans irradiation artificielle pour mesurer respectivement les intensités résultant de la dose naturelle ou des ajouts de dose d'irradiation β connue.
- 2ème chauffage : sans irradiation pour accéder aux intensités du bruit de fond.
- 3ème chauffage : avec une même dose artificielle administrée à chaque nacelle.
- 4ème chauffage : sans irradiation pour accéder au bruit de fond du 3ème chauffage.

Le 3ème chauffage correspond à l'enregistrement d'une courbe de normalisation, dont le but est de réduire la dispersion liée aux différences de quantité de matière entre les nacelles d'un même lot et aux variations de luminescence des grains. La dose choisie dans ce cas est d'environ 60 Gy.

[35] Les mesures d'OSL ont été effectuées par Marion Hernandez.

Trois nacelles d'échantillons ont été remplies pour le test de luminescence. La première a servi à mesurer le signal naturel (Nat). Aucune irradiation artificielle n'a été réalisée dans ce cas. La seconde nacelle a reçu une dose d'irradiation de 200 Gy avant lecture du signal (Nat+Dose). La troisième nacelle enfin a subi une irradiation d'une dose de 400 Gy (Nat+2Doses).

La normalisation des courbes du signal naturel ou du signal naturel+dose s'effectue en calculant l'aire sous les courbes entre 380 et 440°C (plage de signal la plus stable). On tient compte de l'aire correspondant au bruit de fond en la soustrayant à l'aire sous la courbe. La courbe de normalisation s'obtient comme suit :

$I_{norm} = I_{mes}$/(Aire sous la courbe-Aire bdf)

10. Analyses statistiques

Tests statistiques

Un test statistique est utilisé pour évaluer la probabilité de se tromper an acceptant ou rejetant une hypothèse H_0, dite hypothèse nulle. Pour cela, on pose une hypothèse de départ, qui doit être exprimée de façon à être soit acceptée soit rejetée. Puis on choisit un test approprié, c'est-à-dire qui est cohérent avec la question posée, mais aussi avec la distribution des données testées, et enfin la nature de l'échantillon (échantillon d'une population). On définit une probabilité en-deçà de laquelle on considère que l'hypothèse nulle doit être rejetée (seuil). On calcule la probabilité associé au test pour l'échantillon associé. On compare cette probabilité au seuil défini, et on conclut, si la probabilité est supérieure, H_0 est acceptée, sinon elle est rejetée.

Dans notre cas, deux seuils différents ont été choisis. Un premier seuil à 5 % (p=0.05) a été utilisé pour contrôler s'il y avait une différence significative dans la distribution d'une variable entre deux ou plusieurs échantillons (Test de U Mann-Withney et test de Kruskall-Wallis respectivement), notamment pour tester s'il y avait une différence du taux de fragmentation des pièces en fonction des types de matières premières. Ce seuil élevé signifie qu'on a plus de risques de rejeter l'hypothèse nulle alors qu'elle est vraie. On préfère considérer qu'il y a un taux de fragmentation différent selon les matières premières, plutôt que le contraire.

En revanche, nous avons voulu limiter le risque de rejeter l'hypothèse nulle lorsque par exemple on a testé s'il y avait une différence significative de répartition des vestiges en fonction des techno-complexes (test du chi 2), le seuil a été choisi plus bas, à 1%. En effet, on préfère considérer qu'il n'y a pas de différences significatives plutôt que le contraire, pour éviter d'y voir

un changement qui pourrait être par la suite surinterprété, alors que l'échantillon est finalement très faible (voir par exemple Chenorkian, 1996).

Conditions d'applicabilité du test du chi 2:

Effectif supérieur à 40

Aucun effectif inférieur à 5

Conditions d'applicabilité du test de U Mann-Withney (test non paramétrique)

Valeurs quantitatives mesurées sur une échelle ordinale

Echantillons non appariés

Analyse multivariée en composante principale

L'analyse multivariée en composante principale est utilisée pour établir s'il existe une structure sous-jacente à un ensemble de données, c'est-à-dire pour observer des corrélations entre des variables ou pour définir des groupes d'individus. Contrairement à l'analyse canonique, elle ne pose pas d'*a priori* de départ sur ce que pourraient être ces groupes. Le principe consiste à réduire le nombre de variables en calculant de nouvelles variables non corrélées entre elles, qui rendront compte du maximum de la variance entre les individus ou échantillons.

Pour des données collectées sous la forme de P variables et N individus (dans notre cas P éléments et N échantillons géologiques), l'ACP va constituer à calculer les axes qui s'ajustent au mieux au nuage défini par ces points dans un espace vectoriel. La méthode de calcul utilisée est la méthode d'ajustement des moindres carrés, soit la diagonalisation d'une matrice, dans notre cas uniquement une matrice de corrélation (les covariances n'ont pas été utilisées). Les premières composantes, en particulier PC1 et PC2, rendent compte du maximum de la variance totale.

Chaque variable contribue pour une certaine part au calcul des nouveaux axes. La distribution des individus peut être observée à partir coordonnées calculées selon chaque composante.

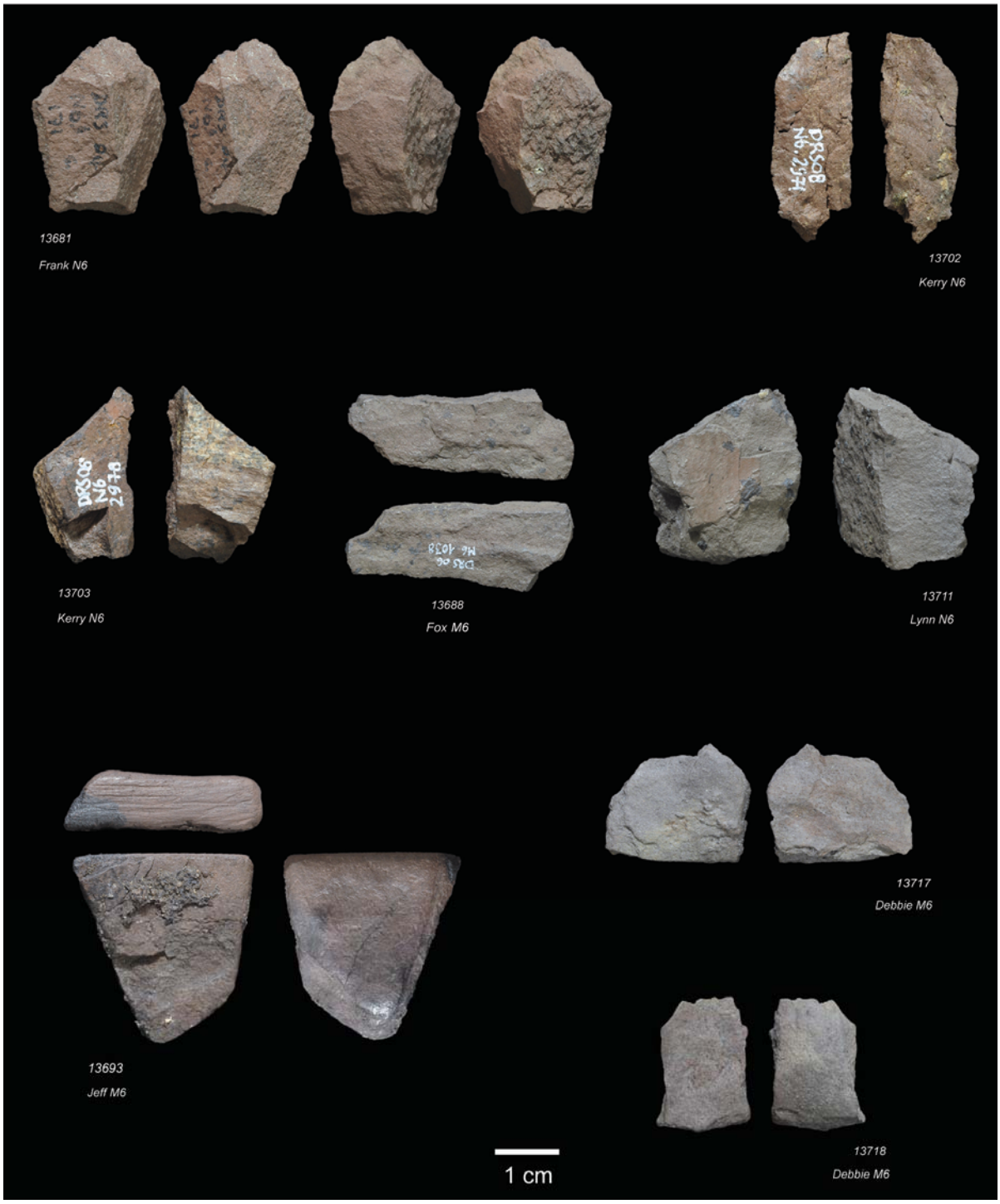
Les calculs ont été réalisés à partir du logiciel de traitement STATISTICA, version 10. Les individus actifs dans le calcul des composantes ont toujours été les échantillons géologiques uniquement. Les coordonnées des échantillons archéologiques ont été calculées dans un second temps, comme individus « supplémentaires ». Au fur et à mesure des ACP réalisées, une seule

variable parmi celles corrélées entre elles a été conservée, celle qui contribue le plus à la variance observée. A la fin, seules des variables non corrélées subsistent.

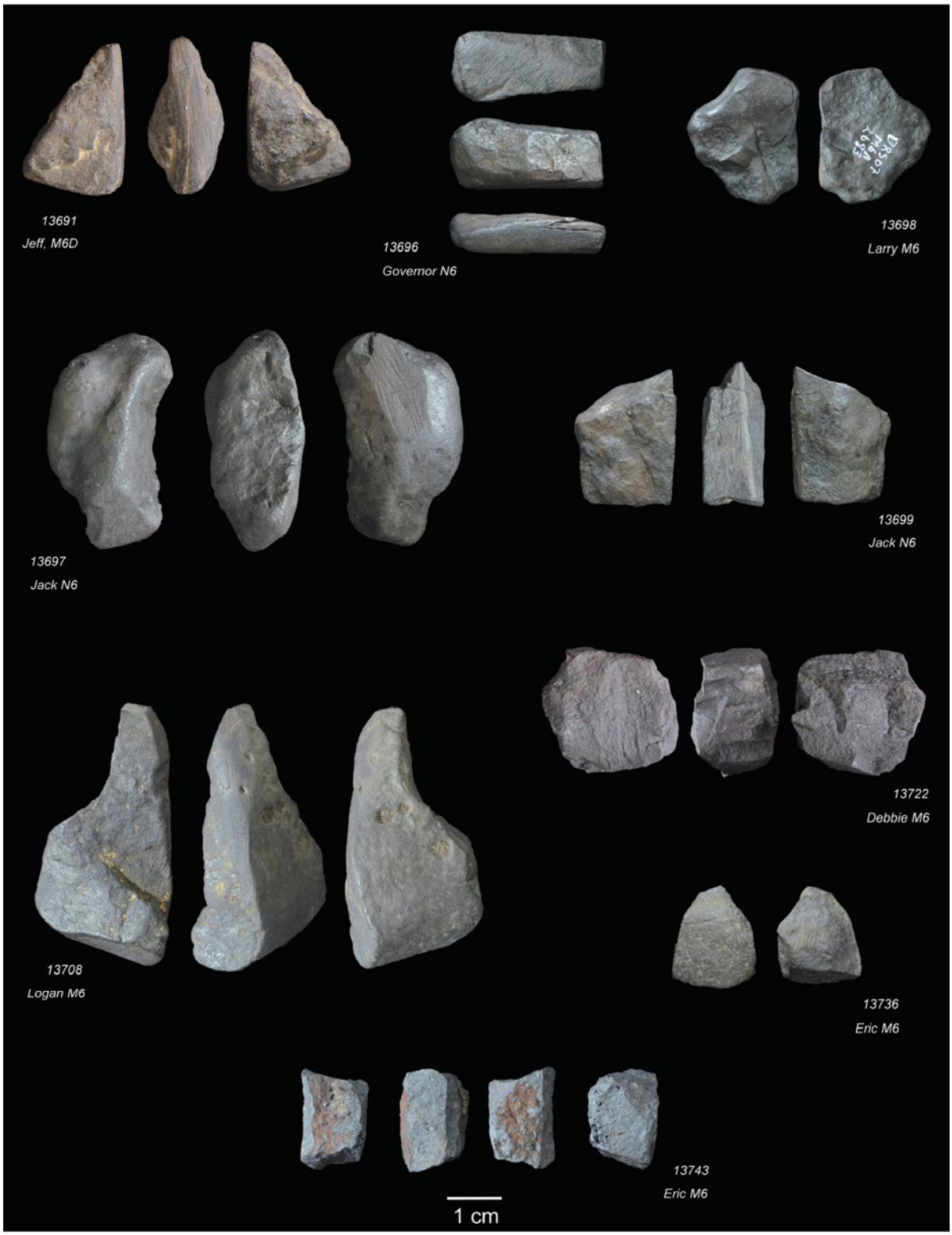
En ce qui concerne les recherches de provenance, la grande majorité des éléments (variables) pour lesquels il y avait des valeurs manquantes (teneurs inférieures au seuil de détection) n'a pas été prise en compte dans les ACP, à l'exception des éléments traces Cr et Sb, ne présentant pas plus de 4 valeurs manquantes. Dans le cas d'ACP concernant un nombre important d'échantillons (shales+ferricrtes, 64 échantillons), ces valeurs manquantes ont été remplacées par la moyenne des valeurs. Losque ce nombre apparaît trop faible pour utiliser la moyenne sans influer notablement sur les résultats de l'ACP (shales seuls, 42 échantillons), les échantillons concernés ont été écartés de l'analyse.

ANNEXE II

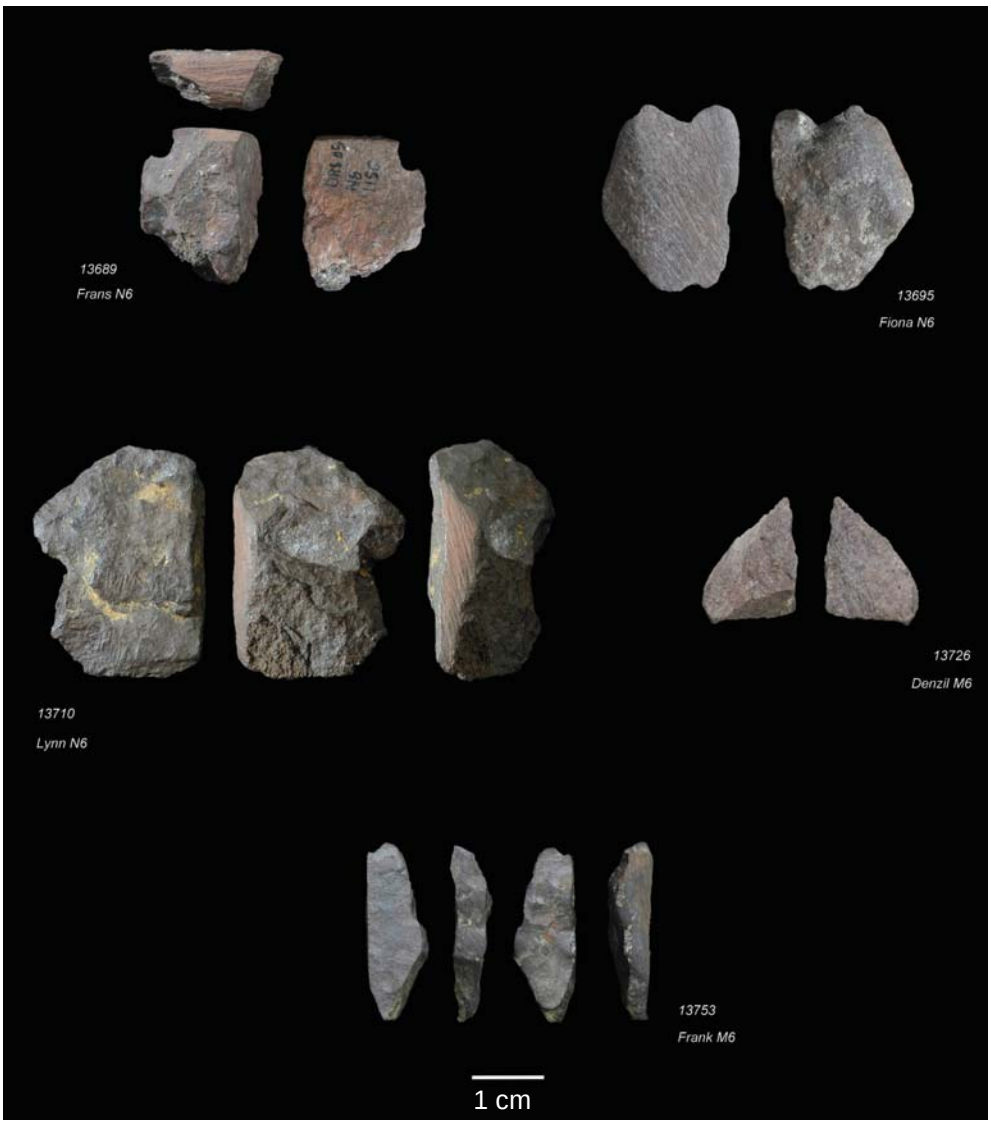
Planches photos, Diepkloof



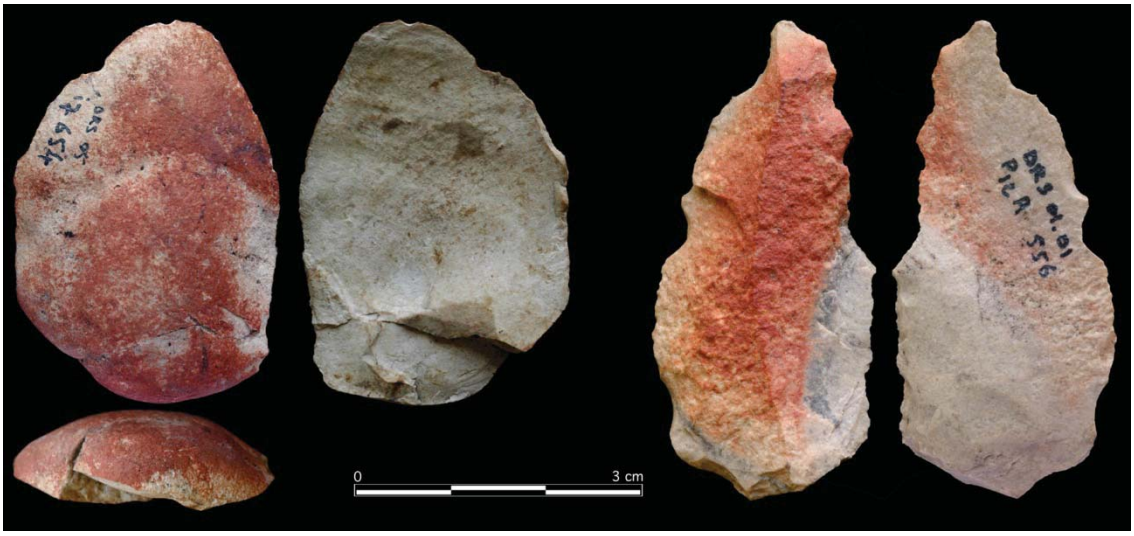
Blocs identifiés comme « shales ». Les numéros correspondent à ceux attribués pour l'analyse. Une seule pièce abrasée est présentée (13693), illustrant la rareté des traces d'abrasion sur les shales.



Blocs identifiés comme « ferricrètes». Les numéros correspondent à ceux attribués pour l'analyse. Une seule pièce non abrasée est présentée (13743), un ferricrète à cristaux prismatiques.



Blocs identifiés comme « shales/ferricrètes» à l'observation, mais présentent en réalité des taux d'oxydes de fer aussi élevés que les ferricrètes. Les numéros correspondent à ceux attribués pour l'analyse. Une seule pièce non abrasée est présentée (13726).



Eclats de silcrète « ocrés », dont le premier, recouvert d'une fine couche « d'ocre » rouge, a été utilisé comme percuteur (©Texier).

