



HAL
open science

Apports de l'analyse des matières colorantes et colorées dans l'étude intégrée d'un site orné. Application au site de Nawarla Gabarnmang (Terre d'Arnhem, Territoire du Nord - Australie)

Géraldine Castets

► **To cite this version:**

Géraldine Castets. Apports de l'analyse des matières colorantes et colorées dans l'étude intégrée d'un site orné. Application au site de Nawarla Gabarnmang (Terre d'Arnhem, Territoire du Nord - Australie). Cristallographie. Université Grenoble Alpes, 2017. Français. NNT : 2017GREAA030 . tel-01900787

HAL Id: tel-01900787

<https://theses.hal.science/tel-01900787v1>

Submitted on 22 Oct 2018

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.

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE LA COMMUNAUTE UNIVERSITE GRENOBLE ALPES

Spécialité : **Chimie**

Arrêté ministériel : 25 mai 2016

Présentée par

Géraldine CASTETS

Thèse dirigée par **Jean-Jacques DELANNOY**, professeur
et codirigée par **Émilie CHALMIN**, maître de conférences

préparée au sein du **Laboratoire EDYTEM**
dans **l'École Doctorale Sciences et Ingénierie des Systèmes
de l'Environnement et des Organisations**

Apports de l'analyse des matières colorantes et colorées dans l'étude intégrée d'un site orné

Application au site de Nawarla Gabarnmang (Terre d'Arnhem,
Territoire du Nord – Australie)

Thèse soutenue publiquement le **1^{er} décembre 2017**,
devant le jury composé de :

M. François FARGES

Professeur, Muséum National d'Histoire Naturelle (Président)

Mme Ina REICHE

Directrice de recherche, Staatliche Museen zu Berlin (Rapportrice)

M. Roberto ONTAÑÓN PEREDO

Directeur de musée, Museo de Prehistoria y Arqueología de Cantabria
(Rapporteur)

M. Bruno DAVID

Professeur, Monash Indigenous Studies Centre – Monash University
(Examineur)

M. Jean-Michel GENESTE

Conservateur général du patrimoine, Ministère de la Culture et de la
Communication (Examineur)





APPORTS DE L'ANALYSE
DES MATIERES COLORANTES ET COLOREES
DANS L'ETUDE INTEGREE D'UN SITE ORNE

Application au site de Nawarla Gabarnmang
(Terre d'Arnhem, Territoire du Nord – Australie)

Résumé

Au cours de l'élaboration des peintures rupestres, divers matériaux colorants peuvent être mobilisés et produire des vestiges archéologiques liés aux différentes étapes de la préparation de la matière picturale. À Nawarla Gabarnmang, site majeur d'art rupestre Jawoyn (Terre d'Arnhem, Territoire du Nord – Australie), les fouilles archéologiques ont mis au jour un grand nombre de ce type de vestiges. La séquence archéologique, obtenue par datation au ^{14}C , a révélé la présence de dépôts culturels parmi les plus anciens connus en Australie, avec une occupation du site qui s'étend de $\geq 48\ 000$ ans cal BP jusqu'au début du XX^{ème} siècle. Plafonds et piliers du site présentent plusieurs générations de peintures ; les plafonds du site contiennent à eux seuls près de 1400 entités graphiques. La place de cet art interroge : est-il l'expression des premiers Hommes arrivés sur le continent australien il y a près de 50 000 ans ou le témoin d'occupations plus récentes ? Caractérisé par la superposition de plusieurs générations de peintures qu'on ne peut dater de manière « directe » en raison de la nature minéralogique des composants des peintures, la définition de leur chronologie constitue un fort enjeu de recherche. Menés d'emblée dans une approche intégrée, les premiers travaux ont permis d'étudier la chronologie et la nature des occupations, *via* les fouilles archéologiques, d'identifier les aménagements réalisés au cours des différentes phases d'occupation et de mettre en avant la richesse et la diversité de son répertoire artistique de même que l'abondance et la variété des vestiges associés à l'art rupestre.

Afin d'appréhender au mieux la temporalité et les usages du site de Nawarla Gabarnmang depuis les premières occupations préhistoriques jusqu'aux fréquentations subactuelles, l'analyse des matières colorantes et colorées, retrouvées dans les carrés de fouille réalisés sous les panneaux peints des plafonds ou à l'aplomb des piliers décorés permet de reconstituer les étapes de la chaîne opératoire ayant produit les matières picturales : de la source d'approvisionnement en matières premières, aux modes de transformation et de préparation (broyage, mélange avec charges et/ou liants, traitement thermique) jusqu'à leur application. La stratégie méthodologique mise en place couvre un large panel de techniques de caractérisation physico-chimique pour répondre aux problématiques soulevées par les différents vestiges associés à l'art rupestre. De l'observation macroscopique aux micro-analyses non invasives couplées à des analyses structurales, en passant par des techniques basées sur le rayonnement synchrotron, l'étude menée sur les matières colorantes et colorées a permis de révéler une diversité et une complexité de phases minérales utilisées dans l'art rupestre de Nawarla Gabarnmang. Croisée avec les données archéologiques, anthropo-géomorphologiques et pariétales, elle permet de proposer un cadre chronologique des différentes générations de peintures en lien avec les phases d'occupation qui ont marqué l'histoire du site.

L'analyse des matières colorantes et colorées réalisée au cours de cette thèse constitue un vecteur de connaissances importantes et livre des informations complémentaires aux approches archéologique, géomorphologique et pariétale menées sur le site de Nawarla Gabarnmang. Les informations apportées par l'étude de ces matières permettent de renseigner tant sur les évolutions techniques et comportementales que sur l'implication culturelle de ce site, aussi bien dans ses dimensions spatiales que temporelles.

Mots-clefs : Art rupestre ; Matières colorantes et colorées ; Caractérisation physico-chimique ; Approche intégrée ; Nawarla Gabarnmang ; Terre d'Arnhem (Australie)

Abstract

In the making of rock art, raw colouring material is used, thus providing many artifacts related to different steps of elaboration of pictorial matter. In the case of the important rock art site of Nawarla Gabarnmang in the Jawoyn country (Arnhem Land, North Territory – Australia), excavations have revealed a large number of such artifacts. The archaeological sequence from the floor deposits, radiocarbon-dated from $\geq 48,000$ cal BP to the early twentieth century, has revealed some of the oldest known cultural deposits in Australia. The ceilings of the site contain well over 1400 still-visible paintings in multiple, superimposed layers. Countless additional paintings cover many of the rock pillars' walls. This art raises questions: is it an expression of the first humans arrived on the Australian continent 50,000 years ago, or the evidence of recent occupation periods? Characterized by a succession of overlaid motifs, which cannot be “directly” dated because of the mineralogical nature of the rock paintings' components, the determination of the age of the rock paintings represents a major issue. Through an integrated approach to the matter, the first results of the archaeological excavations enabled to study the chronology and the nature of activities, to identify the origins and transformations of the sheltered space through time, to highlight the richness and the diversity of its artistic work, as well as the abundance and the variety of the artifacts.

To get a better insight into the temporality and the uses of Nawarla Gabarnmang since the first prehistoric activities until the recent periods, the analysis of the colouring and coloured matters, found in trial excavations under the painted panels on the ceilings or at the bottom of decorated pillars, allow us to rebuild the steps of the “*chaîne opératoire*” leading to the production of pictorial matter: from the sources of raw materials, the methods of transformation and preparation (grinding, mixing with mineral extenders and/or organic binders, heat treatment), to the application on the rock. To answer the questions raised by different artifacts, the methodological strategy includes a large range of microscopic and spectroscopic approaches. Subjected to macroscopic observations and non-invasive micro-analytical techniques along with structural techniques, as well as techniques using synchrotron radiation, the analysis of the colouring and coloured matters has revealed the variety and the complexity of mineral compounds used in the rock art of Nawarla Gabarnmang. Then, cross-referenced with archaeological, archaeomorphological and rock art studies, the physico-chemical characterization allows to suggest a chronological framework for the different superimposed layers linked to the periods of activities that marked the history of the site.

The analysis of colouring and coloured matters undertaken by this thesis represents an important source of knowledge and delivers further informations to the geomorphological, archaeological and rock art studies carried out at the Nawarla Gabarnmang. The results provided by the study of these materials bring information as well on technical and behavioral evolutions, as on the cultural involvement of this site, not only in its spatial but also in its temporal dimensions.

Keywords: Rock art; Colouring and coloured matters; Physico-chemical characterisation; Integrated study; Nawarla Gabarnmang; Arnhem Land (Australia)

Table des matières

RESUME	i
ABSTRACT	iii
TABLE DES MATIERES	v
INTRODUCTION GENERALE	1
CHAPITRE I ÉTAT DE L'ART	9
1. Datation de l'art rupestre en Australie	10
1.1. Datations relatives.....	11
1.1.1. Les séquences stratigraphiques des surfaces peintes	11
1.1.2. Croisement avec les informations paléoenvironnementales, historiques et ethnographiques	12
1.1.2.1. Les études de Mountford (1956)	13
1.1.2.2. Les études de Brandl (1973)	14
1.1.2.3. Les études de Lewis (1988).....	15
1.1.2.4. Les études de Taçon (1989).....	16
1.1.2.5. Les études de Haskovec (1992).....	16
1.1.2.6. Les études de Chaloupka (1993).....	17
1.1.2.7. Les études de Chippindale et Taçon (1998).....	19
1.1.2.8. Regard critique.....	19
1.2. Datations « directes » et indirectes.....	20
1.2.1. Les datations « directes » par ¹⁴ C.....	22
1.2.2. Les datations indirectes.....	22
1.2.2.1. Datations par détermination de la chimie des accrétions minérales.....	22
1.2.2.2. La géochimie des peintures, un marqueur chronologique	23
1.2.2.3. Datations des niveaux archéologiques et contexte géomorphologique.....	25
1.3. Regard critique.....	26
2. Les vestiges associés à l'art rupestre	28
2.1. Terminologie et définition des concepts clés.....	28
2.2. La palette des couleurs de l'art rupestre australien.....	30
2.2.1. Minéralogie des matières colorantes.....	30
2.2.2. Les sources de matières colorantes.....	35
2.3. Panorama des vestiges associés à l'art rupestre	36
2.3.1. Les vestiges au service de la préparation de la matière picturale.....	36
2.3.2. Les « vestiges déchets » issus de la fabrication de la matière picturale	39
2.3.3. Les vestiges liés à l'application de la matière picturale	41

3. Les techniques de caractérisation au service de l'étude de l'art rupestre.....	45
3.0. Préambule aux techniques de caractérisation.....	45
3.1. La construction des connaissances sur les matières picturales.....	47
3.2. La provenance des matières colorantes.....	50
3.3. L'authentification des peintures rupestres.....	51
3.4. La conservation des peintures rupestres.....	52
3.5. Les études de l'art rupestre dans le monde.....	54
4. Conclusion	56
CHAPITRE II NAWARLA GABARNMANG.....	61
1. L'archéologie en Terre d'Arnhem	64
2. Le Pays Jawoyn	69
2.1. Le territoire Jawoyn.....	69
2.1.1. Contexte géologique et géomorphologique de la Terre d'Arnhem.....	71
2.1.2. Les conditions climatiques de la Terre d'Arnhem.....	72
2.1.3. Paléo-environnement et évolution du paysage de la Terre d'Arnhem.....	72
2.2. La société Jawoyn.....	74
2.3. « La » culture des Jawoyn.....	75
2.3.1. Le Temps du Rêve.....	75
2.3.2. L'impact des incursions européennes en terres Jawoyn.....	76
2.3.3. Les programmes culturels.....	76
3. Les différents contextes de Nawarla Gabarnmang	80
3.1. Contexte géologique et géomorphologique de Nawarla Gabarnmang.....	82
3.2. Contexte rupestre de Nawarla Gabarnmang.....	89
3.3. Contexte archéologique de Nawarla Gabarnmang.....	95
4. Conclusion	99
CHAPITRE III L'ART ET LES VESTIGES DE NAWARLA GABARNMANG.....	105
1. Des superpositions picturales aux dépôts sédimentaires.....	106
1.1. Étude des superpositions picturales.....	106
1.2. Connexion des dépôts sédimentaires aux superpositions picturales.....	109
2. Étude du site par secteur	115
2.1. Secteur E.....	115
2.1.1. Les études pariétales du Panneau E1.....	115
2.1.2. Les fouilles du Carré P.....	118
2.2. Secteur L.....	126
2.2.1. Les études pariétales du Panneau L.....	127
2.2.2. La séquence stratigraphique des Carrés F+ILM.....	130

3.2.2.	Techniques d'analyses élémentaires et structurales.....	206
3.2.2.1.	L'approche élémentaire	207
3.2.2.2.	L'approche structurale.....	214
3.2.2.3.	Les techniques par rayonnement synchrotron	218
3.3.	Vision synoptique des techniques d'analyse choisies.....	219
4.	Conclusion	221

**CHAPITRE V SYNTHÈSE DES RESULTATS ANALYTIQUES OBTENUS SUR LES VESTIGES
ARCHÉOLOGIQUES DE NAWARLA GABARNMANG 229**

1.	Les vestiges au service de la préparation de la matière picturale.....	230
1.1.	Les blocs rocheux avec résidus colorés.....	230
1.1.1.	Protocole d'étude des blocs rocheux avec résidus colorés.....	230
1.1.2.	Description macroscopique et résultats chimiques.....	231
1.1.3.	Synthèse et interprétations	243
1.2.	Les pièces facettées et striées	245
1.2.1.	Protocole d'étude des pièces facettées et striées.....	245
1.2.2.	Description macroscopique et mésoscopique	246
1.2.3.	Résultats des analyses chimiques.....	261
1.2.4.	Sériation des pièces facettées et striées par analyse statistique.....	271
1.2.5.	Synthèse et interprétations	275
2.	Les « vestiges déchets » issus de la fabrication de la matière picturale	278
2.1.	Les résidus de matière colorante	278
2.1.1.	Description macroscopique et mésoscopique	278
2.1.2.	Préparation et protocole d'étude.....	282
2.1.3.	Résultats des analyses physico-chimiques.....	284
2.1.4.	Synthèse et interprétations	314
2.2.	Les résidus de matière argileuse.....	319
2.2.1.	Description macroscopique et mésoscopique	319
2.2.2.	Préparation et protocole d'étude.....	320
2.2.3.	Résultats des analyses physico-chimiques.....	320
2.2.4.	Synthèse et interprétations	320
2.3.	Les résidus de matière colorée.....	322
2.3.1.	Description macroscopique et mésoscopique	322
2.3.2.	Préparation et protocole d'étude.....	328
2.3.3.	Résultats des analyses physico-chimiques.....	331
2.3.4.	Synthèse et interprétations	347
2.4.	Les résidus à éclat brillant, non colorant.....	353
2.4.1.	Description macroscopique et mésoscopique	353
2.4.2.	Préparation et protocole d'étude.....	355
2.4.3.	Résultats des analyses physico-chimiques.....	356
2.4.4.	Synthèse et interprétations	359

2.5.	Les résidus de matériaux enrichis en phosphate de calcium	360
2.5.1.	Description macroscopique et mésoscopique	360
2.5.2.	Préparation et protocole d'étude.....	361
2.5.3.	Résultats des analyses physico-chimiques.....	362
2.5.1.	Synthèse et interprétations	362
3.	Les vestiges liés à l'application de la matière picturale	367
3.1.	Les « gouttes de peinture »	367
3.1.1.	Préparation et protocole d'étude.....	367
3.1.2.	Description et résultats des analyses physico-chimiques	368
3.1.3.	Synthèse et interprétations	375
3.2.	Les écailles colorées.....	377
3.2.1.	Description macroscopique et mésoscopique	377
3.2.2.	Préparation et protocole d'étude.....	379
3.2.3.	Résultats des analyses physico-chimiques.....	380
3.2.4.	Synthèse et interprétations	402
4.	Conclusion.....	411
4.1.	Bilan de la stratégie méthodologique.....	411
4.2.	Bilan sur le statut attribué aux classes des vestiges archéologiques	413
CHAPITRE VI CONFRONTATION DES RESULTATS, VERS LA COMPREHENSION D'UNE ORGANISATION SPATIO-TEMPORELLE A NAWARLA GABARNMANG		419
1.	Les connaissances acquises sur les vestiges associés à l'art rupestre de Nawarla Gabarnmang	419
1.1.	Acquisition des matières premières	419
1.2.	Méthodes de préparation de la matière picturale	421
1.2.1.	Extraction de la poudre colorante	421
1.2.2.	Les minéraux à l'origine des couleurs à Nawarla Gabarnmang.....	422
1.2.3.	Mélanges naturels ou mélanges anthropiques ?.....	422
1.2.4.	Traitement thermique	423
1.3.	Application de la matière picturale	424
2.	Les vestiges de l'art dans le temps et l'espace	425
2.1.	L'approche chronologique	425
2.1.1.	Détermination de l'âge des vestiges culturels	426
2.1.2.	Synthèse des informations chronologiques des vestiges.....	447
2.2.	L'approche spatiale	456
3.	L'histoire spatio-temporelle de l'art à Nawarla Gabarnmang	468
CONCLUSION GENERALE		473
REMERCIEMENTS		477

ANNEXE 1	FORMULES STRUCTURALES DES MINERAUX	485
ANNEXE 2	TECHNIQUES D'ANALYSES ELEMENTAIRES	489
	2.1. Rappels sur les interactions rayons-X matière.....	491
	2.2. Le phénomène de fluorescence X.....	491
	2.3. Traitement des données de fluorescence X.....	493
ANNEXE 3	CARACTERISTIQUES TECHNIQUES DE L'APPAREIL DE μXRF	495
ANNEXE 4	TECHNIQUES D'ANALYSES STRUCTURALES	499
	3.1. Principe de la technique par DRX.....	501
	3.2. Principe de la tomographie.....	502
	3.3. Principe de la spectrométrie Raman	505
	3.4. Les techniques par rayonnement synchrotron	506
BIBLIOGRAPHIE	509
TABLE DES FIGURES	537
TABLE DES TABLEAUX	545

INTRODUCTION GENERALE



Introduction générale

L'art aborigène australien est une des traditions artistiques vivantes les plus anciennes du monde. Support d'expressions créatives et culturelles, il est un vecteur précieux d'informations sur les modes de transmission des savoirs à travers le temps des Hommes. L'art rupestre australien, incluant gravures et peintures, possède une valeur patrimoniale et culturelle unique. La Terre d'Arnhem (Territoire du Nord – Australie) présente une des plus fortes concentrations de sites d'art rupestre au monde. Le nombre et la variété des styles d'art rupestre sur ce vaste espace, l'éventuelle profondeur chronologique qu'ils représentent, leur association potentielle avec les différentes phases de fréquentation et la quantité d'informations ethnographiques disponible en font un « territoire » privilégié d'étude.

Depuis ces deux dernières décennies, l'étude de l'art rupestre de par le monde s'appuie, au-delà des études stylistiques, sur de nouveaux outils et méthodes d'analyse dont certaines empruntées aux géosciences, sciences des matériaux et chimiques. Cette approche globale de l'art rupestre intégrant les différentes sources d'informations disciplinaires permet d'aborder de nombreux questionnements concernant les stratégies d'approvisionnement en matières premières, les modes de préparation, d'application ou encore le **calage chronologique** des différentes générations de peintures au sein d'un même site ou d'une même aire géographique voire culturelle. Si l'art rupestre d'Australie a largement été référencé et étudié, encore peu de dates ont été obtenues de manière « directe » du fait même de la nature minérale des matières colorantes utilisées ; les « âges » des peintures obtenus reposent sur le croisement des informations pariétales – éléments stylistiques, techniques utilisées, superposition des couches picturales, état de conservation – avec des données ethnographiques, historiques, paléoenvironnementales et morphogéniques. Les **études de caractérisation des peintures rupestres australiennes** ont essentiellement été menées pour identifier leur source d'origine, les authentifier et déterminer leur état de conservation. La construction des connaissances sur la nature des matières picturales et des matières colorantes retrouvées dans les dépôts d'occupation ainsi que sur leurs modes de transformation, de préparation et d'application ne s'est développée que depuis une dizaine d'années. Or, ces informations sont essentielles pour appréhender au mieux les différentes « histoires » inscrites dans les sites rupestres. Notre travail répond à cette volonté.

Notre recherche doctorale s'inscrit dans un programme de recherche qui a été soutenu par le gouvernement australien dans le cadre de ses programmes d'action de recherche (ARC équivalent ERC). Celui-ci intitulé « *Archaeology of rock art in Jawoyn country, western Arnhem Land* » a reçu un appui important de la communauté aborigène Jawoyn, notamment à travers la *Jawoyn Aboriginal Corporation*. Cette structure a développé de nombreux programmes culturels tels que le « *Jawoyn Rock Art and Heritage Project* » et le « *Connecting Country: the Jawoyn Homeland Project* » ayant pour objectifs de reconstituer l'histoire du peuple Jawoyn et d'évaluer la valeur patrimoniale et culturelle des sites archéologiques. Les travaux menés au cours de la recherche doctorale s'inscrivent dans une approche interdisciplinaire et intégrée de sites ornés dont le choix a été co-défini avec la communauté aborigène Jawoyn. Cette thèse vise à souligner les apports de l'analyse des matières colorantes et colorées dans une démarche intégrée d'un site rupestre. Ces apports passent ici par le développement de méthodes analytiques novateurs préservant l'intégrité de ces sites à très haute valeur patrimoniale et culturelle.

Au cœur du « Pays Jawoyn », au toit du plateau de la Terre d'Arnhem, le site archéologique de **Nawarla Gabarnmang** interpelle par sa géométrie particulière, vaste plafond supporté par plusieurs dizaines de piliers, et par l'une des plus spectaculaires collections d'art rupestre. La place de cet art reste posée : est-il l'expression des premiers Hommes arrivés sur le continent australien, alors appelé Sahul, il y a près de 50 000 ans¹ ou le témoin d'occupations plus récentes ? Caractérisé par la superposition de plusieurs générations de représentations rupestres, qu'on ne peut dater de manière « directe » en raison de la nature minéralogique des composants des peintures, la définition des âges des peintures de Nawarla Gabarnmang constitue un fort enjeu de recherche. Menés d'emblée dans une **approche intégrée**, les premiers travaux ont permis d'étudier la chronologie et la nature des occupations, *via* les fouilles archéologiques, d'identifier les aménagements réalisés au cours des différentes phases d'occupation et de mettre en avant la richesse et la diversité de son répertoire artistique de même que l'abondance et la variété des vestiges associés à l'art rupestre (blocs avec des traces colorées, matières colorantes portant les traces d'un usage anthropique, écailles de paroi rocheuse peintes, gouttes de peinture...).

En l'absence d'analyse *in situ* et de prélèvement de peinture, la thèse a pour unique objet l'étude des **matières colorantes et colorées retrouvées dans les carrés de fouille** du site archéologique de Nawarla Gabarnmang. Cette thèse vise un double objectif :

- Le premier objectif consiste à **construire les données et les connaissances sur les matières colorantes** utilisées dans la réalisation des peintures rupestres. L'analyse des matières colorantes et colorées permettra de reconstituer les savoir-faire en identifiant la nature, les modes de transformation et de préparation (broyage, mélange avec charges et/ou liants, traitement thermique) ainsi que de proposer une origine géographique des matières premières. Cette analyse inclura également la compréhension des phénomènes taphonomiques du milieu d'enfouissement des matières colorantes et colorées ;

¹ Les nouvelles datations réalisées sur les dépôts d'occupation du site de Madjedbebe (Terre d'Arnhem) situent désormais l'arrivée de l'Homme sur le continent australien il y a 65 000 ans (Clarkson *et al.*, 2017).

- Le second objectif aspire à la **construction des liens entre les générations des peintures rupestres et les différentes phases d'occupation humaine** qui ont marqué le site, *via* les fouilles archéologiques, l'analyse géomorphologique et les études pariétales, et ainsi proposer un cadre chronologique des différentes générations de peintures grâce à une approche d'intercomparaison. En effet, face à l'impossibilité de dater « directement » les peintures composées de matières colorantes minérales, une approche d'intercomparaison a été mise en place. Elle a pour objet de faire le lien entre les peintures ornant le site et les vestiges associés à l'art rupestre retrouvés dans les carrés de fouille, calés chronologiquement grâce à la datation par ¹⁴C des charbons et situés sous les panneaux peints du plafond ou à l'aplomb des piliers décorés.

Ces deux objectifs participent d'une même démarche : mieux appréhender la temporalité et les usages du site de Nawarla Gabarnmang depuis les premières occupations préhistoriques (50 000 ans) aux fréquentations subactuelles. L'analyse des matières colorantes et colorées constitue un vecteur de connaissances importantes et livre des informations complémentaires aux approches archéologique, géomorphologique et pariétale menées sur ce site depuis plusieurs années (Geneste *et al.*, 2010, 2012 ; David *et al.*, 2011, 2013a, 2014, 2017a, 2017b ; Delannoy *et al.*, 2012, 2017 ; Gunn *et al.*, 2012, 2017 ; Gunn, 2016). Les informations apportées par l'étude de ces matières pourront ainsi renseigner tant sur les approches spatiales, temporelles que sur les évolutions techniques et comportementales.

Les matières colorantes et colorées ont été mises au jour au sein de plusieurs carrés de fouille lors de trois campagnes de terrain (2010, 2011, et 2012). Afin de mieux appréhender les relations entre les peintures encore visibles sur le site et les matières colorantes et colorées retrouvées dans ces carrés, il importe **de caractériser qualitativement les différentes couches picturales** qui composent les panneaux peints du plafond et des piliers en lien avec les différents niveaux d'occupation.

À partir de l'analyse des divers vestiges de l'art rupestre de Nawarla Gabarnmang, la thèse adopte une **démarche méthodologique** large. L'un des enjeux est de définir l'approche la plus performante possible pour analyser les matières colorantes et colorées de l'art rupestre Jawoyn dans sa globalité en veillant à replacer les résultats obtenus dans le contexte général archéologique du site étudié et de l'aire concernée. Dans le but de caractériser au mieux ces matériaux fragiles et complexes, l'utilisation de méthodes non invasives a été privilégiée. Ces diverses méthodes d'analyse sont choisies en fonction des échelles d'observation et des interrogations soulevées au regard de chaque type de vestiges. La stratégie méthodologique adoptée dans le cadre de la thèse repose sur un inventaire des vestiges de matières colorantes et colorées, puis sur l'établissement d'une classification croisant des observations à différentes échelles et une première caractérisation chimique. Dans un second temps, seule une sélection d'objets caractéristiques des classes de vestiges créées en amont est soumise à une batterie d'analyses élémentaires, structurales et par rayonnement synchrotron.

L'étude spécifique de ces vestiges est fondamentale pour **restituer les étapes de la chaîne opératoire** ayant conduit à la réalisation des matières picturales, de la source d'approvisionnement en matières premières, aux modes de transformation et de préparation (broyage, mélange avec des charges, ajout de liants et traitement thermique), jusqu'à leur application sur le support rocheux. Il est

intéressant de s'interroger sur les changements de provenance et/ou de modes de préparation des matières premières et de les confronter aux changements de pratiques artistiques, culturelles et/ou de changement de source d'approvisionnement. Ce travail constitue l'une des premières études de corpus exhaustif de matières colorantes et colorées d'un site orné Jawoyn.

Les vestiges en lien avec l'art rupestre sont essentiels car ils fournissent de précieux indices pour des **datations indirectes de l'art rupestre du site de Nawarla Gabarnmang**. Il importe, en effet, de souligner que les carrés de fouille possèdent de nombreux niveaux riches en charbons de bois, supports aux calages chronologiques. Ainsi, le croisement des données issues des études sur les matières colorantes et colorées, avec les données des études pariétales, archéologiques et géomorphologiques permet de proposer un cadre spatio-temporel aux différentes générations de représentations rupestres en lien avec les différentes phases d'occupation qui ont marqué ce site depuis près de 50 000 ans. C'est un des objectifs majeurs de cette thèse : apporter les données permettant une telle approche intégrée.

La thèse se décline en six chapitres.

Le **chapitre I** propose une entrée en matière conçue en trois temps. Sont abordées dans un premier temps les différentes méthodes de datation de l'art rupestre en Australie. Dans un deuxième temps, un exposé terminologique et minéralogique des matières colorantes utilisées dans l'art rupestre « aborigène » est introduit, suivi d'une présentation des vestiges associés à l'art rupestre. Dans un troisième et dernier temps, un récapitulatif des principales techniques d'analyse mises en œuvre pour la caractérisation des matières picturales est avancé ainsi qu'un exposé concis sur les études conduites sur les matières picturales en Australie et dans le reste du monde.

Le **chapitre II** est dédié à la présentation du site archéologique de Nawarla Gabarnmang. La première partie offre une synthèse des recherches archéologiques entreprises sur le plateau de la Terre d'Arnhem pour retracer l'histoire de la région dans laquelle ont évolué les Hommes qui fréquentèrent le site de Nawarla Gabarnmang et ses environs. La deuxième partie s'attache à la présentation du « Pays Jawoyn » : son environnement géologique et géomorphologique, sa société et « sa » culture y sont décrits. La troisième partie assoit le cadre physique du site ainsi que les principaux résultats des études anthropo-géomorphologique, pariétale et archéologique.