ANNEXE III

Liste des échantillons, analyses physico-chimiques et expériences effectuées

1. Echantillons de Diepkloof Rock Shelter

Réf.	Statut	US	Bloc entier					Poudre				Sections		
			Colorimétrie	MEB-EDXS	DRX	Raman	PIXE	DRX	ICP	TL	MET	MEB-EDXS	DRX	PIXE
BDX13680	Coordonné	CLAUDE		X	X									
BDX13681	Coordonné	CLAUDE		X	X		X	X	X			X		X
BDX13683	Coordonné	CLAUDE		X										
BDX13684	Coordonné	DEBBIE		X	X									
BDX13689	Coordonné	FRANS		X	X									
BDX13690	Coordonné	EBEN		X	X			X	X	X	X	X	X	
BDX13692	Coordonné	FRANK		X	X									
BDX13693	Coordonné	JEFF		X	X									
BDX13695	Coordonné	FIONA		X	X									
BDX13697	Coordonné	JACK		X	X									
BDX13700	Coordonné	JESS		X	X									
BDX13701	Coordonné	KATE		X										
BDX13702	Coordonné	KERRY		X				X						
BDX13709	Coordonné	LEO		X										
BDX13710	Coordonné	LYNN		X	X									
BDX13711	Coordonné	LYNN		X	X			X						
BDX13712	Coordonné	MARY		X	X			X				X	X	
BDX13715	Refus tamis	DARRYL	X	X	X		X	X	X			X	X	X
BDX13716	Refus tamis	DARRYL	X	X	X		X	X		X		X	X	X
BDX13717	Refus tamis	DEBBIE	X	X	X		X							
BDX13718	Refus tamis	DEBBIE	X	X	X		X	X	X					
BDX13719	Refus tamis	DEBBIE	X	X	X									
BDX13720	Refus tamis	DEBBIE	X	X										
BDX13721	Refus tamis	DEBBIE	X	X	X									
BDX13722	Refus tamis	DEBBIE	X	X	X		X	X	X	X		X		
BDX13723	Refus tamis	DEBBIE	X	X	X			X						
BDX13724	Refus tamis	DEBBIE	X	X	X	X		X		X				
BDX13725	Refus tamis	DEBBIE	X	X	X			X						
BDX13726	Refus tamis	DENZIL	X	X	X									
BDX13727	Refus tamis	DENZIL	X	X	X			X		X				
BDX13728	Refus tamis	DENZIL	X	X	X									
BDX13729	Refus tamis	DENZIL	X	X	X									
BDX13730	Refus tamis	EDGAR	X	X	X									
BDX13731	Refus tamis	EDGAR	X	X	X									
BDX13732	Refus tamis	EDGAR	X	X	X									
BDX13733	Refus tamis	EDGAR	X	X	X									
BDX13734	Refus tamis	EDGAR	X	X	X		X							
BDX13735	Refus tamis	EDGAR	X	X	X									
BDX13736	Refus tamis	ERIC	X	X	X									
BDX13737	Refus tamis	ERIC	X	X										
BDX13738	Refus tamis	ERIC	X	X	X	X								
BDX13739	Refus tamis	ERIC	X	X	X									
BDX13740	Refus tamis	ERIC	X	X										
BDX13741	Refus tamis	ERIC	X	X	X		X	X	X	X	X	X		X

Réf	Statut	US	Bloc entier					Poudre				Sections		
			Colorimétrie	MEB-EDXS	DRX	Raman	PIXE	DRX	ICP	TL	MET	MEB-EDXS	DRX	PIXE
BDX13742	Refus tamis	ERIC	X	X	X									
BDX13743	Refus tamis	ERIC	X	X	X			X						
BDX13744	Refus tamis	ERIC	X	X	X									
BDX13745	Refus tamis	ERIC	X	X	X									
BDX13746	Refus tamis	ERIC	X	X	X									
BDX13747	Refus tamis	ERIC	X	X	X									
BDX13748	Refus tamis	ERIC	X	X										
BDX13749	Refus tamis	ERIC	X	X	X	X		X	X					
BDX13750	Refus tamis	ERIC	X	X	X			X						
BDX13751	Refus tamis	ERIC	X	X	X									
BDX13752	Refus tamis	ESTER	X	X	X			X	X	X				
BDX13753	Refus tamis	FRANK	X	X	X									
BDX13755	Refus tamis	FRANK	X	X	X									
BDX13756	Refus tamis	GOVERNOR	X	X	X									
BDX13757	Refus tamis	GOVERNOR	X	X	X			X				X		
BDX13758	Refus tamis	GOVERNOR	X	X	X			X	X					
BDX13759	Refus tamis	GOVERNOR	X	X	X									
BDX13760	Refus tamis	GOVERNOR	X	X	X									
BDX13761	Refus tamis	GOVERNOR	X	X	X			X						
BDX13762	Refus tamis	GOVERNOR	X	X	X			X		X	X			
BDX13763	Refus tamis	GOVERNOR	X	X										
BDX13764	Refus tamis	JOHN	X	X	X									
BDX13765	Refus tamis	JOHN	X	X	X									
BDX13766	Refus tamis	JEFF	X	X	X	X								
BDX13767	Refus tamis	JEFF	X	X	X	X								
BDX13768	Refus tamis	JOY	X	X	X									
BDX13769	Refus tamis	JOY	X	X	X									
BDX13770	Refus tamis	JOY	X	X	X									
BDX13771	Refus tamis	JOY	X	X	X			X						
BDX13772	Refus tamis	JACK	X	X	X									
BDX13773	Refus tamis	JACK	X	X	X		X	X		X		X		X
BDX13774	Refus tamis	JACK	X	X	X									
BDX13775	Refus tamis	JACK	X	X										
BDX13776	Refus tamis	JACK	X	X										
BDX13777	Refus tamis	KIM	X	X	X			X	X			X	X	
BDX13778	Refus tamis	KIM	X	X	X									
BDX13779	Refus tamis	KIM	X	X	X									
BDX13783	Refus tamis	JESS	X	X	X			X						
BDX13793	Refus tamis	JUDE		X	X			X	X	X	X			
BDX13800	Refus tamis	KERRY		X	X									
BDX13804	Refus tamis	LARRY		X	X			X						
BDX13808	Refus tamis	LOGAN		X	X									
BDX13820	Refus tamis	LAUREEN		X	X									
BDX13822	Refus tamis	MAGGIE		X	X									
BDX13823	Refus tamis	MAGGIE		X	X									
BDX15197	Refus tamis	DARRYL		X	X									
BDX15198	Refus tamis	ERIC		X										
BDX15199	Refus tamis	JOHN		X	X									
BDX15200	Refus tamis	JEFF		X	X									
BDX15201	Refus tamis	JEFF		X										
BDX15202	Refus tamis	JOY		X										
BDX15203	Refus tamis	LYNN		X										
BDX15204	Refus tamis	LYNN		X	X									
BDX15205	Refus tamis	LAUREEN		X	X									
TOTAL			**65**	**98**	**83**	**5**	**9**	**28**	**11**	**10**	**4**	**10**	**5**	**5**

2. Echantillons géologiques

Réf	Source	Exp. associée	Bloc entier				Poudre					Lames minces
			MEB-EDXS	DRX	PIXE	Colorimétrie	MEB-EDXS	DRX	DRX, <2µm	ICP	MET	Pétrographie
BDX14042d	Shale 1		X	X				X	x	X		
BDX14042e	Shale 1							X		X		
BDX14043a	Shale 1		X	X	X		X	X	x	X		
BDX14045a	Shale 1		X	X				X	x	X		
BDX14045b	Shale 1							X		X		
BDX14047a	Shale 1		X	X				X	x	X		
BDX14048a	Shale 1		X	X				X	x	X		X
BDX14048V	Shale 1	Chauffe foyer				X		X				
BDX14050a	Shale 1							X		X		
BDX14050b	Shale 1		X	X	X		X	X	x	X		
BDX14052a	Shale 1		X	X				X		X		
BDX14053a	Shale 1							X	x	X		
BDX14055a	Shale 1	Expé trace						X		X		
BDX14055L	Shale 1	Chauffe foyer				X		X				
BDX15206a	Shale 1	Chauffe foyer				X		X				
BDX15206b	Shale 1	Chauffe foyer				X		X				
BDX15206c	Shale 1											
BDX14691a	Shale 2							X		X		
BDX14691b	Shale 2		X	X				X	x	X		x
BDX14691c	Shale 2							X		X		
BDX14691d	Shale 2							X	x	X		
BDX14691e	Shale 2							X		X		
BDX14691f	Shale 2							X		X		
BDX14691g	Shale 2		X	X				X	x	X		
BDX14691h	Shale 2							X		X		
BDX14691i	Shale 2		X	X				X		X		
BDX14691j	Shale 2		X	X				X	x	X		
BDX14691k	Shale 2		X	X				X				
BDX14691l	Shale 2	Expé trace										
BDX14691m	Shale 2	Expé trace										
BDX14691n	Shale 2	Expé trace										
BDX14693a	Shale 3							X		X		
BDX14693b	Shale 3							X	x	X		
BDX14693c	Shale 3							X		X		
BDX14693d	Shale 3		X	X				X		X		
BDX14693e	Shale 3		X	X				X	x	X		X
BDX14693f	Shale 3							X		X		
BDX14693g	Shale 3		X	X				X	x	X		x
BDX14693h	Shale 3							X		X		
BDX14693i	Shale 3							X		X		
BDX14693j	Shale 3		X	X				X		X		x
BDX14693k	Shale 3	Expé trace										
BDX14694a	Shale 4							X				
BDX14694b	Shale 4							X				
BDX14694c	Shale 4							X				
BDX14694d	Shale 4							X				
BDX14694e	Shale 4		X	X				X	x			
BDX14692a	Shale 5							X				
BDX14692b	Shale 5		X	X				X	x			x
BDX14692c	Shale 5	Expé trace										
BDX14696a	Shale 6							X		X		
BDX14696b	Shale 6							X		X		
BDX14696c	Shale 6		X	X	X		X	X		X		
BDX14696d	Shale 6							X		X		
BDX14696e	Shale 6							X		X		
BDX14696f	Shale 6							X		X		
BDX14696g	Shale 6							X		X		
BDX14696h	Shale 6							X		X		
BDX14696i	Shale 6							X		X		
BDX14696j	Shale 6							X		X		
BDX14696k	Shale 6	Chauffe foyer				X						
BDX14696l	Shale 6	Chauffe foyer				X						

Réf	Source	Exp. associée	Bloc entier				Poudre					Lames minces
			MEB-EDXS	DRX	PIXE	Colorimétrie	MEB-EDXS	DRX	DRX, <2µm	ICP	MET	Pétrographie
BDX14700a	Shale 7							X				
BDX14700b	Shale 7		X	X				X				
BDX14697a	Ferr 1		X	X	X		X	X		X		
BDX14697b	Ferr 1		X	X				X		X		X
BDX14697c	Ferr 1	Chauffe four						X		X		
BDX14697d	Ferr 1							X		X		
BDX14697e	Ferr 1							X		X		
BDX14697f	Ferr 1							X		X		
BDX14697g	Ferr 1							X		X		
BDX14697h	Ferr 1							X		X		
BDX14697i	Ferr 1	Expé trace						X		X		
BDX14697j	Ferr 1	Chauffe foyer				X		X			X	
BDX14697k	Ferr 1	Chauffe foyer				X		X				
BDX14698a	Ferr 2a		X	X				X				
BDX14698b	Ferr 2a							X				
BDX14698c	Ferr 2a							X		X		
BDX14698d	Ferr 2a							X		X		
BDX14698e	Ferr 2a		X	X				X		X		
BDX14698f	Ferr 2b		X	X				X		X		
BDX14699a	Ferr 2b		X	X	X		X	X		X		X
BDX14699b	Ferr 2b		X	X				X		X		
BDX14699c	Ferr 2b							X		X		
BDX14699d	Ferr 2b							X		X		
BDX14699e	Ferr 2b							X		X		
BDX14699f	Ferr 2b							X		X		
BDX14699g	Ferr 2b							X		X		
BDX14699h	Ferr 2b							X		X		
BDX14699i	Ferr 2b							X		X		
BDX14337a	Ferr 4	Expé trace	X	X				X				
BDX14337b	Ferr 4											
BDX14701a	Ferr 3		X	X				X				X
BDX14701b	Ferr 3		X	X				X				X
BDX15207a	Ferr 5	Chauffe foyer				X		X				
BDX15207b	Ferr 5	Chauffe foyer				X		X				
BDX15207c	Ferr 5	Expé chauffe										
BDX15476	*	Chauffe foyer				X		X				
BDX15504	**	Chauffe foyer				X		X				
TOTAL			**30**	**30**	**5**	**12**	**5**	**89**	**16**	**64**	**1**	**10**

***Echantillon collecté en dehors du contexte géologique d'étude (Swartberg). **Idem (Warmwaterberg)**

ANNEXE IV

Evaluation des analyses de surface, complément

1. Evaluation des analyses PIXE dans les conditions d'analyse

		14043a			14050b			14696c			14697a			14699a		
		ICP	PIXE	Diff. R.	ICP	PIXE	Diff. R.	ICP	PIXE	Diff. R.	ICP	PIXE	Diff. R.	ICP	PIXE	Diff. R.
SiO_2	%	55.6	54.6	**1.7**	46.6	46.8	**-0.5**	58.0	56.5	**2.7**	2.0	2.2	**-8.8**	17.5	18.4	**-5.5**
Al_2O_3	%	25.5	26.9	**-5.6**	26.3	26.5	**-0.7**	26.5	28.5	**-7.4**	3.4	3.7	**-9.7**	17.2	18.3	**-6.3**
Fe_2O_3	%	10.9	10.6	**3.1**	17.0	16.8	**1.5**	5.1	5.0	**2.6**	91.5	91.3	**0.2**	61.8	60.1	**2.7**
MnO*	%	0.1	0.1	**6.8**	0.1	0.1	**16.4**	0.01	n.d.		0.01	n.d.		0.01.	n.d.	
MgO	%	0.8	0.7	**8.9**	1.0	0.9	**10.9**	1.8	1.5	**16.3**	0.3	0.3	**1.6**	0.2	0.2	**18.6**
CaO	%	<L.D.	0.1		0.2	0.3	**-49.0**	0.0	0.1	**-78.7**	0.2	0.2	**24.6**	<L.D.	0.0	
Na_2O	%	0.4	0.4	**-0.7**	0.4	0.5	**-12.6**	2.0	1.9	**3.3**	0.2	0.3	**-59.0**	<L.D.	0.1	
K_2O	%	5.1	5.0	**2.2**	6.4	6.1	**3.3**	5.4	5.5	**-2.0**	0.1	0.1	**-0.1**	0.4	0.4	**6.2**
TiO_2	%	1.4	1.4	**-1.0**	1.7	1.7	**-2.2**	1.1	1.1	**-0.3**	0.0	0.0	**6.0**	0.1	0.1	**25.3**
P_2O_5	%	0.3	0.3	**10.4**	0.3	0.3	**9.6**	0.1	n.d.		2.1	1.8	**14.3**	2.8	2.4	**12.8**
Total	%	*100.0*	*100.0*		*100.0*	*100.0*		*100.0*	*100.0*		*100.0*	*100.0*		*100.0*	*100.0*	
As	ppm	40.8	39.3	**3.6**	85.3	80.7	**5.4**	1.6	n.d.		36.2	35.0	**3.4**	41.8	39.3	**5.9**
Ba	ppm	618.2	660.3	**-6.8**	738.8	608.3	**17.7**	648.3	598.7	**7.7**	437.2	441.0	**-0.9**	52.5	n.d.	
Cr	ppm	105.2	71.0	**32.5**	171.7	130.3	**24.1**	96.53	109.0	**-12.9**	21.67	n.d.		102.7	98.0	**4.6**
Cu	ppm	32.5	19.0	**41.6**	24.3	17.0	**30.0**	8.3	11.3	**-36.1**	15.2	19.3	**-27.1**	56.7	45.0	**20.7**
Ga	ppm	39.7	31.7	**20.3**	45.4	37.0	**18.6**	34.0	26.7	**21.6**	1.7	5.0	**-190.9**	3.8	4.5	**-16.9**
Nb	ppm	25.1	25.3	**-1.0**	29.9	34.3	**-14.7**	18.2	17.0	**6.5**	0.5	n.d.		1.1	n.d.	
Ni	ppm	25.7	36.0	**-39.9**	22.5	32.3	**-43.8**	9.8	27.7	**-181.0**	32.5	60.3	**-85.9**	27.7	25.7	**7.4**
Pb	ppm	52.3	49.7	**5.0**	70.9	67.3	**5.1**	7.9	8.5	**-7.7**	5.8	n.d.		30.3	25.0	**17.6**
Rb	ppm	184.7	183.0	**0.9**	221.8	232.0	**-4.6**	279.8	291.0	**-4.0**	5.0	5.0	**-1.0**	14.9	12.7	**15.2**
Sr	ppm	151.6	147.0	**3.0**	194.7	201.3	**-3.4**	67.7	69.7	**-3.0**	47.3	55.0	**-16.2**	6.6	8.0	**-21.4**
Th	ppm	25.1	21.7	**13.6**	27.9	26.7	**4.4**	28.0	24.7	**11.7**	7.5	n.d.		3.0	n.d.	
V	ppm	102.6	169.5	**-65.2**	138.4	215.0	**-55.3**	101.0	n.d.		6.9	n.d.		15.9	35.5	**-122.7**
Y	ppm	57.4	50.0	**12.9**	71.2	73.7	**-3.5**	38.9	36.7	**5.8**	6.6	5.0	**23.7**	7.2	6.0	**16.9**
Zr	ppm	476.7	438.7	**8.0**	338.6	333.7	**1.5**	207.5	204.0	**1.7**	16.7	18.0	**-7.7**	16.4	16.3	**0.2**
Zn	ppm	70.5	48.7	**30.9**	83.5	64.0	**23.4**	56.1	38.0	**32.3**	24.4	25.0	**-2.3**	55.1	39.3	**28.6**

Pourcentages massiques des éléments majeurs, mineurs (exprimés en pourcentages d'oxydes) et traces de 5 échantillons géologiques de poudre obtenus par ICP-OES et ICP-MS (SARM) et PIXE (AGLAE). Calcul de la différence relative des résultats en prenant comme référence ceux de l'ICP. Les résultats ont été normalisés à 100 %. Les valeurs surlignées correspondent à une différence relative supérieure à 10 % pour les éléments majeurs et mineurs, et supérieure à 25 % pour les traces.

Le manganèse a été exprimé en % d'oxyde malgré des concentrations faibles, en accord avec la présentation des données utilisée pour les roches en ICP.

2. Différences observées entre poudre et surface sur échantillons archéologiques

Réf	Poudre	Surface
13681	Quartz, illite, kaolinite, hématite	*Mêmes phases*
13690	Maghémite, hématite, quartz	*Mêmes phases*
13702	Illite, quartz, hématite	
13711	Illite, quartz, hématite, kaolinite	*Mêmes phases*
13712	Hématite	*Mêmes phases*
13715	Quartz, illite, kaolinite, hématite	*Mêmes phases*
13716	Quartz, **illite,** maghémite, **hématite**	Quartz, maghémite
13718	Illite/muscovite, hématite	*Mêmes phases*
13722	**Goethite, kaolinite,** hématite, **quartz**	Hématite
13723	Hématite, illite, pyrophyllite	*Mêmes phases*
13724	Hématite, quartz	**Maghémite,** hématite, quartz
13725	Hématite	Hématite, **quartz (maghémite?)**
13727	Maghémite, hématite, quartz	*Mêmes phases*
13741	Hématite, quartz	*Mêmes phases*
13743	Hématite, maghémite	*Mêmes phases*
13749	Hématite, maghémite	*Mêmes phases*
13750	Hématite, **illite**	Hématite, **quartz**
13752	Illite/muscovite, quartz, hématite, goethite	Quartz, illite/muscovite, hématite, goethite
13757	Illite/muscovite, kaolinite, **quartz,** hématite	Kaolinite, illite/muscovite, hématite
13758	Quartz, kaolinite, illite/muscovite, hématite	*Mêmes phases*
13761	Illite/muscovite, quartz, hématite, kaolinite	*Mêmes phases*
13762	Hématite, quartz	*Mêmes phases*
13771	Illite, **quartz,** hématite	Illite/muscovite, hématite
13773	Quartz, hématite, illite, kaolinite	*Mêmes phases*
13777	Quartz, kaolinite, illite, hématite	Illite/muscovite, **maghémite**
13783	Illite, quartz, hématite, kaolinite	*Mêmes phases*
13793	Hématite, maghémite, **quartz**	Maghémite, hématite
13804	Quartz, illite, hématite, kaolinite	*Mêmes phases*

Liste des phases détectées sur poudre et en surface dans une sélection d'échantillon archéologique. Les phases mineures non détectées en surface (kaolinite, feldspath potassique, anatase ou calcite) n'ont pas été indiquées. Les différences sont indiquées en rouge.

ANNEXE V

Résultats de l'examen macroscopique et de l'analyse physico-chimique du matériel archéologique

Diepkloof Rock Shelter, sélection

1. Résultats examen macroscopique

Réf	Contexte		Roches			Transformation méca.	
	US	Ss-carré	Structure (obs)	Texture	Type (observation finale)	Nb facettes	Procédé
13680	**CLAUDE**	N6D	massif	grès/Argile-silt	GRES		
13681	**CLAUDE**	N6D	laminé	Argile-silt	SHALE		
13683	**CLAUDE**	N6B	massif	Argile-silt	FERRICRETE	2	Abrasion
13684	**DEBBIE**	N6A	massif	grès/Argile-silt	GRES/QUARTZITE		
13689	**FRANS**	N6B	finament laminé	Argile-silt	SHALE/FERRICRETE	1	Abrasion
13690	**EBEN**	N6B	massif	Argile-silt	FERRICRETE		
13692	**FRANK**	N6C	massif	Argile	FERRICRETE	3	Abrasion
13693	**JEFF**	M6D	laminé	Argile-silt	SHALE	1	Abrasion
13695	**FIONA**	N6	?	Argile-silt	FERRICRETE/SHALE	2	Abrasion
13697	**JACK**	N6	massif	Argile	FERRICRETE	5	Abrasion
13700	**JESS**	N6	massif	?	Pas de l'ocre (cornéenne)	?	
13701	**KATE**	N6	massif	grès	GRES/QUARTZITE	1	Abrasion
13702	**KERRY**	N6B	laminé	Argile-silt	SHALE		
13709	**LEO**	N6A	laminé	Argile	FERRICRETE	2	Abrasion
13710	**LYNN**	N6A	légèrement laminé	Argile-silt	FERRICRETE/SHALE	3	Abrasion
13711	**LYNN**	N6D	laminé	Argile-silt	SHALE		
13712	**MARY**	M6A	massif	Argile-silt	FERRICRETE		
13715	**DARRYL**	M6A	laminé	Argile-silt	SHALE		
13716	**DARRYL**	M6A	laminé	grès/Argile-silt	SHALE		
13717	**DEBBIE**	M6A	finament laminé	Argile-silt	SHALE		
13718	**DEBBIE**	M6A	finament laminé	Argile-silt	SHALE		
13719	**DEBBIE**	M6A	finament laminé	Argile-silt	SHALE		
13720	**DEBBIE**	M6A	massif	Silt	Pas de l'ocre (silcrète rouge)		
13721	**DEBBIE**	M6A	massif, globulaire	Argile-silt, cristaux	FERRICRETE FIBREUX		
13722	**DEBBIE**	M6A	légèrement laminé	Argile	FERRICRETE		
13723	**DEBBIE**	M6B	laminé	Argile-silt	SHALE		
13724	**DEBBIE**	M6B	légèrement laminé	Argile-silt/grès	FERRICRETE		
13725	**DEBBIE**	M6B	légèrement laminé	Argile-silt	FERRICRETE/SHALE		
13726	**DENZIL**	M6D	laminé	Argile	FERRICRETE/SHALE		
13727	**DENZIL**	M6D	laminé	Argile-silt	FERRICRETE/SHALE		
13728	**DENZIL**	M6D	légèrement laminé	Argile-silt/grès	FERRICRETE		
13729	**DENZIL**	M6D	laminé	Argile-silt	SHALE		
13730	**EDGAR**	M6B	légèrement laminé	Argile-silt	FERRICRETE/SHALE	3	Abrasion

Réf	Contexte		Roches			Transformation méca.	
	US	Ss-carré	Structure (obs)	Texture	Type (observation finale)	Nb facettes	Procédé
13731	**EDGAR**	M6B	massif	Argile-silt	FERRICRETE	1	Abrasion
13732	**EDGAR**	M6B	laminé	Argile-silt	SHALE	1	Abrasion
13733	**EDGAR**	M6B	laminé	Argile-silt	SHALE		
13734	**EDGAR**	M6B	laminé	Argile-silt	SHALE		
13735	**EDGAR**	M6B	laminé	Argile-silt	SHALE		
13736	**ERIC**	M6D	?	Argile-silt	FERRICRETE	1	Abrasion
13737	**ERIC**	M6D	laminé	Argile-silt	SHALE	5	Abrasion
13738	**ERIC**	M6D	massif, globulaire	cristaux	FERRICRETE FIBREUX		
13739	**ERIC**	M6D	massif, globulaire	cristaux	FERRICRETE FIBREUX		
13740	**ERIC**	M6D	massif, globulaire	cristaux, Argile-silt	FERRICRETE FIBREUX		
13741	**ERIC**	M6C	massif	cristaux	FERRICRETE FIBREUX		
13742	**ERIC**	M6C	massif, globulaire	Argile-silt, cristaux	FERRICRETE FIBREUX		
13743	**ERIC**	M6C	massif, globulaire	cristaux	FERRICRETE FIBREUX		
13744	**ERIC**	M6C	massif	Argile	Pas de l'ocre (Ox. Manganèse?)		
13745	**ERIC**	M6C	massif	Argile-silt, cristaux	FERRICRETE FIBREUX		
13746	**ERIC**	M6C	massif, globulaire	Argile-silt, cristaux	FERRICRETE FIBREUX		
13747	**ERIC**	M6C	massif, globulaire	Argile-silt, cristaux	FERRICRETE FIBREUX		
13748	**ERIC**	M6C	massif, globulaire	Argile-silt, cristaux ?	FERRICRETE FIBREUX		
13749	**ERIC**	M6C	massif, globulaire	Argile-silt, cristaux	FERRICRETE FIBREUX		
13750	**ERIC**	M6C	légèrement laminé	Argile-silt	FERRICRETE/SHALE		
13751	**ERIC**	M6C	finament laminé	Argile-silt	SHALE		
13752	**ESTER**	M6A	légèrement laminé	Argile-silt	SHALE		
13753	**FRANK**	M6D	laminé	Argile-silt	FERRICRETE/SHALE	2	Abrasion
13755	**FRANK**	M6D	légèrement laminé	Argile-silt	FERRICRETE	1	Abrasion
13756	**GOVERNOR**	N6D	légèrement laminé	Argile-silt	FERRICRETE	?	
13757	**GOVERNOR**	N6D	légèrement laminé	Argile-silt	SHALE		
13758	**GOVERNOR**	N6D	laminé	Argile-silt	SHALE		
13759	**GOVERNOR**	M6C	laminé	Argile-silt	SHALE		
13760	**GOVERNOR**	M6C	laminé	Argile-silt	SHALE		
13761	**GOVERNOR**	M6C	laminé	Argile-silt	SHALE		
13762	**GOVERNOR**	M6C	massif	Argile	FERRICRETE		
13763	**GOVERNOR**	M6C	massif	Argile-silt, cristaux	FERRICRETE		
13764	**JOHN**	N6	massif	Silt	Pas de l'ocre (silcrète rouge)		

Réf	Contexte		Roches			Transformation méca.	
	US	Ss-carré	Structure (obs)	Texture	Type (observation finale)	Nb facettes	Procédé
13765	**JOHN**	N6	massif	Argile-silt	Pas de l'ocre (silcrète rouge)		
13766	**JEFF**	N6C	massif	Argile-silt	FERRICRETE	5	Abrasion
13767	**JEFF**	N6C	laminé	Argile-silt	FERRICRETE/SHALE	2	Abrasion
13768	**JOY**	N6B	laminé	Argile	SHALE/FERRICRETE	3	Abrasion
13769	**JOY**	N6B	laminé	Argile-silt	SHALE	3	Abrasion
13770	**JOY**	N6B	laminé	Argile	SHALE		
13771	**JOY**	N6B	laminé	Argile-silt	SHALE		
13772	**JACK**	N6B	?	Argile-silt	FERRICRETE		
13773	**JACK**	N6B	?	Silt	SHALE		
13774	**JACK**	N6B	laminé	Argile-silt	SHALE		
13775	**JACK**	N6B	?	Argile-silt	FERRICRETE		
13776	**JACK**	N6B	laminé	Argile-silt	SHALE		
13777	**KIM**	N6B	laminé	Argile-silt	SHALE		
13778	**KIM**	N6B	laminé	Argile-silt	SHALE		
13779	**KIM**	N6B	laminé	Argile-silt	SHALE		
13783	**JESS**	N6A	laminé	Argile-silt	SHALE		
13793	**JUDE**	N6A	?	Argile-silt	FERRICRETE		
13800	**KERRY**	N6D	massif	Argile-silt	SHALE/FERRICRETE		
13804	**KIM-LARRY**	N6D	laminé	Argile-silt	SHALE		
13808	**LOGAN**	N6D	?	Argile-silt	FERRICRETE	?	
13820	**LAUREEN**	M6D	massif	Argile-silt, cristaux ?	FERRICRETE		
13822	**MAGGIE**	M6A/D	massif	Argile-silt/grès	FERRICRETE	?	
13823	**MAGGIE**	M6A/D	laminé	Argile-silt	SHALE		
15197	**DARRYL**	M6D	massif	?	Pas de l'ocre (?)		
15198	**ERIC**	N6A	massif	?	Pas de l'ocre (os rougi)		
15199	**JOHN**	M6B	massif	Argile-silt/grès	FERRICRETE		
15200	**JEFF**	M6A	légèrement laminé	Argile-silt	SHALE		
15201	**JEFF**	N6A	laminé	Argile-silt	SHALE		
15202	**JOY**	N6D	massif	Argile-silt	FERRICRETE	2	Abrasion, raclé ?
15203	**LYNN**	N6B	massif	Sable	SANDSTONE	1	Abrasion
15204	**LYNN**	N6D	légèrement laminé	Argile	Pas de l'ocre (?)		
15205	**LAUREEN**	N6A	?	Grès	SANDSTONE		

2. Résultats examen macroscopique, traces d'usure, Diepkloof

N°	Réf	US	Type de roche	Nb facettes	Description facette 1		Morphologie bloc	Fractures
					Profil	Description des stries		
1		DANNY	SHALE	3	PLAN	Fines, parallèles	IRREGULIER	RECOUPE STRIES
2		DEBBIE	FERRICRETE	1	PLAN	Fines, parallèles, émoussées	TABULAIRE	STRIES RECOUPENT
3		DEAN	SHALE/FERRICRETE	1	LEGEREMENT CONVEXE	Fines, parallèles, émoussées	IRREGULIER	RECOUPE STRIES
4		DARRYL	FERRICRETE	1	CONVEXE	Moyennes, parallèles, très émoussées	AVEC BASE	
5		ERIC	FERRICRETE	3	LEGEREMENT CONVEXE	Fines, parallèles, très émoussées	PRISMATIQUE BASE TRIANGLE	
6		ESTER	FERRICRETE	1	LEGEREMENT CONVEXE	Moyennes, parallèles	PARALLELEPIPEDIQUE	RECOUPE STRIES
7		EDGAR	FERRICRETE	1	PLAN	Fines, parallèles, émoussées	IRREGULIER	RECOUPE STRIES
8		EDGAR	SHALE	1	CONVEXE	Moyennes, parallèles, émoussées	PARALLELEPIPEDIQUE	RECOUPE STRIES
10		EDGAR	SHALE	3	LEGEREMENT CONVEXE	Moyennes, parallèles, émoussées	AVEC SOMMET	RECOUPE STRIES
11		EDGAR	SHALE	2	PLAN	Moyennes, parallèles	IRREGULIER	RECOUPE STRIES
12		EBEN	FERRICRETE	4	CONVEXE	Moyennes, parallèles, striations internes	AVEC SOMMET	RECOUPE STRIES
55		EBEN	SHALE/FERRICRETE	2	LEGEREMENT CONVEXE	Moyennes, parallèles	TABULAIRE BASE TRIANGLE	RECOUPE STRIES
58		EBEN	SHALE/FERRICRETE	1	CONVEXE	Moyennes, parallèles	TABULAIRE	
13		FRANS	SHALE	5, tt le bloc	PLAN	Larges, parallèles, émoussées, striations internes	AVEC SOMMET	
14		FRANS	FERRICRETE FIBREUX	Tt le bloc	CONVEXE	Moyennes, parallèles, striations internes	PYRAMIDAL	RECOUPE STRIES
15		FRANS	FERRICRETE	6	PLAN	Larges, parallèles, striations internes	PYRAMIDAL	RECOUPE STRIES
16		FANS-FRED	FERRICRETE	3	PLAN	Fines, parallèles, émoussées	AVEC BASE	RECOUPE STRIES
17		FRANS-FRED	SHALE	3	PLAN	Moyennes, parallèles, émoussées	PYRAMIDAL	RECOUPE STRIES
18		FRED	SHALE	3	PLAN	Moyennes, parallèles, émoussées	IRREGULIER	RECOUPE STRIES
19		FRED	SHALE/FERRICRETE	3	LEGEREMENT CONVEXE	Moyennes, parallèles, émoussées	AVEC SOMMET	RECOUPE STRIES
20		FRED	FERRICRETE	2	LEGEREMENT CONVEXE	Quelques, parallèles, très émoussées	TABULAIRE	
21		FRED-FRANK	SHALE	3	LEGEREMENT CONVEXE	Fines, parallèles, émoussées	PYRAMIDAL	RECOUPE STRIES
22		FRANK-FANIE	SHALE/FERRICRETE	2	CONVEXE	Larges, parallèles, émoussées	IRREGULIER	
23		FIONA	SHALE	4	PLAN	Larges, parallèles, striations internes	AVEC SOMMET	
24		JOHN	FERRICRETE	3	PLAN	Moyennes, parallèles	PARALLELEPIPEDIQUE	
25		JOHN	FERRICRETE FIBREUX	2	PLAN	Larges, parallèles, striations internes	AVEC BASE	
26		JOHN	FERRICRETE	1	LEGEREMENT CONVEXE	Fines, parallèles	IRREGULIER	
28		JEFF	FERRICRETE	1	PLAN	Moyennes, parallèles, émoussées	PRISMATIQUE BASE TRIANGLE	RECOUPE STRIES
61		JEFF	FERRICRETE	3	LEGEREMENT CONVEXE	Moyennes, parallèles, légèrement émoussées, striations internes	PARALLELEPIPEDIQUE	
29		JEFF	SHALE/FERRICRETE	7, tt le bloc	PLAN	Moyennes, parallèles, striations internes	AVEC SOMMET	
30	15202	JOY	FERRICRETE	2	CONCAVE	Fines/moyennes, légèrement convergentes, parallèles	IRREGULIER	

N°	Réf	US	Type de roche	Nb facettes	Description facette 1		Morphologie bloc	Fractures
					Profil	Description des stries		
31		JACK	FERRICRETE	2	PLAN	Moyennes, parallèles, légèrement émoussées, striations internes	IRREGULIER	
32		JACK	SHALE/FERRICRETE	5	PLAN	Fines/moyennes, parallèles, légèrement émoussées	AVEC SOMMET	RECOUPE STRIES
33		JACK	SHALE/FERRICRETE	2	LEGEREMENT CONVEXE	Fines, parallèles, émoussées	IRREGULIER	RECOUPE STRIES
34		JESS	FERRICRETE	2	PLAN	Larges, parallèles, émoussées	AVEC BASE	
59		JESS	SHALE	1	LEGEREMENT CONVEXE	Moyennes, parallèles, émoussées	IRREGULIER	?
36		JULIA	FERRICRETE	2	LEGEREMENT CONVEXE	Moyennes/larges, parallèles, émoussées	TABULAIRE BASE TRIANGLE	
60		JULIA	SHALE/FERRICRETE	1	PLAN	Moyennes, parallèles, striations internes	TABULAIRE	?
37		KERRY	SHALE	1	PLAN	Quelques, moyennes, parallèles, émoussées	TABULAIRE	STRIES RECOUPENT
38		KERRY	SHALE/FERRICRETE	1	PLAN	Moyennes/larges, parallèles	AVEC BASE	RECOUPE STRIES
39		JOY/KERRY	SHALE	3	CONCAVE	Moyennes, parallèles, légèrement émoussées	AVEC SOMMET	RECOUPE STRIES
40		KENNY	FERRICRETE	2	CONVEXE	Fines, parallèles, striations internes	PRISMATIQUE	
41		KEEGAN	FERRICRETE	2	LEGEREMENT CONVEXE	Fines/moyennes, parallèles, émoussées	PARALLELEPIPEDIQUE	
42		KEEGAN	FERRICRETE	1	CONVEXE	Quelques, moyennes, parallèles, émoussées	TABULAIRE BASE TRIANGLE	STRIES RECOUPENT
43		KIM	SHALE/FERRICRETE	2	CONVEXE	Quelques, moyennes, parallèles, émoussées	TABULAIRE BASE TRIANGLE	
44		KIM	FERRICRETE	3	LEGEREMENT CONVEXE	Fines, parallèles, émoussées	TABULAIRE	
45		KIM	SHALE	1	LEGEREMENT CONVEXE	Quelques, moyennes, parallèles, émoussées	PRISMATIQUE	?
46		LARRY	FERRICRETE	1	CONVEXE	Fines, parallèles	PARALLELEPIPEDIQUE	
47		LARRY	SHALE/FERRICRETE	1	PLAN	Moyennes, parallèles, légèrement émoussées, striations internes	IRREGULIER	RECOUPE STRIES
48		LOGAN	SHALE/FERRICRETE	2	PLAN	Moyennes, parallèles, striations internes	TABULAIRE	RECOUPE STRIES
49		LOGAN	FERRICRETE	3	LEGEREMENT CONVEXE	Fines/moyennes, parallèles, légèrement émoussées, striations internes	PYRAMIDAL	RECOUPE STRIES
50		LOGAN	FERRICRETE	1	LEGEREMENT CONVEXE	Fines/moyennes, parallèles, émoussées	IRREGULIER	?
51		LEO	SHALE/FERRICRETE	5	PLAN	Moyennes, parallèles, légèrement émoussées, striations internes	AVEC SOMMET	
52	15203	LYNN	GRES/QUARTZITE	1	CONVEXE	Moyennes, parallèles, émoussées	IRREGULIER	
56a		LAUREEN-MIKE	SHALE	1	LEGEREMENT CONVEXE	Moyennes, parallèles, émoussées	IRREGULIER	
56b		LAUREEN-MIKE	SHALE	1	LEGEREMENT CONVEXE	Moyennes, parallèles, émoussées		
53		MIKE	FERRICRETE	2	PLAN	Fines, émoussées, parallèles, striations internes	IRREGULIER	RECOUPE STRIES
54		PIERRE	FERRICRETE	1	PLAN	Fines, parallèles, striations internes	AVEC BASE	
62	13680	C	GRES/QUARTZITE	4	CONVEXE	Moyennes, parallèles, très émoussées	TABULAIRE BASE TRIANGLE	
63	13683	C1	FERRICRETE	2	CONVEXE	Fines, parallèles, striations internes	AVEC BASE	
64	13685	DARRYL	SHALE/FERRICRETE	1	LEGEREMENT CONVEXE	Fines, parallèles	IRREGULIER	RECOUPE STRIES
65	13687	FOX	FERRICRETE	3	PLAN	Fines, parallèles	AVEC SOMMET	

N°	Réf	US	Type de roche	Nb facettes	Description facette 1		Morphologie bloc	Fractures
					Profil	Description des stries		
66	13689	FRANS	SHALE/FERRICRETE	1	LEGEREMENT CONVEXE	Larges, parallèles, émoussées, striations internes	TABULAIRE	RECOUPE STRIES
67	13691	JEFF	FERRICRETE	3	CONVEXE	Fines parallèles, émoussées	TABULAIRE BASE TRIANGLE	
68	13692	FRANK	FERRICRETE	3	PLAN	Fines, parallèles, striations internes	AVEC SOMMET	
69	13693	JEFF	SHALE	1	PLAN	Larges/fines, parallèles, légèrement émoussé, striations internes	TABULAIRE BASE TRIANGLE	
70	13695	FIONA	SHALE/FERRICRETE	2	LEGEREMENT CONVEXE	Moyennes, parallèles, très émoussées	AVEC BASE	
71	13696	GOVERNOR	FERRICRETE	2	LEGEREMENT CONVEXE	Fines, parallèles, émoussées	PARALLELEPIPEDIQUE	
72	13697	JACK	FERRICRETE	5	PLAN	Fines, parallèles, striations internes	IRREGULIER	
73	13698	LARRY	FERRICRETE	1	PLAN	Fines, parallèles	TABULAIRE	
74	13699	JACK	FERRICRETE	1	LEGEREMENT CONVEXE	Fines, parallèles	PRISMATIQUE	
75	13700	JESS	AUTRE	2	PLAN	Fines, multi-directionnelles	AVEC BASE	
76	13701	KATE	GRES/QUARTZITE	1	CONVEXE	Moyennes, parallèles, émoussées	IRREGULIER	
77	13706	JULIA	SHALE/FERRICRETE	1	LEGEREMENT CONVEXE	Fines, parallèles	TABULAIRE BASE TRIANGLE	
78	13708	LOGAN	FERRICRETE	2	LEGEREMENT CONVEXE	Fines, parallèles	TABULAIRE BASE TRIANGLE	
79	13709	LEO	FERRICRETE	2	CONVEXE	Moyennes, parallèles, émoussées, striations internes	PRISMATIQUE BASE TRIANGLE	
80	13710	LYNN	SHALE/FERRICRETE	3	PLAN	Larges, parallèles, émoussé	TABULAIRE	
82	13730	EDGAR	SHALE/FERRICRETE	3	CONVEXE	Larges, parallèles, émoussées, striations internes	IRREGULIER	
83	13731	EDGAR	FERRICRETE	1	CONVEXE	Fines, parallèles, très émoussées	IRREGULIER	
85	13736	ERIC	FERRICRETE	1	PLAN	Moyennes, parallèles, émoussées	IRREGULIER	
86	13737	ERIC	SHALE	5	LEGEREMENT CONVEXE	Larges, parallèles, très émoussées	AVEC SOMMET	
87a	13753	FRANK	SHALE/FERRICRETE	2	CONVEXE	Moyennes, parallèles, émoussées, striations internes	TABULAIRE BASE TRIANGLE	RECOUPE STRIES
87b	13754	FRANK		2	CONVEXE	Moyennes, parallèles, émoussées, striations internes		
88	13755	FRANK	FERRICRETE	1	PLAN	Fines, parallèles, émoussées	IRREGULIER	RECOUPE STRIES
89	13756	GOVERNOR	FERRICRETE	1	PLAN	Larges, parallèles, émoussé interne	IRREGULIER	
90	13766	JEFF	FERRICRETE	5	PLAN	Fines, parallèles, émoussées	IRREGULIER	
91	13767	JEFF	SHALE/FERRICRETE	2	CONVEXE	Moyennes, parallèles, émoussé interne	IRREGULIER	
92	13768	JOY	SHALE/FERRICRETE	3	CONVEXE	Fines, parallèles, émoussées	AVEC SOMMET	?
93	13769	JOY	SHALE	3	CONVEXE	Larges, parallèles, émoussé interne	IRREGULIER	RECOUPE STRIES
94	13785	JESS	SHALE/FERRICRETE	1	CONVEXE	Parallèles, très émoussées	IRREGULIER	
95	13798	KERRY	SHALE	2	CONVEXE	Quelques, parallèles, très émoussées	IRREGULIER	
96	13808	LOGAN	FERRICRETE	1	PLAN	Fines, parallèles, émoussées, striations internes	AVEC BASE	
98	13827	LEO	FERRICRETE	3	CONVEXE	Fines, parallèles, striations internes	PRISMATIQUE	