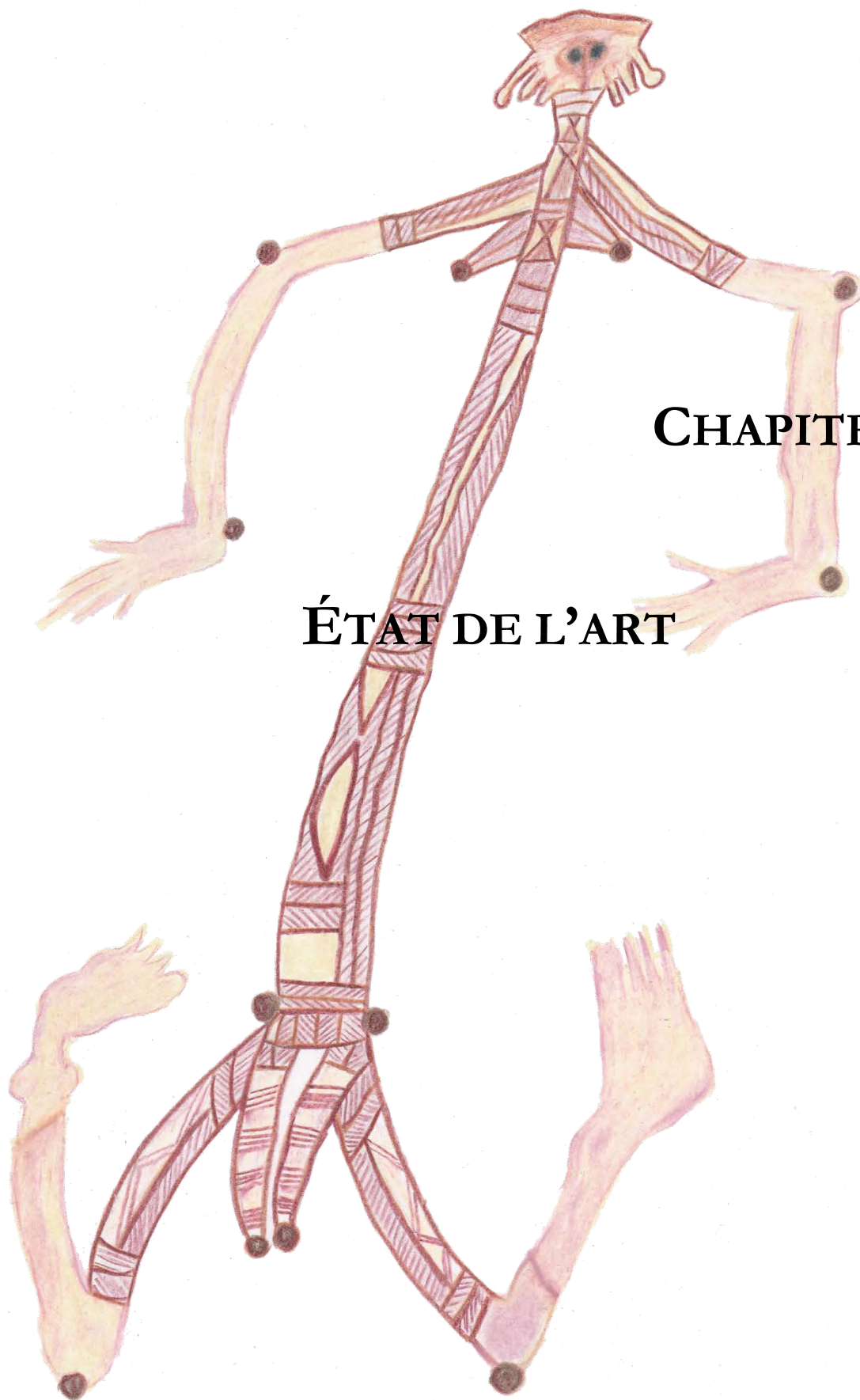
Afin de mener au mieux l'approche d'intercomparaison entre les peintures et les matières colorantes et colorées mises au jour lors des fouilles, le **chapitre III** se consacre aux descriptions systématiques, d'une part, de l'art rupestre environnant les différents carrés de fouille ayant livré du matériel archéologique étudié lors du travail doctoral et, d'autre part, de la répartition de ce matériel le long des séquences stratigraphiques des carrés fouillés.

Le **chapitre IV** détaille la stratégie méthodologique mise en jeu pour l'étude des vestiges associés à l'art rupestre. Le protocole débute avec l'inventaire et la classification des vestiges réalisée à partir d'observations macroscopiques, mésoscopiques et d'une première caractérisation chimique. Une étude diachronique est, par la suite, faite sur les classes de vestiges afin de mettre en avant l'occurrence et la diversité de la nature de ces vestiges le long de la séquence stratigraphique de

chaque carré de fouille. Fort de ces acquis, une première proposition sur le statut culturel ou naturel des vestiges de Nawarla Gabarnmang est avancée. Pour interroger les vestiges au statut encore non précisé, un panel de techniques élémentaires, structurales et basées sur le rayonnement synchrotron, est déployé.

Dans le **chapitre V**, sont présentés les résultats analytiques obtenus sur les vestiges archéologiques de Nawarla Gabarnmang. Ces résultats sont présentés par grandes classes de vestiges : les vestiges dédiés à la préparation de la matière picturale, les « vestiges déchets » produits lors de la fabrication de la matière picturale et les vestiges liés à l'application de la matière picturale.

L'ensemble des résultats analytiques est mobilisé dans le **chapitre VI**. Une première synthèse des connaissances sur les matières colorantes et colorées de l'art rupestre de Nawarla Gabarnmang est proposée afin d'appréhender et de préciser la chaîne opératoire de fabrication des peintures rupestres de Nawarla Gabarnmang depuis son occupation initiale il y a près de 50 000 ans jusqu'aux fréquentations subactuelles. L'approche d'intercomparaison entre les peintures et les matières colorantes et colorées permet de proposer un cadre chronologique pour les panneaux peints étudiés dans notre thèse. Croisées avec les données anthropo-géomorphologiques, archéologiques et pariétales, les informations issues de notre recherche sont replacées dans la riche histoire de ce site et des interactions entre ce site et les Hommes qui l'ont fréquenté, aménagé et orné. Ce dernier chapitre souligne la pertinence et les apports d'une approche intégrée d'un site orné.



CHAPITRE I

ÉTAT DE L'ART

CHAPITRE I	ÉTAT DE L'ART	9
1.	Datation de l'art rupestre en Australie	10
1.1.	Datations relatives.....	11
1.1.1.	Les séquences stratigraphiques des surfaces peintes	11
1.1.2.	Croisement avec les informations paléoenvironnementales, historiques et ethnographiques ...	12
1.1.2.1.	Les études de Mountford (1956).....	13
1.1.2.2.	Les études de Brandl (1973)	14
1.1.2.3.	Les études de Lewis (1988)	15
1.1.2.4.	Les études de Taçon (1989).....	16
1.1.2.5.	Les études de Haskovec (1992).....	16
1.1.2.6.	Les études de Chaloupka (1993).....	17
1.1.2.7.	Les études de Chippindale et Taçon (1998).....	19
1.1.2.8.	Regard critique	19
1.2.	Datations « directes » et indirectes	20
1.2.1.	Les datations « directes » par ¹⁴ C.....	22
1.2.2.	Les datations indirectes.....	22
1.2.2.1.	Datations par détermination de la chimie des accrétiens minérales.....	22
1.2.2.2.	La géochimie des peintures, un marqueur chronologique	23
1.2.2.3.	Datations des niveaux archéologiques et contexte géomorphologique.....	25
1.3.	Regard critique.....	26
2.	Les vestiges de l'art rupestre	28
2.1.	Terminologie et définition des concepts clés.....	28
2.2.	La palette des couleurs de l'art rupestre australien.....	30
2.2.1.	Minéralogie des matières colorantes	30
2.2.2.	Les sources de matières colorantes	35
2.3.	Panorama des vestiges de l'art rupestre.....	36
2.3.1.	Les vestiges au service de la préparation de la matière picturale	36
2.3.2.	Les « vestiges déchets » issus de la fabrication de la matière picturale	39
2.3.3.	Les vestiges liés à l'application de la matière picturale	41
3.	Les techniques de caractérisation au service de l'étude de l'art rupestre.....	45
3.0.	Préambule aux techniques de caractérisation.....	45
3.1.	La construction des connaissances sur les matières picturales.....	47
3.2.	La provenance des matières colorantes.....	50
3.3.	L'authentification des peintures rupestres	51
3.4.	La conservation des peintures rupestres	52
3.5.	Les études de l'art rupestre dans le monde.....	54
4.	Conclusion	56

Chapitre I État de l'art

La fabrication de la matière picturale utilisée dans l'ornementation des parois rocheuses repose sur de nombreux modes de préparation qui diffèrent dans le temps ainsi que d'un groupe culturel à un autre et d'une aire géographique à une autre. Les modes de préparation – broyage, mélange avec des charges, utilisation de liants et/ou recours à un traitement thermique pour modifier la couleur – peuvent être spécifiés *via* l'analyse des matières picturales. Les liens entre la composition des matières colorantes et les sources d'approvisionnement peuvent, par ailleurs, renseigner sur les relations sociales entre les groupes humains. Sur un tout autre registre, l'identification d'encroûtements ou d'accrétions minérales associés aux peintures, issus de processus d'altération, permet d'appréhender l'état de conservation des peintures rupestres. Dans le cas de panneaux rupestres complexes, présentant de nombreuses superpositions, l'analyse des matières picturales permet d'aborder les changements de fabrication et d'utilisation des matières colorantes au cours du temps. Les matériaux utilisés pour peindre les œuvres rupestres recèlent aussi des informations permettant de s'interroger sur les pratiques culturelles des individus qui les ont produites (savoir-faire, interactions sociales au sein du site).

Le site archéologique de Nawarla Gabarnmang (Territoire du Nord – Australie) se caractérise par de grandes peintures présentant une multitude de superpositions picturales interrogeant sur les temporalités de ce lieu : sont-elles l'expression des premiers Hommes arrivés sur le continent australien, des témoins de phases ultérieures d'occupation ou d'actes relativement récents dans l'occupation du site ? L'un des objectifs de notre recherche doctorale est de proposer un cadre chronologique des différentes générations de peintures *via* une approche d'intercomparaison. Face à l'impossibilité de dater « directement » les peintures élaborées à partir de matières colorantes minérales, une approche d'intercomparaison visant à faire le lien entre les vestiges associés à l'art rupestre retrouvés en fouille et les peintures ornant les piliers et le plafond du site, a été mise en place. Cette approche, inscrite dans une démarche interdisciplinaire¹, constitue un des moyens développés pour replacer dans le temps les différentes générations de représentations rupestres et les associer aux différentes phases d'occupation préhistorique qui ont marqué ce site depuis près de 50 000 ans.

Dans le **premier temps** de ce chapitre, sont abordées les différentes méthodes de datation, relatives, « directes » et indirectes, ayant été utilisées pour déterminer l'âge des peintures rupestres en Australie. Cette présentation vise à souligner leurs contraintes et leurs limites et de poser l'approche d'intercomparaison mise en place pour dater les peintures de Nawarla Gabarnmang. Dans un **deuxième temps**, les concepts clés et la terminologie utilisés dans notre mémoire sont explicités et définis. Une description minéralogique et physique des principales matières colorantes utilisées pour

¹ À l'exemple des programmes de recherche suivants : Archaeology of rock art in Jawoyn country, western Arnhem Land (2011-2014) ; Kimberley Visions: rock art style provinces in northern Australia (2015-2019) ; ARC Centre of Excellence for Australian Biodiversity and Heritage (2017-2023).

produire les couleurs de la palette de l'art rupestre « aborigène » est proposée. Les vestiges associés à cet art retrouvés sur et dans les sols archéologiques seront ici présentés. Leur étude permet, d'une part, le calage chronologique des événements artistiques en lien avec leur usage pour la fabrication de la matière picturale et, d'autre part, d'accéder à la chaîne opératoire. Ainsi, dans un **troisième temps**, en complément des informations chronologiques, sont abordées les études de caractérisation des matières picturales afin de mieux appréhender les modes de préparation et d'application, de faire le lien entre les matières colorantes et les sources de matières premières et de déterminer leur état de conservation. Un récapitulatif des principales techniques d'analyse mises en œuvre pour la caractérisation des matières picturales est présenté. Enfin, un rapide exposé des études conduites sur les matières picturales en Australie et dans le reste du monde est présenté afin d'appréhender le large spectre de connaissances acquises depuis plus d'un siècle de recherche sur ces matières.

1. Datation de l'art rupestre en Australie

L'art rupestre de la Terre d'Arnhem se caractérise par une séquence de styles figuratifs distincts qui reflètent les changements passés des environnements naturels et culturels. Le problème majeur de l'utilisation de l'art rupestre comme source scientifique d'informations sur son histoire passée est l'absence de chronologies robustes s'appuyant sur des datations « directes », dites datations chronométriques. Afin de répondre à la difficulté de dater directement cet art, des essais de chronologie relative basée sur l'étude stylistique ont été proposés (cf. § I.1.1.). Depuis, plusieurs âges obtenus grâce à des datations sur des cires d'abeille (Nelson *et al.*, 1995 ; Watchman et Jones, 2002), des accrétiens minérales riches en oxalates de calcium (Watchman, 1987) et des roches peintes retrouvées dans les dépôts stratifiés (David *et al.*, 2013a) sont venus ancrer dans le temps la séquence d'art rupestre de cette région (cf. § I.1.2.). Jusque dans les années 2010, les arguments en faveur d'un âge pléistocène pour les peintures rupestres en Terre d'Arnhem provenaient uniquement de la mise au jour de matières colorantes facettées et striées à Madjedbebe (anciennement Malakunanja II) dans des niveaux datés par thermoluminescence entre $45\ 000 \pm 9\ 000$ ans et $61\ 000 \pm 13\ 000$ ans (Roberts *et al.*, 1990) et à Nauwalabila I dans un niveau daté de $53\ 000 \pm 5\ 400$ ans (Roberts *et al.*, 1994), même si leur utilisation exacte ou leur lien avec de quelconque production d'art n'a jamais été déterminée.

Dans le manuscrit, les âges sont précisés soit en BP soit en cal BP, en fonction des informations dont nous avons pu disposer. La mention BP (*Before Present*) désigne les âges radiocarbone « avant le présent », le présent étant fixé conventionnellement à l'année 1950. La mention cal BP indique les âges radiocarbone « avant le présent » qui ont été calibrés à partir de corrélations réalisées à l'aide d'autres techniques de datation.

1.1. Datations relatives

L'art rupestre du nord-ouest de la Terre d'Arnhem était connu avant le début du XX^{ème} siècle mais ses valeurs artistiques, anthropologiques et archéologiques n'ont été pleinement reconnues qu'à

partir des années 1950. Cet art « toujours » vivant continue d'être pratiqué aussi bien sous sa forme ancestrale sur les parois et plafonds d'abris rocheux que sous une forme plus récente, le *bark painting*, réalisée sur des écorces d'arbre, mentionnée par les explorateurs européens dès le milieu du XIX^{ème} siècle (Taçon, 2004). L'interrogation sur l'ancienneté de cet art est couramment soulevée. Nombreux sont les chercheurs à avoir proposé leur propre séquence chronologique relative pour l'art rupestre présent dans chaque région d'Australie. Les critères utilisés pour établir leurs séquençages reposent à la fois sur des éléments stylistiques, les techniques utilisées, les superpositions des couches picturales sur un même panneau et leur état de préservation. Ces observations sont ensuite croisées avec des informations ethnographiques tels que des témoignages oraux ainsi qu'avec des données paléoenvironnementales et historiques.

1.1.1. Les séquences stratigraphiques des surfaces peintes

Les peintures rupestres de la Terre d'Arnhem se présentent sous différents « styles » parmi lesquels figurent les styles *Dynamic*, *Yam*, *Estuarine* et *X-ray* présentés par la suite (cf. § I.1.1.2.6.). Les styles ont été définis par rapport à des traits communs partagés comme la nature du sujet dépeint (anthropomorphes, faune, flore, objets de la culture matérielle), la forme (linéaire, avec contours, avec remplissages, pochoir), la taille et les couleurs (monochromes, polychromes). La technique utilisée pour les réaliser – peinture, dessin, application (de cire d'abeille) et projection – ainsi que l'état de conservation ont également été considérés. En effet, les peintures se détériorent avec le temps ; un motif ancien tend ainsi à être plus altéré qu'un motif plus récent. Cependant, les peintures peuvent s'altérer à des rythmes différents selon le cadre physique (paroi rocheuse, abri sous roche, cavité...), les conditions environnementales auxquelles elles sont soumises (eau, ensoleillement, vent, etc.) et de l'activité de microorganismes (bactéries, lichens, champignons). Les propriétés physiques des différentes matières picturales utilisées, comme par exemple l'adhérence, influencent aussi leur état de conservation. Il est généralement dit que le rouge est résistant et qu'en observant de plus près les anciennes peintures de couleur rouge, celles-ci ne sont pas « sur » la roche mais « dans » la roche (Chippindale et Taçon, 1998). Le jaune est considéré comme plus éphémère, s'évanouissant sous l'effet de lessivage par le ruissellement de l'eau de pluie, tandis que le blanc qualifié de « fugitif » se conserve médiocrement (Clarke 1976, 1978a, 1978b). De même, la cire d'abeille s'altère dans le temps : compacte et de couleur noire, elle se craquèle, devient plus pâle jusqu'à se transformer en un matériau blanc et friable, puis disparaître. En outre, les divers agents d'altération peuvent affecter plus sévèrement l'art sur certains panneaux, voire sur des portions d'un même panneau, de différentes manières selon leur localisation au sein des abris rocheux et des zones de ressuyage ou d'infiltration des eaux (Rosenfeld, 1988).

1.1.2. Croisement avec les informations paléoenvironnementales, historiques et ethnographiques

Différentes périodes de réalisation ont été proposées en recoupant les représentations rupestres avec d'autres données issues de l'environnement, de faits historiques et/ou de données ethnographiques.

Données paléoenvironnementales

L'évolution paléoenvironnementale de la Terre d'Arnhem est généralement abordée en quatre grandes périodes (cf. § II.2.1.3.) présentant des caractéristiques floristiques et fauniques retrouvées dans certaines scènes pariétales. Par exemple, la période pré-estuarienne au climat froid et sec est caractérisée par la présence de nombreux macropodes, tandis que les périodes suivantes, estuarienne et *Fresh Water*, sont marquées respectivement par une augmentation de représentations d'espèces marines vivant dans les marécages et celles d'eau douce (Chippindale et Taçon, 1998) ; ces espèces sont représentées au sein de couches picturales superposées dans des mêmes sites.

Données historiques

Les premiers contacts entre les Européens et les populations de Terre d'Arnhem ont eu lieu à partir du milieu du XIX^{ème} siècle lors de l'établissement du Port d'Essington entre 1838 et 1849. Les images représentant les Européens – dépeints portant un chapeau, fumant la pipe, les mains dans les poches – et les divers objets issus de la culture matérielle européenne (bateaux, armes à feu) ainsi que les animaux domestiques (chevaux, bovins) introduits sur le territoire lors de leur arrivée postdatent cette période (Chaloupka, 1993 ; Chippindale et Taçon, 1998).

La couleur bleue dans l'art rupestre est présente qu'à partir des années 1930 suite à la commercialisation du « bleu de lessive » (*Reckitt's Bag Blue*) et est visible sur quelques peintures rupestres dont celles de Nawulandja Blue Paintings à Nourlangie (Terre d'Arnhem) (Fig. I-1 ; Chaloupka, 1993:84-85).

Données ethnographiques

L'art rupestre « aborigène » s'est perpétué sinon jusqu'à nos jours tout au moins à une période très récente. Bien que la majorité des derniers artistes peintres soient décédés, les archives ethnographiques, plus particulièrement celles enregistrées par George Chaloupka, permettent d'appréhender les dernières œuvres rupestres créées et de les caler dans le temps. Par exemple, les motifs en cire d'abeille d'un buffle et d'un chasseur armé d'un fusil et d'un couteau à éviscérer, découverts dans la région de Deaf Adder, ont été réalisés par Nayombolmi au début des années 1950 (Chippindale et Taçon, 1998). Le panneau peint sous l'abri d'Anbangbang à Nourlangie (Fig. I-2) est l'œuvre de la collaboration du même artiste et de deux autres artistes et amis, Djimongurr et Djolorm, réalisé en 1963-1964 (Chaloupka, 1993:238).

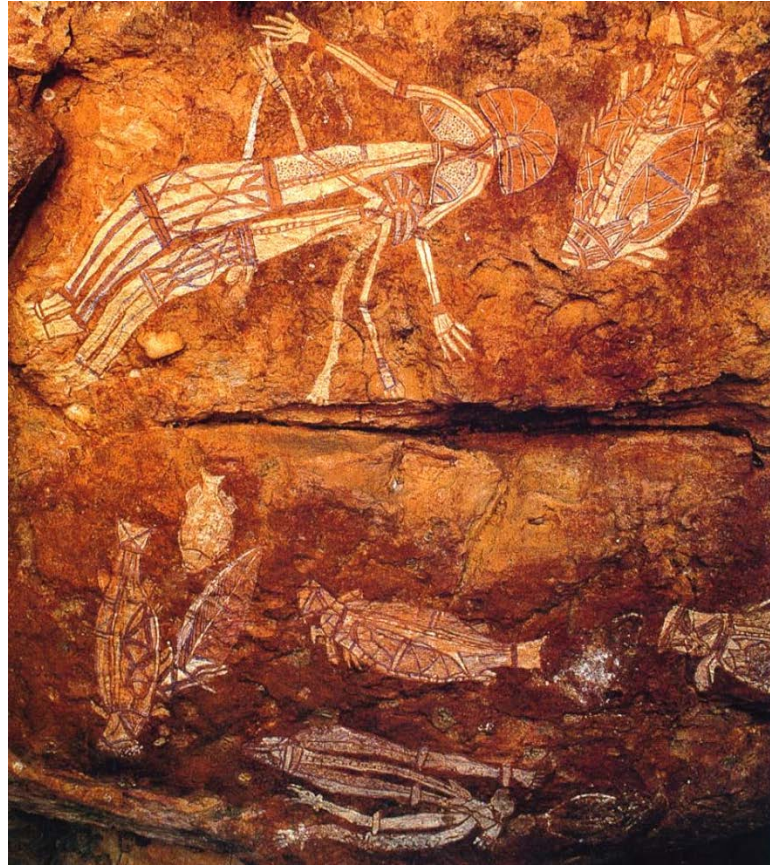


Figure I-1 : Panneau de l'abri Nawulandja Blue Paintings (Nourlangie, Terre d'Arnhem) (Chaloupka, 1993:240)



Figure I-2 : Peintures de *Namarngon* (droite), *Namarndjolg* (centre) et *Barrginj* (compagne de *Namarngon*, bas gauche) à Nourlangie (Terre d'Arnhem) (© E. Chalmin)

1.1.2.1. Les études de Mountford (1956)

Le premier grand enregistrement de l'art rupestre du nord-ouest de la Terre d'Arnhem a été effectué par Charles Mountford en 1948. Il a abouti à une classification en trois grandes catégories :

(i) les polychromes en style *X-ray*, (ii) les monochromes en style *Mimi* et (iii) les mains négatives monochromes et polychromes (Fig. I-3). Il constate que les peintures en style *X-ray* se superposent systématiquement aux figures en style *Mimi*. Cependant, il existe de nombreux motifs picturaux qui ne trouvent pas leur place dans cette classification. Il note également que seuls le rouge et le blanc sont utilisés, présumant (incorrectement) que l'absence de jaune et de noir était due à une rareté de ces matières colorantes.

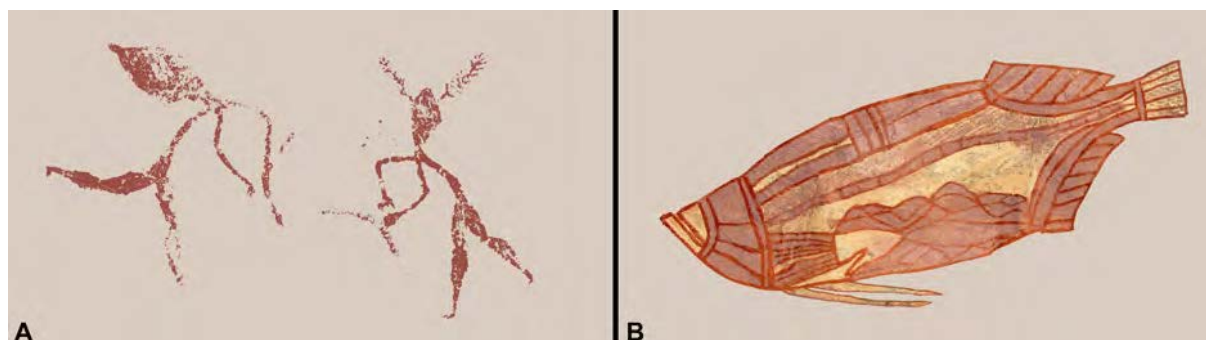


Figure I-3 : Exemples des styles d'art rupestre décrits par Mountford (Gunn, 2016)

A : Monochromes de figures en style *Mimi* (site Jawoyn ARN-082/01)

B : Polychrome *X-ray* de poisson (site Jawoyn ARN-029/10)

1.1.2.2. Les études de Brandl (1973)

L'anthropologue Eric Brandl affine la classification de Mountford en subdivisant les périodes marquées par le style *X-ray* et *Mimi*. La période *Mimi* se découpe en deux sous périodes appelées *Early Mimi* et *Late Mimi* (Fig. I-4). Le style *X-ray* est, quant à lui, divisé en quatre types (0, I, II et III) (Fig. I-5). Il décrit également les images en cire d'abeille comme une forme d'expression rupestre et souligne leur potentiel pour les datations par ^{14}C (Brandl, 1973).

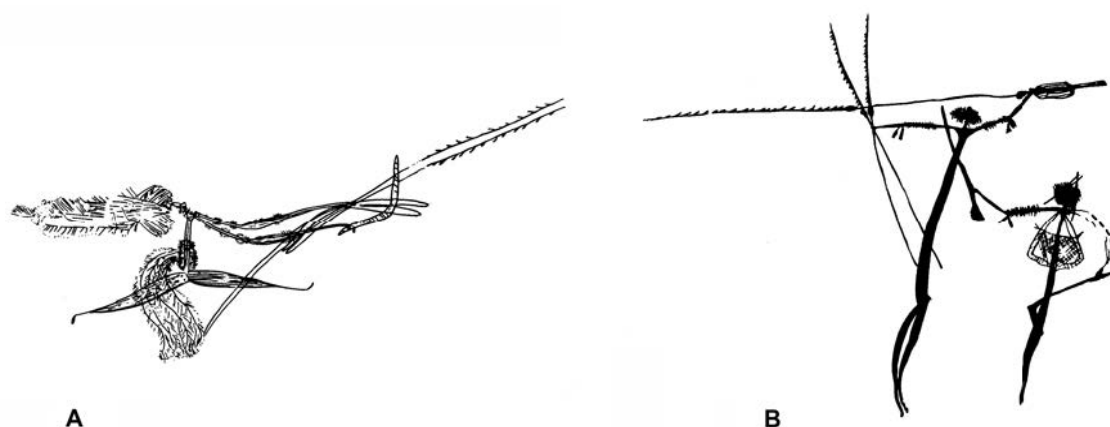


Figure I-4 : Division de la période *Mimi* selon Brandl (Gunn, 2016)

A : *Early Mimi* : boomerang, pas de propulseur

B : *Late Mimi* : propulseur, pas de boomerang

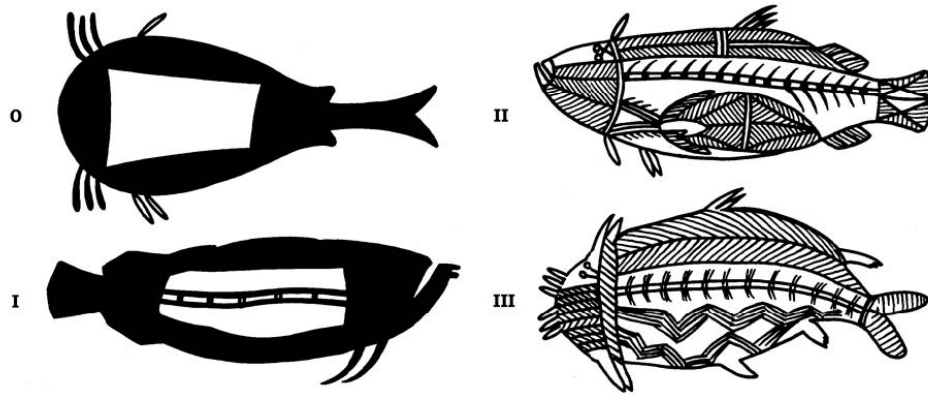


Figure I-5 : Exemples illustrés des types de style *X-ray* selon Brandl (Gunn, 2016)
0 : début du style *X-ray* ; **I :** *X-ray* simple ; **II :** *X-ray* standard ; **III :** *X-ray* complexe

1.1.2.3. Les études de Lewis (1988)

Daryl Lewis cherche à établir une chronologie en se fondant sur la représentation des objets de la culture matérielle, les considérant comme des indices de changement. Ainsi, par exemple, les différents outils de chasse correspondraient à différentes méthodes et espèces chassées en lien avec les changements de l'environnement à travers le temps. L'auteur distingue ainsi quatre périodes (Fig. I-6) : *Boomerang* (<9000 ans BP), *Hooked Stick* (<6000 ans BP), *Broad Spearthrower* (entre 2000 et 6000 ans BP) et *Long Spearthrower* (entre le présent ethnographique et 2000 ans BP) (Lewis, 1988). Cette nouvelle catégorisation souffre d'un problème de définition à travers notamment la coexistence de boomerangs et *hooked stick* sur une même figure.