3. Résultats de colorimétrie, surface, Diepkloof

Ref	L* (D65)	a* (D65)	b* (D65)	Munsell D65 Hue	Munsell D65 Value	Munsell D65 Chroma	Code Munsell
13715	33.2	4.1	5.9	6.5YR	3.2	1.1	Dark reddish
13716	29.8	5.2	6.6	5.6YR	2.9	1.4	Dark reddish
13717	39.5	5.2	4.5	1.8YR	3.9	1.2	Weak red
13718	38.3	5.7	4.8	1.7YR	3.7	1.3	Weak red
13719	36.6	5.3	4.1	1.1YR	3.6	1.2	Weak red
13720	31.1	8.0	8.9	3.9YR	3.1	2.0	Dusky red
13721	30.2	1.0	0.1	9.5RP	3.4	1.3	Dark reddish grey ?
13722	27.3	3.8	2.7	1.2YR	2.7	0.8	Dark reddish grey
13723	33.1	5.4	6.9	5.4YR	3.2	1.4	Dark reddish
13724	28.3	7.5	7.8	3.9YR	2.8	1.8	Dusky red
13725	30.5	4.7	4.4	3.1YR	3.0	1.0	Dusky red
13726	30.1	6.1	5.1	2.1YR	3.2	1.3	Dusky red
13727	29.7	4.3	4.0	2.9YR	2.9	1.0	Dusky red
13728	26.3	5.8	4.8	3.3YR	2.6	1.3	Dusky red
13729	28.4	6.0	6.1	3.8YR	2.8	1.4	Dusky red
13730	30.8	3.9	3.9	3.6YR	3.0	0.9	Dusky red
13731	27.4	3.9	3.5	3.4YR	2.9	1.2	Dusky red
13732	27.4	3.8	4.8	5.8YR	2.9	1.3	Dark reddish
13733	34.3	6.7	5.7	2.0YR	2.9	1.2	Dusky red
13734	38.1	10.4	9.6	2.0YR	2.9	1.2	Dusky red
13735	32.5	11.1	9.6	1.7YR	2.9	1.2	Dusky red
13736	29.7	2.8	3.8	6.4YR	2.9	0.8	Dark reddish
13737	28.6	2.5	4.2	8YR	2.9	1.1	Dark brown
13738	34.7	1.0	0.9	3.3YR	3.4	0.2	Dark grey
13739	33.2	1.1	0.2	0.4R	3.2	0.2	Dark reddish grey
13740	32.9	4.9	3.3	9.9R	3.2	1.0	Dusky red
13741	32.3	1.7	1.2	0.7YR	3.2	0.3	Dark reddish grey
13742	32.0	2.6	2.3	2.7YR	3.1	0.5	Very dark grey
13743	32.9	3.7	2.5	9.6R	3.2	0.7	Dark reddish grey
13744	35.4	1.3	3.2	9.7YR	3.5	0.5	Dark reddish grey
13745	29.7	2.2	3.1	7.0YR	2.9	0.6	Very dark grey
13746	30.4	3.2	3.1	3.4YR	3.0	0.7	Very dark grey
13747	32.7	3.1	5.7	8.3YR	3.2	1.0	Dark brown
13748	38.1	2.6	0.5	0.8R	3.7	0.5	Dark reddish grey
13749	31.0	8.6	7.5	2.2YR	3.1	2.0	Dusky red
13750	31.8	4.1	4.5	4.2YR	3.1	1.0	Dusky red
13751	41.3	7.2	9.5	4.9YR	4.1	1.9	Reddish brown
13752	35.8	9.8	9.7	2.7YR	3.5	2.3	Dusky red
13753	38.2	3.0	2.0	9.9R	3.7	0.6	Dark reddish grey
13755	32.1	2.5	3.2	5.9YR	3.2	0.6	Very dark grey
13756	31.0	4.1	6.1	7YR	3.6	1.4	Dark reddish grey
13757	32.3	10.0	10.3	3YR	3.5	1.3	Weak red
13758	26.8	3.8	6.5	8.1YR	2.6	1.3	Dark brown
13759	34.0	9.3	8.5	2.3YR	3.4	2.1	Dusky red
13760	32.6	8.0	9.0	4.0YR	3.2	2.0	Dusky red
13761	35.2	8.2	8.2	3.0YR	3.5	1.9	Dusky red

Ref	L* (D65)	a* (D65)	b* (D65)	Munsell D65 Hue	Munsell D65 Value	Munsell D65 Chroma	Code Munsell
13762	30.4	10.2	9.0	2.1YR	3.0	2.3	Dusky red
13763	30.9	12.4	9.6	0.7YR	3.0	2.8	Dusky red
13764	25.7	1.9	4.1	9.8YR	2.5	0.7	Very dark grey
13765	25.8	1.6	3.5	9.5YR	2.5	0.6	Very dark grey
13766	33.5	5.2	9.1	7.8YR	3.3	1.7	Dark brown
13767	30.6	5.6	7.9	6.5YR	3.0	1.6	Dark brown
13768	34.1	6.7	6.8	3.1YR	3.3	1.8	Dusky red
13769	34.5	6.8	7.0	3.3YR	3.4	1.6	Dusky red
13770	45.6	12.0	15.2	4.2YR	4.5	3.3	Reddish brown
13772	28.3	1.8	2.9	7.8YR	2.8	0.5	Very dark grey
13773	30.4	7.3	6.9	3.0YR	3.0	1.7	Dusky red
13774	26.5	3.9	5.4	6.7YR	2.6	1.1	Dark brown
13775	26.9	2.7	3.4	6.4YR	2.6	0.7	Very dark grey
13776	36.7	10.7	10.9	2.9YR	3.6	2.6	Weak red
13777	29.8	4.5	7.0	7.3YR	2.8	1.7	Dark brown
13778	28.7	4.4	6.9	7.3YR	2.8	1.3	Dark brown
13779	38.6	10.1	12.0	3.9YR	3.8	2.6	Reddish brown
13783	32.3	6.7	7.6	4.4YR	3.2	1.7	Dusky red

Mesures de colorimétrie, moyennes obtenues à partir de 4 à 10 mesures par échantillon.

4. Résultats MEB-EDXS, surface, Diepkloof

Réf.	*Analyses globales*			*Grains*	*Tablettes*		*Cristaux oxyde de fer*	
	Fe	Al	Si	Si	Al, Si, K	Si, Al, Mg, Fe	Taille	Morphologie
13680	2	2	2	X	X	0	0-1	ind
13681	3	2	2	0	X	0	0-1	ind
13683	1	3	3	0	X	0	0-50	feuillets
13684	2	3	1	0	0	0	0-1	ind
13689	1	2	2	X	X	0	0-5	ind, pseudo-hexagonal
13690	1	3	2	X	0	0	0-5	ind, pseudo-hexagonal
13692	1	3	2	0	X	0	0-50	ind, tablettes
13693	2	2	2	X	X	0	0-50	ind, tablettes
13695	1	3	2	X	X	0	*0-50*	*ind, tablettes*
13697	1	3	2	X	X	0	0-10	ind, prismatique
13701	2	3	1	X	X	0	?	?
13702	3	2	2	0	X	0	0-1	ind
13709	1	3	3	X	X	0	0-50	ind, tablettes
13710	1	3	2	X	X	0	0-50	ind, tablettes
13711	2	2	2	0	X	0	0-1	ind
13712	1	3	2	0	X	?	0-10	ind, tablettes
13715	3	2	2	X	X	0	0-1	ind
13716	2	3	2	X	X	0	0-1	ind
13717	2	2	2	0	X	0	0-5	ind, hexagonal
13718	2	2	2	0	X	0	0-5	ind, hexagonal
13719	2	2	2	0	X	0	0-5	ind, hexagonal
13721	1	0	0	X	0	0	0-10	ind, prismatique
13722	1	2	2	X	0	0	0-10	ind (tablettes)
13723	2	2	2	0	X	0	0-1	ind
13724	1	3	2	X	0	0	0-1	ind
13725	1	2	2	X	X	0	0-50	ind, tablettes
13726	1	3	3	X	X	*0*	0-1	ind (tablettes)
13727	1	3	3	X	0	0	0-10	ind, tablettes
13728	1	3	2	X	0	0	0-2	ind
13729	3	2	2	X	X	0	0-1	ind
13730	1	3	*2*	X	X	0	0-50	ind, hexagonal
13731	1	3	2	X	0	0	0-1	ind
13732	3	2	2	X	X	0	0-10	ind, hexagonal
13733	1	2	2	X	X	0	0-50	ind, tablettes
13734	2	2	2	0	X	0	0-5	ind, tablettes
13735	2	2	2	0	X	0	0-1	ind
13736	1	3	2	X	X	0	0-1	ind
13737	2	2	2	X	X	0	0-1	ind
13738	1	0	0	0	0	0	0-100	ind, prismatique
13739	1	0	0	X	0	0	0-100	ind, prismatique
13740	1	0	0	0	0	0	0-1	ind (prismatique)
13741	1	0	3	X	0	0	0-50	ind, prismatique
13742	1	3	3	0	0	0	0-50	ind, prismatique
13743	1	0	0	0	0	0	0-50	ind, prismatique
13745	1	0	3	0	0	0	0-100	ind, rectangulaire
13746	1	0	3	X	X	0	0-10	rectangulaire

Réf.	*Analyses globales*			*Grains*	*Tablettes*		*Cristaux oxyde de fer*	
	Fe	**Al**	**Si**	**Si**	**Al, Si, K**	**Si, Al, Mg, Fe**	**Taille**	**Morphologie**
13747	1	0	0	0	0	0	0-5	ind (rectangulaire)
13748	1	0	0	0	0	0	0-2	ind (prismatique)
13749	1	3	0	X	0	0	0-50	ind, rectangulaire (prismatique)
13750	1	2	2	0	X	0	0-1	ind, tablettes
13751	3	2	2	X	X	0	0-5	ind, pseudo-hexagonal
13752	2	2	2	0	X	0	0-50	ind, tablettes
13753	1	2	2	X	X	0	1-10	ind, hexagonal
13755	1	3	2	X	X	0	0-50	ind, tablettes
13756	1	3	2	0	X	0	0-50	ind, tablettes
13757	2	2	2	0	X	0	0-1	ind
13758	2	2	2	X	X	0	0-1	ind
13759	2	2	2	0	X	0	0-1	ind
13760	2	2	2	0	X	0	0-1	ind
13761	2	2	2	0	X	0	0-1	ind
13762	1	2	2	X	0	0	0-1	ind
13763	1	3	2	X	0	0	0-2	ind, aciculaire
13766	1	3	2	X	0	0	0-1	ind
13767	1	3	2	0	X	0	0-1	ind
13768	1	3	2	X	0	0	0-1	ind
13769	2	2	2	0	X	0	0-1	ind
13770	2	2	2	0	X	0	0-50	ind, tablettes
13771	3	2	2	0	0	0	0-1	ind
13772	1	3	2	X	0	0	0-1	ind
13773	2	2	2	X	X	0	0-1	ind
13774	2	2	2	0	X	0	0-5	ind, pseudo-hexagonal
13775	1	3	2	X	X	0	0-50	ind, tablettes
13776	2	2	2	0	X	0	0-1	ind
13777	2	2	2	0	X	0	0-50	ind, tablettes
13778	2	2	2	0	X	0	0-1	ind
13779	3	2	2	0	X	0	0-1	ind
13783	3	2	2	0	X	0	0-50	ind, tablettes
13793	1	3	2	X	X	0	0-1	ind
13800	2	2	2	X	X	0	0-50	ind, tablettes
13804	2	2	2	X	X	?	0-1	ind
13808	1	2	2	X	?	0	0-1	ind
13820	1	0	0	0	0	0	0-1	ind
13822	1	3	2	X	0	0	0-1	ind
13823	3	2	2	X	X	0	0-1	ind
15197	3	2	2	?	?	?	?	?
15199	2	3	2	X	0	0	0-5	ind, pseudo-hexagonal
15200	2	2	2	0	X	X	0-1	ind
15201	2	2	2	X	X	0	0-1	ind
15202	1	3	3	0	X	0	0-1	ind
15203	2	3	1	X	0	0	0-1	ind
15204	3	2	2	0	X	0	0-1	ind
15205	2	2	2	X	?	0	0-1	ind

Légende : 1 : >50% – 2 : entre 50% et 10% – 3 : <10% 0 : absent – X : présent

5. Résultats DRX, surface, Diepkloof

Réf	Hématite	Goethite	Maghémite	Quartz	Illite/musc.	kaolinite	Pyrophyllite
13680	++			+++			
13681	+			+++	+	+	
13684			+++	++			
13689	+		++		+++		
13690	++		+++	+			
13692	++		+++				
13693	+++			+	+		
13695	+++			+			
13697	+++			?			
13710	+++				+		
13711	++			+++	++	++	
13712	+++						
13715	+			+++	++	+	
13716	?		+	+++			
13717	++				+++		
13718	++				+++		
13719	++				+++		
13721	+++		?				
13722	+++						
13723	+++				++		+
13724	+		+++	-			
13725	+++		?				
13726	+		+++	+			
13727	+++		++	+			
13728	++		?	+++			
13729	+			+++	+	+	
13730	+++		?	+			
13731	+++						
13732	+			+++	+	+	
13733	+++		?	+			
13734	+			+++	+	-	
13735	++			+++	+	-	
13736	++		+++	+			
13738	++		+++	?			
13739	+++		?				
13741	+++			+			
13742	+++		++				
13743	+++		?				
13745	?		+++				
13746	+++		+	+			
13747	+++		+				
13749	+		+++				
13750	+++			++			
13751	-		+	-	+++		
13752	+	+		+++	++		
13753	+++			+			
13755	+++			+			
13756	+++		+				
13757	+				++	+++	
13758	+			+++	+	+	
13759	++			+++	+	+	

Réf	Hématite	Goethite	Maghémite	Quartz	Illite/musc.	kaolinite	Pyrophyllite
13760	++			+++	+	+	
13761	++			+++	+	+	
13762	++			+++		?	
13766	+		+++	+			
13767	+		+++	+			
13768	+++			?	++	+	
13769	+		+	+++	+	+	
13770	+				+++		
13771	+				+++		
13772	+++			+			
13773	++			+++	+	+	
13774	++			?	+++	+	
13777			+	++	+++		
13778	++		?		+++		
13779	+			+++	+	+	
13783	++			+++	+	+	
13793	++		+++				
13800			+++				
13804	+			+++	+	+	
13808	?		+++				
13820	+++		?				
13822	+			+++			
13823	++			+++	++	++	
15197				+++			
15199	++		++	+++			
15200	+++		+		++		
15204	+		+	+++	++		
15205	-		+	+++			

Légende : +++ : phase principale ; ++ : phases secondaires ; + : phases mineures

6. Résultats DRX, poudre, Diepkloof

Num.	Réf.	Hematite	Goethite	Maghémtite	Quartz	Illite/musc.	Kaolinite	Pyrophyllite	Argile inter.	K-Feldspath	Anatase	Calcite
Arch 1	13690	++		+++	+					-		
Arch 2	13722	++	+++		-		++					
Arch 3	13741	+++	?		-							
Arch 4	13749	+++		++								
Arch 5	13793	+++		++	++	-						
Arch 6	13681	+			+++	++	++			-	-	
Arch 7	13715	++			+++	++	++			-	-	
Arch 8	13718	++				+++				-		
Arch 9	13752	+	+		++	+++	+			-	+	
Arch 10	13758	+			+++	++	++			-	-	
Arch 11	13777	+			+++	++	++			-	-	
Arch 12	13716	+		++	+++	++						
Arch 13	13724	+++		?	++							
Arch 14	13727	++		+++	+	-						
Arch 15	13762	+++			++		+					
Arch 16	13773	++			+++	++	+					
Arch 17	13761	++			++	+++	++			-	-	
Arch 18	13723	+++				++	-	++				
Arch 19	13702	++			++	+++	+			-	+	
Arch 20	13711	++			++	+++	++			-	-	
Arch 21	13712	+++										
Arch 22	13725	+++			-							
Arch 23	13743	+++		++								
Arch 24	13750	+++				+	+					
Arch 25	13757	++			+	+++	++			-	+	
Arch 26	13771	+			-	+++	-	+	-	+	+	-
Arch 27	13783	++			++	+++	++			-	-	
Arch 28	13804	++			+++	++	+			-	-	

Légende : +++ : phase principale ; ++ : phases secondaires (>10%) ; + : phases mineures (<10%) ; - : phases identifiées par un seul pic.