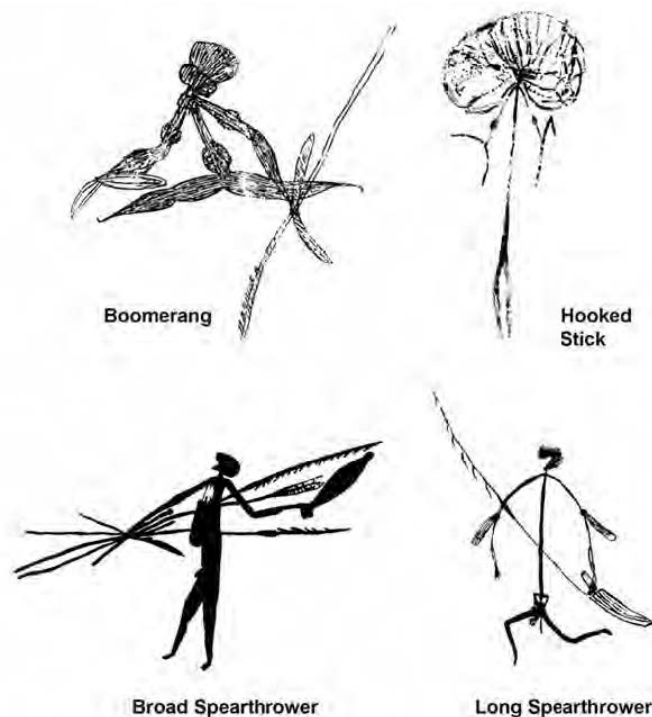


Figure I-6 : Exemples illustrés des périodes artistiques définies par Lewis (Gunn, 2016)

1.1.2.4. Les études de Taçon (1989)

Dans les années 1980, Paul S.C. Taçon centre ses travaux sur les peintures en style *X-ray*, des points de vue archéologique et ethnographique dans trois zones géographiques du secteur nord-ouest du plateau de la Terre d'Arnhem (Taçon, 1989). Il souligne l'absence de corrélation entre les espèces peintes et les couleurs utilisées. En effet, les combinaisons de couleur utilisées pour représenter les poissons sont les mêmes que celles utilisées pour les figures humaines et les autres animaux. Il élabore une étroite association entre les mythes contemporains et l'art rupestre. Il suggère que le nombre élevé de poissons peints dans l'art rupestre de la région est à associer aux groupes du Nord, pour lesquels ces animaux occupent une place importante dans leur mythologie. Le barramundi, poisson amphidrome, est ainsi l'expression de *Namarnkol*, un *Dreaming Being* créateur de l'East Alligator River. Il s'agit d'une autre manifestation du *Rainbow Snake*, le *Dreaming Being* majeur dans la « création » de la région Kakadu-Oenpelli. L'auteur scinde les peintures *X-ray* en deux catégories – *Early X-ray* et *Recent X-ray* – d'après des différences observées dans la forme, le style de représentation, la taille, la couleur, le positionnement et la nature de leur superposition. Ces deux groupes reprennent les types définis par Brandl et sont comparables aux types *Early X-ray* de la période pré-estuarienne et *X-ray complex* de la période estuarienne définies plus tard par George Chaloupka (1993).

1.1.2.5. Les études de Haskovec (1992)

Ivan Haskovec se concentre sur un seul style d'art rupestre du plateau de la Terre d'Arnhem dénommé *Northern Running Figures* (NRF) (Fig. I-7). Ce style particulier représente des corps linéaires en mouvement (Haskovec, 1992). Il est limité au secteur nord-ouest du plateau et n'apparaît pas dans le Pays Jawoyn. Un âge minimum de 9400 ans cal BP est proposé pour le style NRF (Jones *et al.*, 2017a). Il est également suggéré que ce style artistique ait perduré pendant au moins 3500 ans. Les âges, obtenus par ^{14}C sur des oxalates de calcium piégés dans des encroûtements recouvrant des peintures NRF, montrent que ce style était encore utilisé il y a près de 6000 ans cal BP (Jones *et al.*, 2017a).

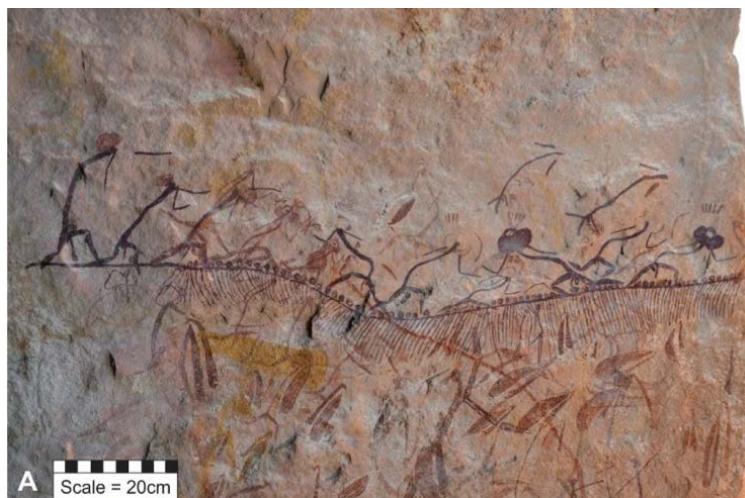


Figure I-7 : Illustration du style *Northern Running Figures* (région de l'East Alligator River, ouest de la Terre d'Arnhem) (© T. Jones)

1.1.2.6. Les études de Chaloupka (1993)

De 1977 à 1993, George Chaloupka entreprend une étude exhaustive de l'art rupestre du nord-ouest de la Terre d'Arnhem (Chaloupka, 1993). Ce travail inscrit fermement l'art rupestre dans le paysage physique et culturel de la région, accordant une attention toute particulière à la description et à la signification des personnages de la mythologie du *Dreaming*.

Il divise le style *Mimi* en sept groupes et les formes d'art plus récentes en cinq groupes en se fondant sur le style et la technique. L'ensemble de ces groupes est défini sur la base de trois attributs : le style (*Dynamic, Yam*), la technique (mains et empreintes d'objets) et le type de motifs (thylacine, macropode, bateau). À partir de modèles de superposition, l'auteur séquence chronologiquement ces groupes en phases. En l'absence de datation pour donner un cadre temporel à chacune des phases, l'auteur les corrèle avec des périodes environnementales et culturelles reconnues. Il distingue :

- La période *Pre-estuarine* remontant à l'occupation initiale aborigène il y a près de 50 000 ans jusqu'à environ 8000 ans ;
- La période *Estuarine* datée entre 1500 et 8000 ans ;
- La période *Fresh Water* allant de 300 à 1500 ans ;
- La période *Contact* débutant il y a 300 ans jusqu'au présent (Tableau I-1).

George Chaloupka fait ainsi correspondre la période *Mimi* de Brandl avec la période pré-estuarienne (avant 8000 ans) et l'art le plus récent à la période estuarienne (entre 1500 et 8000 ans). À partir de ce qu'il interprète être des représentations de la mégafaune disparue, il propose un âge de 20 000 ans² pour les peintures les plus anciennes, sans réel support de datation. Les groupes stylistiques proposés par George Chaloupka sont rapidement acceptés par ses pairs même si les regroupements restent subjectifs.

² L'extinction de la mégafaune est aujourd'hui estimée à 45 000 ans.

PERIOD	PHASE	STYLE/TECHNIQUE	MAJOR OR IDENTIFYING ELEMENTS	
<i>PRE-ESTUARINE</i>	50,000 years ago From this date, haematite and red and yellow ochres were used to prepare pigment	<i>Object imprints</i>	Hand prints; imprints of grass and thrown objects	
	20,000 years ago	Naturalistic	<i>Large naturalistic figures complex</i>	Extinct megafauna; thylacine; Tasmanian devil; terrestrial animals; rock python; freshwater crocodile; human beings; earliest <i>x-ray</i> paintings
			<i>Dynamic figures</i>	Human beings in complex apparel; anthropomorphs; zoomorphs; terrestrial animals; freshwater fish; stencils: hand of 3MF convention, boomerangs; one-piece multibarbed spears; detailed compositions
		Stylisation	<i>Post-dynamic figures</i>	Human beings in headdresses, pubic aprons and bustles; macropods; lizards; fighting pick/hooked stick introduced
		Schematisation	<i>Simple figures with boomerangs</i>	Human beings in headdresses, pubic aprons and bustles; conflict; fighting pick; single- and multiple- pronged barbed composite spears; possible spearthrower
		Stylisation	<i>Mountford figures</i>	Human beings (many elongated); spearthrower
Naturalistic symbolism	<i>Yam figures</i>	Anthropomorphised yams; phytomorphised animals; Rainbow Snake; ibis; egret; short-necked turtle; flying fox; long-arm prawn; segmented circle symbol		
<i>ESTUARINE</i>	8000 years ago	Naturalistic	<i>Early estuarine complex</i>	Estuarine fish: barramundi, mullet, catfish; saltwater crocodile; variety of spearthrowers
	4000 years ago		<i>Beeswax designs</i>	Human beings; anthropomorphs; non-figurative designs
		Intellectual Realism and contemporaneous naturalism	<i>X-ray complex</i>	Lightning man; stone-tipped spear; <i>x-ray</i> paintings of animals and humans with detailed and decorative features
<i>FRESHWATER</i>	1500 years ago			Hook-headed human beings; magpie geese; water lilies; 'goose' spears; goose-wing 'fan'; didjeridu; complex spearthrower
<i>CONTACT</i>	300 years ago			Makassan and European subjects; introduced animals; sorcery paintings; decorated hands
	Ethnographic present		<i>Casual paintings</i>	

Tableau I-1 : Séquence chronologique de l'art rupestre dans le nord-ouest de la Terre d'Arnhem proposée par Chaloupka (1993:89)

1.1.2.7. Les études de Chippindale et Taçon (1998)

En 1998, Christopher Chippindale et Paul S.C. Taçon proposent l'usage de plusieurs méthodes relatives et absolues pour dater l'art rupestre du nord-ouest de la Terre d'Arnhem. Elles reposent sur l'observation des styles, des sujets peints, des superpositions des motifs picturaux les uns par rapport aux autres, du degré d'altération des peintures et de techniques de datation « directe ». Ils introduisent également l'utilisation des matrices de Harris pour l'étude de l'art rupestre. Reposant sur un enregistrement détaillé de l'art (cf. § III.1.1.), cette méthode constitue un nouveau support de travail pour traiter les superpositions des peintures. Les auteurs suggèrent que l'utilisation combinée de plusieurs méthodes, au lieu d'une seule, permet d'obtenir des résultats plus exhaustifs pour la datation de l'art rupestre (Chippindale et Taçon, 1998 ; Taçon et Chippindale, 1998). De plus, ils réduisent les périodes définies par G. Chaloupka en trois nouvelles périodes : *Old*, *Intermediate* et *New* (Tableau I-2). Chaque période comprend un nombre de styles spécifiques ou de techniques particulières. Toutefois, différents styles peuvent se recouvrir et donc représenter des événements coexistants à l'intérieur de chaque période.

Age	Nature	Years before present	
New	Rare rock paintings + bark and paper paintings	present day	
	'Complete Figure Complex' rock paintings + some rock engravings + beeswax figures	about 4000 – 3000 up to 1960s AD	
	'Simple Figures' + 'Yam Figures' + large human figures + some large fauna + 'Early X-ray' rock paintings	about 6000	
Intermediate	'Northern Running Figures' rock paintings	'Simple Figures with Boomerangs' + some large fauna rock paintings	unknown
	?	'Post-Dynamic Figures' rock paintings	unknown
	'Dynamic Figures' rock paintings + '3MF' stencils		?10,000 years
Old	'Large Naturalistic' fauna rock paintings		unknown
	Panaramitee-like rock engravings pigment in shelter deposits		unknown ≥30,000-50,000

Tableau I-2 : Séquence chronologique de l'art rupestre de l'ouest de la Terre d'Arnhem proposée par Chippindale et Taçon (1998:107)

1.1.2.8. Regard critique

L'ensemble de ces études illustre la complexité des interprétations de l'art rupestre du nord-ouest de la Terre d'Arnhem et tend à suggérer que les plus anciennes peintures remontent à l'arrivée

des premiers humains sur le continent australien il y a près de 50 000 ans. Toutefois, la compréhension de toute la séquence chronologique de l'art rupestre reste problématique et ce malgré l'ensemble des travaux menés durant plusieurs décennies. Les modèles sont, en effet, principalement basés sur l'adaptation de spéculations généralisées ou de phases artistiques non confirmées. De plus, il existe des variations importantes de styles d'art rupestre à travers l'ouest de la Terre d'Arnhem qui n'ont pas été systématiquement enregistrés. L'existence de cette diversité stylistique régionale ne permet pas de prétendre à une compréhension totale de l'art rupestre de la Terre d'Arnhem (Gunn, 2016).

Le développement de la datation radiocarbone par spectrométrie de masse par accélérateur (AMS pour *Accelerator Mass Spectrometry*, communément appelée datation ^{14}C) dès le milieu des années 1980 et la capacité à déterminer des âges à partir de seulement quelques milligrammes de carbone entraînent un bouleversement majeur pour l'étude de l'art rupestre, non seulement en Australie mais aussi dans le reste du monde. Pour la première fois, les peintures rupestres peuvent désormais être datées « directement » et les séquences stylistiques proposées précédemment être ancrées avec des âges absolus. En Terre d'Arnhem, ils sont obtenus essentiellement à partir d'accrétions minérales formées sous et/ou sur les peintures, ainsi qu'à partir de cires d'abeille associées aux peintures.

1.2. Datations « directes » et indirectes

Les datations dites « directes » ou chronométriques réfèrent aux méthodes permettant d'obtenir des âges chronométriques à travers la datation de matériaux directement associés aux peintures rupestres ; elles fournissent un âge minimal, maximal ou absolu. Les matériaux associés à l'art rupestre qui peuvent directement être datés, et fournir un *terminus ante quem* ou un *terminus post quem* (Langley et Taçon, 2010), comprennent des matériaux bruts (cire d'abeille, charbon), des liants organiques incorporés au mélange pictural (graisse animale, huile végétale, œuf, urine) ou des accrétions minérales c'est-à-dire des encroûtements naturels riches en minéraux (oxalates de calcium, calcite). La détermination des âges chronométriques repose sur la datation (i) de matériaux bruts, purs et non contaminés tels que le charbon et la cire d'abeille, (ii) d'un mélange de divers matériaux comprenant des inclusions naturelles, des contaminants (par exemple de la calcite re-précipitée et re-déposée issue de l'altération de la roche mère) et des composés additionnels d'origine anthropique pour préparer la matière picturale (liants organiques, charges minérales, etc.), qui nécessite une extraction (Yates *et al.*, 2015). Par ailleurs, on soulignera que la datation ^{14}C de la cire d'abeille présume que les motifs ont été réalisés peu après la récolte de la cire, celle-ci devenant de plus en plus friable et donc moins malléable avec le temps (David *et al.*, 2013b). Pour des raisons taphonomiques³,

³ La taphonomie est la science des « lois de l'enfouissement ». Dans le cadre de ce travail de thèse, nous considérons que l'approche taphonomique s'intéresse à la compréhension des agents et des mécanismes d'altération de matériaux retrouvés dans un milieu d'enfouissement, depuis les organismes biologiques (typiquement les ossements) aux minéraux, jusqu'aux productions matérielles issues d'une activité anthropique au cours du temps. La notion de taphonomie appliquée aux parois correspond également à l'ensemble des processus d'altération et de changement d'état qui ont affecté les parois depuis la réalisation de la peinture jusqu'à sa découverte, voire son évolution actuelle (Chalmin *et al.*, 2016).

les motifs à base de cire d'abeille datant de la fin du Paléolithique et du début de l'Holocène n'ont probablement pas survécu jusqu'à l'époque actuelle. Il est également possible que ces motifs aient pu être « rafraîchis » par de nouvelles applications au cours des siècles après leur application initiale (Gunn, 2016) et que les âges ainsi obtenus soient postérieurs à ceux des motifs originels.

Les datations ^{14}C et par luminescence stimulée optiquement (OSL pour *Optically Stimulated Luminescence*) sont les techniques de datation les plus couramment utilisées pour déterminer l'âge des peintures rupestres en Australie (Langley et Taçon, 2010). Toutefois, les techniques de datation comme la méthode uranium-thorium (U/Th) et la datation cosmogénique sont de plus en plus utilisées pour étudier les sites ornés sur le territoire australien.

La méthode de datation par U/Th, combinée à la datation ^{14}C , permet d'obtenir l'âge des peintures situées entre les couches de calcite sus et sous-jacentes (Pons-Branchu *et al.*, 2014 ; Pike *et al.*, 2017 ; Sauvet *et al.*, 2017). Cette méthode a notamment été utilisée pour déterminer l'âge de peintures rupestres dans des grottes européennes (Pigeaud *et al.*, 2010 ; Pike *et al.*, 2012 ; Garcia-Diez *et al.*, 2013 ; Hoffmann *et al.*, 2017), au Brésil (Fontugne *et al.*, 2013), en Chine (Taçon *et al.*, 2012), à Bornéo (Plagnes *et al.*, 2003), dans le Timor (Aubert *et al.*, 2007) et à Sulawesi (Indonésie) (Aubert *et al.*, 2014).

La datation cosmogénique est utilisée pour déterminer l'âge d'écroulements rocheux et/ou de changements du cadre physique. Cette méthode a par exemple été appliquée lors de l'étude de la grotte Chauvet (France), où l'écroulement de blocs rocheux a scellé la paléo entrée. La mesure de la concentration des isotopes cosmogéniques du ^{36}Cl produits *in situ* a permis de dater les trois phases d'écroulements qui ont mis au jour de nouvelles surfaces géomorphologiques « fraîches » (niches d'écroulement) auparavant non exposées au rayonnement cosmique (Sadier *et al.*, 2012). Le calage chronologique entre 21 500 et 29 000 ans a ainsi permis de valider définitivement l'ancienneté de l'art rupestre, un art aurignacien et gravettien d'après des datations ^{14}C (Clottes *et al.*, 1995 ; Valladas *et al.*, 2005 ; Quiles *et al.*, 2016).

Les datations « directes » de l'art rupestre australien ont été inventoriées et analysées dans une dizaine de publication. Robert G. Bednarik (1997) liste les sites dont l'art rupestre, incluant peintures et pétroglyphes, a été daté de façon « directe » dans le monde entre 1980 et 1995. L'auteur relève huit sites en Australie dont les peintures rupestres ont été datées principalement par ^{14}C . David *et al.* (1999) examinent les dates absolues obtenues sur l'art rupestre du sud-est de la Péninsule du Cap York (Queensland) tandis que Jo McDonald (2000) rapporte les datations ^{14}C acquises sur des sites d'art rupestre dans le bassin de Sydney (Nouvelle-Galles du Sud) et les questions méthodologiques liées à la méthode de datation. Alan L. Watchman (2001) fournit des données géographiquement plus élargies en incluant des sites du nord et du sud de l'Australie. Il propose une discussion générale sur la datation de l'art rupestre dans chaque région et note les sites exceptionnels ainsi que quelques études de cas. Robert G. Bednarik (2002) présente une revue critique des différentes techniques de datations chronométriques ou non de l'art rupestre mais il ne détaille pas les datations « directes » faites en Australie. Nathalie Franklin (2004) discute de manière plus exhaustive des datations « directes » de l'art rupestre en Australie en listant 57 sites ; il n'indique cependant pas les dates pour chaque site.

Langley et Taçon (2010) examinent un large panel de datations « directes » de l'art rupestre australien, en s'intéressant à leur distribution spatiale et temporelle à l'échelle régionale. Ils soulignent que, sur les 432 dates « directes » obtenues pour 92 sites, les techniques les plus utilisées sont la datation ^{14}C , principalement employée sur la cire d'abeille, et la technique OSL. Ils relèvent que moins de 10 % des âges déterminés placent l'art rupestre dans le Paléolithique supérieur, alors que plus de 90 % des âges datent de l'Holocène (<5000 ans BP) dont près de la moitié des âges est inférieure à 500 ans. Ce résultat apparaît indépendant de la région et du matériel daté. La même année, Taçon et Langley (2010) comparent les résultats des programmes de datation de l'art rupestre menés en Australie avec les travaux entrepris dans d'autres parties du monde. Maxime Aubert (2012) présente les différentes approches de datation, chronométriques ou non, appliquées dans la région de Kimberley (Australie occidentale). Enfin, David *et al.* (2013b) passent en revue les âges obtenus par datations chronométriques en Australie en mettant en évidence les succès et les problèmes associés aux différentes techniques employées.

1.2.1. Les datations « directes » par ^{14}C

La datation par ^{14}C est utilisée pour dater divers matériaux associés aux peintures rupestres. Une synthèse de ces matériaux datés sur les sites australiens est présentée dans le tableau I-3.

1.2.2. Les datations indirectes

Les datations indirectes sont les datations déduites grâce à tout indice paléoclimatique, géo-physico-chimique ou archéologique en lien avec les peintures rupestres. Lorsque des niveaux archéologiques, datés de manière fiable par ^{14}C ou OSL, se trouvent en relation pertinente avec des témoins de peintures rupestres (préparation de matières picturales, gouttes de peintures, « crayons », etc.), ils constituent des indices chronostratigraphiques et permettent un calage chronologique de l'histoire du site. C'est cette démarche d'intercomparaison chronostratigraphique qui a été privilégiée dans le cadre de ce travail de thèse.

1.2.2.1. Datations par détermination de la chimie des accrétions minérales

L'approche contextuelle des parois peintes est susceptible d'aider à la datation indirecte des peintures, à condition de pouvoir établir l'existence d'un rapport entre celles-ci et les témoins paléoclimatiques (Le Quellec, 2010).

À Fern Cave (Queensland), Goodall *et al.* (2009) ont cherché à dater l'âge d'un panneau peint avec des mains négatives en déterminant la nature chimique des accrétions minérales micro-stratifiées situées au-dessus et au-dessous des peintures rupestres. La nature chimique est donc utilisée ici comme un indicateur des conditions paléoenvironnementales sous lesquelles les peintures ont été réalisées. De part et d'autre des couches picturales, les auteurs observent une séquence d'alternance de gypse, indicateur de conditions sèches, et de calcite, indicateur de conditions humides. Cette séquence d'alternance a été corrélée avec les données paléoenvironnementales connues pour la

région. Ainsi, la position micro-stratigraphique des couches picturales sur la paroi indique que les peintures rupestres ont été produites avant 14 000 ans cal BP, probablement entre 22 000 et 17 000 ans cal BP (période correspondant à un pic de dépôt de matières colorantes), voire entre 19 000 et 17 000 ans cal BP en se référant à la courbe de pluviométrie régionale (Goodall *et al.*, 2009).

Sur le panneau peint principal de l'abri rocheux JSARN-124 en Terre d'Arnhem, l'identification de gypse sur plusieurs micro-prélèvements de peinture permet d'indiquer que les peintures ont été réalisées dans un contexte environnemental relativement sec (Chalmin *et al.*, 2017a).

1.2.2.2. La géochimie des peintures, un marqueur chronologique

Dans la zone de Red Lily Lagoon dans l'ouest de la Terre d'Arnhem, du plomb a été identifié sur l'un des motifs noirs de l'abri rocheux de Minjnyimirnjawabu. À partir d'analyses chimiques, l'auteur suggère que le plomb utilisé ici dérive d'un traitement métallique. Ainsi, au contraire de précédentes études stylistiques qui proposaient un grand âge pour le motif en question, la présence de plomb suggère que le motif a été peint au cours des 200 – 300 dernières années lors de la période artistique *Contact* qui fait suite à la colonisation européenne (cf. § II.2.3.2.) et époque pendant laquelle le plomb était un métal commun et multifonctionnel (Wesley *et al.*, 2014).

Les analyses physico-chimiques des peintures de l'abri JSARN-124 n'ont pas permis de donner un âge de réalisation (Chalmin *et al.*, 2017a), cependant leurs résultats ne vont pas à l'encontre de l'hypothèse d'ancienneté des peintures du site. Ils indiquent (i) que les peintures ont été réalisées après une phase sèche, (ii) qu'elles ont été réalisées avec des matières colorantes naturelles et (iii) qu'elles ont pu théoriquement survivre sur une telle surface rocheuse sur une très longue période.

Jillian Huntley (2015) s'intéresse également à la chimie des peintures rupestres en tant que marqueur temporel. L'auteur cherche à déterminer si la pXRF (spectrométrie de fluorescence X portable) peut permettre d'établir un lien entre les peintures rupestres et le matériel retrouvé en fouille, principalement des nodules de couleur rouge, mauve et blanche dans des sites du bassin de Sydney (Nouvelle-Galles du Sud). L'intercomparaison entre la géochimie des matières picturales et des matières colorantes excavées en association pertinente avec l'art rupestre peut permettre d'approcher une chronologie des peintures. Les résultats de J. Huntley montrent que l'absence de lien peut être mise en évidence en utilisant de manière simple et qualitative la composition chimique des matériaux analysés. Par exemple, un morceau de matière colorante rouge portant des facettes présente une forte teneur en calcium alors qu'aucune trace de calcium n'est détectée sur les peintures rouges du site. De même, tandis que du calcium est cette fois identifié dans la composition d'une main négative de couleur blanche, le « pigment » blanc excavé est composé quant à lui d'argiles. L'auteur met aussi en évidence des similarités géochimiques entre un nodule rouge facetté et une peinture (Huntley, 2015:138) bien que la technique employée ne possède pas la précision analytique suffisante pour établir un lien sans ambiguïté.

Type de matériel daté	Localisation	Âges	Références bibliographiques
Sang humain (mêlé avec de la matière picturale) ⁴	Laurie Creek, Territoire du Nord	20 320 ± 3100/- 2300 ans BP 4270 ± 70 ans BP	Loy <i>et al.</i> , 1990 Gillespie, 1997
Accrétions minérales	Ouest de la Terre d'Arnhem Sandy Creek 2, Queensland Walkunder Arch Cave, Queensland Laura, Queensland	≥8000 ans de 6655 ± 80 à 24 600 ± 220 ans BP de 3340 ± 60 à 28 100 ± 400 ans BP 6530 ± 1380 et 7230 ± 750 ans BP	Watchman, 1987, 1991, 2004 Cole <i>et al.</i> , 1995 Campbell <i>et al.</i> , 1996 Cole et Watchman, 2005
Cire d'abeille	Abris de Gumbingmurnung, Terre d'Arnhem (Fig. I-8) NO de la Terre d'Arnhem	>4040 ± 80 ans BP 4460 ± 80 ans BP ~ 1700 ans	Nelson <i>et al.</i> , 1995 Watchman et Jones, 2002 Tacon <i>et al.</i> , 2010 May <i>et al.</i> , 2010, 2013a, 2013b Wesley <i>et al.</i> , 2012 ; Wesley, 2013
Nid de guêpe ⁵	Kimberley, Australie occidentale	de 550 ± 100 à 3780 ± 60 ans BP	Morwood <i>et al.</i> , 2010
Charbon (dessin)	Kimberley, Australie occidentale Gnatiala Creek, Nouvelle-Galles du Sud Kimberley, Australie occidentale Western Desert	990 ± 60 ans BP 6085 ± 60 et 29 795 ± 420 ans BP ⁶ de 1210 ± 140 ans BP à l'époque moderne de 1500 ans à l'époque moderne	Roberts <i>et al.</i> , 1997 McDonald, 2000 Morwood <i>et al.</i> , 2010 McDonald <i>et al.</i> , 2014

 Tableau I-3 : Synthèse des types de matériaux datés de manière « directe » par ¹⁴C en Australie

⁴ Des analyses biochimiques subséquentes sur l'échantillon original, couplées à des analyses réalisées sur de nouveaux échantillons prélevés à la fois sur la peinture rouge et sur un fragment de roche non peinte, invalident les résultats obtenus par Loy *et al.* (1990). Les nouveaux résultats montrent que l'échantillon original n'est pas un constituant de la peinture rouge mais un encroûtement naturel contenant diverses sources de carbone, en particulier des oxalates de calcium, pour lesquels la date ¹⁴C de 4270 ± 70 ans BP est obtenue sur un échantillon prélevé au même endroit que l'échantillon original (Gillespie, 1997).

⁵ Roberts *et al.* (1997) ont également daté par OSL des grains de quartz piégés dans plusieurs nids de guêpe associés à des peintures rupestres dans le Kimberley (Aubert, 2012). Les âges varient entre 100-150 ans et de 100 à 600 ans pour les nids de guêpes recouvrant des peintures Wandjina. Les dates OSL déterminées sur deux autres nids situés quant à eux sur des peintures Gwion sont plus anciennes, entre 16 400 ± 1800 ans et 17 500 ± 1800 ans.

⁶ Selon l'auteur, le dessin a été réalisé au cours d'une unique session artistique. Par conséquent, au vu de la grande différence entre les dates obtenues pour les deux échantillons prélevés au niveau du même dessin, l'âge du dessin de Gnatiala Creek reste finalement indéterminé.



Figure I-8 : Tortue en cire d'abeille dans l'abri de Gunbilngmurrung (Terre d'Arnhem) (Chaloupka, 1993:157)

1.2.2.3. Datations des niveaux archéologiques et contexte géomorphologique

L'un des moyens les plus fiables pour dater l'art rupestre est de retrouver des éclats de paroi ou de plafond peints dans des sédiments bien stratifiés (avec peu voire aucune perturbation) et bien datés (par ^{14}C ou OSL). À Carpenter's Gap (Kimberley), une dalle recouverte de traces colorées, sans motif pictural visible, a été mise au jour dans un niveau daté entre $42\,800 \pm 1850$ ans BP et $33\,600 \pm 500$ ans BP (O'Connor, 1995 ; O'Connor et Fankhauser, 2001). Néanmoins, de telles découvertes sont rares aussi bien en Australie que dans les autres parties du monde.

L'étude géomorphologique menée à proximité des différents carrés de fouille de l'abri JSARN-124, anciennement nommé « *Genyornis site* » en raison de la présence d'une peinture pouvant évoquer une des espèces de la mégafaune disparue *Genyornis newtoni* (Fig. I-9), a permis d'approcher l'évolution physique et de caler chronologiquement plusieurs événements morphogéniques (effondrements, desquamation) et artistiques. La présence de gros blocs écroulés au pied de la face nord du pinacle, là où sont peints les « grands oiseaux », empêche de réaliser un sondage archéologique et d'obtenir la moindre information chronologique. L'analyse des dynamiques géomorphologiques a montré qu'après deux phases d'écroulement d'un ancien surplomb la face nord a été totalement dégagée et que les peintures ont alors pu être réalisées.