7. Résultats PIXE, surface, Diepkloof

Ref.	Zone	SiO_2 %	Al_2O_3 %	Fe_2O_3 %	MnO %	MgO %	CaO %	Na_2O %	K_2O %	TiO_2 %	P_2O_5 %	As ppm	Ba ppm	Cr ppm	Ga ppm	Nb ppm	Pb ppm	Rb ppm	Sr ppm	V ppm	Y ppm	Zr ppm
13681, Arch 6	**1**	54.4	24.8	7.4	0.1	1.9	1.0	0.9	5.7	1.8	2.2	48	760	201	31	33	60	217	285	*n.d.*	49	508
	2	59.4	23.2	5.1	0.0	1.9	1.0	0.8	4.7	1.8	2.1	34	306	72	26	26	43	171	205	*n.d.*	40	629
	3	54.2	24.5	7.8	0.0	1.9	1.0	0.8	5.8	1.8	2.2	53	706	113	35	34	67	228	298	*n.d.*	57	593
13715, Arch 7	**1**	52.6	25.9	10.8	0.1	1.3	0.5	0.8	5.8	1.8	0.5	53	479	*n.d.*	34	34	74	208	184	*n.d.*	89	931
	2	55.4	26.6	8.3	0.1	1.4	0.4	0.8	5.4	1.3	0.3	35	655	94	26	23	59	157	136	*n.d.*	34	291
	3	52.9	26.6	9.7	0.1	1.4	0.6	0.9	5.8	1.6	0.4	51	768	82	31	32	68	190	184	*n.d.*	87	317
	4	53.3	26.2	9.0	0.1	1.5	0.8	1.1	5.8	1.4	0.8	48	798	104	30	27	56	182	162	*n.d.*	47	415
13716, Arch 12	**1**	40.0	8.2	43.6	0.0	1.1	0.8	1.7	2.5	0.2	2.0	13	51	38	4	6	58	78	56	*nd*	63	1014
	2	46.5	7.8	35.2	0.0	1.1	2.2	2.3	2.6	0.3	2.1	10	92	*nd*	5	4	55	70	56	38	12	33
	3	44.1	9.0	37.8	0.0	1.0	0.8	2.0	3.0	0.4	2.0	8	106	34	6	7	44	77	60	*nd*	12	176
13717	**1**	31.4	21.6	34.4	0.0	1.4	0.3	0.9	7.1	2.2	0.6	23	739	103	53	40	144	257	368	604	76	280
	2	30.1	20.8	31.4	0.0	1.1	0.5	4.6	9.6	1.4	0.5	18	403	84	48	20	100	191	224	502	40	195
	3	25.0	18.0	29.5	0.0	0.9	0.3	1.0	23.1	1.9	0.3	23	879	95	64	36	97	296	366	513	82	268
13718, Arch 8	**1**	27.3	19.4	35.3	0.0	0.9	0.2	0.9	14.4	1.4	0.3	14	504	62	49	27	105	216	242	624	126	320
	2	25.1	18.7	33.2	0.0	1.0	0.3	1.9	17.8	1.7	0.2	16	405	69	48	27	93	192	162	655	37	138
	3	22.7	15.9	31.7	0.0	0.7	0.2	11.1	16.1	1.3	0.2	16	649	66	50	26	109	236	463	555	67	291
13722, Arch 2	**1**	16.4	14.3	62.1	0.1	0.7	0.4	2.0	1.7	0.9	1.5	12	*n.d.*	618	9	*n.d.*	23	42	16	1334	15	57
	2	14.4	12.9	63.5	0.1	1.2	1.3	2.5	1.3	1.2	1.7	13	*n.d.*	833	28	*n.d.*	9	23	18	1371	16	65
	3	15.4	13.3	62.8	0.2	1.0	0.6	2.3	1.5	1.3	1.5	21	*n.d.*	963	16	*n.d.*	17	31	13	1058	12	100
13734	**1**	39.1	19.0	11.8	0.1	1.1	1.4	15.9	10.2	1.2	0.3	33	558	74	31	16	42	183	197	*n.d.*	39	140
	2	43.0	17.6	9.7	0.1	1.0	1.2	12.7	13.2	1.1	0.4	24	402	55	22	14	35	152	160	*n.d.*	38	259
	3	29.6	12.8	11.0	0.1	0.9	1.4	24.4	18.4	0.8	0.5	23	315	32	19	12	30	131	127	*n.d.*	22	117
13741, Arch 3	**1**	4.0	1.6	87.4	0.2	1.7	0.4	1.3	1.0	0.0	2.3	22	*n.d.*	*n.d.*	*n.d.*	*n.d.*	120	3	18	141	19	22
	2	6.5	1.6	84.9	0.2	1.6	0.4	1.4	1.0	0.0	2.3	28	*n.d.*	*n.d.*	*n.d.*	*n.d.*	106	4	23	93	17	21
	3	3.0	1.3	88.3	0.2	1.7	0.5	1.6	1.0	0.0	2.5	11	*n.d.*	*n.d.*	*n.d.*	*n.d.*	142	2	21	56	20	25
13773, Arch 16	**1**	47.2	16.5	27.7	0.1	2.5	0.5	0.6	3.4	0.8	0.7	23	279	174	17	15	54	135	82	149	10	163
	2	46.4	19.3	25.9	0.1	2.5	0.4	0.5	3.5	0.8	0.6	19	666	163	19	17	85	125	130	184	23	153
	3	44.2	17.1	29.2	0.1	2.5	0.7	0.8	3.7	0.9	1.0	25	1043	176	22	19	95	144	137	210	14	196

Résultats normalisés à 100 % pour les éléments majeurs et les mineurs, exprimés en pourcentages d'oxydes.

8. Résultats ICP-OES, Diepkloof

Num.	Ref.	SiO_2 %	Al_2O_3 %	Fe_2O_3 %	MnO %	MgO %	CaO %	Na_2O %	K_2O %	TiO_2 %	P_2O_5 %
Arch 1	**13690**	24.16	6.29	64.98	0.02	1.23	0.13	0.57	1.63	0.78	0.21
Arch 2	**13722**	15.03	13.52	65.79	0.13	0.40	0.13	0.62	2.58	1.15	0.66
Arch 3	**13741**	6.61	1.16	86.74	0.15	0.80	0.36	0.79	0.82	0.10	2.46
Arch 4	**13749**	3.01	7.91	85.36	0.56	1.10	0.13	0.60	0.70	0.06	0.57
Arch 5	**13793**	12.57	4.46	80.62	0.02	0.26	0.05	0.19	1.23	0.41	0.19
Arch 6	**13681**	66.69	21.22	4.79	0.03	0.87	0.28	0.36	3.60	1.23	0.92
Arch 7	**13715**	55.33	22.95	13.52	0.12	0.86	0.16	0.50	4.97	1.28	0.30
Arch 8	**13718**	31.86	18.86	39.76	0.03	0.96	0.14	0.33	6.11	1.66	0.30
Arch 9	**13752**	39.20	16.42	36.12	0.04	1.33	0.17	0.65	4.80	0.95	0.32
Arch 10	**13758**	61.86	20.93	9.62	0.09	1.60	0.11	0.22	4.14	1.22	0.21
Arch 11	**13777**	65.89	18.96	6.75	0.06	0.91	0.53	0.68	3.30	2.13	0.80

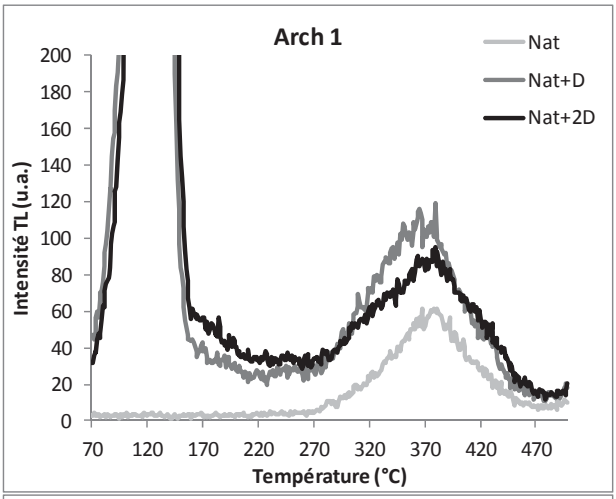
Résultats normalisés à 100 %. Analyses réalisées au SARM (Nancy).

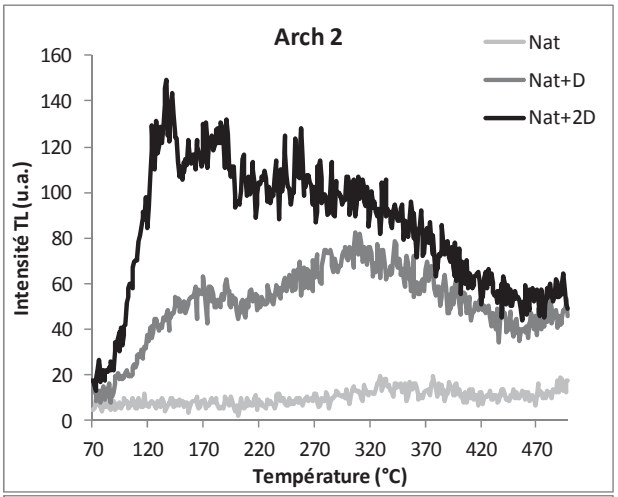
9. Résultats ICP-MS, Diepkloof

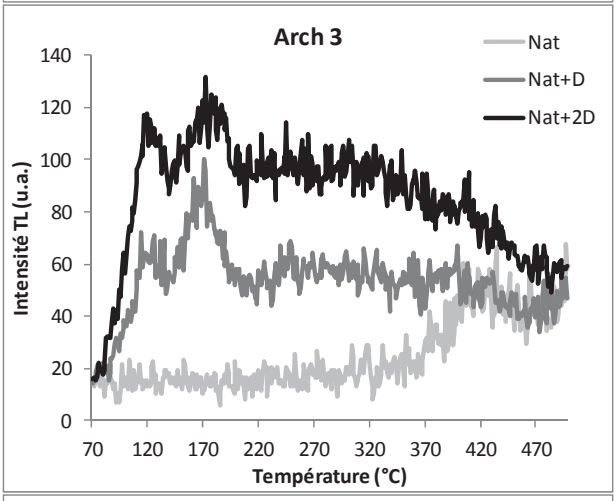
Num.	Ref.	As ppm	Ba ppm	Co ppm	Cr ppm	Ga ppm	Nb ppm	Pb ppm	Rb ppm	Sb ppm	Sr ppm	Ta ppm	V ppm	Y ppm	Zr ppm
Arch 1	**13690**	32.3	110.1	1.3	628.5	90.1	12.3	68.6	42.1	2.8	31.1	1.1	545.5	26.8	147.2
Arch 2	**13722**	14.7	9.9	14.6	535.1	14.7	2.3	10.7	144.7	0.6	14.7	0.2	825.6	13.5	70.1
Arch 3	**13741**	15.4	70.8	23.1	< L.D.	2.6	1.1	119.6	8.6	10.3	23.4	0.1	62.0	23.6	32.3
Arch 4	**13749**	50.2	23.0	9.1	287.0	8.7	0.8	10.2	7.7	8.6	15.7	0.1	45.3	0.6	102.4
Arch 5	**13793**	20.4	134.8	4.2	36.0	23.3	10.1	75.5	41.8	10.4	34.0	0.7	1206.0	10.6	172.4
Arch 6	**13681**	33.0	409.4	5.9	90.1	29.6	24.1	34.2	161.4	1.2	184.4	2.2	88.0	46.0	548.5
Arch 7	**13715**	77.2	652.2	13.4	106.2	44.1	24.5	63.1	177.6	1.6	176.9	2.3	152.5	56.9	470.0
Arch 8	**13718**	24.3	1243.0	4.4	137.0	79.4	39.3	151.1	291.7	10.4	640.0	3.4	778.1	96.8	385.2
Arch 9	**13752**	15.3	2169.0	11.9	47.0	21.1	5.8	5.2	151.0	1.2	61.2	0.3	164.1	13.3	103.5
Arch 10	**13758**	38.0	602.8	9.9	79.9	34.9	24.0	45.5	170.6	1.5	195.4	2.3	104.2	52.4	455.8
Arch 11	**13777**	42.5	424.5	5.8	98.7	30.3	53.2	35.6	120.9	1.8	260.2	5.2	86.7	95.0	2271.0

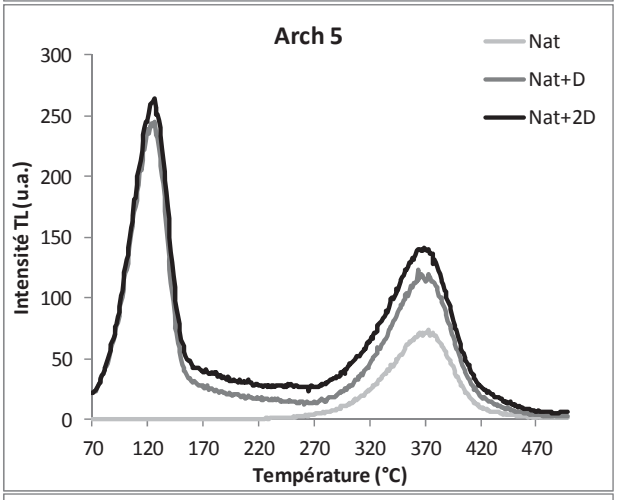
Surlignés en gris : teneurs proches des limites de détection, incertitude supérieure à 25 %.

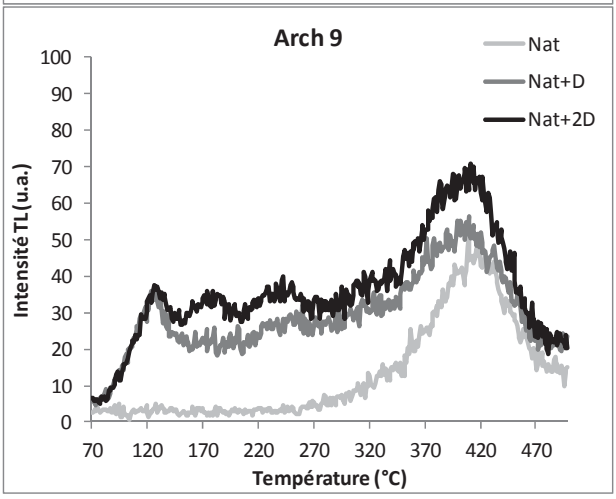
10. Courbes de thermoluminescence normalisées, Diepkloof

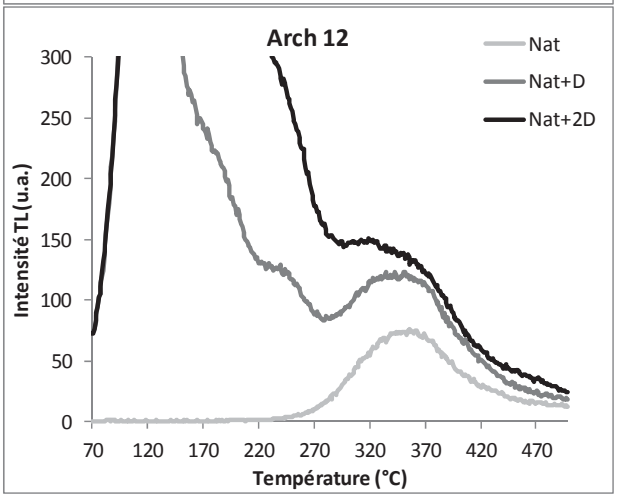


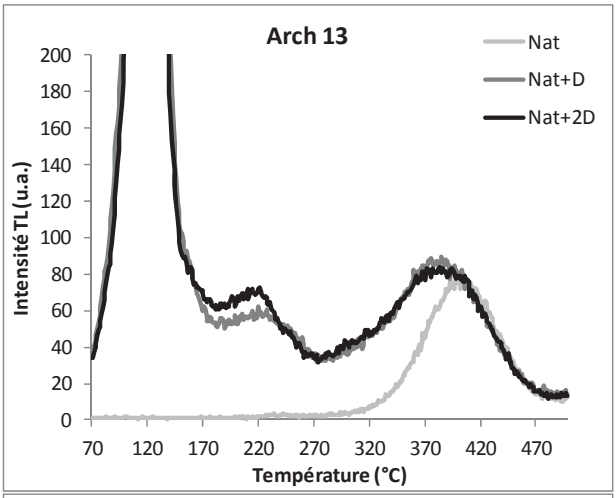


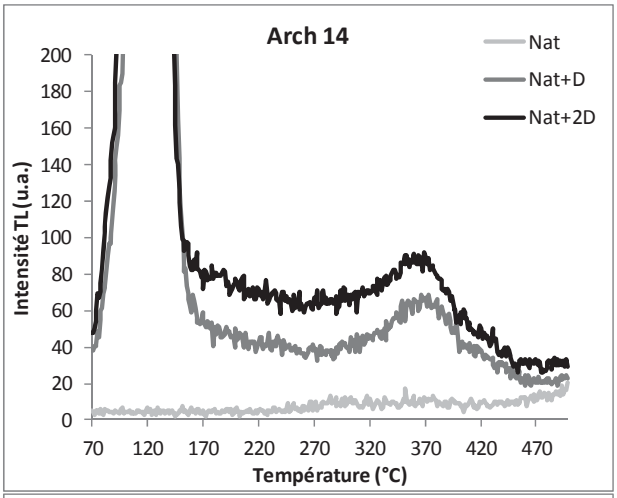


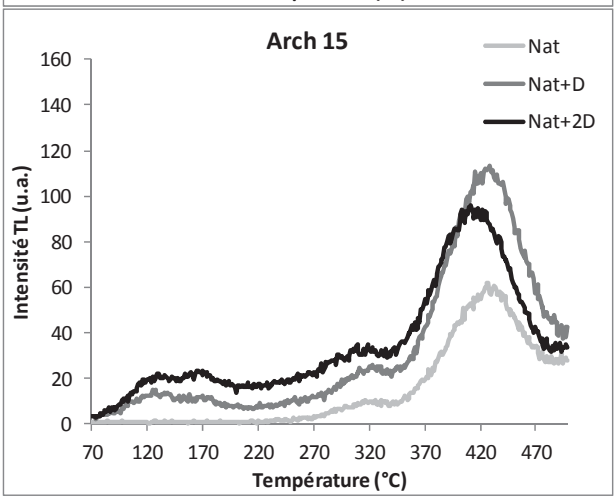


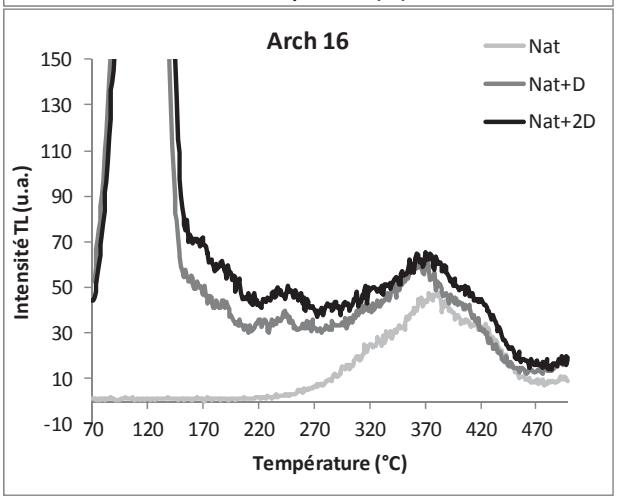





Arch 13
Nat
Nat+D
Nat+2D
Intensité TL (u.a.)
Température (°C)


Arch 14
Nat
Nat+D
Nat+2D
Intensité TL (u.a.)
Température (°C)


Arch 15
Nat
Nat+D
Nat+2D
Intensité TL (u.a.)
Température (°C)


Arch 16
Nat
Nat+D
Nat+2D
Intensité TL (u.a.)
Température (°C)

ANNEXE VI

Résultats de l'analyse physico-chimique du matériel géologique

1. Résultats MEB-EDXS, matériel géologique

Réf.	*Analyses globales*			*Grains*	*Tablettes*		Cristaux oxyde de fer	
	Fe	Al	Si	Si	Al, Si, K	Si, Al, Mg, Fe	Taille	Morphologie
Shale 1								
14042d	2	2	2	0	X	0	0-10	ind, tablettes
14043a	3	2	2	0	X	0	0-2	ind
14045a	3	2	1	0	X	0	0-5	ind, pseudo-hexagones
14047a	2	2	2	0	X	0	0-2	ind
14048a	3	2	2	X	X	0	0-10	ind, tablettes
14050a	2	2	2	0	X	0	0-5	ind, tablettes
14050b	2	2	2	X	X	0	0-5	ind, pseudo-hexagones
14052a	2	2	2	0	X	0	0-10	ind, tablettes
Shale 2								
14691b	3	2	1	X	X	X	0-1	ind
14691g	3	2	1	X	X	X	0-1	ind
14691i	3	2	1	X	X	X	0-1	ind
14691j	3	2	1	X	X	X	0-1	ind
Shale 3								
14693d	3	2	1	X	X	X	0-2	ind, tablettes
14693e	3	2	1	?	X	X	0-1	ind
14693g	3	2	1	X	X	X	0-1	ind
14693j	3	2	1	?	X	0		ind
Shale 4								
14694e	2	2	1	0	X	X	0-1	ind
Shale 5								
14692b	2	2	2	X	X	0	0-2	ind
Shale 6								
14696c	3	2	2	X	X	0	0-2	ind
Shale 7								
14700b	3	2	2	X	X	0	0-10	ind, tablettes, amas sphériques
Ferr 1								
14697a	1	0	0	X	0	0	0-10	ind, fibres
14697b	1	0	0	X	0	0	0-10	ind, fibres, tablettes

Réf.	*Analyses globales*			*Grains*	*Tablettes*		Cristaux oxyde de fer	
	Fe	Al	Si	Si	Al, Si, K	Si, Al, Mg, Fe	Taille	Morphologie
Ferr 2								
14698a	2	2	2	0	0	0	0-10	ind, tablettes
14698f	2	2	2	0	X	0	0-5	ind, amas sphériques
14699a	1	3	0	0	0	0	0-10	ind, cristaux aciculaires, amas sphériques
14699b	1	2	3	X	0	0		ind
Ferr 3								
14701a	1	3	3	0	0	0	0-2	ind, cristaux aciculaires
14701b	1	3	3	0	X	0	0-10	ind, tablettes, cristaux aciculaires
Ferr 4								
14337a	1	3	3	X	0	0	0-10	ind, tablettes, granules sphériques
Ferr 5								
15207	1	2	3	X	X	0	0-10	ind, tablettes

Légende : 1 : >50% – 2 : entre 50% et 10% – 3 : <10% 0 : absent – X : présent

2. Identification des argiles par DRX dans la phase inférieure à 2 µm, shales géologiques

Réf.	Famille d'argile					Argiles Interstratifiées			
	Illite WCI	Illite PCI	Kaolinite	Smectite	Chlorite	S-?	I-S :	I-C	S-C
Shale 1									
BDX14042d	++	-	+++						
BDX14043a	+++	-	++						
BDX14045a	++	-	+++						
BDX14047a	+++		+++						
BDX14048a	+++		++						
BDX14050b	+++		+						
BDX14053a	+++		+						
Shale 2									
BDX14691b	+++	-	++						
BDX14691d	++		+++				-		
BDX14691g	++	-	+++				-		
BDX14691j	+++	-	++		+			-	
Shale 5									
BDX14692b	+++		++						
Shale 3									
BDX14693b	+++				+	+			+
BDX14693e	+++		?			+	?		
BDX14693j	+++		?			+	?		
Shale 4									
BDX14694e	+++		?		+	+	?		