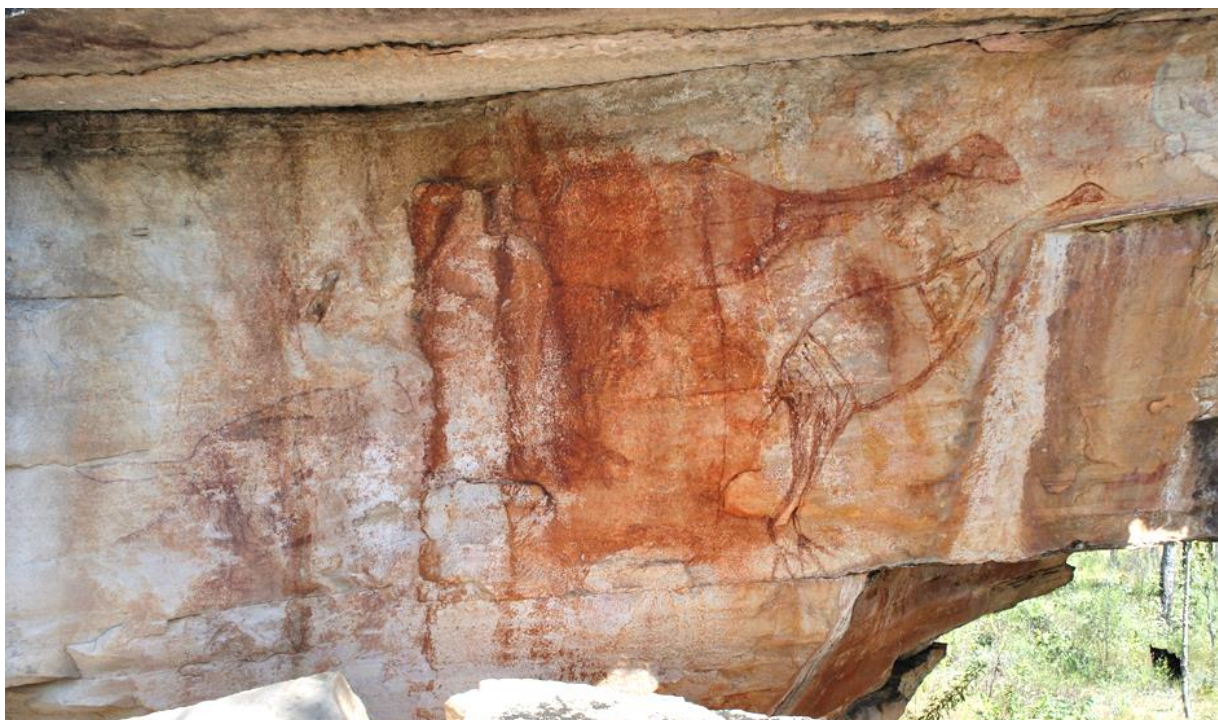


Figure I-9 : Panneau principal de l'abri JSARN-124 (Terre d'Arnhem) (© R.G. Gunn)

Le croisement des données géomorphologiques et archéologiques a ainsi permis de retracer l'évolution du site et de proposer une fourchette chronologique pour la réalisation des peintures rupestres des panneaux de l'abri JSARN-124 : celles-ci sont postérieures à 13 739 – 13 976 ans cal BP et antérieures à 5041 – 5316 ans cal BP (Barker *et al.*, 2017). Or, comme l'estimation la plus récente de l'extinction du *Genyornis newtoni* remonte à 25 000 ans (Murray et Vickers-Rich, 2004), même si la plupart des paléontologues la fixe autour de 45 000 ans (Miller *et al.*, 1999 ; Roberts, 2001 ; Roberts *et al.*, 2001 ; Roberts et Brook, 2010), il est invraisemblable que la peinture représente *Genyornis newtoni*, à moins bien sûr que l'oiseau ait survécu jusqu'à une période plus récente, une conclusion difficile à accepter d'après les récentes données paléontologiques (Grellet-Tinner *et al.*, 2016).

Les éléments lithologiques présents dans les fouilles archéologiques des sites d'art rupestre peuvent également constituer un support de travail majeur puisqu'ils sont les témoins du dégagement des surfaces de plafond sur lesquelles ont été réalisées les peintures rupestres. L'identification de chute de plafond calée dans le temps par datation ^{14}C offre un autre support de chronologie des entités pariétales (Delannoy *et al.*, 2017 ; cf. § II.3.1.).

1.3. Regard critique

Les âges obtenus directement ou indirectement attestent de l'ancienneté de l'art rupestre australien. Les méthodes pour dater cet art sont nombreuses mais présentent chacune des limites qui conduisent à réfléchir à de nouvelles approches pour lever les verrous technologiques.

Les datations relatives souffrent assurément d'un manque d'ancrage absolu. La création des styles artistiques ainsi que l'attribution des peintures à l'un de ces styles ont parfois été jugées comme subjectives malgré la recherche de corrélations avec des données ethnologiques, historiques et paléoenvironnementales. Le séquençage chronologique de l'art rupestre pour la Terre d'Arnhem a évolué depuis la première classification de C. Mountford (1956) et celle proposée par Chippindale et Taçon (1998) désormais utilisée comme référence pour donner un « enveloppe temporelle » aux peintures ornant les sites d'art rupestre de la région.

Les datations « directes », obtenues suite à l'avènement de la technique de datation par ^{14}C dans les années 1980, ont bouleversé le monde de l'archéologie et en particulier les études en art rupestre. La datation ^{14}C a contribué à modifier notre perception de l'évolution culturelle de nos ancêtres d'un continent à l'autre. La découverte de matières colorantes portant les stigmates d'une utilisation anthropique dans des niveaux datés jusqu'à $61\,000 \pm 13\,000$ ans BP en Terre d'Arnhem (Roberts *et al.*, 1990) a ainsi permis de reculer la date de la première colonisation humaine du continent australien. Néanmoins, la datation ^{14}C ne peut être appliquée que sur des matériaux organiques, or les peintures rupestres sont généralement composées de matières minérales. Ainsi, divers matériaux contenant du carbone associés aux peintures ont été datés : accrétions minérales, cire d'abeille, nids de guêpe et charbons. À l'exception des datations réalisées sur les dessins exécutés au charbon, les âges obtenus sur les autres matériaux offrent uniquement des *terminus ante quem* et *post quem*.

Enfin, en l'absence ou en complément des datations « directes », des datations indirectes peuvent être obtenues selon le contexte archéologique et environnemental du site. La composition géochimique des accrétions minérales sus et sous-jacentes aux peintures rupestres ainsi que celle des peintures elles-mêmes peuvent constituer des marqueurs temporels lorsqu'elles sont croisées avec des données paléoenvironnementales et archéologiques. Par ailleurs, si l'un des moyens les plus sûrs pour dater l'art rupestre est de retrouver des roches peintes ou autre élément lithologique dans les sédiments bien stratifiés et datés, leur découverte demeure exceptionnelle.

Déterminer l'âge de l'art rupestre de Nawarla Gabarnmang constitue un enjeu archéologique et scientifique majeur. Nos travaux de thèse, inscrits dans une approche intégrée d'étude du site, visent à croiser les informations archéologiques, ethnographiques, paléoenvironnementales, géologiques, géomorphologiques et physico-chimiques afin de reconstituer l'histoire de l'occupation du site. **Cette approche intégrée** a pour ambition de mieux appréhender la temporalité et l'usage du site depuis les premières occupations préhistoriques aux fréquentations subactuelles. L'aspect chronologique vise à approcher l'âge de réalisation des peintures ainsi qu'à traiter de la continuité des pratiques artistiques en lien avec les différentes périodes d'occupation. Par ailleurs, ces pratiques artistiques peuvent être étudiées au travers de l'analyse des vestiges de l'art rupestre retrouvés lors des fouilles archéologiques. Leur caractérisation a ainsi pour objectif de reconstituer les savoir-faire des Hommes du Paléolithique et de leurs descendants en déterminant toutes les étapes de la chaîne opératoire de l'acquisition des matières premières en passant par leur mode de préparation (extraction de poudre colorante, mélange, traitement thermique), leur application, jusqu'à leur abandon.

2. Les vestiges associés à l'art rupestre

L'art rupestre désigne, ici et de manière très générale, les œuvres d'art – peintures, dessins et gravures – réalisées par la main de l'Homme sur les parois et/ou plafonds d'abris rocheux. Les **vestiges associés à cet art rupestre** sont les vestiges en relation pertinente et immédiate avec la production des peintures et dessins rupestres, qui ont servi à leur réalisation. Ces vestiges retrouvés en contexte archéologique se présentent sous diverses formes. Il est possible de les distinguer selon leur rôle dans la chaîne opératoire conduisant à la réalisation des peintures rupestres. Dans ce travail de thèse, nous nous sommes intéressés à ces vestiges dans l'objectif de construire les données et les connaissances sur les matières colorantes et colorées utilisées lors de la réalisation des peintures rupestres (nature des matières colorantes, modes de préparation, provenance) à Nawarla Gabarnmang.

Dans cette partie, une synthèse des termes employés dans la suite du manuscrit est proposée. Par la suite, les couleurs composant la palette des artistes et par conséquent les matières colorantes qui les produisent seront décrites des points de vue minéralogique et physique. Enfin, nous nous intéresserons aux vestiges en relation pertinente avec l'art rupestre et aux informations dont ils sont porteurs.

2.1. Terminologie et définition des concepts clés

Dans *Le Geste et la Parole*, André Leroi-Gourhan (1964) introduit le concept de « **chaîne opératoire** », définie comme une organisation d'actions associant des gestes techniques, des outils, des connaissances et aboutissant à la transformation d'une matière première en un produit fabriqué et utilisable. L'ordre chronologique des actions visant à la réalisation des peintures permet de distinguer plusieurs phases dans la chaîne opératoire. Dans notre étude, nous avons considéré trois grandes phases. Les étapes d'acquisition des matières premières et de leur acheminement ne se rapportant pas à des gestes techniques, elles ont donc été assimilées à un préambule de la chaîne opératoire (phase 1). La phase 2 regroupe les étapes de préparation de la matière picturale (fragmentation, extraction de poudre colorante, traitement thermique sur blocs ou sur poudres, mélange). La dernière phase, phase 3, correspond à l'application de la matière picturale.

Dans la littérature archéologique, plusieurs termes sont employés pour décrire les matériaux utilisés dans la fabrication de la matière picturale tels que « pigment », « matière colorante » et « ocre » pouvant créer des incohérences voire des incompréhensions.

Les « **pigments** » peuvent être organiques – d'origine animale (le rouge carmin, la pourpre de Tyr), végétale (le bleu indigo, la guède, la garance, la gaude), synthétiques ou inorganiques, d'origine minérale ; ils transmettent leur couleur à d'autres matériaux. Les principaux pigments retrouvés en contexte archéologique sont d'origine minérale, à base d'oxy(hydroxy)des de fer. Ils peuvent être utilisés à l'état naturel ou avoir subi des transformations physico-chimiques au préalable (McBrearty et Brooks, 2000 ; Boschin *et al.*, 2011).

Les « **matières colorantes** » incluent toutes sortes de substances minérales possédant un pouvoir colorant et qui peuvent en conséquence être utilisées comme pigment. Elles peuvent également correspondre à un mélange de substances dont seulement une, le pigment, est à l'origine de la couleur. Ainsi, les matières colorantes contiennent au moins un pigment.

Le terme « **ocre** » est le plus répandu. Il s'agit d'un terme ambigu qui tend en général à définir les matières colorantes naturelles dans la littérature archéologique. Il est ainsi utilisé pour décrire des matières d'origine exclusivement minérale, de couleur variée allant principalement du jaune au rouge, l'existence d'ocres noires et blanches étant également évoquée. Une première définition est directement liée au terme employé en géologie : l'ocre n'est pas considérée comme un minéral mais comme une « terre » ou plutôt la fraction fine de roches meubles ayant subi une altération secondaire (Triat, 2010). Cette notion de « terre » se retrouve d'ailleurs dans des publications anglo-saxonnes où les ocres sont décrites comme des « *natural earth pigments* » (Weinstein-Evron et Ilani, 1994 ; Watts, 2010 ; Darchuk *et al.*, 2011 ; MacDonald *et al.*, 2011 ; Huntley, 2015). L'ocre fait ainsi référence aussi bien à des terres argileuses qu'à des mélanges naturels en proportions variables d'argiles et d'oxydes et/ou d'oxyhydroxydes de fer. Dans la définition générale donnée par le *Dictionnaire des matériaux du peintre* » (Perego, 2005), apparaissent les notions de « terre argileuse colorée par de l'oxyde de fer » et « d'argile ferrugineuse ». Henshilwood *et al.* (2009) proposent une définition plus complète. L'« ocre » est définie comme « *un produit d'altération chimique suffisamment enrichi en oxyde de fer (généralement de l'hématite) ou en oxyhydroxyde de fer (typiquement de la goëthite) pour produire (respectivement) une trace rougeâtre ou jaunâtre par application sur une surface* ». Ces définitions mettent en évidence que la présence d'oxydes et d'oxyhydroxydes de fer est indispensable pour définir une « ocre » ; ainsi la base commune à la majorité des produits appelés « ocre » correspondrait aux oxy(hydroxy)des de fer et non aux argiles (Weinstein-Evron et Ilani, 1994 ; Hodgskiss, 2010 ; Rifkin, 2012). Néanmoins, toutes les roches colorées contenant des oxy(hydroxy)des de fer ne sont pas des « ocres ». Leur différence réside en leur pouvoir colorant, révélé grâce au test de la trace de teinte jaune ou rouge selon la nature de l'oxy(hydroxy)de de fer présent. Par conséquent, seules les roches argileuses suffisamment enrichies en oxy(hydroxy)des de fer pour produire une trace colorante sont désignées comme des « ocres » et sont utilisées en tant que « matières colorantes ».

Dans la suite du manuscrit, l'expression « matière colorante » a ainsi été préférée au terme « ocre » pour désigner les matières minérales (non nécessairement des roches ferrugineuses) possédant un pouvoir colorant et composant la matière picturale.

La **matière picturale** définie dans le cadre de cette recherche doctorale peut se présenter sous forme solide, liquide ou pâteuse, être naturelle ou issue d'une fabrication anthropique. Elle peut transmettre sa couleur à une autre matière, soit en recouvrant sa couleur initiale soit en la modifiant. La matière picturale se compose de matières colorantes, de charge(s) et de liant(s).

Les **matières colorantes** correspondent dans cette étude aux minéraux responsables de la coloration de la matière picturale. En contexte archéologique, il s'agit en général de minéraux riches en fer pour produire les couleurs rouges et jaunes ou d'oxydes de manganèse et de charbon pour la couleur noire.

Les **charges** sont des minéraux qui n'interviennent pas sur la couleur de la matière picturale qu'elles composent. Elles peuvent être naturellement présentes dans les matières premières ou ajoutées pour modifier certaines propriétés comme l'adhésion, le recouvrement et la siccativité ; elles augmentent le volume de la matière picturale et permettent ainsi d'économiser la matière première.

Enfin, les **liants** apportent la cohésion à la matière picturale en fixant les matières premières et/ou les charges entre elles et au support. Ils améliorent également l'adhésion de la matière picturale sur leur support. Les liants peuvent être l'eau, l'urine, le sang, des résines végétales et graisses animales (Reeves T. *et al.*, 2013). La difficulté d'identification des liants organiques, liée principalement à leur conservation, rend cette liste non exhaustive et non représentative des pratiques artistiques culturelles.

2.2. La palette des couleurs de l'art rupestre australien

2.2.1. Minéralogie des matières colorantes

Le rouge, le jaune et le noir sont les trois grandes teintes présentes sur la palette des couleurs des artistes du Paléolithique. Très tôt, les artistes ont su nuancer ces teintes et les décliner sous une riche gamme chromatique, allant du brun foncé au jaune pâle en passant par des teintes mauves. La couleur blanche est peu présente dans l'art rupestre européen ; l'exemple le plus connu est la main négative blanche du laminoir à Gargas (Hautes-Pyrénées) réalisée avec de la poudre de talc appliquée sous forme pâteuse (Clot *et al.*, 1995). Au contraire, elle est largement utilisée dans l'art rupestre « aborigène » même si son emploi semble restreint aux périodes récentes (O'Connor et Arrow, 2008). La couleur bleue figure également dans l'art rupestre australien mais fait son apparition qu'à partir des années 1930 suite à la commercialisation du « bleu de lessive » (cf. § I.1.1.2.).

Les matières colorantes aux couleurs chaudes – du brun au jaune en passant par le rouge, le rose et l'orange – sont caractérisées sur le plan chromatique par des oxydes et oxyhydroxydes de fer (Tableau I-4). Ces derniers ont une grande stabilité thermodynamique sur un large domaine de pH et d'oxydo-réduction Eh (Fig. I-10).

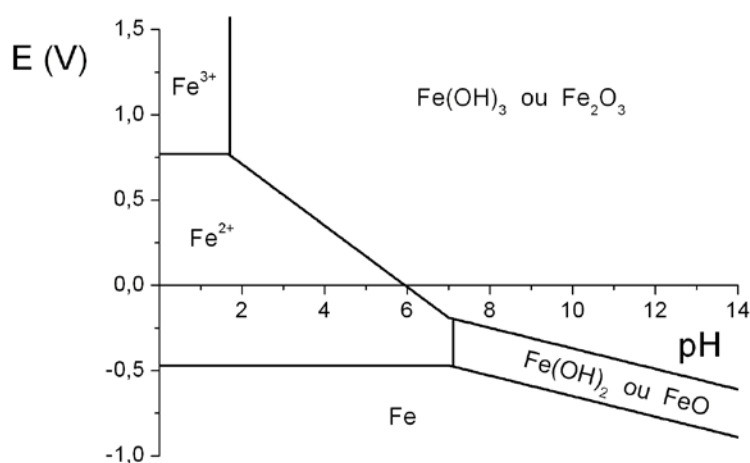


Figure I-10 : Diagramme de Pourbaix du fer

Néanmoins, sous des conditions appropriées (température, pH, Eh), des transformations peuvent s'opérer entre les différents oxy(hydroxy)de de fer (Fig. I-11) et expliquer leur grande diversité notamment dans les roches et les sols (Cornell et Schwertmann, 2003).

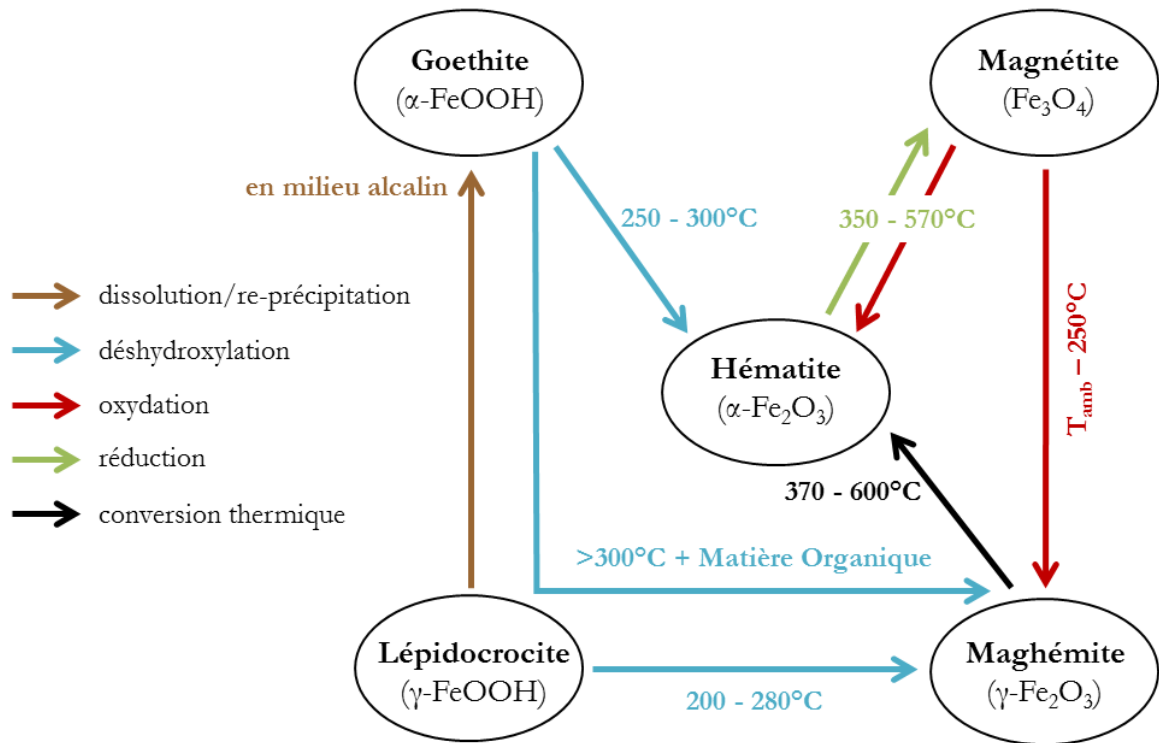


Figure I-11 : Représentation schématique des transformations majeures des principaux oxydes et hydroxydes de fer (d'après Cornell et Schwertmann, 2003)

Nom du minéral	Goethite	Lépidocrocite	Hématite	Magnétite	Maghémite
Formule chimique	α -FeOOH	γ -FeOOH	α -Fe ₂ O ₃	Fe ₃ O ₄	γ -Fe ₂ O ₃
Système cristallin	Orthorhombique	Orthorhombique	Hexagonal, rhomboédrique	Cubique	Cubique
Couleur	Jaune – brun 7.5YR – 10YR	Orange 5YR – 7.5YR	Noir, gris, violet, rouge ; trace rouge R – 2.5YR	Noire	Rouge – brun
Dureté	5 – 5,5	5	6,5	5,5	5
Type de magnétisme	Antiferromagn.	Antiferromagn.	Faiblement ferromagn. ou antiferromagn.	Ferrimagn.	Ferrimagn.
Forme principale des cristaux	Aciculaire	Tabulaire	Plaquettes hexagonales	Octaédrique	Adopte la morphologie de son précurseur

Tableau I-4 : Propriétés des principaux oxydes et oxyhydroxydes de fer (d'après Cornell et Schwertmann, 2003)

La **couleur jaune** est produite par l'utilisation de matières colorantes à base d'hydroxyde de fer. La **goethite** (α -FeOOH) est antiferromagnétique, de valence +II, de couleur jaune à brun. Elle cristallise dans un système orthorhombique et présente des cristaux typiques de forme aciculaire. La couleur de la poudre dépend de la taille et de la morphologie des cristaux. Ainsi, le broyage d'une goethite constituée de cristaux aciculaires de taille proche du micron donne une poudre jaune vif, alors qu'une poudre brune est obtenue à partir d'une goethite faite de petites cristallites d'environ 10 nanomètres (Salomon, 2009).

La **couleur rouge** est principalement générée par l'utilisation d'oxydes de fer. L'**hématite** (α -Fe₂O₃) est un oxyde de fer antiferromagnétique, de valence +III. Le broyage de ce minéral de couleur noire à gris métallique produit une poudre colorante rouge, parfois légèrement brillante. L'hématite cristallise dans un système hexagonal et présente en général des cristaux sous forme de plaquettes hexagonales ou rhomboédriques. L'hématite provient de gisements d'origine sédimentaire ou métamorphique. Il existe différentes formes d'hématite dont par exemple les hématites oolithiques et spéculaires. Des hématites lamellaires hexagonales, lamellaires trapézoïdales, fibreuses et quasi amorphes ont également été identifiées sur des matières colorantes dans la grotte de Lascaux (Dordogne) (Chalmin *et al.*, 2004a). Des hématites à cristaux de forme plus irrégulière sont retrouvées dans les sols (Cornell et Schwertmann, 2003). Des hématites plus tendres et de couleur violacée existent également ; leur broyage produit une poudre rouge vif, d'autant plus vif que la poudre est fine (Salomon, 2009).

Un traitement thermique entre 250 et 300°C des matières colorantes jaunes entraîne un changement de couleur, passant du jaune au rouge. Ce changement de couleur s'explique par la transformation de la goethite en hématite par déshydroxylation due à la perte d'une molécule d'eau. Des expériences réalisées par diffraction de rayons X (DRX) et par microscopie électronique en transmission (MET) ont permis de restituer les étapes de cette transformation dite topotactique, c'est-à-dire entraînant un déplacement minimal d'atomes. La transformation engendre ainsi des anomalies structurales dans la structure cristalline de l'hématite obtenue par chauffage de la goethite. Néanmoins, ces déformations sont également observées sur des hématites « naturelles », non chauffées, soumises à des phénomènes de biodégradation ou d'altération (de Faria et Lopes, 2007). La seconde caractéristique observée systématiquement lors de cette transformation est le développement d'un réseau de nanopores sphéroïdaux à l'intérieur des cristaux aciculaires de la goethite par lequel l'eau formée au cours de la réaction s'évapore. La forme des pores dépend de la température : dans un premier temps allongés et fins, ils deviennent de plus en plus sphériques et larges, puis migrent vers la surface des cristaux lors de l'évaporation de l'eau. Lors de la recristallisation (entre 650°C et 1000°C), les cristaux perdent leur forme aciculaire et exhibent la morphologie hexagonale caractéristique des cristaux d'hématite (Pomies *et al.*, 1998, 1999b ; Salomon et Vignaud, 2010). Par ailleurs, lors du chauffage de goethite en présence de matière organique, un autre oxyde de fer, la maghémite, peut aussi se former et constituer un indice d'une transformation thermique (Cornell et Schwertmann, 2003 ; Grogan *et al.*, 2003 ; Salomon *et al.*, 2015).

Les oxydes de fer maghémite (γ -Fe₂O₃) et magnétite (Fe₃O₄) sont les oxydes les plus fréquemment rencontrés naturellement avec l'hématite. Ces oxydes de fer sont rarement rencontrés dans l'art rupestre. La **maghémite** est ferrimagnétique, de couleur brune à rouge. Elle est notamment identifiée en association avec de l'hématite, résultant du chauffage d'oxyhydroxydes de fer en

présence de matière organique (Cornell et Schwertmann, 2003), ou elle peut se former par oxydation de la magnétite. Les cristaux de maghémite adoptent la morphologie de leur précurseur : formée à partir de l'oxydation de la magnétite, les cristaux ont une forme cubique alors que formée à partir de la déshydratation de goéthite ou de lépidocrocite, les cristaux se présentent sous une forme plus allongée. La **magnétite** est un oxyde de fer de couleur noire à reflet métallique possédant également des propriétés ferrimagnétiques. Ses cristaux sont sous forme d'octaèdre. Sous une température comprise entre 350 et 570°C, la magnétite s'oxyde en hématite.

La **couleur mauve** témoigne soit de l'utilisation d'hématite naturellement de couleur mauve (Chalmin *et al.*, 2004a ; de Balbín Behrmann et González, 2009 ; Huntley *et al.*, 2015) soit d'hématite ayant subi un procédé technique tel qu'un chauffage (Hunt *et al.*, 2016) ou un broyage. Mastrotheodoros *et al.* (2010) démontrent que la couleur de l'hématite peut être affectée par une combinaison de plusieurs facteurs : la taille des cristaux, la température, le temps de chauffage et la quantité de minéraux accessoires tels que des aluminosilicates capables d'entraver la croissance des cristaux. La présence de minéraux sulfatés a également été identifiée pour des peintures mauves notamment en Australie (Watchman, 1997 ; Huntley *et al.*, 2015).

La **couleur noire** de la plupart des œuvres rupestres est produite par des matériaux structurellement désordonnés et hétérogènes carbonés – suie et charbon – obtenus par chauffage de matériaux organiques incluant du bois (Bonneau *et al.*, 2012 ; Roldán *et al.*, 2013 ; López-Montalvo *et al.*, 2014 ; McDonald *et al.*, 2014) ou obtenus par divers oxydes de manganèse (Chalmin, 2003 ; Chalmin *et al.*, 2004b, 2006 ; Vignaud *et al.*, 2006 ; Jezequel *et al.*, 2011). L'utilisation des oxydes de manganèse dans l'art rupestre aborigène demeure peu commune (McDonald *et al.*, 2014). Enfin, l'utilisation de graphite bien cristallisé est plus rarement observée (Hernanz *et al.*, 2016).

La **couleur blanche** dans l'art rupestre est souvent issue de mélanges de minéraux argileux à base par exemple de kaolinite (Huntley *et al.*, 2011), de muscovite (Cole et Watchman, 1996), de séricite (Walston et Dolanski, 1976) ainsi que des minéraux à base de calcium comme la huntite (Clarke 1976 ; Clarke et North, 1991a, 1991b ; Ford *et al.*, 1994 ; Huntley *et al.*, 2014), la calcite (Huntley *et al.*, 2015), les oxalates de calcium (Ford *et al.*, 1994) et le gypse (Arocena *et al.*, 2008). La présence de gypse sur les sites d'art rupestre est souvent associée à des phénomènes d'altération naturelle du substrat rocheux soumis à des facteurs météorologiques plutôt qu'à un dépôt culturel (Walston et Dolanski, 1976 ; Goodall *et al.*, 2009 ; Bonneau *et al.*, 2012). La présence de gypse, lorsqu'il est identifié en combinaison avec de la calcite, peut être interprétée comme le résultat de l'altération de calcite. Le gypse peut provenir soit du substrat rocheux lui-même (Bonneau *et al.*, 2012), soit par exemple de l'utilisation de coquillages (Scott *et al.*, 1993, 2002) ou bien de coquilles d'œufs de certains mammifères (Rifkin *et al.*, 2016) pour obtenir de la matière nécessaire à la réalisation des peintures blanches.

2.2.2. Les sources de matières colorantes

Les témoignages ethnographiques ont permis d'identifier plusieurs mines exploitées par les populations aborigènes, comme celles de Wilgie Mia (Australie occidentale), Bookartoo (Australie méridionale) ou encore Karrku (Territoire du Nord) (Smith et Fankhauser, 2009). Dans la plupart des cas, les matières colorantes étaient échangées entre les groupes locaux dans un « *passé récent* » (Peterson et Lampert, 1985).

Dans *Journey in Time*, George Chaloupka (1993:83-86) décrit les matières colorantes et la terminologie des couleurs utilisées en Terre d'Arnhem selon le point de vue indigène et européen. Il se consacre, à la fois, aux aspects pratiques et symboliques des matières colorantes ainsi qu'à leur usage de la peinture.

La qualité des matières colorantes est jugée sur plusieurs critères dont la couleur, la pureté ou encore la texture (Taçon, 2004). Les matières colorantes sont collectées à travers tout le plateau de la région, sur les sites exposés en surface, dans des carrières, dans les lits ou bords de ruisseaux. Néanmoins, les matériaux qualifiés de « meilleure qualité » sont habituellement associés à des lieux importants, symboliques, des lieux associés au *Dreaming* (cf. § II.2.3.1.). Ces matériaux très prisés ont pu être échangés sur de longues distances. À partir de témoignages ethnologiques, Chaloupka (1993) rapporte plusieurs lieux du *Dreaming* où sont collectées les matières colorantes utilisées pour l'art rupestre et la peinture corporelle. Les matières colorantes blanches, nommées *delek*, proviennent de trois grands lieux dont le plus important est Madjarrwalwal, situé le long de la Goomadeer River. La « meilleure » source de matières colorantes jaunes, appelées *garlba*, de l'ouest du plateau est située dans la région de Kakadu, dans le massif de Mount Brockman. Les matières colorantes jaunes pouvaient aussi être collectées dans les affluents des ruisseaux à Nourlangie et dans la vallée de Deaf Adder Creek (Kakadu). *Gunnodjbe* représente les matières colorantes rouges les plus couramment utilisées et retrouvées notamment à Gunnodjbedjahdjam situé aux environs de Jim Jim Falls (Kakadu). Le mot *marmarr* désigne les hématites à teinte pourpre. Les populations aborigènes racontent que certaines *marmarr* « ont des yeux », causé par l'éclat spéculaire de ces hématites. Il existe plusieurs sources importantes de ce minéral dans la région, notamment dans le Kakadu (Chaloupka, 1993).

Au-delà des quatre couleurs principales, la palette des artistes s'est étoffée de couleurs nuancées, en raison de mélanges intentionnels mais aussi de la pureté et de l'intensité des matières colorantes rouges et jaunes. Ainsi, la gamme des teintes reflète la composition minérale des matières colorantes ferrugineuses. En effet, ces dernières sont rarement pures, c'est-à-dire uniquement constituées d'oxydes ou d'hydroxydes de fer, et contiennent divers minéraux en quantité variable, les plus classiques étant le quartz et les aluminosilicates (feldspaths, micas). Le rouge se décline ainsi du rose pâle à des teintes plus orangées ou brunes voire violettes. Il en est de même pour la couleur jaune dont la teinte varie du jaune pâle au jaune foncé en passant par du jaune-orangé. La gamme des teintes est complétée par des jeux optiques lorsque la matière picturale est déposée sur un support rocheux dont la couleur de fond contraste ou lorsque des repeints sont réalisés. Malgré la stabilité structurale et chromatique des composants des matières picturales, les interactions entre le substrat rocheux et les peintures ainsi que l'altération de ces dernières soumises aux facteurs environnementaux peuvent donc entraîner l'apparition de nouvelles teintes.

2.3. Panorama des vestiges associés à l'art rupestre

Les vestiges associés à l'art rupestre regroupent aussi bien les peintures et les gravures présentes sur les parois des sites ornés, que les matières colorantes et colorées mises au jour dans les dépôts d'occupation. Parmi ces dernières, il importe de faire la distinction entre les vestiges témoins d'une activité culturelle, voire artistique, et les vestiges « naturels ». Les premiers sont les vestiges archéologiques considérés comme culturels, c'est-à-dire façonnés et utilisés par l'Homme. Par opposition, les vestiges dits « naturels » ont soit une origine animale (tels les ossements), végétale (telles les céréales) ou minérale et n'interviennent pas dans la réalisation des peintures rupestres. Cette diversité de vestiges a été mise au jour à Nawarla Gabarnmang (cf. § IV.1.2.3.). Le rôle des différents vestiges dans la chaîne opératoire de réalisation des peintures et les informations pouvant être obtenues de leur étude sont discutés ci-dessous.

2.3.1. Les vestiges au service de la préparation de la matière picturale

Les macro-outils

Le meulage, le broyage, le concassage ou le raclage des matières colorantes pour produire de la poudre colorante utilisée dans la fabrication de la matière picturale sont des pratiques courantes depuis près de 100 000 ans (Hovers *et al.*, 2003 ; d'Errico *et al.*, 2010 ; Watts, 2010 ; Henshilwood *et al.*, 2011). On distingue deux grandes classes de macro-outils employés pour travailler ces matières colorantes (Salomon, 2009), d'une part, les outils servant à racler tels que les racloirs, les lames et les burins en silex et d'autre part, les outils servant à concasser et à broyer ou sur lesquels les matières colorantes ont été frottées comme les percuteurs, les tables de broyage et broyeurs, les mortiers et pilons, les meules et molettes, les dalles de pierre, etc.

Des vestiges lithiques de type meule ont été découverts dans les « trousseaux à outils » des premiers humains arrivés sur le continent australien (Fullagar *et al.*, 2008 ; Clarkson *et al.*, 2015 ; Fullagar *et al.*, 2015). Ces meules sont généralement plus répandues dans le mobilier archéologique datant de l'Holocène que dans celui du Pléistocène (Allen, 1974 ; Balme, 1991 ; Balme *et al.*, 2001). Les travaux de Mike Smith (1985) ont permis de séparer les meules en deux grandes catégories selon des critères morphologiques. La première catégorie comprend les meules dites « formelles » utilisées spécialement pour le broyage des céréales, et la seconde réunit les meules dites « amorphes » à usage multifonctionnel servant à transformer des matières d'origines diverses, telles les matières végétales (céréales, fruits, légumes ou fibres végétales), animales (cuir, viande séchée) et minérales (matières colorantes). Ces meules multifonctionnelles sont caractérisées par une surface plate, tandis que les meules destinées à la mouture de céréales présentent généralement une ou deux profondes rainures sur leur surface fonctionnelle (Veth et O'Connor, 1996). Ainsi, la fonction même des meules peut être lue non seulement à travers l'étude des traces d'usure mais aussi par l'étude des différents résidus retrouvés en surface, quelle que soit leur origine, végétale, animale ou minérale. Ces résidus constituent de bons indicateurs de l'usage de ces vestiges lithiques (Fullagar *et al.*, 2008 ; Field *et al.*, 2009 ; Smith *et al.*, 2015 ; Fullagar *et al.*, 2017 ; Hayes *et al.*, sous presse).

Une problématique récurrente concernant les meules est la détermination de leur âge. Plusieurs auteurs ont montré que le changement d'usage des meules pouvait être lié à une adaptation des activités anthropiques cohérentes avec un changement climatique au début de l'Holocène (Allen, 1974 ; Fullagar et Field, 1997 ; Fullagar *et al.*, 2017). Toutefois, des meules recouvertes de traces d'utilisation ont été retrouvées dans des sites plus anciens (Kamminga et Allen, 1973 ; Schrire, 1982 ; Smith, 1985 ; Roberts *et al.*, 1990 ; Fullagar et Field, 1997). Les traces d'usure et les différents résidus associés présents sur ces vestiges lithiques n'ont cependant que très rarement été examinés en détail. Des preuves de transformation de céréales en contexte pléistocène sont néanmoins attestées sur deux sites situés en Nouvelle-Galles du Sud, à Cuddie Springs (Fullagar *et al.*, 2008) et sur le site du lac Mungo (Fullagar *et al.*, 2015).

La présence de taches colorées a été remarquée sur différentes meules en Australie, bien qu'aucune analyse n'ait été réellement entreprise sur ces celles-ci. Balme *et al.* (2001) notent seulement que de « *l'ocre a été observée macroscopiquement* » sur une meule découverte dans l'abri de Puntutjarpa dans le Desert Western. De même, des oxydes de fer sont identifiés sur huit meules parmi une cinquantaine retrouvées sur un site de plein air dans la région de Pilbara, en Australie occidentale (Fullagar *et al.*, 2017). À Madjedbebe, Clarkson *et al.* (2015) observent des traces colorées sur une meule retrouvée dans une strate archéologique datée par thermoluminescence de $52\ 000 \pm 11\ 000$ ans. Ils déduisent que cette découverte fournit une preuve de la transformation de matières minérales pour la production de poudre colorante.

En conclusion, peu d'études sur les résidus colorés présents sur les meules ont été réalisées à ce jour en Australie. La découverte de tels vestiges en contexte stratigraphique alimente les discussions sur l'ancienneté des premières manifestations de l'art rupestre. La détermination de la nature des matières minérales travaillées pour extraire de la poudre colorante et l'étude des stigmates enregistrés lors de cette étape sont autant d'indices qui participent à la reconstitution des savoirs-techniques des premiers artistes australiens.

Les pièces facettées et striées

Les vestiges signalés sous l'appellation générique de « crayons » présentent en général une ou plusieurs facettes, de stries et/ou de polis (Fig. I-12), des stigmates causés par les efforts mis en œuvre lors de l'extraction de poudre. Dans la suite du manuscrit, ces vestiges sont désignés en tant que « pièces facettées et striées ».

En complément de l'exploitation systématique de matières colorantes (Barham, 2002 ; Dayet *et al.*, 2015), la présence de vestiges portant les stigmates d'une utilisation anthropique ou des gravures intentionnelles reflète l'émergence de la modernité comportementale et symbolique, voire du langage des Hommes préhistoriques (Hovers *et al.*, 2003 ; Henshilwood et Dubreuil, 2009). Ces vestiges sont, en effet, porteurs d'informations révélant les connaissances techniques (Hodgskiss, 2010, 2012, 2013 ; Rifkin, 2012 ; Salomon *et al.*, 2015), les capacités cognitives (Henshilwood *et al.*, 2001 ; d'Errico *et al.*, 2010, 2012), ainsi que les conceptions « symboliques » au sens large (Henshilwood *et al.*, 2002 ; Soressi et d'Errico, 2007 ; Henshilwood *et al.*, 2009 ; Watts, 2009 ; d'Errico et Stringer, 2011).



Figure I-12 : « Crayon de Lascaux » (© C2RMF, D. Vigears)

En Terre d'Arnhem, des pièces facettées et striées ont été retrouvées à Madjedbebe dans des couches sédimentaires datées entre $61\ 000 \pm 13\ 000$ et $45\ 000 \pm 9\ 000$ ans (Roberts *et al.*, 1990). À Nauwalabila I (Jones et Johnson, 1985a ; Roberts *et al.*, 1994), des pièces facettées et striées ont été mises au jour dans une couche sédimentaire datée de $53\ 400 \pm 5\ 400$ ans. Néanmoins, l'usage de ces pièces reste indéterminé. En Europe également, la présence de tels vestiges dans des contextes déconnectés de l'art rupestre pose les mêmes questions d'usage (Salomon *et al.*, 2008b). Sur le site de Sandy Creek 1 (Péninsule du Cap York, Australie), une des plus anciennes preuves relative à une activité picturale a été identifiée sous la forme de vestiges montrant des striations et/ou des bords biseautés dans une strate datée de $31\ 900 \pm 700$ ans BP (Cole *et al.*, 1995). Dans l'abri adjacent de Sandy Creek 2, des matières colorantes portant des marques d'utilisation ont été retrouvées le long de la séquence stratigraphique d'un carré de fouille allant de la fin du Paléolithique à l'époque moderne (Cole, 2012). Lors des fouilles du site EXF3, compris dans le même complexe de sites d'art rupestre que Nawarla Gabarnmang – un complexe regroupant plusieurs sites archéologiques –, David *et al.* (2017c) relatent la découverte d'un « crayon » de couleur rouge facetté et strié dans une strate sédimentaire datée de $9\ 540 - 9\ 260$ ans cal BP, à l'aplomb de peintures représentant deux lignes superposées d'anthropomorphes de couleur rouge en style *Stick*, recouvrant une troisième lignée d'anthropomorphes peints en rouge et jaune (Fig. I-13).



Figure I-13 : Peintures d'anthropomorphes en style *Stick* à l'abri EXF3 (Terre d'Arnhem) (© B. David)

Si la présence de tels vestiges dans des couches sédimentaires datant du Paléolithique supérieur permettent d'attester que l'arrivée des premiers Hommes sur le continent australien remonte à une date plus ancienne que celle avancée auparavant (Roberts *et al.*, 1990, 1994), leur étude physico-chimique n'en demeure qu'à ses premiers balbutiements (David *et al.*, 2017b, 2017c) et à ce jour, aucune étude tracéologique ou de reconstruction de leur histoire technologique n'a été réalisée.

2.3.2. Les « vestiges déchets » issus de la fabrication de la matière picturale

Sous l'appellation « vestiges déchets » sont réunis les résidus de matière, colorante ou non, issus du travail de préparation de la matière picturale par abrasion, raclage, etc. La compréhension des résidus de matières colorantes et colorées considérés comme les déchets, des restes de préparation de matières premières nécessite un examen minutieux du contexte archéologique et du reste du matériel archéologique. Parmi ces vestiges, les matériaux brillants et les résidus osseux sont pris en compte et leur rôle au sein de la chaîne opératoire est examiné.

Les résidus de matière colorante

Les résidus de matière colorante possèdent comme leur nom l'indique un pouvoir colorant. Ils se présentent sous diverses couleurs (jaune, orange, rouge, brun, mauve, blanc, noir), morphologies et sont généralement de petite taille (entre 2 mm et 1 cm). Certains résidus montrent des facettes à bords arrondis tandis que d'autres révèlent des cassures plus ou moins anguleuses, qui constituent des indices potentiels liés à une préparation de la matière picturale à partir d'un bloc de matière colorante de taille plus importante. Dans la majorité des cas, aucune trace d'utilisation ne peut être mise en évidence sur ces résidus de matière colorante trouvés en fouille. Bien que considérés comme des « déchets » liés à la fabrication de la matière picturale, il est cependant délicat de prétendre que ces résidus de matière colorante aient fait l'objet d'une exploitation anthropique. Les résidus de matière colorante peuvent, en effet, se former *in situ*, si la géochimie du sol d'enfouissement est propice à la

formation *in situ* de minéraux riches en fer (Cornell et Schwertmann, 2003 ; Triat, 2010). Par ailleurs, l'altération chimique des parois et/ou des plafonds des abris rocheux combinée à des phénomènes de desquamation peuvent être à l'origine de la chute de petits fragments altérés issus de la roche mère sur le sol d'occupation. Les études géochimiques et taphonomiques aident alors à distinguer les matières colorantes formées *in situ* et celles introduites sur les sites.

Enfin, l'hypothèse de l'apport non volontaire, par exemple par l'intermédiaire de boues argileuses riches en fer collées aux pieds des Hommes ou sur les pattes des animaux, est également à considérer.

Les résidus de matière colorée

Les résidus de matière colorée s'apparentent à de petits fragments rocheux dépourvus de pouvoir colorant. Leur coloration peut être naturelle ou résulter de leur mise en contact avec des matières colorantes. Si la littérature archéologique fourmille de descriptions de résidus de poudre colorante présents sur divers types de matériaux – tels des ossements (Thorne *et al.*, 1999 ; Delsate *et al.*, 2009), des coquillages (d'Errico *et al.*, 2005), des éléments de parure, des statuettes (Zinnen, 2004) – peu d'attention a été portée aux résidus de matière colorée. Pour cause, comme dans le cas des résidus de matière colorante, en l'absence de trace d'utilisation il est difficile de prétendre qu'ils aient été exploités par les Hommes. Seule une étude minutieuse du contexte archéologique et du reste du matériel archéologique peut permettre de vérifier si ce sont bien des déchets de préparation.

Les matériaux brillants

Des minéraux présentant un éclat brillant sont parfois retrouvés en contexte archéologique. Il est possible qu'ils aient été amenés sur le site en tant que « curiosité », du fait de leur brillance attirant le regard. En effet, l'originalité de ces matériaux conférerait-elle une valeur symbolique particulière à ces derniers, les destinant ainsi à un usage spécial ? Salomon (2009) désigne par « curiosités » des objets non modifiés constitués de matières minérales exogènes et rapportés sur les campements et sites d'habitat. Se référant aux écrits de Marcel Otte qui envisage que « *leur choix et leur transport manifestent le trouble qu'ils ont provoqué et sont peut-être à l'origine du sens symbolique qui leur fut conféré, comme c'est le cas d'objets analogues dans les sociétés primitives d'aujourd'hui* » (dans Salomon, 2009:82), l'auteur énonce que le transport de ces matières *a priori* non utilitaires évoquerait ainsi une utilisation symbolique. Laure Dayet (2012) émet l'hypothèse que l'aspect spécifique des *shales* finement laminées, présentant un éclat brillant conféré par leur structure micacée, peut avoir contribué à leur sélection au moment de l'approvisionnement en matières premières par les Préhistoriques. La « brillance » apparaît ainsi, en plus de la couleur, comme un critère potentiel pour expliquer la collecte de tels matériaux et le choix de sources éloignées du site.

Les vestiges osseux

Des ossements humains peints sont parfois découverts dans certains sites archéologiques ; ils sont liés à des rites d'initiation ou des cérémonies funéraires (Thorne *et al.*, 1999 ; Tomasini *et al.*, 2015). Des restes osseux d'animaux ont également été mis au jour, liés à des préparations culinaires. Il n'est donc pas surprenant d'identifier des matériaux caractérisés par une composition chimique avec une teneur élevée en hydroxyapatite (phosphate de calcium), principal constituant minéral des os. Cette phase minérale a, par ailleurs, été détectée dans des peintures rupestres en Europe, ce qui soulève plusieurs hypothèses quant à sa présence. La principale hypothèse repose sur la possibilité que des fragments osseux aient été introduits accidentellement, telle une impureté, lors de la préparation de la matière picturale avec un outil en os ou lors de son application sur le support rocheux (Baffier *et al.*, 1999 ; Chalmin *et al.*, 2002 ; Gárate *et al.*, 2004 ; Chadeaux *et al.*, 2008 ; Arias *et al.*, 2011). Une autre hypothèse suppose que l'hydroxyapatite puisse exister naturellement en mélange avec des argiles ou des matières premières (Lorblanchet *et al.*, 1990). Par ailleurs, des analyses réalisées sur des peintures noires dans des sites postglaciaires du Sud-Est de la France ont mis en évidence une association d'hydroxyapatite et de withlockite, espèce minérale formée lorsque l'os est chauffé vers 600°C (Hameau *et al.*, 2001). De même, la détection à plusieurs reprises de restes de dents dans la matière picturale à Tito Bustillo, en Espagne (de Balbín Berhman et González, 2009) et la présence de bois de renne dans des peintures à Lascaux (Chadeaux *et al.*, 2008) ont contribué à alimenter l'hypothèse selon laquelle des fragments osseux étaient ajoutés intentionnellement dans la matière picturale.

L'étude des « vestiges déchets » peut mettre en exergue les critères de sélection des divers matériaux (matières colorantes, charges et liants) entrant dans la composition des recettes picturales. La quantité et la distribution des matériaux le long de la séquence stratigraphique d'un carré de fouille constituent des indices sur la chronologie et l'intensité d'épisodes artistiques au cours du temps. Par ailleurs, les changements de matériaux au cours du temps peuvent également fournir des informations sur une modification dans les pratiques artistiques, culturelles et/ou d'accès aux sources d'approvisionnement en matières premières.

2.3.3. Les vestiges liés à l'application de la matière picturale

Les vestiges ayant servis à l'application de la matière picturale comprennent en premier lieu les peintures et dessins rupestres eux-mêmes. Des outils tels que les « palettes » – qui comptent notamment celle retrouvée dans la grotte de Lascaux (Chalmin *et al.*, 2004a, Fig. I-14) –, les spatules, les lissoirs, les brunissoirs et les pinceaux font partie de cette famille de vestiges. Elle contient également les gouttes et éclaboussures de peinture qui peuvent être découvertes sur le sol lors de la réalisation des peintures rupestres. Dans les dépôts d'occupation, il peut aussi être retrouvé des roches peintes sous forme d'écailles rocheuses ou de fragments de plafond effondré suite à des phénomènes naturels (desquamation) et/ou anthropiques (aménagement du site).

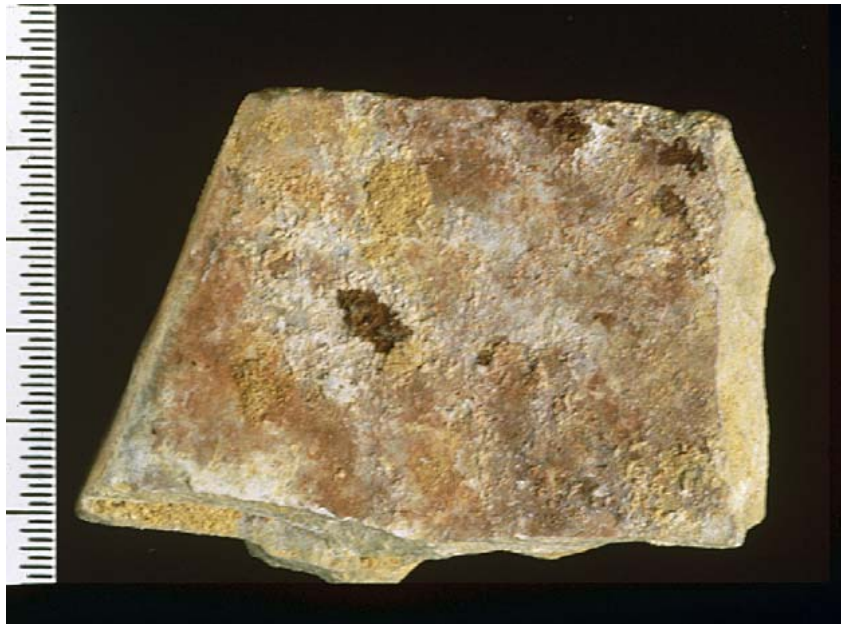


Figure I-14 : « Palette » préhistorique retrouvée dans la grotte de Lascaux (© C2RMF, D. Vigears)

Les gouttes de peinture

Très peu de sols archéologiques associés à des parois ornées ont permis de conserver et de livrer des vestiges résultant de l'application de matière picturale. Cette rareté peut s'expliquer par des phénomènes taphonomiques causés par la dégradation des sols (Salomon, 2009) et aussi par le manque de recherche de tels vestiges. Par ailleurs, il est également possible que les préparations picturales n'aient pas été réalisées à l'aplomb des parois ornées mais à d'autres endroits du site, ou que la matière picturale produite ne soit pas suffisamment liquide pour engendrer des gouttes lors de son application.

« Un groupe de taches et d'éclaboussures d'ocre » a été observé sur le sol préhistorique de la grotte de la Tête du Lion (Ardèche) et interprété comme le lieu de préparation de la matière picturale. S'il est précisé que la paroi est ornée de peintures rouges et jaunes (Combier, 1977), aucune information n'est donnée sur la couleur de ces taches et éclaboussures, ni sur leur composition.

Une quinzaine de petites taches rouges ont été observées sur un site à Maastricht-Belvédère (Pays-Bas). Ces concentrés de matières rouges – ainsi désignés par l'auteur – sont imprégnés dans le sédiment sableux et présentent une taille maximale variant entre 0,2 et 0,9 cm, pour une épaisseur comprise entre 0,1 et 0,3 cm (Roebroeks *et al.*, 2012). Leur analyse a permis d'identifier l'hématite comme principal constituant. Suite à des expérimentations archéologiques, l'auteur écarte la piste de l'origine naturelle. Il propose que l'hématite ait été originellement concentrée en une substance liquide, voire pâteuse. Lors de l'application de cette substance, des gouttes de cette substance seraient tombées sur la surface du sol et mélangées avec le sédiment. L'auteur souligne que l'usage de cette substance reste non définie à ce jour, puisqu'aucune peinture n'orne le site et aucune matière colorante n'a été mise au jour au cours des fouilles.

La mise au jour de tels vestiges est exceptionnelle. La chute des gouttes (cf. § III.2.1.2.) de peinture ou la projection d'éclaboussures résultent de l'application même de la matière picturale sur le support rocheux. Leur découverte dans des niveaux datés permet de dater un ou plusieurs événements artistiques. Un âge de réalisation des peintures peut également être proposé, grâce à la comparaison entre la composition géochimique des gouttes et éclaboussures et celles des peintures présentes sur des parois ou plafonds à proximité. *In fine*, des terminus *ante* et *post quem* sont fournis pour les peintures sous et/ou sus-jacentes aux peintures de même composition que les gouttes et/ou éclaboussures.

Les écailles colorées

Dans la suite du manuscrit, l'expression « écailles colorées » désignera les fragments de roche, généralement de petite taille (de quelques millimètres à plusieurs centimètres), « recouverts » d'une couche colorée, adhérent la plupart du temps sur une seule face.

Dans la Mezeta Central de Santa Cruz, en Patagonie argentine, Miotti *et al.* (2012) ont découvert des écailles rocheuses peintes de couleur similaire à celle de matières colorantes rouges retrouvées dans les mêmes niveaux culturels datant de la fin de l'âge glaciaire. D'après les auteurs, ces vestiges semblent associés aux mains négatives de couleur rouge pâle peintes sur les parois de la grotte. Une des écailles peintes a été retrouvée dans un niveau daté entre $10\,925 \pm 65$ ans BP et $12\,890 \pm 90$ ans BP. La présence des écailles aussi bien dans les niveaux anciens que dans les niveaux subactuels atteste d'une continuité des pratiques artistiques depuis la fin du Pléistocène jusqu'à l'Holocène moyen voire tardif.

Dans le Drakensberg (Afrique du Sud), Pearce et Hobart (2010) font la description macroscopique des peintures présentes sur six fragments rocheux peints collectés en 1893 par Louis Tylor près du mont Giant's Castle. Néanmoins, aucune analyse de la composition des peintures n'est réalisée et aucune information sur l'âge de leur réalisation n'est proposée. Toujours dans les environs de Drakensberg, Bonneau *et al.* (2012) mentionnent la collecte de 154 écailles peintes retrouvées sur le sol de l'abri rocheux nommé RSA TYN2. Cependant, aucune information quant à la séquence et l'époque de leur chute n'a pu être extraite du fait qu'elles aient été retrouvées à même le sol et non enfouies. Ceci laisse supposer que les écailles ont dû tomber récemment. Un autre argument vient appuyer favorablement une telle supposition : il s'agit du très bon état de conservation de la peinture sur les écailles. Les analyses physico-chimiques menées sur ces vestiges ont permis de déterminer l'existence d'au moins deux recettes pour préparer la matière picturale rouge et de souligner des étapes de broyage, de tamisage et de décantation, voire une combinaison de ces trois techniques (Bonneau *et al.*, 2012).

Sous l'Abri Pataud (Dordogne, France), six écailles recouvertes d'une couche picturale de couleur rouge ont été retrouvées à deux endroits distincts. Les écailles peintes présentent différentes compositions chimiques selon leur localisation sous l'abri. Ceci peut être expliqué par l'utilisation de matières colorantes de nature différente et/ou par une collecte en matières premières dans des sources d'approvisionnement différentes selon la période d'occupation (Beck *et al.*, 2011).

Pendant la campagne de fouille de 2014, trois écailles de paroi peintes ont été découvertes dans la grotte aux Points (Aiguèze, Gard). Ces écailles de paroi présentent de grands aplats de couleur

rouge à base d'oxydes de fer (Fig. I-15), sur une épaisseur de quelques microns, intimement mélangés au substrat rocheux calcaire (Chanteraud *et al.*, 2018). Elles ont été retrouvées non pas enfouies dans des sédiments stratigraphiés, mais dans un chaos de blocailles au pied du panneau des « Grands Signes ». Leur emplacement a ainsi été identifié dans ce secteur précis de la grotte, d'autant plus que l'un des « Grands Signes » a été endommagé suite à des phénomènes de desquamation sur sa partie latérale droite (Chanteraud *et al.*, 2018). Les auteurs rappellent qu'il est également possible que, suite à des remaniements, les écailles aient pu être déplacées et ne se trouvent pas au pied de la paroi dont elles proviennent.

À Carpenter's Gap (Kimberley, Australie), la découverte d'un fragment du plafond de l'abri sous roche recouvert de matière colorée rouge est rapportée par Sue O'Connor (1995). Il se présente sous la forme d'une dalle en calcaire « peinte » sans véritable motif et a été retrouvé dans un niveau d'occupation daté entre $33\ 600 \pm 500$ et $42\ 800 \pm 1850$ ans BP (O'Connor et Fankhauser, 2001). Aucune information complémentaire n'est donnée sur la nature de la « peinture ».



Figure I-15 : Écaille colorée provenant de la grotte aux Points (Aiguèze, Gard) (© C. Chanteraud)

Ainsi, la découverte d'écailles colorées, issues de paroi ornée et/ou de plafond peint, dans des niveaux archéologiques datés de manière robuste permet par intercomparaison de remonter à un âge minimal pour la réalisation des peintures rupestres, lorsque celles-ci ne peuvent pas être datées directement. Les écailles colorées sont également étudiées afin d'appréhender des étapes de la chaîne opératoire : en renseignant sur la nature de la couche picturale, elles fournissent des informations sur les sources potentielles d'approvisionnement en matières premières et sur les recettes picturales employées, voire sur l'évolution des pratiques artistiques et des recettes dans le temps.

Les vestiges associés à l'art rupestre se présentent sous diverses formes listées au-dessus. Il a été choisi de les regrouper selon leur place dans la chaîne opératoire avec ainsi (i) les vestiges ayant servi à la préparation de la matière picturale, (ii) les « vestiges déchets » issus de la fabrication de la matière picturale et (iii) les vestiges liés à l'exécution des peintures. L'étude de ces vestiges renseigne sur les différentes étapes de la chaîne opératoire et apporte des informations sur les savoirs-techniques des artistes.

À Nawarla Gabarnmang, l'ensemble de ces vestiges sont présents, permettant de reconstituer cette chaîne opératoire. La mise en place d'une stratégie méthodologique adaptée à la nature des divers vestiges mis au jour lors des fouilles ne peut avoir lieu sans une idée de leur rôle dans la chaîne opératoire. Les questionnements adressés aux meules ne seront pas les mêmes que ceux posés aux gouttes de peinture ou aux résidus de matière colorante par exemple. L'établissement d'une classification fondée à la fois sur des critères macroscopiques, microscopiques et chimiques apparaît ainsi indispensable (cf. § IV) afin de répondre aux problématiques soulevées par chaque classe de vestiges à l'aide des techniques d'analyse physico-chimique appropriées (cf. § V).

3. Les techniques de caractérisation au service de l'étude de l'art rupestre

Les études de l'art rupestre en Australie ont généralement été centrées sur la datation des matériaux à base de carbone associé aux peintures (cf. § I.1.2.1.). Toutefois, de nombreuses informations peuvent être tirées de l'étude des matières colorantes utilisées pour créer les œuvres rupestres. Ainsi, outre le volet datation, les études de caractérisation des matières colorantes ont été menées pour (i) construire les connaissances sur la nature des matières colorantes de l'art rupestre ainsi que sur leurs modes de préparation et d'application, (ii) identifier leur source d'origine, (iii) les authentifier ainsi que, (iv) déterminer leur état de conservation.