Légende : +++ : phase principale ; ++ : phases secondaires (>10%) ; + : phases mineures (<10%) ; - : phases identifiées par un seul pic.

3. Résultats DRX, matériel géologique

	Hématite	Goethite	Maghémite	Quartz	Illite/musc.	Kaolinite	Chlorite	Argile inter.	K-feldsapth
Shale 1									
14042d	+			+++	++	++			-
14042e	+			+++	++	++			-
14043a	+			+++	++	++			-
14045a	+			+++	++	++			-
14045b	+			+++	+	++			-
14047a	+			+++	++	++			-
14048a	+			+++	++	++			-
14048V	++			+	+++	+			-
14050a	++			+	+++	+			-
14050b	+			+	+++	++			-
14052a	++			+	+++	+			-
14053a	++			+	+++	+			-
14055a	++			+++	++	+			-
14055L	++			+	+++	+			-
15206a	+			+++	+	+			-
15206b	+			+++	+	++			-
Shale 2									
14691a	+			+++	++	+			+
14691b	+			+++	++	+			+
14691c	+			+++	++	++			-
14691d	+			+++	++	+			-
14691e	+			+++	++	++			-
14691f	+			+++	++	+			-
14691g	+			+++	++	++			-
14691h	+			+++	++	+			-
14691i	+			+++	++	++			-
14691j	+			+++	++	+			-
14691k	+			+++	++	-			-
Shale 3									
14693a	+			+++	++	-		+	-
14693b	+			+++	++	-		+	-
14693c	+			+++	++	-		+	-
14693d	+			+++	++	-		+	-
14693e	+			+++	++	-		+	-
14693f	+			+++	++	-		+	-
14693g	+			+++	++	-		+	-
14693h	+			+++	++	-		+	-
14693i	+			+++	++			+	-
14693j	+			+++	++	-		+	-
Shale 4									
14694a	+			+++	++		+	-	-
14694b	+			+++	++		+	-	-
14694c	+			+++	++	+		-	-
14694d	+			+++	++	+		-	-
14694e	+			+++	++		+	-	-
Shale 5									
14692a	+			+++	++	++			-
14692b	+			+++	++	++			-

	Hématite	Goethite	Maghémite	Quartz	Illite/musc.	Kaolinite	Chlorite	Argile inter.	K-feldsapth
Shale 6									
14696a				++	+++	++			-
14696b				++	+++	++			-
14696c				++	+++	++			-
14696d				++	+++	++			-
14696e				++	+++	++			-
14696f				+++	++	+			-
14696g				+++	++	+			-
14696h				++	+++	++			-
14696i				++	+++	++			-
14696j				+++	++	+			-
Shale 7									
14700a				++	+++	+	?		-
14700b				++	+++	+	?		-
Ferr 1									
14697a		+++							
14697b		+++							
14697c		+++		+					
14697d	+++	++							
14697e		+++							
14697f		+++							
14697g		+++							
14697h	+	+++							
14697i		+++							
14697j		+++		-					
14697k	-	+++		-					
Ferr 2									
14698a	+++				+	++			-
14698b	+++				+	+			
14698c	+++				++	+			
14698d	++			+++	++	+			
14698e	+	++		+++	++	+			-
14698f	+	+		+++	++	+			-
14699a		+++				+			
14699b	++	+		+++					
14699c		++		+++					
14699d		+++				+			
14699e	++	++		+++		+			
14699f	++	+		+++					
14699g	++	+		+++		-			
14699h	++	+		+++		-			
14699i	+++	++		+		+			
Ferr 3									
14701a		+++			-				
14701b		++		+++	-				
Ferr 4									
14337a	+++			+					
Ferr 5									
15207a	+++			-	+	+			
15207b	+++			+	+	+			

Légende : +++ : phase principale ; ++ : phases secondaires (>10%) ; + : phases mineures (<10%) ; - : phases identifiées par un seul pic.

4. Résultats PIXE, surface, matériel géologique

Réf., zone	SiO_2 %	Al_2O_3 %	Fe_2O_3 %	MnO %	MgO %	CaO %	Na_2O %	K_2O %	TiO_2 %	P_2O_5 %	As ppm	Ba ppm	Ga ppm	Nb ppm	Pb ppm	Rb ppm	Sr ppm	Y ppm	Zr ppm
14043a-surf1	49.7	31.8	6.8	0.1	0.5	0.2	1.7	4.1	0.9	4.3	44	248	23	13	59	124	298	40	380
14043a-surf2	48.3	31.1	8.8	0.1	0.5	0.3	1.3	4.2	1.1	4.4	55	674	30	27	70	175	324	54	376
14043a-surf3	46.2	31.3	8.6	0.1	0.5	0.3	2.0	4.3	1.2	5.4	44	408	25	25	44	157	248	51	426
14050b-surf1	47.0	27.6	16.0	0.1	0.8	0.1	0.2	6.1	1.7	0.3	80	569	38	31	67	226	200	68	388
14050b-surf2	47.3	27.3	15.7	0.1	0.8	0.1	0.2	6.1	1.9	0.4	81	780	38	32	66	232	193	88	349
14050b-surf3	46.8	27.4	15.8	0.1	0.8	0.1	0.2	6.5	1.8	0.4	87	658	38	36	70	244	218	72	317
14696c-surf1	36.9	25.2	6.1	*0.0*	*2.8*	0.1	22.1	4.9	1.6	*0.2*	*nd*	458	24	24	12	270	65	32	672
14696c-surf2	49.1	28.3	5.7	*nd*	*3.5*	0.1	6.7	5.4	1.2	*nd*	*nd*	679	25	16	8	248	78	31	121
14696c-surf3	40.3	22.3	5.9	*nd*	*2.5*	0.2	22.6	4.8	1.1	*0.3*	*nd*	639	24	17	7	276	83	30	187
14697a-surf1	5.3	7.4	83.7	*nd*	0.5	0.1	1.0	0.1	0.1	1.8	40	3594	5	2	11	5	370	4	18
14697a-surf2	9.8	11.4	75.4	*nd*	0.5	0.2	0.9	0.3	0.1	1.5	37	2830	6	2	13	10	385	*1*	30
14697a-surf3	7.1	9.4	80.4	*nd*	0.4	0.1	0.8	0.3	0.1	1.4	40	2781	4	2	12	9	379	7	21
14699a-surf1	11.3	15.1	71.4	*nd*	0.3	0.1	0.2	0.2	0.2	1.4	43	57	16	2	29	4	14	9	30
14699a-surf2	10.7	15.0	71.9	*nd*	0.3	0.1	0.2	0.2	0.2	1.4	46	114	14	*nd*	31	3	12	8	34

Résultats normalisés à 100 % pour les éléments majeurs et les mineurs, exprimés en pourcentages d'oxydes.
En gris : teneurs proches de la limite de détection.

5. Résultats PIXE, poudre, matériel géologique

Ref., zone	SiO_2 %	Al_2O_3 %	Fe_2O_3 %	MnO %	MgO %	CaO %	Na_2O %	K_2O %	TiO_2 %	P_2O_5 %	As ppm	Ba ppm	Ga ppm	Nb ppm	Pb ppm	Rb ppm	Sr ppm	Y ppm	Zr ppm
14043a-1	54.4	26.5	11.0	0.1	0.7	0.1	0.3	5.1	1.4	0.3	38	548	34	25	53	154	54	323	185
14043a-2	54.7	27.1	10.3	0.1	0.7	0.0	0.4	5.0	1.4	0.3	42	596	30	28	46	146	53	534	180
14043-3	54.7	27.0	10.4	0.1	0.7	0.1	0.4	4.9	1.4	0.3	38	837	31	23	50	141	43	459	184
14050b-1	46.7	26.4	17.0	0.1	0.9	0.3	0.4	6.1	1.7	0.3	84	325	35	30	63	203	68	328	234
14050b-2	46.9	26.5	16.6	0.1	0.9	0.3	0.4	6.1	1.7	0.3	80	740	39	37	73	203	81	411	233
14050b-3	46.7	26.4	16.6	0.1	0.9	0.3	0.6	6.2	1.7	0.2	78	760	37	36	66	198	72	262	229
14696c-1	56.5	28.5	4.9	*nd*	*1.5*	0.1	2.0	5.4	1.1	*nd*	*nd*	799	28	16	*nd*	73	51	213	292
14696c-2	56.5	28.6	4.8	*nd*	*1.5*	0.1	2.0	5.4	1.1	*nd*	*nd*	514	26	16	9	62	26	140	279
14696c-3	56.4	28.2	5.2	*nd*	*1.6*	0.1	1.8	5.7	1.0	*nd*	2	483	26	19	8	74	33	259	302
14697a-1	2.1	3.6	91.5	*nd*	0.3	0.2	0.3	0.1	0.0	1.8	36	374	*nd*	*nd*	*nd*	52	4	18	5
14697a-2	2.1	3.7	91.5	*nd*	0.3	0.2	0.3	0.1	0.0	1.8	34	347	5	2	*nd*	54	4	17	5
14697a-3	2.3	3.9	90.9	*nd*	0.4	0.2	0.4	0.1	0.0	1.9	35	602	*nd*	3	*nd*	59	7	19	2
14699a-1	18.7	18.5	59.5	*nd*	0.2	0.0	0.1	0.4	0.1	2.5	39	*nd*	5	*nd*	26	7	7	20	10
14699a-2	18.5	18.3	60.1	*nd*	0.1	0.0	0.0	0.4	0.1	2.5	38	*nd*	4	*nd*	28	10	7	16	14
14699a-3	18.1	18.2	60.7	*nd*	0.2	0.1	0.1	0.4	0.1	2.4	41	79	*nd*	2	21	7	4	13	14

Résultats normalisés à 100 % pour les éléments majeurs et les mineurs, exprimés en pourcentages d'oxydes.
En gris : teneurs proches de la limite de détection.

6. Résultats ICP-OES, matériel géologique

Ref.	SiO_2 %	Al_2O_3 %	Fe_2O_3 %	MnO %	MgO %	CaO %	Na_2O %	K_2O %	TiO_2 %	P_2O_5 %
Shale 1										
14042d	51.32	27.63	12.11	0.07	0.92	<L.D	0.43	5.65	1.56	0.33
14042e	56.43	26.84	8.41	0.06	0.81	0.06	0.38	5.10	1.61	0.30
14043a	55.60	25.45	10.92	0.06	0.79	<L.D	0.36	5.11	1.38	0.32
14045a	56.72	27.21	7.90	0.06	0.84	<L.D	0.39	4.53	1.52	0.82
14045b	58.71	25.83	7.34	0.05	0.71	0.10	0.47	4.38	1.42	0.99
14047a	55.09	24.26	12.91	0.12	0.75	<L.D	0.40	4.31	1.37	0.79
14048a	56.48	23.18	12.86	0.09	0.80	<L.D	0.21	4.92	1.26	0.20
14050a	45.79	26.36	17.83	0.11	1.00	0.14	0.40	6.39	1.69	0.29
14050b	46.56	26.29	17.03	0.11	1.04	0.20	0.44	6.36	1.68	0.29
14052a	48.04	26.62	16.64	0.11	0.79	<L.D	0.35	5.74	1.46	0.26
14053a	48.84	25.16	16.62	0.10	0.89	<L.D	0.25	6.18	1.68	0.28
14055a	52.71	21.76	16.48	0.15	1.00	0.27	0.20	5.25	1.74	0.44
Shale 2										
14691a	64.31	16.94	6.45	0.44	1.70	2.05	1.06	4.67	0.91	1.47
14691b	71.80	15.05	5.31	0.04	1.02	0.22	0.32	4.94	0.86	0.44
14691c	68.25	17.15	6.48	0.02	1.75	0.13	0.52	4.31	0.95	0.44
14691d	67.36	17.96	6.69	0.02	1.68	0.08	0.20	4.57	0.94	0.48
14691e	67.35	17.92	7.11	0.02	1.91	<L.D	0.16	4.42	0.95	0.16
14691f	65.93	18.83	6.89	0.02	1.94	<L.D	0.45	4.83	0.88	0.23
14691g	68.46	17.52	6.65	0.02	1.25	0.12	0.33	4.39	0.94	0.32
14691h	66.65	19.32	5.79	0.02	1.27	0.21	0.30	5.09	1.08	0.28
14691i	69.32	17.88	5.43	0.01	1.16	0.10	0.28	4.63	0.99	0.20
14691j	65.66	19.89	6.12	0.03	1.24	0.26	0.26	5.00	1.06	0.47
Shale 3										
14693a	63.79	17.98	8.89	0.08	2.49	0.34	0.81	4.43	0.96	0.22
14693b	65.58	17.04	8.38	0.08	2.30	0.37	0.92	4.09	1.00	0.24
14693c	64.14	17.67	8.85	0.09	2.44	0.39	0.84	4.34	1.01	0.24
14693d	64.51	18.03	8.01	0.08	2.59	0.34	0.84	4.51	0.90	0.20
14693e	64.51	17.99	8.16	0.08	2.54	0.32	0.81	4.50	0.90	0.20
14693f	64.97	17.60	8.09	0.08	2.49	0.31	0.94	4.39	0.93	0.21
14693g	64.71	17.71	8.28	0.08	2.56	0.30	0.86	4.42	0.89	0.19
14693h	63.75	18.46	8.11	0.08	2.70	0.30	0.72	4.78	0.91	0.19
14693i	63.83	17.72	9.06	0.07	2.51	0.21	0.93	4.59	0.95	0.13
14693j	65.97	17.14	7.58	0.07	2.46	0.38	0.90	4.33	0.94	0.22
Shale 6										
14696a	61.75	24.01	4.90	0.01	1.33	<L.D.	2.32	4.85	0.83	0.00
14696b	56.00	27.86	5.71	0.00	1.53	<L.D.	2.58	5.23	1.09	0.00
14696c	58.03	26.50	5.10	0.00	1.83	0.04	2.00	5.38	1.06	0.06
14696d	55.00	28.98	5.98	0.00	1.64	0.27	1.67	5.45	0.96	0.05
14696e	55.43	27.71	6.49	0.00	1.39	0.05	2.21	5.36	1.32	0.05
14696f	59.62	25.33	5.89	0.01	1.62	0.02	1.55	4.70	1.21	0.06
14696g	59.35	25.44	5.56	0.00	1.77	0.38	1.59	4.59	1.26	0.06
14696h	56.03	27.62	6.42	0.01	1.38	0.02	2.14	5.06	1.28	0.05
14696i	57.67	27.19	5.68	0.00	1.34	0.02	1.59	5.14	1.29	0.06
14696j	56.25	27.48	6.12	0.01	1.46	0.04	2.00	5.40	1.20	0.05

Résultats normalisés à 100 %. Analyses réalisées au SARM (Nancy).

Ref.	SiO_2 %	Al_2O_3 %	Fe_2O_3 %	MnO %	MgO %	CaO %	Na_2O %	K_2O %	TiO_2 %	P_2O_5 %
Ferr 1										
14697a	2.00	3.41	91.52	0.02	0.34	0.23	0.19	0.09	0.05	2.15
14697b	5.66	3.61	87.84	0.02	0.47	0.24	0.24	0.15	0.08	1.69
14697c	2.44	3.23	91.62	0.03	0.33	0.45	0.08	0.09	0.06	1.67
14697d	3.78	3.94	91.07	0.01	0.18	0.10	0.11	0.28	0.09	0.43
14697e	6.05	2.55	88.90	0.02	0.32	0.12	0.19	0.18	0.13	1.55
14697f	2.39	2.46	92.27	0.02	0.27	0.14	0.14	0.26	0.09	1.94
14697g	1.97	3.73	90.41	0.02	0.60	0.57	0.27	0.12	0.05	2.26
14697h	1.88	3.04	92.61	0.02	0.27	0.59	0.13	0.11	0.06	1.29
14697i	1.89	2.34	92.70	0.02	0.34	0.22	0.16	0.15	0.07	2.12
Ferr 2										
14698c	16.21	10.58	69.25	0.01	0.60	0.04	0.10	2.55	0.58	0.07
14698d	30.71	10.40	55.78	0.05	0.52	0.12	0.05	1.86	0.42	0.07
14698e	61.57	9.86	25.06	0.02	0.87	0.02	0.31	1.91	0.38	0.00
14698f	39.25	20.77	32.94	0.03	1.63	0.02	0.45	4.07	0.81	0.03
14699a	17.45	17.23	61.80	0.01	0.20	<L.D.	0.00	0.38	0.11	2.80
14699b	50.59	4.92	43.68	0.02	0.12	<L.D.	0.00	0.19	0.25	0.23
14699c	10.25	5.17	80.94	0.02	0.22	0.08	0.08	0.38	0.11	2.77
14699d	11.88	11.65	72.68	0.02	0.32	0.10	0.04	0.76	0.27	2.29
14699e	23.65	10.26	64.72	0.01	0.21	0.13	0.00	0.30	0.54	0.18
14699f	25.21	9.13	64.52	0.01	0.20	0.09	0.00	0.22	0.45	0.16
14699g	23.01	10.07	65.62	0.01	0.27	0.15	0.05	0.27	0.40	0.14
14699h	25.20	10.10	63.40	0.02	0.22	0.12	0.08	0.23	0.47	0.16
14699i	14.66	12.88	70.56	0.02	0.24	0.08	0.00	0.57	0.24	0.75

Résultats normalisés à 100 %. Analyses réalisées au SARM (Nancy).