3.0. Préambule aux techniques de caractérisation

L'analyse des matières colorantes utilisées pour produire les peintures rupestres implique habituellement une combinaison de techniques analytiques afin de proposer une caractérisation physico-chimique exhaustive. Les matières colorantes sont des composés complexes et hétérogènes et une seule approche est rarement suffisante pour acquérir les informations nécessaires à leur étude en site archéologique.

Plusieurs techniques d'analyses élémentaires peuvent être utilisées pour étudier les matières picturales et colorantes. La microscopie électronique à balayage couplée à la spectrométrie de fluorescence X (MEB-EDS) apporte des informations micromorphologiques en parallèle d'analyses semi-quantitatives et de cartographies élémentaires. La spectrométrie de fluorescence X (XRF) permet d'obtenir un profil élémentaire. Depuis une quinzaine d'années, son application a été étendue

aux études sur l'art rupestre avec le développement de l'instrumentation portable (pXRF). De tels équipements permettent des études *in situ* sur les sites d'art rupestre et ainsi de minimiser les dommages associés à la collecte d'échantillons de peinture. La spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif (ICP-MS pour *Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry*) est une technique permettant la détection et la quantification d'une vaste gamme d'éléments majeurs, mineurs et traces lorsqu'il est possible de prélever et de détruire l'échantillon au cours de l'analyse. La technique consistant à utiliser une ablation laser (LA-ICP-MS) implique toujours le prélèvement de matériel mais en moindre quantité, de la taille du micron. Les techniques PIXE (*Particle Induced X-ray Emission*) et PIGE (*Particle Induced Gamma-ray Emission*) sont des techniques qui permettent la détection et la quantification des éléments majeurs, mineurs et traces. Contrairement à l'ICP-MS, il s'agit de techniques non destructives et n'impliquant pas de préparation préalable, qui nécessitent néanmoins l'accès à un accélérateur.

Les techniques permettant d'identifier la structure cristalline des minéraux des peintures rupestres sont diverses et utilisées en combinaison avec les analyses élémentaires. Parmi ces techniques, la diffraction de rayons X (DRX) permet de déterminer et de quantifier les phases minérales bien cristallisées. La cristallographie s'étend à l'étude de matériaux intrinsèquement désordonnés ou partiellement cristallisés (analyse de la fonction de distribution de paires ou PDF) (Bordet, 2008). La quantité d'échantillon requise pour la DRX conventionnelle limite son application mais lorsqu'il est possible d'avoir accès à une source synchrotron (SR-), de plus petites quantités peuvent alors être analysées avec succès. La micro-tomographie à rayons X assistée par ordinateur (μ -CT) est un outil structural de base développé initialement pour le domaine médical et utilisé aussi en paléanthropologie – sur des matériaux hétérogènes tels que des organismes fossiles de la faune et de la flore (Pradel *et al.*, 2009 ; Emonet *et al.*, 2012 ; Moreau *et al.*, 2014, 2016) –, en géosciences (Cnuddle et Boone, 2013 ; Fouinat *et al.*, 2017), pour des alliages métalliques (Jiménez *et al.*, 2012), des matériaux à base de carbone (Bleuet *et al.*, 2008) et dans le domaine de l'art (Ghysels, 2003 ; de Nolf et Janssens, 2010 ; Álvarez-Murga *et al.*, 2012). Couplée à la DRX, la μ -CT permet d'identifier les phases minérales majeures et mineures des matériaux tout en conservant leur organisation spatiale puisqu'il s'agit d'une technique non destructive (Cersoy *et al.*, 2016 ; Chalmin *et al.*, 2017a). Pour l'identification et la caractérisation des matériaux inorganiques et organiques, les spectrométries Raman et infra-rouge par transformée de Fourier (FTIR) peuvent également être appliquées.

Grâce aux progrès méthodologiques et technologiques, l'utilisation des techniques de caractérisation pour les analyses de l'art rupestre, en laboratoire ou *in situ* s'est considérablement développée, avec notamment l'augmentation de la sensibilité des appareils, leur portabilité et l'amélioration du rapport coût/efficacité.

3.1. La construction des connaissances sur les matières picturales

Un large panel de techniques d'analyse a été mis en œuvre pour enrichir les connaissances de l'art rupestre dans chaque région d'Australie, que ce soit sur la nature des matières colorantes, les étapes de préparation et les recettes picturales utilisées dans l'art rupestre de la Nouvelle-Galles du Sud (Huntley *et al.*, 2011 ; Huntley, 2012), dans le Queensland (Cole et Watchman, 1996), dans le Kimberley (Clarke, 1976 ; Crawford et Clarke, 1976 ; Ford *et al.*, 1994 ; Watchman, 1997 ; Ward *et al.*, 2001 ; Huntley *et al.*, 2014, 2015) et en Terre d'Arnhem (Brandl, 1973 ; Clarke et North, 1991a, 1991b ; Watchman *et al.*, 2004 ; Castets *et al.*, 2014 ; Wesley *et al.*, 2014 ; Hunt *et al.*, 2015, 2016 ; Chalmin *et al.*, 2016, 2017a).

L'art rupestre de la Terre d'Arnhem a fasciné les chercheurs dès les années 1950 (cf. § I.1.1.). Ce n'est toutefois qu'à partir des années 1970 que des chercheurs se sont intéressés à la nature des matières picturales présentes dans les abris rocheux. Les premières références s'attachent à la description des matières premières, à leur origine géographique et à leur valeur symbolique (Brandl, 1973 ; Chaloupka, 1993). La première étude détaillée des matières picturales est entreprise par Clarke et North (1991a, 1991b). Leur recherche porte sur la détermination de la composition chimique et minéralogique des peintures *post*-estuariennes de différents sites dans le Kakadu National Park. Les objectifs de l'étude sont d'identifier et de décrire chimiquement et physiquement (i) les peintures rapportées à la phase *post*-estuarienne, (ii) les peintures contemporaines réalisées par les Aborigènes, (iii) les liants naturels disponibles dans la zone étudiée et enfin, (iv) quantifier la composition chimique des sels présents sur les surfaces rocheuses et dans les peintures ainsi que de qualifier leur effet sur ces dernières. Par ailleurs, avant d'examiner les peintures rupestres, des échantillons provenant de sources locales traditionnelles ont été analysés. Les matières de couleur blanche correspondent à de la kaolinite et à de la huntite. Les matières de couleur rouge contiennent de l'hématite pure ou mélangée avec des argiles. Les matières de couleur jaune et brune sont composées de mélanges d'oxydes de fer et d'argiles ; la couleur reflète les proportions relatives de minéraux et la nature minéralogique de l'oxyde de fer. Les peintures sont quant à elles étudiées par microscopie optique, MEB-EDS, ICP, DRX et FTIR. Les auteurs identifient un large panel de minéraux naturels utilisés pour créer l'art rupestre *post*-estuarien incluant la dolomite, la montmorillonite, la kaolinite, la calcite, l'hématite et la jarosite (cf. Annexe 1 pour retrouver les formules structurales des minéraux cités dans la thèse). Des peintures d'origine européenne sont également identifiées sur la base de présence de « *modern industrial materials* » (Watchman, 1990). La présence de liant n'est pas déterminée. Enfin, l'analyse des sels minéraux montre qu'ils proviennent pour la majorité de dépôts atmosphériques et qu'ils sont responsables de la détérioration des peintures rupestres de la région (Clarke et North, 1991a, 1991b).

Mis à part cette étude, peu d'informations sont acquises à propos des matières picturales ; les recherches ayant été plus dédiées à la compréhension de leurs significations symboliques (Chaloupka, 1993) et à l'établissement de l'âge des peintures à partir de l'identification de styles artistiques particuliers (cf. § I.1.1.). Les questions sur la provenance et les méthodes de préparation des matières colorantes utilisées dans les peintures rupestres ne font l'objet d'études que depuis récemment (Watchman *et al.*, 2004 ; Wesley *et al.*, 2014 ; Hunt *et al.*, 2015, 2016 ; Chalmin *et al.*, 2016, 2017a).

Les matières colorantes utilisées pour produire les nombreuses peintures *X-ray* de l'abri de Dalakngalarr 1 situé sur le plateau de la Terre d'Arnhem ont récemment été étudiées par Hunt *et al.* (2015, 2016). L'un des objectifs vise à comprendre la nature et l'origine des peintures de couleur mauve observées notamment au niveau des représentations de poissons en style *X-ray* (Fig. I-16).



Figure I-16 : Peintures polychromes de poissons en style *X-ray* à Dalakngalarr 1 (Terre d'Arnhem)
(© P. Thomas)

De précédentes études focalisées sur les peintures mauves en Australie ont montré qu'elles étaient souvent, mais non systématiquement, présentes dans les plus anciennes phases des séquences stylistiques des régions du nord de l'Australie, du Kimberley au Queensland en passant par la Terre d'Arnhem (Watchman, 1997 ; Ward *et al.*, 2001 ; Huntley *et al.*, 2015). Il a longtemps été supposé que le couleur mauve était due à l'utilisation de sang, de sève d'arbre et/ou autre substance organique comme liant ou substance colorante (Chalmin et Huntley, 2017). Néanmoins, l'analyse de peintures mauves du Kimberley a révélé la présence d'un sulfate de fer et potassium, la jarosite, comme constituant minéral majeur (Watchman, 1997 ; Ward *et al.*, 2001). Ce minéral se forme par oxydation de sulfures de fer tels que la pyrite. La jarosite se trouve dans des filons au sein de roches métamorphiques et magmatiques. Sa présence dans l'art rupestre reste rare même si on la rencontre dans le Kimberley (Ford *et al.*, 1994 ; Huntley *et al.*, 2015), en Terre d'Arnhem (Watchman, 1990), au Queensland (Mardaga-Campbell *et al.*, 2001), dans la partie méridionale (Jercher *et al.*, 1998), ainsi que dans d'autres parties du monde, notamment en France (Pomies et Vignaud, 2009), en Argentine (Darchuk *et al.*, 2010) et en Patagonie (Boschin *et al.*, 2011).

L'étude des peintures mauves des motifs *Gnion* dans le Kimberley, *via* les analyses par pXRF, MEB-EDS et DRX, a mis en évidence la présence de deux recettes picturales, avec une première recette où l'hématite est le composant majeur et une seconde pour laquelle la jarosite domine (Huntley *et al.*, 2015). Les analyses réalisées par MEB-EDS, spectrométries Raman et FTIR sur les échantillons prélevés dans l'abri de Dalakngalarr 1 ont permis d'identifier l'hématite et la kaolinite, à la fois, sur les peintures rouges et mauves. Les peintures de couleur mauve présentent, néanmoins, des différences microstructurales et micromorphologiques. Les analyses réalisées par spectrométrie Raman ont clairement identifié l'hématite. Cependant, les peintures rouges se distinguent nettement des peintures mauves par la présence d'une bande additionnelle à 660 cm^{-1} sur les spectres Raman obtenus (Hunt *et al.*, 2016). Cette bande est attribuée à une impureté et traduit un désordre structural (Bikiaris *et al.*, 1999 ; Zoppi *et al.*, 2002, 2005, 2008). L'absence d'une telle bande sur les spectres des

peintures mauves indique donc l'absence d'impureté ou de substitution dans la structure de l'hématite. La perte de cette bande sur les spectres Raman de l'hématite a également été observée lorsque ce minéral est chauffé (Lofrumento *et al.*, 2012). Enfin, les cristaux des peintures mauves sont de taille plus importante que celle des peintures jaunes et rouges ; cela peut être un indice d'un mode de préparation et plus particulièrement d'un broyage différent pour fabriquer ces deux matières picturales (Hunt *et al.*, 2016).

Sur le plateau de la Terre d'Arnhem, l'abri JSARN-124 a fait l'objet d'une étude exhaustive incluant notamment la caractérisation des matières picturales, des accrétions minérales et du substrat rocheux, réalisée à l'aide d'un large panel de techniques d'analyse élémentaire et structurale (Chalmin *et al.*, 2017a). L'hématite a été identifiée comme principal composant des peintures rouges tandis que la goëthite a été mise en évidence sur les peintures jaunes. La présence d'oxalates de magnésium (magnésite), de gypse, de sels et de leucophosphite a également été identifiée et fournit des informations sur les processus d'altération du substrat rocheux quartzitique. L'analyse d'échantillons de peinture préparés en coupe transversale a permis de déterminer l'épaisseur de couches picturales, allant de 3 à 360 μm . Une meilleure préservation est observée dans les microporosités et microfissures du substrat rocheux. Cette fine épaisseur indique un lessivage dû à un ruissellement d'eau sur la paroi et montre la forte adhésion de la matière picturale sur le substrat rocheux.

La caractérisation des peintures *Wandjina*, caractéristiques de l'art rupestre traditionnel du Kimberley avec les peintures *Gwion* (Akerman, 2016), a été mise en œuvre dès les années 1970. Crawford et Clarke (1976) sont les premiers à identifier la huntite comme constituant minéral majeur des peintures blanches. Récemment, Huntley *et al.* (2014) étudient pour la première fois par SR- μDRX les minéraux composant les couches picturales stratifiées prélevées sur une peinture *Wandjina*. Une telle stratification avait été observée et étudiée précédemment fois par John Clarke (1976). Le prélèvement étudié, de taille très réduite et d'approximativement 3 μg , montre une succession de microcouches alternant huntite et kaolinite. Les peintures rouges sont à base soit d'hématite soit d'un mélange hématite et gibbsite (Huntley *et al.*, 2014). Les résultats acquis démontrent que l'identification minérale de chaque couche picturale individuelle est possible par SR- μDRX , comparativement à la DRX traditionnelle qui nécessite des quantités plus importantes d'échantillons pour parvenir à une caractérisation optimale des compositions minérales.

La majorité des études de peintures rupestres menées dans la Nouvelle-Galles du Sud ont été réalisées sur des sites dans le bassin de Sydney. Les techniques de MEB-EDS, PIXE et DRX ont été mises en œuvre pour étudier la géochimie, la minéralogie et la micromorphologie des prélèvements de peinture provenant de plusieurs sites sur le plateau de Woronora (Huntley *et al.*, 2011). L'analyse des peintures rouges, orange, jaunes, blanches et noires a révélé une composition hétérogène, un mélange d'oxydes de fer, de charbon et de grès local altéré dispersé dans une matrice argileuse (kaolinite et/ou muscovite). De plus, une liste d'éléments traces a été dressée et a ainsi fourni des pistes pour une future recherche de provenance. L'étude de la morphologie des peintures échantillonnées suggère que la matière picturale a été appliquée sous forme liquide, probablement par soufflage direct de la bouche des artistes.

Jillian Huntley (2012, 2015) poursuit son étude de l'art rupestre dans le bassin de Sydney et teste l'application de la pXRF et de la $\mu\text{-CT}$ (Huntley et Galamban, 2016). Les données XRF acquises ont confirmé l'utilisation de mélanges argileux riches en oxydes de fer. Les analyses multivariées,

incluant l'analyse par composantes principales et l'analyse par classification hiérarchique, ont permis de relier la composition chimique des peintures à la composition de sources locales. L'auteur discute également l'influence des propriétés physiques des peintures rupestres sur les résultats obtenus par pXRF. Les propriétés microstructurales, telles que la taille de grain et la porosité, ont en effet la capacité d'atténuer les signaux des rayons X et en conséquence, d'influencer l'analyse semi-quantitative (Huntley, 2012). Les travaux de Huntley et Galamban (2016) menés dans le Kimberley et dans le bassin de Sydney illustrent les informations pouvant être acquises à l'aide de techniques d'analyses non invasives comme la pXRF et la μ -CT. Deux types de matières colorantes, l'une de couleur rouge, l'autre de couleur mauve, sont scannés par μ -CT. Les scans mettent en évidence des différences micromorphologiques. La matière colorante rouge est constituée d'hématite et présente de nombreuses porosités, tandis que la matière colorante mauve est composée d'hématite ainsi que de minéraux argileux et est dépourvue de porosité. Par ailleurs, les scans obtenus sur une accréation minérale révèlent la présence de fissures et de porosités sur la couche externe. Ces observations apportent des informations sur la formation de l'accréation et peuvent servir comme un proxy paléoenvironnemental à l'échelle du panneau, voire du site (Huntley et Galamban, 2016).

Les questions concernant les modes de préparation, d'application et les mécanismes d'altération des matières picturales peuvent trouver leurs réponses grâce à l'identification de la composition chimique et minérale des matières colorantes complexes et hétérogènes qui les composent. Plus particulièrement, des relations entre les matières colorantes et les sources peuvent être établies et permettre ainsi d'acquérir des informations sur les échanges et les contacts intergroupes.

3.2. La provenance des matières colorantes

Dès le XIX^{ème} siècle, de nombreuses études s'intéressent à la recherche et au recensement des sources de matières colorantes en Australie. Watchman (1990) propose une synthèse des données ethnographiques et historiques ainsi qu'une description sommaire de plusieurs sources de matières premières découvertes entre 1834 et 1989. Un résumé des premières études analytiques menées sur les peintures en Australie entre 1974 et 1989 est également présenté (Watchman, 1990). La caractérisation physico-chimique des matières colorantes présentes dans les sources d'approvisionnement débute donc à la fin du XX^{ème} siècle.

Les études axées sur l'aspect provenance des matières colorantes ont tout d'abord commencé par la caractérisation et la discrimination des sources géologiques connues ethnographiquement. Les techniques utilisées afin de discriminer les sources reposent généralement sur la détection et la quantification d'une vaste gamme d'éléments chimiques (majeurs, mineurs et traces).

Les techniques PIXE (David *et al.*, 1993 ; Creagh *et al.*, 2007), ICP-MS (Smith et Fankhauser, 2009), LA-ICP-MS (Green et Watling, 2007 ; Scadding *et al.*, 2015) et l'analyse par activation neutronique (Popelka-Filcoff, 2006 ; Popelka-Filcoff *et al.*, 2011, 2012) ont été utilisées afin de caractériser et de différencier plusieurs sources géologiques sur l'ensemble du territoire australien. Les

résultats obtenus au moyen de ces techniques ont permis de mettre en évidence que les sources possèdent chacune une signature géochimique caractérisée notamment par la présence d'éléments traces spécifiques. Cela permet de déterminer l'origine d'échantillons d'origine inconnue.

Si des méthodes classiques ont pu être utilisées telles que la combinaison XRF/DRX (Jercher *et al.*, 1998), des méthodes plus atypiques ont également été appliquées afin de distinguer les sources. Par exemple, Smith et Pell (2007) ont utilisé le rapport isotopique de l'oxygène ($^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$) contenu dans les grains de quartz associés aux oxydes de fer. Leurs résultats montrent que la méthode est adaptée pour discriminer des sources situées dans des environnements géologiques différents. Toutefois, cette approche ne fonctionne qu'à grande échelle et ne peut être utilisée pour différencier les possibles sources dans une même région. Les auteurs préconisent ainsi l'utilisation de cette méthode combinée avec d'autres techniques géochimiques pour les recherches de provenance à l'échelle régionale (Smith et Pell, 2007). Mooney *et al.* (2003) ont caractérisé les matières colorantes provenant de plusieurs sources en utilisant les propriétés magnétiques des oxydes de fer. Les sources ont été séparées par la susceptibilité magnétique et l'aimantation rémanente isotherme des matières ferrugineuses. Néanmoins, les auteurs estiment qu'il est indispensable de combiner plus de paramètres magnétiques pour parvenir à attribuer un échantillon inconnu à une source (Mooney *et al.*, 2003).

La caractérisation et la discrimination des sources de matières premières peuvent ainsi aider à déterminer la provenance des matières colorantes utilisées pour peindre les abris rocheux ainsi que celles découvertes sur le sol et lors des fouilles des sites d'art rupestre (Scadding *et al.*, 2015 ; Wallis *et al.*, 2016). Par exemple, après avoir caractérisé par LA-ICP-MS les matières colorantes rouges et jaunes de deux sources, Wilgie Mia et Little Wilgie (Australie occidentale), Scadding *et al.* (2015) ont comparé leur composition chimique avec celles des peintures ornant des abris rocheux dans un rayon de 20 km. Les auteurs sont parvenus à attribuer les échantillons archéologiques à chacune des deux sources séparées de seulement 3 km. Leurs résultats montrent que Little Wilgie était la source des matières colorantes utilisées pour peindre dans les abris à proximité.

Les recherches de provenance, parfois appuyées par des témoignages, permettent aussi de retracer les réseaux d'échange entre différents groupes d'individus (Peterson et Lampert, 1985) et apparaissent comme un outil adapté afin d'aborder les comportements socio-économiques au sein des populations (Dayet, 2016).

3.3. L'authentification des peintures rupestres

La caractérisation de la matière picturale permet également d'authentifier les peintures et artefacts aborigènes en faisant la distinction entre les matières colorantes naturelles utilisées par les aborigènes et les matières colorantes synthétiques importées par les Européens.

L'examen d'authentification des peintures rupestres de Bunjils Cave (Victoria) réalisé par A. McConnell (1987) a démontré que les premières méthodes employées étaient inappropriées pour identifier la nature des matières picturales. L'auteur souligne aussi plusieurs problèmes dont l'enregistrement du prélèvement de peinture sur la paroi rocheuse, la possible contamination du

prélèvement causée par l'altération du substrat rocheux ou encore la non représentativité du prélèvement en raison notamment de sa petite taille (McConnell, 1987). Suite à un examen entrepris à l'aide d'un plus large panel de techniques d'analyse – MEB, XRF, DRX, FTIR – l'auteur conclut que les peintures sont d'origine aborigène, puisque la présence de matériaux utilisés dans les peintures modernes européennes n'est pas détectée.

Les peintures bleues présentes dans des abris rocheux à Laura (Queensland) ont été examinées par Cole et Watchman (1993). Les résultats obtenus grâce à la combinaison de plusieurs techniques d'analyse (MEB-EDS, DRX et FTIR) ont révélé la présence de manganèse mélangé avec des minéraux argileux, kaolinite et muscovite, démontrant ainsi qu'il ne s'agit ni de « bleu de lessive » (cf. § I.1.1.2.) ni de bleu de Prusse. Les auteurs proposent que le manganèse contenu dans les peintures ait produit cette teinte bleue suite à l'influence de facteurs micro-environnementaux locaux.

La détermination de la géochimie des matières colorantes utilisées pour peindre aide ainsi à leur authentification et fournit également des indices sur leur temps de réalisation.

3.4. La conservation des peintures rupestres

Les peintures rupestres australiennes ornant les parois d'abris rocheux sont soumises à de multiples facteurs environnementaux (précipitations, variation thermique saisonnière ou diurne, ensoleillement, impacts éoliens...) responsables de leur dégradation. Afin de contraindre les dégradations des sites d'art rupestre, il est nécessaire d'en comprendre les causes ; cela passe par l'analyse à la fois de la composition des peintures, des interactions avec le substrat rocheux et des phénomènes d'altération de la roche.

John Clarke (1976) est l'un des premiers chercheurs à examiner l'instabilité des peintures rupestres en Australie. Il attribue la rapide altération des peintures blanches au fait de l'instabilité de la huntite liée à sa basicité (pH = 9,5).

Lors de leur étude sur la détérioration de l'art rupestre dans l'ouest de la Nouvelle-Galles du Sud, Walston et Dolanski (1976) étudient le substrat rocheux et la nature de peintures jaunes, rouges, blanches et noires par XRF, DRX et FTIR. Après avoir décrit l'état de conservation de l'art rupestre et relever les principales causes de détérioration, ils proposent plusieurs « solutions », par exemple des repeints ou encore la consolidation de la roche par imprégnation de composés à base de silice afin de lutter contre les phénomènes d'exfoliation.

Dans le Kimberley, les travaux de Ford *et al.* (1994) se focalisent sur l'identification de prélèvements de peinture de différentes couleurs ainsi que des échantillons du substrat rocheux adjacent aux échantillons de peinture collectés pendant la saison sèche et la saison humide. Les résultats obtenus par MEB-EDS et DRX indiquent « des différences significatives sur l'acidité de surface et l'activité microbiologique entre les deux saisons ». Ils identifient également la présence de huntite, dolomite, calcite, whewellite et gypse dans la plupart des peintures blanches analysées ainsi que sur le substrat rocheux. La présence fréquente de whewellite sur les échantillons de couleur blanche amène les auteurs à conclure que sa formation est due aux ions oxalates. Ces derniers sont produits par l'activité

métabolique de microorganismes (bactéries, lichen, champignons) et réagissent soit avec la huntite soit avec le substrat calcaire, pour former la whewellite sur le site étudié (Ford *et al.*, 1994).

Outre l'étude des peintures mauves à Dalakngalarr 1 (cf. § I.3.1.), Hunt *et al.* (2015, 2016) analysent aussi des prélèvements de peinture de couleur rouge, orange, jaune et blanche par SR-FTIR. La nature des différents produits d'altération identifiés dans les peintures – l'oxalate glushinskite et la taranakite – suggère des formations dépendant à la fois du substrat rocheux, des matières colorantes originales et de leurs interactions avec des microorganismes (champignons, lichens), des solutions phosphatées (guano d'oiseau ou de chauve-souris) ou avec de l'eau riche en matières organiques (Hunt *et al.*, 2015, 2016).

L'étude des panneaux peints de l'abri JSARN-124 (cf. § I.3.1.) a été menée avec un large panel d'analyses élémentaires et structurales (MEB-EDS, PIXE, micro-spectrométrie Raman et μ -DS-CT) sur des micro-prélèvements de peintures et de paroi non peinte. Elle a permis de mieux appréhender les interactions entre les peintures et le substrat rocheux, ainsi que les mécanismes d'altération de la roche. Il a été montré que la surface de paroi soumise aux intempéries présente la même composition que la roche mère mais en des teneurs plus élevées, traduisant un phénomène de dissolution et de re-déposition. Un minéral phosphaté, la leucophosphite, a également été identifié ainsi que différents types d'encroûtement tels que des sels de chlorure de sodium et du gypse (Chalmin *et al.*, 2017a).

Dans le but de séparer les phénomènes culturels des phénomènes naturels dans la compréhension de l'état de préservation, il est nécessaire d'examiner et de décrire leur contexte, tel que le substrat rocheux qui supporte l'art rupestre et les accrétions minérales qui peuvent être présentes (Huntley, 2012). En outre, dès que l'on s'intéresse aux vestiges de l'art rupestre, il est indispensable de caractériser l'influence de l'environnement à travers l'étude du sédiment dans lequel ils ont été enfouis (Roebroeks *et al.*, 2012 ; Chanteraud *et al.*, 2018).

Les matières colorantes utilisées pour créer les peintures rupestres en Australie ont principalement été étudiées afin d'aider à leur datation, leur authentification et leur conservation ; les questions concernant leur provenance, les modes de préparation et d'application n'ayant été étudiées que plus récemment. Par ailleurs, malgré leur évident potentiel archéologique, les matières colorantes enfouies n'ont, quant à elles, fait l'objet que de peu d'attention. Seules celles portant des facettes et/ou des stries ont été mentionnées voire brièvement décrites ; leur présence sert principalement à appuyer les hypothèses sur l'ancienneté de l'occupation humaine sur le continent australien (Roberts *et al.*, 1990 ; Davidson et Noble, 1992) et l'apparition des premières formes d'art rupestre, indices de l'émergence de la modernité comportementale et symbolique (Taçon et Brockwell, 1995 ; David *et al.*, 2011).

Concernant les matières colorantes utilisées dans l'art rupestre du plateau de la Terre d'Arnhem, peu d'études ont été réalisées à ce jour (Brandl, 1973 ; Clarke et Norh, 1991a, 1991b). Récemment, de nouveaux programmes internationaux et interdisciplinaires travaillent dans ce sens. Ces recherches se sont ainsi intensifiées depuis 6-7 ans et viennent alimenter les connaissances sur l'art rupestre non seulement dans le Kimberley avec le « *Kimberley Foundation Australia* » (Aubert, 2012 ; O'Connor *et al.*, 2013, 2014 ; Huntley *et al.*, 2014, 2015 ; Maloney *et al.*, 2016) mais aussi en Terre d'Arnhem avec le « *Mirarr Rock Art Project* » (coordonné par Sally May, Australian National University)

et le « *Connecting Country: the Jawoyn Homeland Project* » (cf. § II.2.3.3.) dans lequel s'intègre notre recherche doctorale.

3.5. Les études de l'art rupestre dans le monde

En Australie, en Europe, comme par ailleurs dans le reste du monde, la question de l'âge des peintures produites par les Hommes de la Préhistoire constitue un des sujets majeurs des recherches archéologiques (González et de Balbín Behrmann, 2007 ; Hachid *et al.*, 2010 ; Pigeaud *et al.*, 2010 ; Chapot *et al.*, 2012 ; Guidon *et al.*, 2012 ; Ruiz *et al.*, 2012 ; Aubert *et al.*, 2014 ; Rosina *et al.*, 2014 ; Sauvet *et al.*, 2017). Les études de caractérisation des peintures constituent un autre volet de ces recherches archéologiques visant à appréhender la nature des matières picturales, les modes de préparation et d'application pour mieux comprendre les savoir-faire des premiers Hommes et la chaîne opératoire liée à ces pratiques artistiques. Les peintures rupestres ont ainsi été le sujet de nombreuses études archéométriques dans plusieurs parties du monde, en Amérique (Scott *et al.*, 1993, 2002 ; Edwards *et al.*, 1998, 2000 ; Fiore *et al.*, 2008), en Argentine (Wainwright *et al.*, 2000 ; Darchuk *et al.*, 2010 ; Matarrese *et al.*, 2011 ; Yacobaccio *et al.*, 2012), au Canada (Taylor *et al.*, 1974), en Égypte (Darchuk *et al.*, 2011), en Turquie (Mortimore *et al.*, 2004), en Inde (Ravindran *et al.*, 2013), en Chine (Hernanz *et al.*, 2016) et plus particulièrement dans les pays où se concentrent la majorité des sites d'art rupestre : en Afrique (par exemple : Hughes et Solomon, 2000 ; Prinsloo *et al.*, 2008 ; Bonneau *et al.*, 2012 ; Dayet *et al.*, 2013a ; Rifkin *et al.*, 2016), en France (par exemple : Menu et Walter, 1996 ; Smith *et al.*, 1999 ; Chalmin *et al.*, 2003 ; Ospitali *et al.*, 2006 ; Mathis *et al.*, 2014 ; Salomon *et al.*, 2015) et en Espagne (par exemple : Garate *et al.*, 2004 ; Hernanz *et al.*, 2006 à 2012 ; de Balbín Behrmann et González, 2009 ; Iriarte *et al.*, 2009 ; Gay *et al.*, 2015 ; d'Errico *et al.*, 2016).

La sollicitation des méthodes physico-chimiques pour l'étude de l'art rupestre débute avec la reconnaissance de la grande ancienneté des peintures présentes dans les grottes européennes du Paléolithique supérieur. Le chimiste français Henri Moissan (1903) est le premier à étudier les peintures rupestres d'un point de vue analytique. Son objectif est alors d'examiner l'authenticité des peintures de Font-de-Gaume et de La Mouthe (Périgord, France) sur la demande de l'abbé Henri Breuil (Moissan, 1903). De l'hématite et de l'oxyde de manganèse sont identifiés respectivement sur une peinture rouge et une peinture noire. Toutefois, ces recherches sur la composition physico-chimique des peintures ou sur les savoir-faire et techniques des artistes du Paléolithique sont relayées au second plan, la priorité étant aux descriptions et relevés des entités graphiques pour en saisir les significations symboliques. Il faut attendre les années 1980 et le développement des techniques permettant l'étude d'échantillons toujours plus petits pour que l'analyse physico-chimique des peintures devienne plus systématique en Europe (Lorblanchet *et al.*, 1988, 1990 ; Clottes, 1993 ; Clot *et al.*, 1995). Ces premières analyses se focalisent en premier lieu sur la détermination de la nature des matières picturales, sur les différents modes de préparation et d'application afin de reconstruire les savoir-faire des artistes du Paléolithique, à travers la reconstitution de la chaîne opératoire. Par la suite, un intérêt particulier est porté sur les notions de recette picturale et de « pot de peinture » ; les recettes se différencient par la nature de la charge ajoutée pour préparer la matière picturale tandis que les « pots de peinture » se composent de matières colorantes identiques mais issues de différentes sources géologiques (Lorblanchet *et al.*, 1990 ; Menu *et al.*, 1993 ; Menu et Walter, 1996 ;

Chalmin *et al.*, 2002, 2003 ; Vignaud *et al.*, 2006 ; Menu, 2009). La question du traitement thermique des matières colorantes est au cœur d'études depuis plusieurs années. Le changement de couleur, jaune à rouge, a été examiné au travers d'expérimentations afin de révéler les mécanismes de transformation de la goethite en hématite (Pomies *et al.*, 1998, 1999a, 1999b ; Salomon *et al.*, 2008b ; Mastrotheodoros *et al.*, 2010 ; Salomon et Vignaud, 2010). Les résultats ont par la suite été comparés avec des échantillons archéologiques, aussi bien des prélèvements de peinture que des matières colorantes enfouies. Toutefois, si la preuve d'un chauffage peut être amenée, les informations ne sont généralement pas suffisantes pour trancher en faveur d'une chauffe accidentelle ou d'une chauffe intentionnelle (Salomon *et al.*, 2012, 2015).

Les recherches sur la conservation de l'art rupestre débutent quant à elles vers les années 1950 lorsque des démarches sont entreprises pour sauvegarder l'intégrité des peintures de la grotte de Lascaux. De nouveaux questionnements émergent alors et visent à comprendre les processus taphonomiques passés et présents responsables de la dégradation des œuvres rupestres et des divers vestiges archéologiques retrouvés dans les grottes ornées (Barril Vicente et Herras Martin, 1990 ; Ferrier *et al.*, 2012 ; Gay, 2015 ; Chalmin *et al.*, 2017b).

Récemment, les avancées technologiques ont conduit à la miniaturisation des composants des instruments d'analyse, permettant ainsi le développement d'appareils de terrain à prix abordable et l'acquisition de données *in situ* sans prélèvement d'échantillon de peinture. La présence des pistolets à fluorescence de rayons X (de Sanoit *et al.*, 2005 ; Beck *et al.*, 2012a ; Robinson *et al.*, 2015 ; d'Errico *et al.*, 2016), des appareils de spectrométrie Raman portables (Tournié *et al.*, 2010 ; Lahilil *et al.*, 2012 ; Olivares *et al.*, 2013 ; Rifkin *et al.*, 2016) et de DRX portables (Gatto Rotondo *et al.*, 2010 ; Beck *et al.*, 2014) est désormais plus fréquente sur les sites archéologiques.

Dans le souci de détériorer au minimum les œuvres rupestres, des échantillons toujours plus petits sont prélevés. Les analyses de matière picturale sont ainsi généralement appliquées sur des échelles de plus en plus petites (macro au nano) (Dooryhee *et al.*, 2004 ; Cotte *et al.*, 2009 ; Bertrand *et al.*, 2012) incluant une description des constituants chimiques et de leur organisation structurale.

L'instrumentation à haute précision, incluant des sources à haute énergie telles que les sources synchrotron, est devenue plus facilement accessible avec des lignes de lumière dédiées à l'étude des archéomatériaux (Reiche et Chalmin, 2014). Les techniques bénéficiant du rayonnement synchrotron (XRF, DRX, FTIR, tomographie assistée par ordinateur, etc.) sont similaires à leurs équivalents de laboratoire sur le plan théorique mais présentent de nombreux avantages grâce à l'utilisation de la radiation X obtenue avec une source synchrotron au lieu d'une source classique constituée d'un tube de rayons X conventionnel. Les avantages du rayonnement synchrotron sont nombreux : grand flux de rayons X, analyses rapides, hautes énergies (jusqu'à plusieurs centaines de keV), haute résolution spatiale, microfaisceau focalisable (<100 nm) et sensibilité améliorée par la réduction du bruit de fond. Ces divers et nombreux atouts font des techniques utilisant le rayonnement synchrotron des outils particulièrement adaptés à l'analyse de l'hétérogénéité et de la complexité des matières picturales (Bertrand *et al.*, 2012 ; Reiche et Chalmin, 2014). Grâce aux dernières percées technologiques, des appareils de laboratoire tendent désormais à proposer des prestations analytiques se rapprochant de celles délivrées par les méthodes profitant des sources synchrotron (Leynaud *et al.*, 2014 ; Cersoy *et al.*, 2015 ; Variola *et al.*, 2014).

4. Conclusion

L'analyse des matières colorantes utilisées dans les œuvres rupestres en Australie ne se limite pas à la détermination de leur âge. Elle permet également d'enrichir les recherches sur les origines, les modes de préparation et d'application des matières picturales ainsi que sur leur conservation. Il est à souligner que si les peintures ont fait l'objet de nombreuses études de caractérisation, les matières colorantes retrouvées dans les carrés de fouille ont quant à elles moins attiré l'attention des chercheurs, à moins qu'elles ne portent des traces d'un usage anthropique. Les rares études focalisées sur les matières colorantes dénuées de stigmates anthropiques soulignent leur découverte dans des contextes plus anciens et en l'absence de représentations rupestres (Hovers *et al.*, 2003 ; d'Errico *et al.*, 2010 ; Salomon *et al.*, 2012).

La nécessité d'une approche intégrée du site de Nawarla Gabarnmang s'inscrit autour d'une exigence, celle de la mise en cohérence pour chaque espace du site d'informations issues des analyses archéologiques, sédimentologiques, géologiques, géomorphologiques, pariétales et physico-chimiques. Cette exigence est fondamentale pour penser et ensuite construire les différentes interactions qui ont eu lieu entre l'évolution du site et les actions anthropiques.

Dans le cadre de ce travail de thèse, afin de construire les données et les connaissances sur l'art rupestre du site de Nawarla Gabarnmang, notre intérêt s'est porté sur l'ensemble des vestiges archéologiques associés de manière pertinente aux peintures et jouant chacun un rôle dans la compréhension de la chaîne opératoire à l'origine des peintures rupestres (cf. § IV). L'approche multi-technique mise en place pour l'étude des matières colorantes de Nawarla Gabarnmang vise à renseigner la nature des matériaux utilisés pour les peintures ornant plafond et piliers, leur source d'origine et leur mode de préparation (cf. § V). Elle a aussi pour objectif d'approcher un âge de réalisation des peintures à travers la construction des liens chrono-culturels entre les différentes générations de peintures et les différentes phases d'occupation archéologique, *via* les fouilles archéologiques et l'analyse géomorphologique (cf. § VI). Ne disposant pas de prélèvement de peinture du site, l'approche s'appuie donc sur une intercomparaison entre les vestiges de matières colorantes et colorées retrouvées en fouille et les superpositions de peintures encore visibles qui ont été finement étudiées et séquencées relativement les unes aux autres grâce à des matrices de Harris (cf. § III.1.1.). Une première séquence chronologique a ainsi pu être attribuée aux peintures les plus récentes ; elle n'en demeure pas moins relative sans ancrage absolu (cf. § II.3.2.). Néanmoins, l'âge de la plupart des peintures plus anciennes du site demeure inconnu à ce jour. Cela révèle la nécessité de mettre en place une approche permettant de contourner les contraintes et les limites des différentes méthodes de datation présentées dans la première partie du chapitre.

Dans le chapitre suivant, une synthèse des principales recherches archéologiques menées sur le plateau de la Terre d'Arnhem est présentée afin d'aborder les fréquentations de la région depuis la colonisation initiale du continent australien il y a près de 50 000 ans. Le plateau de la Terre d'Arnhem regorgeant de très nombreux sites archéologiques ornés, cette synthèse a pour objet de faire ressortir les raisons qui ont conduit les recherches à se concentrer sur le site de Nawarla Gabarnmang. Ainsi,

après une présentation dans un premier temps du contexte géologique, géomorphologique, social et culturel des terres Jawoyn, le site est décrit de manière détaillée en lien avec son art. Les principaux résultats issus des études anthropo-géomorphologiques, pariétales et archéologiques (datations des fréquentations et matériel de fouille) issus des études menées sur le site depuis sa redécouverte seront exposés.

CHAPITRE II

NAWARLA GABARNMANG



CHAPITRE II	NAWARLA GABARNMANG	61
1.	L'archéologie en Terre d'Arnhem	64
2.	Le Pays Jawoyn	69
2.1.	Le territoire Jawoyn	69
2.1.1.	Contexte géologique et géomorphologique de la Terre d'Arnhem.....	71
2.1.2.	Les conditions climatiques de la Terre d'Arnhem.....	72
2.1.3.	Paléo-environnement et évolution du paysage de la Terre d'Arnhem	72
2.2.	La société Jawoyn.....	74
2.3.	« La » culture des Jawoyn.....	75
2.3.1.	Le Temps du Rêve.....	75
2.3.2.	L'impact des incursions européennes en terres Jawoyn.....	76
2.3.3.	Les programmes culturels.....	76
3.	Les différents contextes de Nawarla Gabarnmang	80
3.1.	Contexte géologique et géomorphologique de Nawarla Gabarnmang.....	82
3.2.	Contexte rupestre de Nawarla Gabarnmang.....	89
3.3.	Contexte archéologique de Nawarla Gabarnmang	95
4.	Conclusion	99

Chapitre II Nawarla Gabarnmang

Le site de Nawarla Gabarnmang se situe sur le plateau de la Terre d'Arnhem en un de ses points les plus élevés (400 m) où prennent naissance différents grands cours d'eau dont la Katherine River, La South Alligator River, Mann River et Wilton River (Territoire du Nord – Australie, Fig. II-1 et Fig. II-3). Ce plateau se caractérise par une alternance d'escarpements abrupts et de vastes surfaces étagées. Ce dispositif est lié au contexte géologique caractérisé par des formations conglomératiques et quartzitiques du Protérozoïque. Le dispositif monoclinale et la résistance des roches sont responsables du caractère marqué des reliefs et des escarpements. C'est dans ceux-ci que s'ouvrent de nombreux abris sous roche.

Cette région est aujourd'hui soumise aux moussons tropicales du nord de l'Australie, avec une saison de pluie intensive entre les mois de novembre et d'avril, et une saison sèche entre les mois de mai et d'octobre.

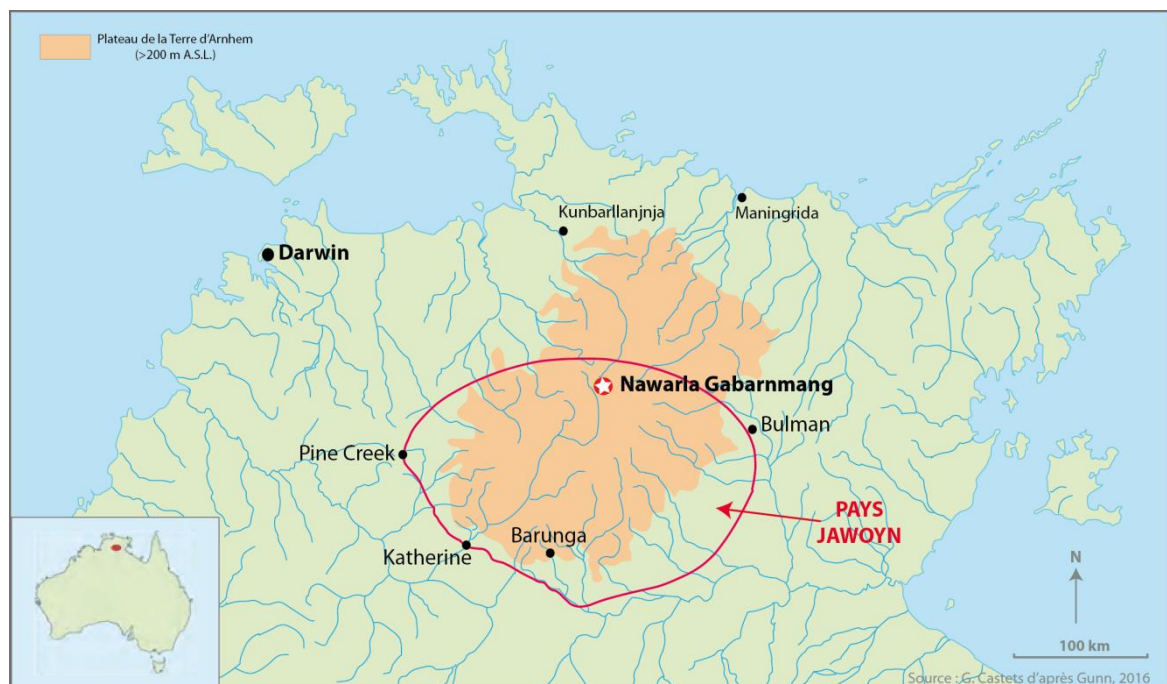


Figure II-1 : Localisation du Pays Jawoyn et de Nawarla Gabarnmang (d'après Gunn, 2016)

Le site de Nawarla Gabarnmang (Fig. II-2) se situe dans le pays du groupe linguistique Jawoyn et plus spécifiquement au cœur des terres du clan Buyhmi. Ce site interpelle par sa topographie qui n'a pas d'équivalent connu par son ampleur sur le plateau de la Terre d'Arnhem. Il se présente en un vaste abri sous-roche (32 m de long, 23 m de large et 2 à 3 m de haut) qui recoupe de part en part un petit relief. Il s'apparente à un espace souterrain aux vastes plafonds plans soutenus par une cinquantaine de piliers.

Cette architecture particulière en protégeant le sol et les plafonds des intempéries extérieures a favorisé la bonne conservation des peintures et des sédiments. De plus, par sa position légèrement perchée au-dessus du relief environnant, il n'est pas soumis aux aléas hydrologiques (inondations pendant la saison des pluies), facteurs de dégradation des vestiges archéologiques. Il domine le haut bassin de la Katherine River qui prend sa source à proximité. Situé à un carrefour géographique très particulier, en têtes de différents cours d'eau (Delannoy *et al.*, 2017), il constitue un site à part à la fois par sa structure paysagère (vaste plafond soutenu par des piliers), sa densité de peintures rupestres (Gunn, 2016) et l'ancienneté de son occupation initiale (David *et al.*, 2011) remontant à l'arrivée des premiers Hommes sur le continent australien, alors appelé Sahul, il y a près de 50 000 ans.

Dans la **première partie** du chapitre, une synthèse des recherches archéologiques entreprises sur le plateau de la Terre d'Arnhem est proposée pour retracer l'histoire de la région dans laquelle ont évolué les Hommes qui fréquentèrent le site de Nawarla Gabarnmang et ses environs. La **deuxième partie** du chapitre est consacrée à la présentation du « Pays Jawoyn », à travers les descriptions de son environnement géologique et géomorphologique, sa société et « sa » culture. La notion de « Pays » désigne le territoire des groupes aborigènes où les ancêtres mythiques ont transmis leur langue, leurs représentations visuelles et toutes autres formes de production culturelle (David *et al.*, 2017a). La **troisième partie** s'attache à la description du site d'étude, Nawarla Gabarnmang, sa géomorphologie unique, son riche répertoire artistique et son dense matériel archéologique, en proposant une synthèse des principaux résultats acquis suite aux études anthropo-géomorphologique, pariétale et archéologique.



Figure II-2 : (a) Vue d'hélicoptère de l'abri sous roche de Nawarla Gabarnmang (© J.-J. Delannoy) ;
(b) Entrée nord de l'abri sous roche de Nawarla Gabarnmang (© B. David) ;
(c) Vue du massif faisant face au site archéologique de Nawarla Gabarnmang (© J.-M. Geneste)

1. L'archéologie en Terre d'Arnhem

Les études archéologiques de la Terre d'Arnhem fournissent un cadre général pertinent pour aborder les occupations anciennes et plus récentes de la région et de Nawarla Gabarnmang. Ces études se séparent en deux groupes : d'une part, celles qui s'intéressent au matériel archéologique culturel, à leur chronologie à travers les fouilles et aux changements environnementaux, et d'autre part celles qui utilisent les résultats du premier groupe pour proposer une chronologie reposant sur les différents styles artistiques de la région. Les études d'art rupestre conduites sur de nombreux sites à travers la région sont à l'origine de plusieurs modèles séquentiels chronologiques (cf. § I.1.1.).

La première grande étude archéologique en Terre d'Arnhem a lieu en 1948 lorsque McCarthy et Seltzer (1960) entreprennent des fouilles sur plusieurs sites archéologiques à Oenpelli, Argaluk Hill et Unbalanja Hill (Fig. II-3) au cours de l'Expédition Scientifique Américano-Australienne (Expédition de Mountford). Aucune description de l'art rupestre dans ces sites n'est donnée. Il est seulement rapporté que les sites à Unbalanja Hill sont bien plus décorés que ceux à Argaluk Hill ; en revanche, le nombre de pièces de matière colorante dans les carrés de fouille des sites à Argaluk Hill est plus élevé que celui retrouvé dans les sites d'Unbalanja Hill (McCarthy et Seltzer, 1960). Les auteurs supposent alors que les matières colorantes ont dû plutôt servir à la coloration « d'artefacts » tels que des lances, des paniers, des ossements ou encore pour la peinture corporelle plutôt que pour l'art rupestre. L'année suivante, N.W.G. Macintosh fouille les abris de Tangtangjal et de Doria Gudaluk sur les terres Jawoyn. Il est le premier à enregistrer l'art rupestre de cette région en relevant la nature, les couleurs et le nombre de motifs ainsi que leur état de conservation (Macintosh, 1951). Fouillés plusieurs décennies avant l'avènement de la datation ^{14}C , ces sites restent en grande partie non datés. Utilisant des charbons collectés par Macintosh, Gunn et Whear (2007b) obtiennent une date comprise entre 568 – 728 ans cal BP pour la plus ancienne occupation du site, mettant en avant une occupation récente de l'abri (Tableau II-1).

De 1964 à 1967, Carmel Schrire (née White) conduit des fouilles dans cinq abris rocheux – Paribari, Malangangerr, Nawamoyn, Jimeri I et Jimeri II – aux alentours de la bordure nord-ouest du plateau (East Alligator River, Fig. II-3), dans le cadre de sa recherche doctorale (White, 1967). Des années plus tard, elle publie une monographie dans *Terra Australis* dans laquelle elle révisé certaines de ses interprétations de thèse (Schrire, 1982). Elle fournit la première preuve d'une occupation au Pléistocène pour la région, offre une première esquisse des premières fréquentations humaines en Terre d'Arnhem et identifie deux types d'assemblages de vestiges lithiques rapportés à deux périodes distinctes : la première période allant de 25 000 à 6000 ans BP est caractérisée par des dépôts culturels contenant des racloirs, des lamelles utilisées, des matières colorantes, des meules et des haches à bord tranchant ; la seconde période s'étalant de 6000 ans BP au présent comprend des dépôts riches en pointes, haches à bord tranchant, herminettes, petits racloirs rectangulaires et lamelles polies par usage (Schrire, 1982 ; Shine, 2014 ; Gunn, 2016). Schrire porte peu d'attention aux œuvres rupestres à l'intérieur des abris fouillés. Elle mentionne toutefois la présence d'une roche tombée à Jimeri II, fournissant un âge maximal pour les parois peintes de l'abri ; cet événement est daté entre 4770 ± 150 ans BP et 6650 ± 150 ans BP (Tableau II-1).

Une expédition tchécoslovaque, composée d'archéologues et d'ethnologues sous la direction de Jon Jelinek (1979), réalise des fouilles dans un abri le long de la Goomadeer River. Néanmoins, aucun rapport n'est publié pour les fouilles réalisées.

En 1972-1973, Kamminga et Allen (1973) entreprennent la fouille de huit sites et l'étude exhaustive dans le cadre de la mission *Alligator Rivers Region Environmental Fact-Finding*, mise en place après la découverte de dépôts riches en uranium dans la région de l'Alligator River. Les fouilles confirment la présence de dépôts stratifiés remontant au Pléistocène (Tableau II-1) (Kamminga et Allen, 1973 ; Clarkson *et al.*, 2015). À Madjedbebe, une meule portant des résidus colorés sur sa surface active est mise au jour dans un niveau stratigraphique daté de 17 583 – 18 583 ans cal BP (Clarkson *et al.*, 2015). De plus, des matières colorantes avec et sans traces d'utilisation sont découvertes le long de la stratigraphie jusque dans des dépôts datés par thermoluminescence de 61 000 ± 13 000 ans BP (Roberts *et al.*, 1990). La fouille de Nauwalabila révèle la présence de plusieurs milliers de vestiges lithiques (Shine, 2014). Des datations réalisées par thermoluminescence indiquent une occupation du site remontant entre 53 000 et 60 000 ans (Roberts *et al.*, 1993, 1994).

Après la création du Kakadu National Park, l'*Australian National Park* et le *Wildlife Service* financent une étude visant à évaluer le potentiel archéologique des sites archéologiques présents dans le parc. Une équipe coordonnée par Rhys Jones entreprend dès 1981 plusieurs missions de terrain. Outre les thématiques portant sur les dynamiques environnementales et la réponse des populations face aux changements environnementaux (Jones, 1985a), les questions en rapport avec le temps de l'occupation des sites, l'origine des technologies des macro-outils, la nature et la chronologie des différents styles d'art rupestre sont également étudiées (Jones, 1985b). L'équipe fouille et date les occupations des abris d'Anbangbang I et II, l'abri Spirit Cave, l'abri Nawulandja Blue Painting et l'abri de Yiboio (Jones et Johnson, 1985b) (Fig. II-3, Tableau II-1).

Il y a 20 ans, en 1997, des fouilles sont réalisées par Claire Smith et Jane Balme à Droopney Cave (Gunn, 2016), appelé Yimigronggrong par les Jawoyn, à cinq kilomètres à l'ouest de l'abri de Tangtangjal (Fig. II-3). Les fouilles de cet abri n'ont pas été publiées mais l'occupation des abris de Tangtangjal et de Yimigronggrong apparaît être contemporaine (Wilson, 2002 ; Tableau II-1).

Enfin, plus récemment, Denis Shine fouille dans plusieurs abris à l'est de l'East Alligator River (Shine, 2014). Un rapport initial des fouilles dans l'abri de Birriwilk suggère un usage du site il y a environ 5000 ans (Tableau II-1), avec une période d'activité majeure allant de 700 à 300 ans (Shine *et al.*, 2013).

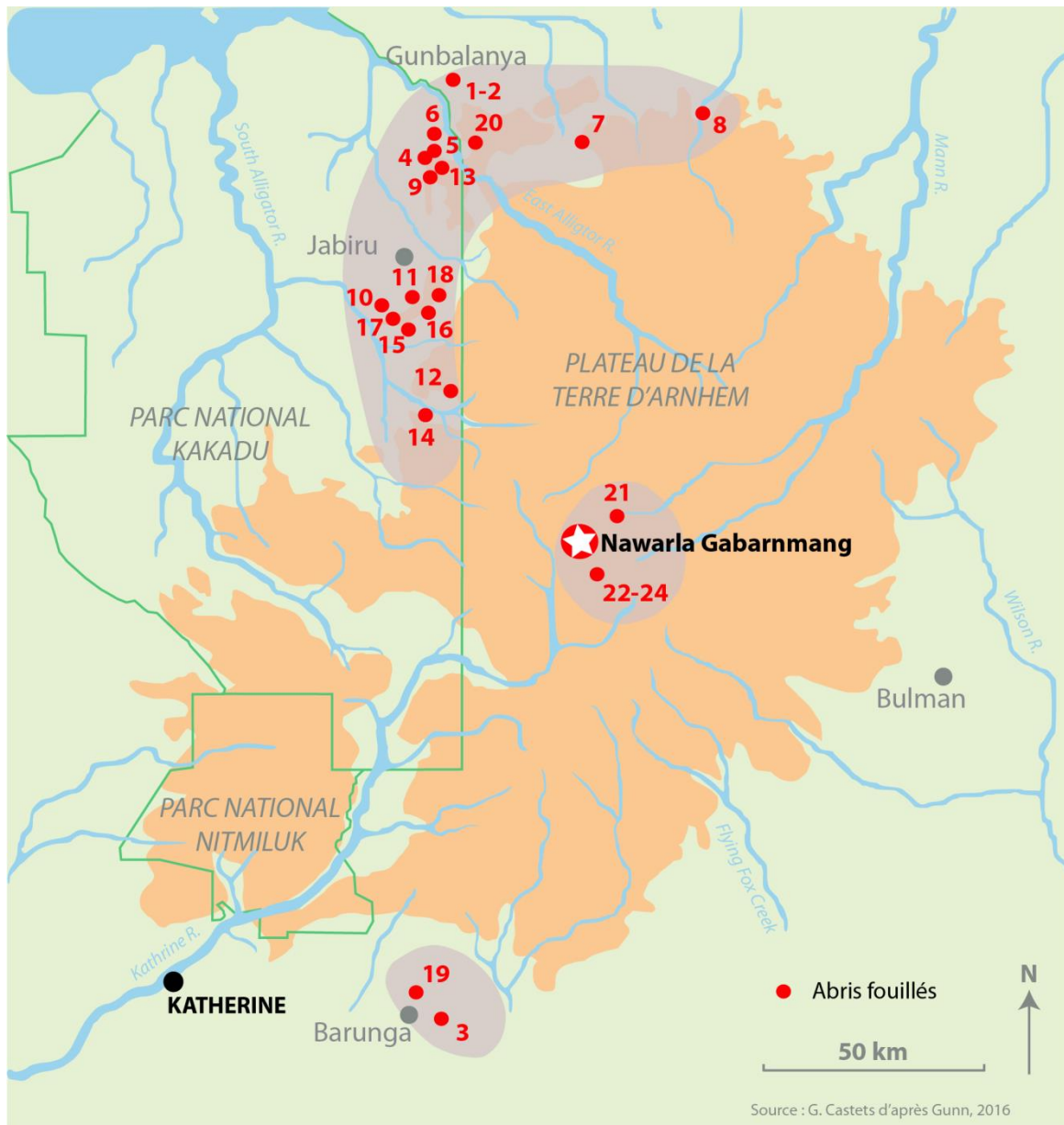


Figure II-3 : Localisation des abris fouillés sur le plateau de la Terre d'Arnhem (d'après Gunn, 2016)

N° carte	Abris fouillés	Références bibliographiques	Occupation la plus ancienne (BP)
1	Argaluk Hill	McCarthy et Seltzer, 1960	
2	Unbalanja Hill	McCarthy et Seltzer, 1960	
3	Tangtangjal	Macintosh, 1951 Gunn et Whear, 2007b	726 ± 36
4	Paribari	Schrire, 1982	3120 ± 100
5	Malangangerr	Schrire, 1982	24 800 ± 1000
6	Nawamoyrn	Schrire, 1982	21 450 ± 380
7	Jimeri I	Schrire, 1982	10 790 ± 200
7	Jimeri II	Schrire, 1982	6650 ± 500
8	Goomadeer	Jelinek, 1979	
9	Madjedbebe	Kamminga et Allen, 1973 Roberts <i>et al.</i> , 1990 (âge TL)	18 040 ± 300 61 000 ± 13 000
10	Nawulandja	Kamminga et Allen, 1973	8630 ± 310
11	Nangalawurr	Kamminga et Allen, 1973	755 ± 100
12	Balawuru	Kamminga et Allen, 1973	19 975 ± 365
13	Feather Dreaming	Kamminga et Allen, 1973	
14	Nauwalabila	Kamminga et Allen, 1973 Roberts <i>et al.</i> , 1994 (âge TL)	19 975 ± 365 53 400 ± 5400
15	Angbangbang I et II	Jones et Johnson, 1985b	5770 ± 100
16	Spirit Cave	Jones et Johnson, 1985b	2490 ± 200
17	Nawulandja Blue Paintings	Jones et Johnson, 1985b	7900 ± 200
18	Yiboioq	Jones et Johnson, 1985b	1100 ± 80
19	Yimigronggrong	Wilson, 2002	709 ± 28
20	Birriwilik	Shine <i>et al.</i> , 2013	4413 ± 32
21	Dalakngalarr 1	James <i>et al.</i> , 2017	4431 ± 25
22	Exfoliation site EXF3	David <i>et al.</i> , 2017c	22 235 ± 163
23	Genyornis Occupation	à venir	
24	JSARN-124	Barker <i>et al.</i> , 2017	17 113 ± 83
★	Nawarla Gabarnmang	David <i>et al.</i> , 2011, 2017b	41 680 ± 1532

Tableau II-1 : Synthèse des abris fouillés sur et aux environs du plateau de la Terre d'Arnhem en lien avec la figure II-3 (**Tangtangjal** : abris fouillés sur les terres Jawoyn ; d'après Gunn, 2016)

Ces différents travaux archéologiques (cf. § I.1.1.) positionnent fermement la Terre d'Arnhem comme l'une des régions du monde contenant un art rupestre ancien, riche et complexe. Il y a près de 50 000 ans, dès leur arrivée sur le continent australien, les Hommes ont investi les abris rocheux de la Terre d'Arnhem. Des matières colorantes portant des stigmates anthropiques (facettes et/ou stries) ont été mises au jour dans les dépôts culturels datant de cette première occupation. Si leur usage reste inconnu, leur présence dans des sites contenant de l'art rupestre suggère une utilisation destinée à la production de peintures rupestres.