7. Résultats ICP-MS, matériel géologique

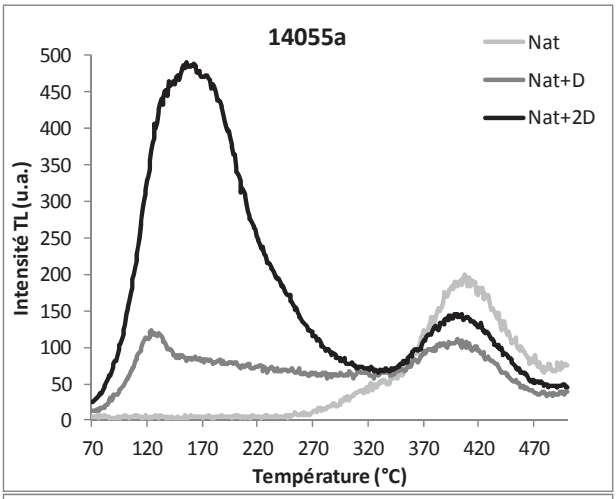
Ref.	As ppm	Ba ppm	Co ppm	Cr ppm	Ga ppm	Nb ppm	Pb ppm	Rb ppm	Sb ppm	Sr ppm	Ta ppm	V ppm	Y ppm	Zr ppm
Shale 1														
14042d	50.2	683.5	13.1	118.4	44.5	28.9	59.1	207.0	2.0	171.2	2.6	113.8	71.2	519.6
14042e	40.5	643.5	10.7	124.5	41.1	31.2	52.8	189.9	1.4	151.7	2.7	103.7	60.5	644.1
14043a	40.8	618.2	11.9	105.2	39.7	25.1	52.3	184.7	1.9	151.6	2.4	102.6	57.4	476.7
14045a	47.4	530.3	10.0	116.5	38.5	26.9	54.8	165.5	2.2	119.0	2.5	98.3	61.5	506.6
14045b	41.5	505.0	9.1	108.0	37.0	26.7	49.7	157.3	1.7	126.5	2.3	90.9	58.9	528.0
14047a	55.9	526.4	10.8	111.8	39.0	24.7	65.8	156.2	3.7	152.4	2.3	112.0	60.5	427.8
14048a	41.7	633.5	13.3	96.8	37.9	22.7	79.8	192.5	1.9	162.4	2.1	97.8	51.9	413.9
14050a	85.2	761.0	13.8	177.8	47.3	30.9	69.9	230.1	4.7	203.9	2.9	143.7	75.3	354.9
14050b	85.3	738.8	13.0	171.7	45.4	29.9	70.9	221.8	4.3	194.7	2.8	138.4	71.2	338.6
14052a	83.8	653.2	13.1	153.7	47.3	26.8	62.6	204.1	3.6	177.2	2.4	130.3	69.9	310.7
14053a	82.8	848.1	13.4	196.5	47.7	31.0	74.5	231.0	3.8	227.3	2.9	136.7	73.2	361.8
14055a	78.8	829.1	12.9	151.8	42.8	34.3	75.1	201.7	3.2	166.8	3.0	153.4	74.9	597.9
Shale 2														
14691a	10.8	659.7	23.3	50.3	23.7	20.3	34.8	225.1	1.7	630.8	2.0	90.6	49.5	276.9
14691b	5.9	481.7	6.6	45.8	21.2	20.7	32.7	222.3	1.6	388.6	2.1	68.7	43.7	430.1
14691c	6.0	500.5	6.4	62.4	24.0	20.4	41.8	213.0	1.9	646.6	2.0	101.0	61.0	288.9
14691d	4.3	685.2	7.0	71.7	26.2	19.1	40.9	222.7	1.6	733.7	1.9	110.0	52.0	217.4
14691e	5.1	434.5	6.8	76.1	26.5	19.1	41.2	214.3	1.7	202.7	1.8	108.9	27.2	214.2
14691f	5.4	461.2	6.8	73.9	27.8	17.7	45.7	223.4	1.9	246.8	1.7	116.7	37.0	191.1
14691g	4.4	403.2	6.7	59.7	23.9	19.7	41.0	209.7	1.7	229.2	1.9	103.6	43.0	265.1
14691h	5.4	448.2	6.0	76.8	28.0	22.9	34.6	251.0	1.6	128.8	2.1	98.5	38.2	305.1
14691i	3.8	417.2	5.0	68.1	25.0	21.0	33.2	221.2	1.2	120.5	1.9	90.3	34.2	328.8
14691j	4.3	467.3	6.6	75.0	29.7	25.3	37.0	256.9	1.4	247.7	2.4	98.2	41.4	320.9
Shale 3														
14693a	12.7	584.5	13.3	77.1	25.6	19.4	35.9	200.7	2.2	42.1	1.9	101.5	41.2	235.4
14693b	12.2	537.9	12.5	74.9	23.9	20.3	30.9	183.7	2.0	45.1	2.0	96.3	43.0	253.4
14693c	12.6	562.0	13.0	78.9	25.1	20.8	35.8	196.7	2.3	44.6	2.0	102.9	44.2	222.7
14693d	14.5	591.6	13.7	82.9	25.3	18.5	36.3	206.5	2.2	45.9	1.7	104.0	35.8	177.5
14693e	12.7	606.5	13.4	82.3	26.3	19.1	30.6	208.2	1.8	44.0	1.8	101.5	36.2	178.3
14693f	13.7	578.4	12.5	74.6	24.3	19.0	29.7	196.9	1.9	44.9	1.8	99.2	36.6	192.2
14693g	14.4	609.9	13.6	78.9	26.1	19.2	31.3	207.3	2.1	48.7	1.8	102.8	36.9	186.8
14693h	14.9	634.1	12.9	84.9	26.3	17.4	28.7	215.1	1.9	44.9	1.6	109.9	34.0	191.2
14693i	18.4	637.2	12.1	85.5	25.7	19.3	32.7	228.1	2.0	49.1	1.8	113.5	39.1	199.7
14693j	13.8	579.1	12.4	81.5	24.1	18.6	26.9	206.4	1.7	54.5	1.7	104.0	42.9	207.8
Shale 6														
14696a	11.1	663.3	2.7	85.6	31.9	15.4	33.4	266.4	0.4	66.8	1.4	96.8	27.1	127.9
14696b	4.3	662.4	1.6	92.1	35.8	20.0	17.9	286.9	0.3	72.6	1.8	98.8	56.0	239.0
14696c	1.6	648.3	1.5	96.5	34.0	18.2	7.9	279.8	0.2	67.7	1.6	101.0	38.9	207.5
14696d	2.8	612.2	1.6	75.2	32.7	16.4	17.1	268.0	0.2	67.5	1.5	88.7	34.9	138.6
14696e	6.2	627.5	1.4	91.2	32.1	21.4	26.3	268.8	0.3	69.5	1.9	97.0	58.9	300.8
14696f	1.9	569.4	1.2	97.9	31.6	20.5	9.1	237.5	<L.D.	61.0	1.8	92.9	64.8	336.9

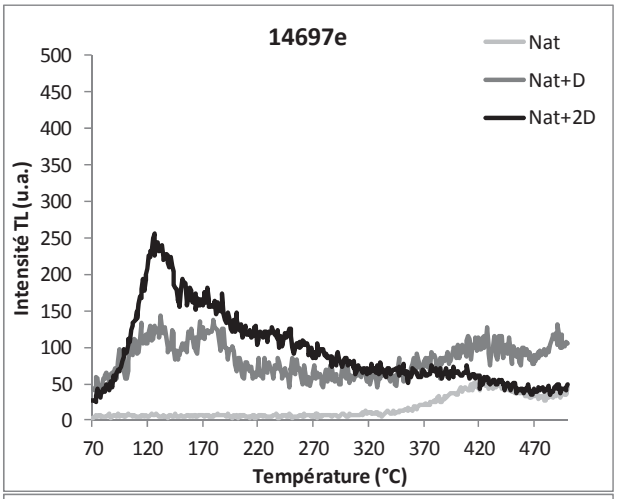
Surlignés en gris : teneurs proches des limites de détection, incertitude supérieure à 25 %. Analyses réalises au SARM (Nancy).

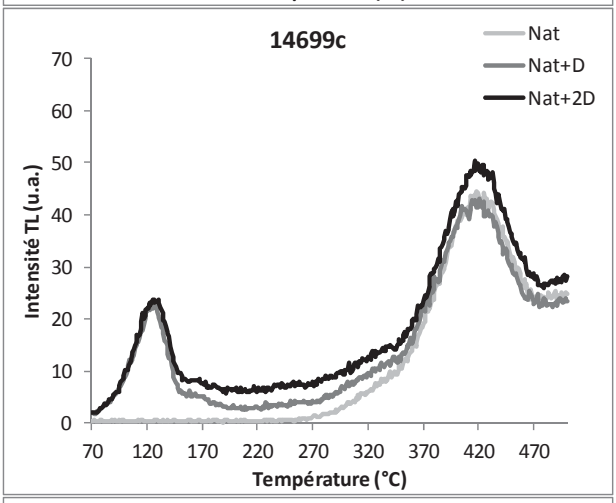
Ref.	As ppm	Ba ppm	Co ppm	Cr ppm	Ga ppm	Nb ppm	Pb ppm	Rb ppm	Sb ppm	Sr ppm	Ta ppm	V ppm	Y ppm	Zr ppm
Shale 6														
14696g	1.8	548.1	1.1	99.2	31.1	22.7	8.3	228.7	<L.D.	62.1	1.9	92.0	72.0	431.1
14696h	7.8	642.4	1.2	97.0	33.6	22.0	27.3	259.4	0.1	68.6	2.0	98.6	60.8	305.9
14696i	4.9	634.4	1.4	97.4	33.7	22.3	19.7	260.7	0.1	66.4	2.0	93.0	62.6	331.5
14696j	8.3	671.3	1.5	94.5	34.2	20.6	24.5	276.4	0.4	73.0	1.9	97.6	61.2	302.1
Ferr 1														
14697a	36.2	437.2	7.6	21.7	1.7	0.5	5.8	5.0	0.2	47.3	0.04	6.9	6.6	16.7
14697b	32.0	118.8	13.9	31.5	2.7	0.9	3.9	7.8	0.2	34.6	0.1	27.9	12.8	34.9
14697c	42.9	178.7	54.3	8.7	1.4	0.7	7.2	4.9	0.1	20.8	0.1	4.0	7.2	29.6
14697d	57.6	879.7	2.6	34.7	4.4	1.2	14.4	15.5	0.7	56.6	0.1	39.7	7.5	19.0
14697e	39.1	154.6	8.0	11.8	2.5	1.9	3.7	8.9	0.2	24.2	0.2	7.5	11.5	65.1
14697f	36.8	245.4	5.1	11.9	3.0	1.6	5.0	12.8	0.1	45.8	0.2	7.6	6.1	15.1
14697g	47.0	289.1	8.1	20.2	1.8	0.5	5.5	5.8	0.2	51.1	0.05	8.2	6.5	22.3
14697h	48.6	221.2	6.1	9.7	1.8	0.7	6.5	6.1	0.2	84.9	0.1	5.8	5.2	15.2
14697i	36.4	205.8	4.2	12.8	2.3	0.8	6.1	7.6	0.2	47.0	0.1	6.3	6.0	12.7
Ferr 2														
14698c	21.4	244.3	1.4	167.6	17.2	8.6	55.3	109.1	0.9	9.4	0.8	110.9	21.3	93.4
14698d	156.1	209.3	3.7	115.1	15.2	6.2	102.4	80.3	1.1	9.7	0.6	127.3	12.5	84.0
14698e	22.2	186.8	4.1	82.5	13.6	5.8	35.1	79.6	1.3	9.7	0.5	87.2	13.0	64.7
14698f	22.5	370.5	6.0	117.0	25.2	11.9	32.8	158.4	1.3	13.6	1.1	140.0	23.9	126.9
14699a	41.8	52.5	6.2	102.7	3.8	1.1	30.3	14.9	0.3	6.6	0.1	15.9	7.2	16.4
14699b	108.7	467.4	3.3	209.1	17.7	4.6	72.4	9.8	3.5	19.2	0.5	933.2	13.7	161.4
14699c	22.7	121.0	7.2	45.1	4.8	1.2	128.1	14.7	2.6	24.5	0.1	31.0	22.5	19.6
14699d	59.1	81.3	9.6	70.6	4.9	3.4	50.2	26.6	1.0	11.1	0.3	46.0	22.2	38.2
14699e	173.8	40.1	3.1	483.3	23.5	7.4	57.7	20.7	5.4	6.8	0.7	852.8	16.7	157.5
14699f	155.6	99.5	3.2	395.1	26.1	6.0	61.4	17.5	6.9	9.6	0.5	936.7	12.8	139.7
14699g	132.5	39.9	2.9	429.0	23.1	5.2	64.0	19.6	4.2	8.2	0.5	647.7	12.8	121.5
14699h	98.0	32.6	3.8	342.8	21.5	6.5	64.6	17.1	5.8	8.3	0.6	733.2	12.9	129.7
14699i	23.2	81.9	4.4	62.5	6.0	3.2	46.5	22.4	1.0	6.8	0.3	43.1	6.1	47.6

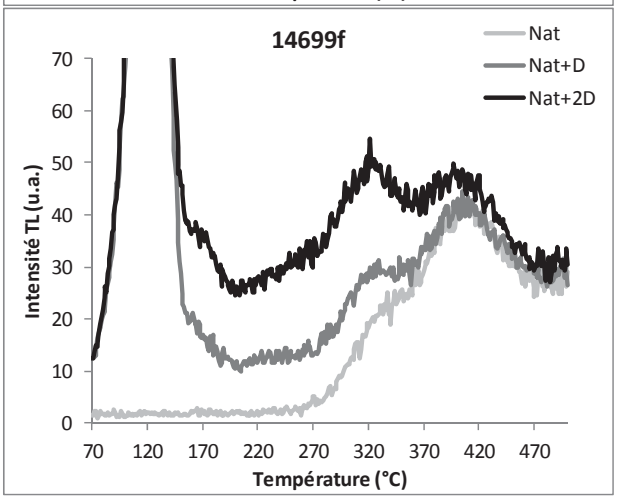
Surlignés en gris : teneurs proches des limites de détection, incertitude supérieure à 25 %. Analyses réalises au SARM (Nancy).

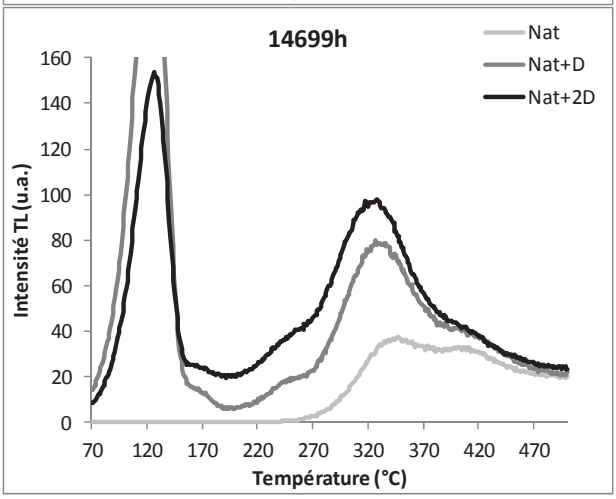
8. Courbes de thermoluminescence normalisées, matériel géologique











ANNEXE VII

Résultats de l'examen macroscopique et de l'analyse physico-chimique du matériel archéologique

Klasies River Mouth

1. Résultats examen macroscopique

BDX	Couche	Masse (g)	L max (cm)	Teinte	Structure	Prop. fraction fine	Type Matière première	Nb Facettes	Procédé
13910	13	2.9	2.8	rouge	Massif	Plus de 2/3	**Ferricrète**		
13911	13	5.2	3.1	rouge	Laminé	Plus de 1/2	**Shale**	2	**Abrasion**
13912	13	<0.1	0.6	rouge	Laminé	Trop petit	**Shale**		
13913	13	4.9	2.3	rouge	Massif granuleux	Environ 1/2	**Grès ferrugineux**		
13914	13	11.1	5.1	rouge	Laminé	Plus de 2/3	**Shale**	2	**Abrasion**
13858	14	2.5	2.9	rouge	Laminé	Plus de 2/3	**Shale muscovite**		
13859	14	1.6	1.5	rouge	Massif granuleux	Moins de 1/2	**Grès ferrugineux**		
13860	14	4.8	3.0	jaune	Laminé	Plus de 2/3	**Shale muscovite**		
13861	14	1.3	1.9	rouge	Laminé	Plus de 2/3	**Shale**		
13862	14	0.3	1.4	rouge	Laminé	Plus de 2/3	**Shale**		
13863	14	0.5	1.4	jaune	Laminé	Plus de 1/2	**Shale**		
13864	14	<0.1	0.7	jaune	Laminé	Plus de 2/3	**Shale**		
13865	14	0.8	2.2	rouge	finement laminé	Plus de 2/3	**Shale muscovite**		
13866	14	30.6	5.0	rouge, jaune	finement laminé	Plus de 2/3	**Shale muscovite**		
13867	14	4.8	3.0	rouge	Laminé	Plus de 1/2	**Shale**		
13868	14	2.7	2.7	rouge	finement laminé	Plus de 1/2	**Shale muscovite**		
13869	14	6.5	3.5	rouge	Laminé	Plus de 1/2	**Shale**		
13870	14	2.5	2.4	rouge, jaune	Légèrement laminé	Plus de 2/3	**Shale/Ferricrète**		
13871	14	3.6	2.5	jaune	Laminé	Plus de 2/3	**Shale muscovite**		
13872	14	1.7	1.8	jaune	Laminé	Plus de 2/3	**Shale**		
13873	14	0.3	2.0	jaune	Laminé	Plus de 1/2	**Shale**		
13874	14	4.9	3.2	jaune	Laminé	Plus de 2/3	**Shale**		
13875	14	<0.1	<0.5	jaune	?	?	**?**		
13876	14	1.6	1.9	jaune	Laminé	Plus de 2/3	**Shale**		
13877	14	0.1	1.0	jaune	Laminé	Plus de 2/3	**Shale**		
13878	14	0.8	1.6	jaune	Laminé	Plus de 2/3	**Shale**		
13879	14	1.4	2.4	jaune	finement laminé	Plus de 2/3	**Shale muscovite**		
13880	14	0.4	1.0	rouge, jaune	Laminé	Plus de 2/3	**Shale**		

BDX	Couche	Masse (g)	L max (cm)	Teinte	Structure	Prop. fraction fine	Type Matière première	Nb Facettes	Procédé
13881	14	4.1	3.2	rouge	Laminé	Plus de 2/3	**Shale**		
13882	14	1.6	1.9	rouge	Laminé	Plus de 2/3	**Shale**		
13883	14	2.7	1.2	rouge	Massif	Plus de 2/3	**Ferricrète**		
13884	14	8.4	3.3	rouge	Légèrement laminé	Plus de 2/3	**Ferricrète**		
13885	14	1.8	1.9	rouge	Laminé	Plus de 2/3	**Shale muscovite**	1	**Abrasion**
13886	14	3.6	1.8	rouge	Massif	Plus de 2/3	**Ferricrète**		
13887	14	1.2	2.7	rouge	Laminé	Plus de 2/3	**Shale muscovite**		
13888	14	0.2	1.2	rouge	Laminé	Plus de 2/3	**Shale muscovite**		
13889	14	3.4	2.0	rouge	Massif granuleux	Environ 1/2	**Apatite**		
13890	14	1.6	1.6	rouge	Massif granuleux	Plus de 2/3	**?**		
13891	14	4.1	2.3	rouge	Légèrement laminé granuleux	Environ 1/2	**Grès ferrugineux**		
13892	14	5.7	2.8	jaune	Massif	Plus de 2/3	?		
13893	14	0.2	1.0	jaune	Massif	Plus de 2/3	**?**		
13894	14	0.3	1.5	rouge	Légèrement laminé	Plus de 2/3	**Shale**	5	**Abrasion**
13895	14	10.6	3.5	rouge	Légèrement laminé granuleux	Environ 1/2	**Grès ferrugineux**		
13896	14	5.0	2.7	rouge	Légèrement laminé	Plus de 2/3	**Shale**	1	**Abrasion**
13897	14	0.3	1.4	jaune	Laminé	Plus de 2/3	**Shale muscovite**		
13898	14	1.3	1.5	jaune	finement laminé	Plus de 2/3	**Shale muscovite**		
13899	14	0.8	1.6	jaune (clair)	Laminé	Plus de 2/3	**Shale**		
13900	14	4.3	2.5	jaune	finement laminé	Plus de 2/3	**Shale muscovite**		
13901	14	1.2	2.0	jaune	finement laminé	Plus de 2/3	**Shale muscovite**		
13902	14	0.9	0.5	jaune	Laminé	Plus de 2/3	**Shale**		
13903	14	0.6	1.5	jaune	Laminé	Plus de 2/3	**Shale**		
13904	14	6.7	2.3	rouge	Massif granuleux	Moins de 1/2	**Grès ferrugineux**		
13905	14	<0.1	1.2	rouge	Laminé	Trop petit	**Shale**		
13906	14	7.8	3.3	jaune	Laminé	Plus de 2/3	**Shale**		
13909	14	2.2	2.6	rouge	Massif	Plus de 1/2	**Argilite**		
13850	15	4.5	3.0	rouge	finement laminé	Plus de 2/3	**Shale muscovite**		
13851	15	21.3	4.1	jaune	Laminé granuleux	Plus de 1/2	**Shale**		
13852	15	2.6	2.3	rouge	Légèrement laminé	Plus de 2/3	**Shale**		
13853	15	1.6	1.5	jaune	Laminé	Plus de 2/3	**Shale**		
13854	15	1.4	1.8	jaune	Laminé	Plus de 2/3	**Ferricrète**		

BDX	Couche	Masse (g)	L max (cm)	Teinte	Structure	Prop. fraction fine	Type Matière première	Nb Facettes	Procédé
13836	16	3.5	2.0	rouge	Massif granuleux	Environ 1/2	**Grès ferrugineux**		
13837	16	2.3	2.4	rouge	Légèrement laminé	Plus de 2/3	**Shale**	?	
13838	16	1.5	2.9	rouge, jaune	Massif	Plus de 2/3	**Siltstone ferrugineux**	2	**Abrasion**
13839	16	3.2	3.0	rouge	Légèrement laminé	Plus de 2/3	**Ferricrète**		
13840	16	6.8	2.6	rouge	Lègèrement laminé granuleux	Moins de 1/2	**Shale muscovite**	3	**Abrasion**
13841	16	5.4	2.4	Rouge (très clair)	Massif	Plus de 2/3	**Apatite**	?	
13842	16	3.8	1.9	rouge	Massif	Plus de 2/3	**Ferricrète**		
13843	16	6.2	2.8	rouge	Massif granuleux	Environ 1/2	**Grès ferrugineux**		
13844	16	5.2	3.1	rouge	Légèrement laminé	Plus de 1/2	**Shale**	?	
13845	16	5.1	3.1	rouge	Laminé	Plus de 2/3	**Shale**	3	**Abrasion**
13846	16	4.0	2.7	rouge	Légèrement laminé	Plus de 2/3	**Shale**	6	**Abrasion**
13847	16	4.4	2.9	rouge	Massif granuleux	Environ 1/2	**Argilite**		
13848	16	2.9	3.0	rouge	Légèrement laminé	Plus de 2/3	**Shale**	5	**Abrasion**
13849	16	75.1	7.0	rouge, jaune	Laminé	Plus de 2/3	**Shale**	2	**Abrasion, encoches**
13855	16	2.5	2.2	rouge	Laminé	Plus de 1/2	**Shale**		
13856	16	9.2	2.7	rouge	Massif granuleux	Moins de 1/2	**Grès ferrugineux**	1	**Abrasion**
13857	16	1.4	1.9	rouge, jaune	finement laminé	Plus de 2/3	**Shale muscovite**		
13915	16	10.5	3.6	jaune	Laminé	Plus de 2/3	**Shale/Ferricrète**		
13916	16	8.3	2.8	rouge	Légèrement laminé	Plus de 2/3	**Shale**	2	**Abrasion**
13917	16	18.2	3.4	rouge	Massif	Plus de 2/3	**Siltstone ferrugineux**	1	**Abrasion**

2. Résultats de colorimétrie, surface, Klasies

Réf	L*(D65)	a*(D65)	b*(D65)	Munsell D65 Hue	Munsell D65 Value	Munsell D65 Chroma	
13831	41.6	8.9	7.3	0.9YR	4.1	2.1	Weak red
13832	28.9	5.5	7.0	5.8YR	2.8	1.5	Dark reddish grey
13833	43.3	15.9	11.7	9.4R	4.2	3.7	Weak red
13834	39.5	11.0	9.8	1.6YR	3.9	2.6	Weak red
13835	40.0	8.8	7.6	1.4YR	3.9	2.1	Weak red
13836	36.7	10.5	8.1	0.7YR	3.6	2.3	Weak red
13837	44.0	11.8	11.7	2.2YR	4.3	3.0	Weak red
13838	32.4	7.1	5.2	0.6YR	3.2	1.5	Weak red
13839	36.4	12.4	9.8	0.6YR	3.6	2.8	Weak red
13840	42.3	9.0	9.8	3.2YR	4.1	2.3	Weak red
13842	42.3	13.7	9.3	9.0R	4.1	3.1	Weak red
13843	38.1	11.3	9.5	1.2YR	3.7	2.6	Weak red
13844	43.2	13.3	10.1	9.6YR	4.2	3.1	Weak red
13846	36.4	8.3	7.8	2.4YR	3.6	1.9	Weak red
13847	48.0	13.8	12.4	0.9YR	4.7	3.5	Weak red
13848	40.5	11.5	9.6	0.9YR	4.0	2.7	Weak red
13849	40.4	9.3	8.5	1.8YR	4.0	2.2	Weak red
13850	46.5	13.2	10.4	10.0R	4.5	3.2	Weak red
13852	46.0	11.1	8.9	0.2YR	4.5	2.7	Weak red
13854	50.3	16.0	28.9	7.3YR	5.0	5.4	Reddish yellow
13857	59.2	12.6	24.1	7.2YR	5.8	4.5	Reddish yellow
13858	46.6	16.5	14.1	0.5YR	4.6	4.1	Weak red
13860	65.3	9.2	20.8	8.3YR	6.4	3.7	Reddish yellow
13861	40.5	12.3	9.9	0.8YR	4.0	2.8	Weak red
13865	48.0	12.3	13.1	2.6YR	4.7	3.3	Weak red
13867	41.0	11.4	11.5	2.5YR	4.0	2.8	Weak red
13868	52.2	16.7	20.2	3.2YR	5.1	4.7	Red
13871	57.6	12.1	29.5	8.9YR	5.7	5.1	Reddish yellow
13879	61.8	10.4	25.3	8.9YR	6.1	4.4	Reddish yellow
13882	40.6	9.1	7.1	0.6YR	4.0	2.1	Weak red
13883	35.8	8.2	6.5	0.9YR	3.5	1.8	Weak red
13895	38.0	14.6	13.2	1.7YR	3.7	3.5	Weak red
13896	34.4	9.3	10.2	3.6YR	3.4	2.3	Weak red
13908	60.1	11.5	29.2	9.0YR	5.9	5.0	Reddish yellow
13909	33.7	12.6	9.2	10.0R	3.3	2.8	Dusky red
13910	37.7	13.6	10.9	0.6YR	3.7	3.1	Weak red
13911	40.5	8.7	8.1	2.0YR	4.0	2.1	Weak red
13913	35.9	14.0	12.2	1.5YR	3.5	3.3	Weak red
13916	38.8	13.3	12.3	1.8YR	3.8	3.2	Weak red
13917	36.5	4.7	6.7	6.3YR	3.6	1.3	Dark reddish grey

Mesures de colorimétrie, moyennes obtenues à partir de 4 à 10 mesures par échantillon.

3. Résultats MEB-EDXS, surface, Klasies

Réf.	*Analyses EDXS*			*Grains*						
	Fe	**Al**	**Si**	**Si**	**Al, Si, K tablettes**	**C tablettes**	**Remarques**	**Morphoologie ox. Fe**	**Morphologie argiles**	**Microstructure**
13836	2	3	2	X	X	0	Très hétérogène	ind	ind, tablettes	Massif
13837	3	2	2	X	0	0		ind	ind	Non organisée
13838	2	3	2	X	0	0		ind	ind	Non organisée
13839	1	3	2	X	0	0		ind	ind	Non organisée
13840	3	2	2	0	0	0		ind	ind, tablettes	Feuillets
13841	3	3	3	X	0	0		ind, tablettes	ind	Non organisée
13842	1	3	3	X	0	0		ind	ind	Massif
13843	2	3	2	X	X	0		ind	ind	Non organisée
13844	2	2	2	X	X	0	Hétérogène	ind, tablettes	ind, tablettes	Semi-organisée
13846	2	2	2	X	X	0		ind	ind, tablettes	Non organisée
13847	2	2	2	0	X	0		ind	ind, tablettes	Non organisée
13848	2	2	2	X	X	0	Restes fossiles ?	ind	ind, tablettes	Non organisée
13849	2	2	2	X	X	X		ind	ind, tablettes	Non organisée
13850	2	2	2	X	X	0		ind, tablettes	ind, tablettes	Feuillets
13852	2	2	2	X	X	X		ind	ind, tablettes	Non organisée
13854	1	3	2	X	X	0		ind, tablettes	tablettes	Semi-organisée
13857	3	2	1	X	X	0		ind, tablettes	tablettes	Feuillets
13858	3	2	1	X	X	0		ind	tablettes	Feuillets
13860	3	2	1	X	X	0		ind	tablettes	Feuillets
13861	2	2	2	0	X	X	Très hétérogène	ind, tablettes	ind, tablettes	Feuillets altérés
13865	2	2	2	0	X	X	Très hétérogène	ind, tablettes	ind, tablettes	Feuillets
13867	2	2	2	X	X	0		ind, tablettes	ind, tablettes	Feuillets altérés
13868	2	2	2	X	X	X		ind, tablettes	ind, tablettes	Feuillets
13871	2	2	2	0	0	0	Très hétérogène	ind, tablettes	ind, tablettes	Feuillets
13879	3	2	1	X	X	X		ind, tablettes	tablettes	Feuillets
13882	2	2	2	X	X	0		ind, tablettes	ind, tablettes	Semi-organisée
13883	1	3	2	X	0	0		ind	ind	Non organisée

Réf.	*Analyses EDXS*			*Grains*						
	Fe	**Al**	**Si**	**Si**	**Al, Si, K tablettes**	**C tablettes**	**Remarques**	**Morphoologie ox. Fe**	**Morphologie argiles**	**Microstructure**
13884	1	3	2	X	X	0		ind, tablettes	ind	Semi-organisée
13886	1	3	2	X	0	0		ind	ind	Non organisée
13889	2	3	3	X	0	0		ind		Non organisée
13895	2	3	2	X	X	0		ind	ind, tablettes	Non organisée
13896	2	2	2	X	X	0		ind	ind, tablettes	Non organisée
13908	2	2	1	X	0	0		ind	ind	Non organisée
13909	2	2	2	X	0	0		ind	ind	Non organisée
13910	1	2	2	X	0	0		ind	ind	Massif
13911	2	2	2	X	X	0		ind	ind, tablettes	Non organisée
13913	2	2	1	X	0	0		ind	ind	Non organisée
13916	2	2	2	X	X	0		ind	ind, tablettes	Non organisée
13917	2	3	2	X	0	0		ind, amas sphériques	ind	Non organisée

Légende : 1 : >50% – 2 : entre 50% et 10% – 3 : <10% 0 : absent – X : présent

4. Résultats DRX, surface, Klasies

Réf.	Hématite	Goethite	Quartz	Illite/musc.	Kaolinite	Calcite	K-feldspath	Hydroxylapatite
13836	++ (anorm?)		+++					
13837	+		+++		++			
13839	++		+++					
13840	+		+	+++	+			
13841			+++					++
13842	+++ (anorm?)		+					
13843	+ (anorm?)		+++					
13844	++		+++	+				
13846	++ (anorm?)		+++		++			
13847	+		+++	+	++	+		
13848	++		+++	+	+			
13850	++		++	+++	++			
13852	+		++	+	+++			
13854		+++	+					
13857			+	+++	++		?	
13858			++	++	+++			
13860			+++	++	++			
13861	+	++		+++		+		
13865			++	+++	+			
13867	+		+++	+				
13868			++	+++	+			
13871		++	+++	++				
13879			+++	++	++			
13882	++ (anorm?)		+++	+				
13883	+ (anorm?)		+++					
13884	+++ (anorm?)		+					
13886	+++ (anorm?)		-					
13889	+		+++					+
13895	+	+	+++					
13896	+		+++	+				
13908		++	+++	+	++		+	
13909	+ (anorm?)		+++					
13910	+ (anorm?)		+++					
13911	++ (anorm?)		+		+++	+		
13913	+ (anorm?)		+++	-				
13916	+		+++	+	+			

Légende : +++ : phase principale ; ++ : phases secondaires ; + : phases mineures.

ANNEXE VIII

Répartition stratigraphique des vestiges, Diepkloof

1. Par types de matières premières, séquence principale

		Shale		*Shale/ferr.*		*Ferricrètes*		*Autre/ind*	*Total*
		N	*Dont allochtone*	N	*Dont allochtone*	N	Dont allochtone	*N*	
Post-HP	*Claude*	3	*0*	0	*0*	1	0	*1*	**5**
	Denzil	7	*0*	2	*0*	7	2	*0*	**16**
	Danny	9	*0*	0	*0*	1	0	*0*	**10**
HP tradif	*Debbie*	11	*4*	1	*0*	8	1	*3*	**23**
	Dean	2	*0*	4	*0*	2	0	*0*	**8**
	Darryl	4	*0*	1	*0*	2	0	*1*	**8**
	Deon	0	*0*	0	*0*	0	0	*0*	**0**
	Eric	4	*0*	1	*0*	15	11	*0*	**20**
	Ester	3	*2*	0	*0*	1	0	*0*	**4**
	Edgar	15	*1*	3	*0*	6	0	*0*	**24**
	Eve	0	*0*	0	*0*	0	0	*0*	**0**
	Eben	0	*0*	2	*0*	2	0	*0*	**4**
	Frans	2	*1*	1	*1*	4	1	*0*	**7**
HP	*Fred*	4	*2*	1	*0*	2	0	*1*	**8**
	Frank	1	*0*	3	*0*	3	0	*0*	**7**
	Fox	1	*0*	1	*0*	1	0	*0*	**3**
	Fiona	1	*0*	1	*0*	0	0	*0*	**2**
	Governor	7	*0*	0	*0*	4	0	*0*	**11**
	John	15	*0*	0	*0*	5	1	*0*	**20**
	Jeff	5	*0*	2	*0*	6	0	*0*	**13**
	Joy	4	*1*	1	*0*	1	0	*0*	**6**
	Jack	3	*0*	2	*0*	7	0	*0*	**12**
	Jude	4	*0*	1	*0*	1	0	*0*	**6**
	Jess	19	*0*	1	*0*	1	0	*0*	**21**
	Julia	44	*0*	1	*0*	1	0	*0*	**46**
	Kate	31	*0*	1	*0*	0	0	*1*	**33**
	Kerry	28	*0*	4	*0*	1	0	*1*	**34**
	Kenny	6	*0*	0	*0*	2	0	*0*	**8**
	Keegan	10	*0*	0	*0*	2	0	*0*	**12**
Still Bay	**Keeno**	2	*0*	0	*0*	0	0	*0*	**2**
	Kim	20	*0*	1	*0*	1	0	*0*	**22**
	Larry	28	*0*	3	*0*	3	0	*0*	**34**
	Logan	25	*0*	1	*0*	4	0	*0*	**30**
	Leo	11	*0*	2	*0*	3	0	*0*	**16**
	Lynn	34	*0*	1	*0*	2	0	*2*	**39**
	Laureen	13	*0*	0	*0*	3	0	*1*	**17**
	Mike	15	*0*	0	*0*	2	0	*0*	**17**
	Total	**391***	***11***	**42**	***1***	**104**	**17**	***11***	**548***

***Total différent par rapport à l'assemblage non détaillé, du fait du contexte stratigraphique incertain pour une pièce de shale.**

2. Par la présence/absence de traces d'usure, séquence principale

		Facetté	*Indéterminé*	*Non facetté*	*Total*
Post-HP	***Claude***	2	0	3	**5**
	Denzil	0	0	16	**16**
	Danny	1	0	9	**10**
HP tradif	***Debbie***	1	0	22	**23**
	Dean	1	0	7	**8**
	Darryl	2	0	6	**8**
	Deon	0	*0*	0	**0**
	Eric	3	0	17	**20**
	Ester	1	0	3	**4**
	Edgar	6	3	15	**24**
	Eve	0	0	0	**0**
	Eben	3	0	1	**4**
	Frans	4	0	3	**7**
HP	***Fred***	5	0	3	**8**
	Frank	5	0	2	**7**
	Fox	1	0	2	**3**
	Fiona	2	0	0	**2**
	Governor	2	0	9	**11**
	John	3	1	16	**20**
	Jeff	7	0	6	**13**
	Joy	3	0	3	**6**
	Jack	5	1	6	**12**
Still Bay	**Jude**	0	0	6	**6**
	Jess	3	3	15	**21**
	Julia	2	1	43	**46**
	Kate	2	0	31	**33**
	Kerry	3	1	30	**34**
	Kenny	1	0	7	**8**
	Keegan	2	0	10	**12**
	Keeno	0	0	2	**2**
	Kim	3	0	19	**22**
	Larry	3	1	30	**34**
	Logan	5	0	25	**30**
	Leo	4	0	12	**16**
	Lynn	2	0	37	**39**
	Laureen	0	2	15	**17**
	Mike	2	0	15	**17**
	Total	**391***	***11***	**42**	**548***

3. Par types de matière première, partie supérieure

		Shale		Shale/ferr.		Ferricrètes		Autre/ind	Total
		N	*Dont allochtone*	N	*Dont allochtone*	N	*Dont allochtone*	N	
Post-HP	***Claude***	3	*0*	1	*0*	2	*0*	1	**7**
	Denzil	7	*0*	0	*0*	7	*2*	0	**14**
	Danny	9	*0*	0	*0*	1	*0*	0	**10**
HP tradif	***Debbie***	11	*4*	1	*0*	8	*1*	3	**23**
	Dean	2	*0*	4	*0*	3	*0*	0	**9**
	Darryl	6	*0*	0	*0*	3	*1*	1	**10**
	Deon	0	*0*	0	*0*	0	*0*	0	**0**
	Eric	4	*0*	2	*0*	15	*11*	0	**21**
	Ester	5	*2*	0	*0*	3	*0*	0	**8**
	Edgar	16	*1*	1	*0*	7	*0*	2	**26**
	Eve	3	*0*	4	*0*	3	*0*	0	**10**
	Eben	0	*0*	2	*0*	2	*0*	0	**4**
	Frans	5	*1*	4	*2*	12	*1*	1	**22**
HP intermédiaire	***Fred***	4	*2*	0	*0*	2	*0*	1	**7**
	Frank	1	*0*	7	*0*	7	*0*	1	**16**
	Fox	1	*0*	2	*0*	1	*0*	0	**4**
	Fiona	1	*0*	0	*0*	1	*0*	1	**3**
	Governor	2	*0*	0	*0*	1	*0*	1	**4**
	John	17	*0*	0	*0*	5	*1*	0	**22**
	Jeff	6	*0*	1	*0*	7	*0*	0	**14**
	Joy	9	*1*	3	*0*	1	*0*	0	**13**
	Jack	4	*0*	1	*0*	13	*0*	1	**19**

4. Par la présence/absence de traces d'usure, partie supérieure

		Facetté	*Indéterminé*	*Non facetté*	*Total*
Post-HP	***Claude***	4	0	3	**5**
	Denzil	0	0	16	**16**
	Danny	1	0	9	**10**
HP tradif	***Debbie***	2	0	22	**23**
	Dean	1	0	8	**8**
	Darryl	3	0	8	**8**
	Deon	0	0	0	**0**
	Eric	5	0	17	**20**
	Ester	2	0	6	**4**
	Edgar	6	4	18	**24**
	Eve	4	0	6	**0**
	Eben	3	0	1	**4**
	Frans	13	3	6	**7**
HP	***Fred***	5	0	3	**8**
	Frank	10	0	8	**7**
	Fox	1	1	2	**3**
	Fiona	3	0	1	**2**
	Governor	1	1	2	**11**
	John	3	1	18	**20**
	Jeff	9	0	6	**13**
	Joy	6	0	7	**6**
	Jack	12	1	7	**12**

Matériaux, procédés de transformation et fonctions de l'ocre au Middle Stone Age : Diepkloof Rock Shelter dans le contexte de l'Afrique australe.

En Afrique Australe, plusieurs sites attribués au Middle Stone Age (MSA) ont livré de grandes quantités de blocs « d'ocre », suggérant une longue tradition d'exploitation, bien avant l'occurrence des premières peintures rupestres. Les indices sur la fonction de ce matériau et le but pour lequel il a été utilisé sont rares, ce qui a conduit à plusieurs hypothèses. Certains auteurs leur ont associé des comportements symboliques tandis que d'autres ont montré qu'une utilisation « utilitaire » était possible. La question de la fonction et de la place qu'occupait l'ocre est par ailleurs centrale dans le contexte du MSA, étant donné l'émergence de plusieurs innovations, production de perles, de motifs gravés, et technologies de taille spécifiques. Le site de Diepkloof Rock Shelter apparait particulièrement propice pour tenter de comprendre les comportements associés à l'exploitation de l'ocre, du fait de sa longue séquence fouillée récemment. Les blocs d'ocre trouvés étant les principaux témoins de cette exploitation, ce travail propose d'aborder en parallèle caractérisation des matières premières et identification des procédés de transformation. Différentes méthodes d'observations et d'analyse physico-chimique (MEB-EDXS, DRX, ICP-MS, TL, TEM et PIXE) ont été mises en œuvre pour déterminer les matières premières, leur provenance, et les transformations opérées. Des prospections et une comparaison avec un corpus géologique ont permis de déterminer l'origine des objets. Des expérimentations et une étude des traces d'usure ont permis d'identifier les transformations. Les résultats obtenus indiquent que des distances supérieures à 20 km ont été parcourues pour l'acquisition de certaines matières premières, dont on constate qu'elles sont plus riches en fer que celles accessibles localement. Les matières premières ont été presque systématiquement abrasées pour produire de la poudre. Ces résultats sont compatibles avec une fonction comme agent siccatif, couvrant ou colorant. Enfin, la continuité avec laquelle l'ocre est exploitée à Diepkloof malgré les changements survenus dans les techno-complexes, ainsi qu'un usage différent par rapport à d'autres sites, suggère que l'ocre a pu jouer un rôle dans les relations sociales inter et intra-groupes.

Mots clés : Ocre – Middle Stone Age – Archéomatériaux – Provenance – Chaîne opératoire – Matière colorante – Hématite – Diepkloof Rock Shelter

Raw material, processing and function of ochre remains during the MSA: the case study of Diepkloof Rock Shelter in southern Africa.

During the Middle Stone Age hundreds of ochre pieces were discovered on numerous southern African sites long before the first occurrences of rock paintings, suggesting an important tradition of ochre exploitation. How this material was used remains however uncertain: while symbolic uses are often assumed, archaeological evidence also suggest utilitarian functions. The function and the value attributed to ochre materials are of high interest for an overall perspective of the Middle Stone Age context, associated with the emergence of different innovations such as new lithic technology, bead production and geometric engravings. The site of Diepkloof Rock Shelter offers a unique opportunity to discuss these questions over a long recently excavated MSA sequence. In this work the modalities of selection and transformation were investigated by studying the main witnesses of ochre exploitation, the raw and processed pieces. The nature of the raw materials, their geological origin and the processing steps were determined by using macroscopic observation and different analytical methods (SEM-EDXS, XRD, ICP-MS, PIXE, TL and TEM). Surveys were carried out and archaeological pieces were compared with geological materials in order to define where they come from. Experimentations have been performed in order to identify mechanical and chemical transformation. The results obtained show that some raw materials come from relative long distance, and that they are richer in iron oxide than more local sources. Wear traces indicate that ochre were ground to produce powder, which could function as drying agent, protective coating, or pigment. The continuity of this material's exploitation all over the sequence, and regional uses of this material suggested by the comparison of Diepkloof with other sites, led us to assume that ochre may have favoured intra and inter-group socials relationships at this time.

Mots clés : Ochre – Middle Stone Age – Archaeomaterials– Provenance – Chaîne opératoire – Pigment – Hematite – Diepkloof Rock Shelter