Les rares études menées sur les terres Jawoyn (abris de Tangtangjal et Yimigronggong) ont montré une occupation contemporaine récente (respectivement 726 ± 36 et 709 ± 28 ans BP). Dans le cadre du « *Jawoyn Rock Art and Heritage Program* » (ou JRAHP ; cf. § II.2.3.3.), les récents travaux de Gunn (Gunn et Whear, 2007a, 2007b, 2007c, 2008 ; Gunn *et al.*, 2011, 2012, 2017), en collaboration avec la *Jawoyn Aboriginal Corporation*, se sont particulièrement concentrés sur l'archéologie et sur les styles d'art rupestre avec notamment l'identification de nouveaux styles tel que le style *Bula* (Fig. II-4) et la mise en évidence de nuances entre ces styles artistiques.

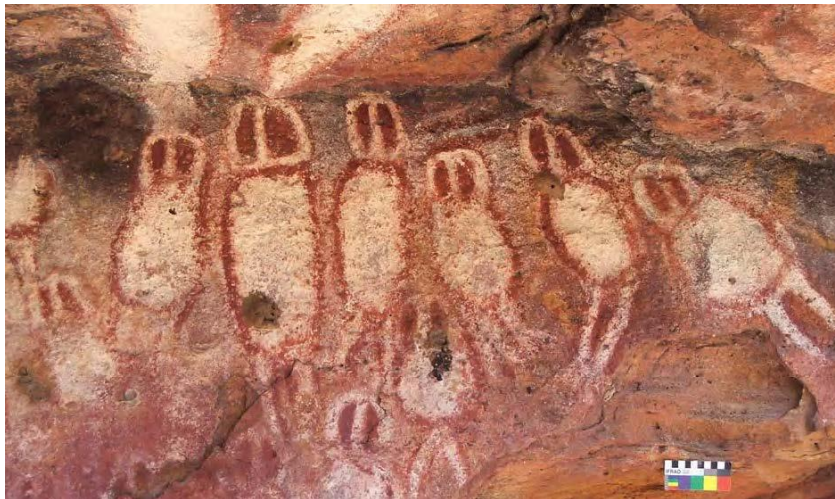


Figure II-4 : *Dreaming Beings* sous forme d'hiboux peints en style *Bula* (Bulajang, ouest de la Terre d'Arnhem)
(© R.G. Gunn)

Les résultats de ces travaux ont conduit à la mise en place d'enregistrements systématiques et plus détaillés de l'art rupestre sur les terres Jawoyn, à l'utilisation de nouvelles technologies pour révéler l'art ancien caché sous les nombreuses superpositions picturales et à l'utilisation d'autant de techniques de datation différentes et indépendantes pour dater l'art de manière robuste (cf. § I.1.1.). Centré sur une zone importante de la Terre d'Arnhem qui n'a jusqu'à présent reçu que peu d'attention et qui n'a jamais été l'objet d'un programme de recherche de grande envergure (archéologique et pariétal), le « *Connecting Country: the Jawoyn Homeland Project* » est un programme visant à comprendre les stratégies environnementales, sociales et culturelles au sein des terres Jawoyn (cf. § II.2.3.3.). Ces terres revêtent une importance particulière pour comprendre la longue histoire de la Terre d'Arnhem puisqu'elles sont situées à quelques kilomètres de deux des plus anciens sites occupés d'Australie (Madjedbebe et Nauwalabila).

Avant de revenir sur les objectifs et les principaux résultats issus de ces derniers programmes de recherche (cf. § II.2.3.3.), une présentation des terres Jawoyn, de leur société et de « leur » culture est proposée ci-dessous.

2. Le Pays Jawoyn

Aujourd'hui, les Jawoyn rassemblent différents clans unis par un territoire, une langue et une culture.

2.1. Le territoire Jawoyn

Le Pays Jawoyn couvre une zone de forme ovale sur 260×190 km ($50\,000$ km²) au nord-ouest de la ville Katherine et contient deux parcs nationaux : le Nitmiluk National Park et la section sud du Kakadu National Park (cf. Fig. II-3). Le Pays Jawoyn se développe sur le plateau de la Terre d'Arnhem et ses rebords méridionaux. Il revêt de ce fait un large éventail d'environnements physiques allant de vastes étendues planes élevées à peine incisées par les cours d'eau, à des reliefs rocheux de grès accidentés intensivement disséqués par des gorges profondes, en passant par de hauts escarpements rectilignes calqués sur des failles ainsi que des savanes boisées (Fig. II-5). La nature géologique des assises rocheuses (quartzites, grès quartzitiques, conglomérats) crée une impression d'une relative homogénéité paysagère. Dans le détail, il se caractérise par des reliefs isolés au caractère souvent ruiniforme et par des accidents que suivent les cours d'eau. C'est dans cet environnement que s'ouvrent les nombreux abris sous roche contenant des données archéologiques et pariétales.



Figure II-5 : Éventail des environnements physiques du plateau de la Terre d'Arnhem (© J.-J. Delannoy)

2.1.1. Contexte géologique et géomorphologique de la Terre d'Arnhem

Le plateau de la Terre d'Arnhem est composé des roches d'un très ancien bassin sédimentaire (dit de McArthur) rapporté au Paléoprotérozoïque (2500 à 541 millions d'ans). Les terrains ont été peu déformés par la tectonique (dispositif monoclinale). Ils se caractérisent par des grès quartzitiques, des conglomérats et des unités volcaniques interstratifiées (Ferenczi et Sweet, 2005). Les anciens sédiments représentés en différentes unités de grès quartzitiques sont rassemblées sous l'ensemble « Groupe Katherine River », incluant le sous-groupe de Kombolgie. Les quartzites qui affleurent à Nawarla Gabarnmang appartiennent à ce sous-groupe. Elles datent d'environ 1800 millions d'années et comprennent cinq ensembles distincts de grès quartzitiques recoupées par deux unités volcaniques (Sweet *et al.*, 1999). Les couches supérieures de la formation Kombolgie proviennent de dépôts marins et de sables éoliens. Au contraire, les couches inférieures de cette formation sont constituées de sables fluviatiles déposés lors d'inondations dans un environnement de faible énergie topographique (plaines, dépressions...) (Gunn, 2016).

Le dispositif monoclinale est quadrillé par de nombreux accidents tectoniques (failles, fractures, etc.). Ces derniers ont été exploités par les écoulements comme en témoignent le tracé des gorges calqués sur les principaux accidents tectoniques. Sur le haut plateau, les cours d'eau coulent directement sur la roche mère et sont peu incisés du fait de la faible pente topographique, de la résistance des assises et de la faible énergie hydraulique (Gunn, 2016). Pour les plus importants cours d'eau, c'est aux abords des escarpements que se développent de profondes gorges de franchissement ; pour les plus indigents, le recoupement des escarpements se fait sous forme de parcours cascade. Le recul des escarpements sur et autour du plateau est causé par le travail de l'érosion régressive (Twidale et Bourne, 2011).

La mise en place des abris sous roche répond à une autre logique : elle résulte d'un long processus de fantômisiation des quartzites dont les insolubles ont été ensuite évacués par les eaux d'infiltration, ouvrant ainsi un réseau de conduits souterrains de petites dimensions et calqué sur la fracturation. C'est au dépens de ces vides souterrains qu'ont œuvré ensuite les processus gravitaires à l'origine des surplombs délimitant les abris sous roche (Delannoy *et al.*, 2017). Cette longue chaîne de processus s'étale sur du temps très long (plusieurs centaines de millions d'années).

Les abris rocheux sur le plateau, qui ont acquis diverses formes, résultent d'une variété de processus d'érosion et d'altération. Tous les abris peints recensés sur le plateau de la Terre d'Arnhem se développent dans les grès quartzitiques caractérisés, par des grains de quartz de granulométrie fine à grossière selon le contexte de sédimentation (cf. *supra*, sous-groupe de Kombolgie). Parmi les 124 complexes de sites enregistrés durant le JRAHP, plus de la moitié des abris, dont celui de Nawarla Gabarnmang, font partie de l'unité de Marlgowa appartenant au sous-groupe de Kombolgie (Sweet *et al.*, 1999 ; Ferenczi et Sweet, 2005). En raison des processus morphogéniques sus-évoqués (fantômisiation, évacuation des altérites, ouverture de vides, écroulements), les plafonds des abris rocheux correspondent le plus souvent au plan de stratification subhorizontal. Lorsqu'ils existent, les piliers qui supportent les plafonds sont séparés par moins d'un mètre et les zones disponibles sur le plafond et au sol sont restreintes. À Nawarla Gabarnmang, l'enlèvement anthropique de nombreux piliers a créé une grande surface d'occupation au sol ainsi que de vastes plafonds qui ont été utilisés pour peindre (Delannoy *et al.*, 2012).

L'étude géomorphologique indique que les abris rocheux présents aujourd'hui sur le plateau de la Terre d'Arnhem sont globalement les mêmes que lorsque l'Homme est arrivé pour la première fois sur le continent australien, en dehors des aménagements liés à l'Homme et aux phénomènes gravitaires (écroulement de paroi ou des casquettes des abris sous roche). Cette relative permanence morphologique est liée à la résistance des assises rocheuses. Celle-ci est également une des raisons de la relative préservation de l'ornementation des sites archéologiques elle-même liée aux interactions entre la matière picturale, son support rocheux et son environnement. La conservation de l'art rupestre dépend de deux facteurs majeurs : la nature de la roche mère et son exposition en surface notamment en contact de l'eau.

2.1.2. Les conditions climatiques de la Terre d'Arnhem

Le climat actuel de Terre d'Arnhem se caractérise par une alternance marquée d'une saison humide (novembre à avril) et d'une saison sèche (mai à octobre). La moyenne des précipitations annuelles sur les marges du plateau varie entre 1560 mm à Jabiru (100 km au nord de Nawarla Gabarnmang) et 977 mm à Katherine (160 km au sud-ouest) (Gunn, 2016). Les températures sont comprises entre 38°C durant la saison humide et 19°C en saison sèche (Bureau of Meteorology, 2013). L'altitude des hauts plateaux de Terre d'Arnhem va nuancer ce tableau en minimisant légèrement les températures et en renforçant les précipitations. Des cyclones surviennent dans la région deux fois tous les dix ans, apportant des pluies torrentielles et de forts vents destructeurs (Russell-Smith *et al.*, 1995). Ces conditions climatiques influencent le régime des cours d'eau (de fortes crues à des situations d'assec sur le plateau), la végétation adaptée à ces extrêmes et les incendies naturels ou provoqués.

2.1.3. Paléoenvironnement et évolution du paysage de la Terre d'Arnhem

Les régimes climatiques et environnementaux décrits au-dessus s'appliquent uniquement au dernier millénaire (Kershaw, 1986 ; Allen et Barton, 1989 ; Bourke *et al.*, 2007 ; Reeves J. *et al.*, 2013). Bien avant cela, des changements majeurs se sont produits : tout d'abord, une période froide et d'intense aridité durant la fin du Pléistocène (12 000 – 80 000 ans BP), puis une période plus chaude et humide (avec environ 1,5 fois les niveaux de précipitations actuelles) du début jusqu'au milieu de l'Holocène (8000 – 12 000 ans BP), suivie par une nette chute des précipitations au niveau actuel vers la fin de l'Holocène (1000 – 8000 ans BP), et pour terminer, une période de forte variabilité pendant le dernier millénaire, jusqu'à il y a près de 500 ans (Fig. II-6).

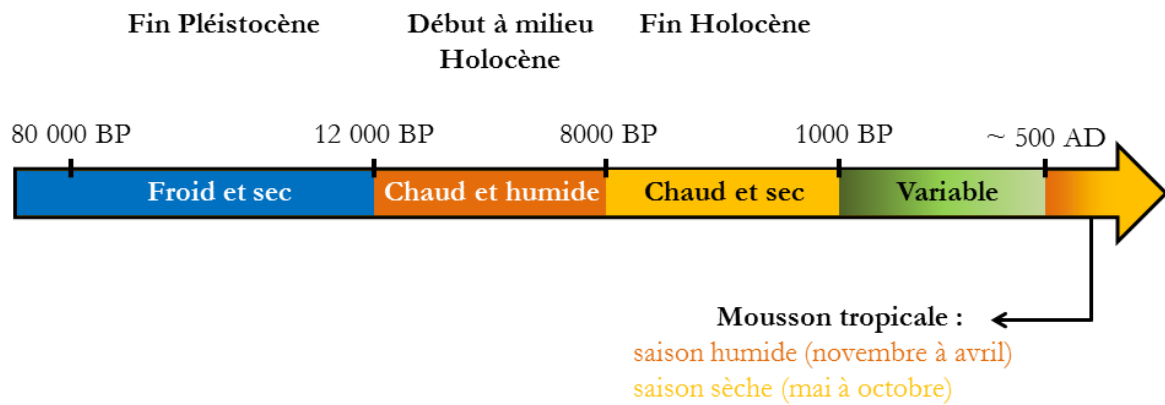


Figure II-6 : Évolution paléo-climatique pour l'ouest de la Terre d'Arnhem (d'après Kershaw, 1986 ; Allen et Barton, 1989 ; Bourke *et al.*, 2007 ; Reeves J. *et al.*, 2013)

Ces variations climatiques reflètent les grandes oscillations climatiques mondiales qui ont entre autres impacté le niveau de l'océan universel. Suite à une augmentation importante du niveau marin (*post-glaciaire*) de l'ordre de 130 m entre 18 000 et 6000 ans (Reeves J. *et al.*, 2013), la mer s'avança plus lentement vers l'intérieur des terres jusqu'à sa position actuelle, entraînant un changement radical du paysage avec notamment la mise en place des conditions estuariennes à partir d'environ 7000 ans (Allen et Barton, 1989 ; Bourke *et al.*, 2007), transformant ainsi l'environnement continental des zones basses en une zone marécageuse caractérisée par les mangroves (Bourke *et al.*, 2007). Il y a 3000 ans, suite à l'accumulation à l'embouchure des rivières et dans les plaines côtières de sédiments sableux provenant du plateau (désagrégation des grès quartzitiques), les marécages d'eau douce et les billabongs se sont développés le long des rivières et progradés dans les plaines d'inondation (Bourke *et al.*, 2007). Les sédiments sablo-argileux ont eu pour effet de contraindre la propagation des eaux salées à l'intérieur des basses terres et ont limité le développement des mangroves dans les embouchures. Par conséquent, au niveau des plaines côtières, les marécages d'eau douce sont devenus plus répandus et des prairies saisonnières se sont développées. C'est essentiellement dans ces espaces que les données paléoenvironnementales ont été acquises. On dispose de peu de données concernant les effets des changements environnementaux sur le plateau et les secteurs plus élevés.

Ces changements de climat et de végétation ainsi que la présence des Hommes ont pu avoir un impact sur la distribution de la faune. On sait peu de choses sur ces impacts hormis l'extinction de la plupart des espèces de la mégafaune il y a environ 45 000 ans (Koch et Barnosky, 2006 ; Field *et al.*, 2008 ; Cosgrove *et al.*, 2010 ; Wroe *et al.*, 2013). Or l'art rupestre des sites sur le plateau de la Terre d'Arnhem contient des images semblant représenter plusieurs espèces aujourd'hui disparues telles que le thylacine (Fig. II-7), le démon de Tasmanie ainsi que des images plus contestables d'espèces de mégafaune disparues depuis le Pléistocène (Chaloupka, 1993 ; Mulvaney, 2013 ; Taçon *et al.*, 2011 ; Bednarik, 2013 ; Taçon et Webb, 2017). Déterminer si ces représentations d'espèces animales aujourd'hui disparues représentent un véritable témoignage de l'observation de celles-ci par l'Homme, à moins de n'être que le résultat d'une similarité fortuite, reste cependant compliqué, bien que leur présence soit souvent utilisée pour proposer une chronologie aux peintures rupestres (cf. § I.1.1.).

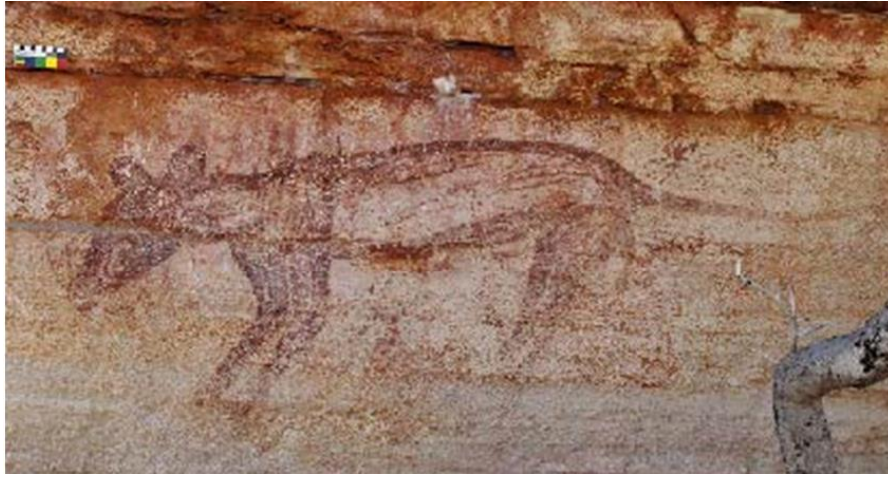


Figure II-7 : Représentation probable d'un thylacine sur un site à proximité de Nawarla Gabarnmang
(© R.G. Gunn)

2.2. La société Jawoyn

Le langage Jawoyn fait partie des 200 langages aborigènes et 600 dialectes répertoriés sur le territoire australien. Aujourd'hui le langage Jawoyn n'est plus vraiment parlé.

Avant l'arrivée des Européens en 1870, le Pays Jawoyn rassemblait 43 clans distincts, chacun avec leurs propres droits et territoires. Un clan était un groupe de personnes affiliées au travers de liens avec la lignée mâle principale. Chaque clan était rattaché à un endroit particulier dans le paysage, en relation avec un *Dreaming Being* particulier, ce qui conférait à chaque individu une identité socio-territoriale. Les territoires des clans ne sont pas délimités par des « frontières » mais par l'espace défini lors du temps de la création appelée *Dreaming* (cf. § II.2.3.1.).

Le Pays Jawoyn regroupe aujourd'hui différentes communautés regroupées en dehors de leur territoire lors de seconde guerre mondiale. Au cours de celle-ci, le plateau de la Terre d'Arnhem a été vidé de sa population et les groupes aborigènes ont été réinstallés dans des communautés, plus ou moins importantes, dans les plaines environnantes et aux abords des villes. Après la guerre, les groupes y sont restés du fait de l'accès aisé aux différentes ressources, plutôt que de retourner sur le plateau où aucun établissement n'a été construit. Les groupes composant ces communautés proviennent entre autres de la marge sud du plateau, de Katherine à Bulman, et parlent Jawoyn, Mayali, Ngalkbon, Mangarayi, Mora et Rombarrnga ; les langages les plus couramment utilisés étant le Mayali et le Ngalkbon.

En 1985, la *Jawoyn Aboriginal Corporation* est formée avec la collaboration des *Traditional Owners* (les détenteurs des savoirs traditionnels) pour réunir les Jawoyn en une « communauté » identifiée et développer une indépendance économique. Après avoir réussi à protéger leurs terres traditionnelles et culturelles des exploitations minières, les Jawoyn récupèrent leurs terres en 1995 grâce à un accord de location signé avec le gouvernement australien.

2.3. « La » culture des Jawoyn

2.3.1. Le Temps du Rêve

De nombreux motifs de l'art rupestre Jawoyn sont intimement associés aux ancêtres et au temps de la création. Cette transmission remonte au début de la création, dans une période de temps appelée *Dreaming*. Dans le Pays Jawoyn, les groupes aborigènes identifient encore la présence d'ancêtres vivants ; ils la perçoivent métamorphosée, notamment dans le paysage et l'art rupestre (David *et al.*, 2017a). Pour les Jawoyn, cette période intemporelle, celle du *Dreaming* toujours en cours est appelée *Jarang*. Le *Dreaming* est un concept d'un monde antérieur (et actuel), parallèle, créé et habité par les *Dreaming Beings*, personnages mythologiques revêtant une forme parfois humaine, parfois animale avec des traits humains. Durant le *Dreaming*, les *Dreaming Beings*, venus du Ciel, de l'Océan et de la Terre, ont voyagé à travers l'Australie, modelant le paysage à travers leurs actions et créant la vie là où ils passaient (Chaloupka, 1993:45). Les Hommes, les langages, les lois régulant l'ordre socio-culturel, les pratiques religieuses et les codes moraux de conduite, ont été créés lors des voyages des *Dreaming Beings*. Quand leur « travail » de création fut terminé, ils retournèrent à la Terre, adoptant la forme de rivières, montagnes, roches, arbres et autres formes naturelles pour devenir une part entière du paysage. Les paysages actuels ne sont pas seulement les témoins de leurs actions dans le passé mais aussi de leur existence dans le présent (Domingo-Sanz, 2011). Parmi les *Dreaming Beings*, le *Rainbow Snake* (*Bolung* en Jawoyn) est l'un des personnages principaux au cœur de nombreuses histoires narrant la création des paysages (Radcliffe-Brown, 1926) et est au centre de plusieurs rituels d'initiation pour les Hommes à travers tout le pays (Fig. II-8).



Figure II-8 : Peinture du *Rainbow Snake* à Ubirr (Kakadu National Park, Terre d'Arnhem) (© G. Castets)

2.3.2. L'impact des incursions européennes en terres Jawoyn

Des centaines d'années avant l'arrivée en Australie des Européens, des marins originaires de Makassar (Indonésie) venaient annuellement sur la côte nord de la Terre d'Arnhem pour pratiquer la pêche au trévang. Le débat est toujours d'actualité pour savoir si cette tradition débuta, en 1720 ou plus tôt, en 1577 (May *et al.*, 2010 ; Taçon *et al.*, 2010).

En 1838, les Anglais établirent un avant-poste au port d'Essington, environ 240 km au nord du plateau de la Terre d'Arnhem, sur la côte nord de la péninsule de Cobourg. Les premiers contacts entre les Jawoyn et les Européens n'eurent probablement pas lieu avant 1845, lorsque l'explorateur et naturaliste Ludwig Leichhardt entreprit la traversée du plateau, du sud-est au nord-ouest, afin de rejoindre le port d'Essington (Gunn, 2016).

2.3.3. Les programmes culturels

Le « Jawoyn Rock Art and Heritage Project »

La *Jawoyn Aboriginal Corporation*, en liaison étroite avec les *Traditional Owners*, développe, en 2005, le « *Jawoyn Rock Art and Heritage Project* », ou JRAHP (Gunn et Whear, 2007c). Ce projet visait à remobiliser l'héritage traditionnel et culturel des Jawoyn. Un des objectifs était de documenter le savoir traditionnel subsistant qui a connu un déclin au cours des vingt dernières années, (i) en identifiant les détenteurs des savoirs traditionnels des sites culturels (les *Traditional Owners*), (ii) en enregistrant et évaluant avec leur aide ces sites, et, (iii) en enregistrant également les histoires orales et les interprétations des sites culturels. Un élément majeur du projet reposait également sur le recensement des lieux de sites culturels et ornés. Les informations culturelles obtenues ont été regroupées dans une base de données, incluant à la fois des photographies, les histoires orales, des enregistrements audio et vidéo, et les articles publiés. Cette base de données n'est cependant pas accessible à tous. Des accès à différents niveaux, permettent d'assurer un partage approprié des informations culturelles. Par exemple, les informations rattachées à certains sites reliés à des rites d'initiation pour les hommes Jawoyn ne peuvent être consultées que par les hommes Jawoyn d'un certain âge (<http://www.jawoyn.org/>). Cette base est également utilisée par la *Jawoyn Aboriginal Corporation* pour aider à la gestion des sites d'art rupestre (Gunn et Whear, 2007c).

Dès le lancement du projet, la *Jawoyn Aboriginal Corporation* engage Robert G. Gunn, un consultant spécialisé indépendant, pour documenter les sites d'art rupestre et autres caractéristiques archéologiques sur les terres Jawoyn, avec l'aide et les connaissances des *Traditional Owners*. Au départ, l'objectif du JRAHP était d'enregistrer tous les sites d'art rupestre présents sur les terres Jawoyn. Il est toutefois apparu rapidement qu'un tel but était extrêmement optimiste, le nombre de complexes de sites chiffrant dans les centaines et le total des sites estimé à plusieurs dizaines de milliers. Avec une mission de terrain annuelle pendant les sept années qui suivirent, le JRAHP a enregistré systématiquement 124 complexes de sites, soit 1478 sites, pour un total de 49 784 motifs picturaux. Le JRAHP a occasionné la rédaction de 24 rapports non publiés présentés à la *Jawoyn Aboriginal Corporation* et généré la publication de 14 articles dans des revues à comité de lecture. Les rapports non publiés résument chacun des complexes de sites, illustrant les œuvres en présence (Gunn et Douglas, 2010a, 2010b) ou des projets spécifiques (Gunn, 2012). Pareillement, les articles publiés

décrivent des aspects de l'archéologie du plateau (David *et al.*, 2011, 2013a, 2017a ; Gunn *et al.*, 2010b, 2012 ; Delannoy *et al.*, 2012, 2017 ; Geneste *et al.*, 2012 ; Barker *et al.*, 2017 ; James *et al.*, 2017 ; Wesley *et al.*, 2017) et de l'art rupestre (Gunn et Whear, 2007a, 2008 ; Gunn *et al.*, 2011, 2013, 2017 ; Jones *et al.*, 2017b ; May *et al.*, 2017a, 2017b ; Taçon et Webb, 2017).

L'art rupestre Jawoyn

L'art rupestre Jawoyn a fait l'objet d'un inventaire entre 2005 et 2012 dans le cadre du JRAHP. Auparavant, George Chaloupka (1984) est le premier à mentionner que l'art rupestre Jawoyn se distingue de celui de ses voisins du nord, par l'utilisation de traits plus fins pour dessiner les remplissages intérieurs (Fig. II-9), avec des lignes de 1 mm d'épaisseur, alors que ceux de leurs voisins peuvent atteindre le centimètre d'épaisseur. Les Jawoyn, d'après Paul Taçon (1993), peignent des bichromes rouges et blancs, des silhouettes humaines ou animales blanches avec des contours rouges, avec un remplissage à motifs, un trait rarement trouvé dans l'art plus au nord. De plus, lorsque les Jawoyn emploient plus de deux couleurs sur un seul motif pictural, il est habituel d'y ajouter des contours noirs. Dans l'art des peuples du nord, on trouve plus souvent la combinaison de plusieurs couleurs (rouge, mauve, blanc et jaune).

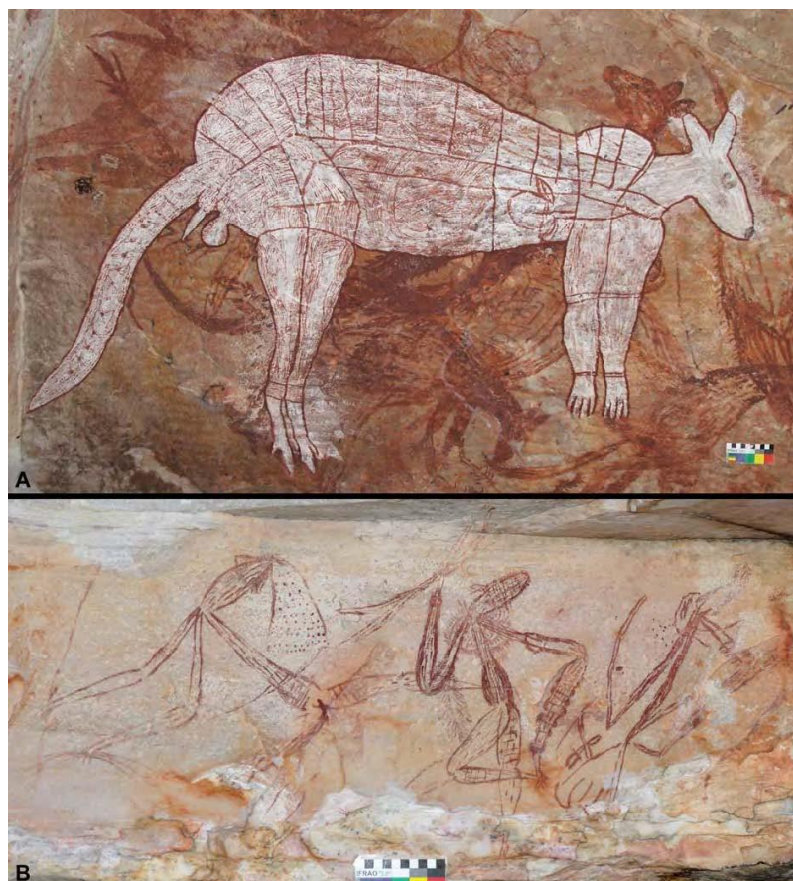


Figure II-9 : Exemples de formes d'art rupestre propre aux Jawoyn
A : Macropode polychrome en style *X-ray* (site Jawoyn A058-01) ;
B : Figures monochromes en style *Dynamic* (site Jawoyn A082-L) (© R.G. Gunn)

Paul Taçon note également que la forme *X-ray* propre aux Jawoyn représente en majorité des macropodes et des figures anthropomorphes et qu'il y a peu de représentations de poissons. Il attribue cela à des différences d'environnement, les terres Jawoyn étant plus sèches que les terres du nord du plateau, et aux affiliations religieuses, les Jawoyn étant plus affiliés aux groupes du sud et de l'est qu'à ceux du nord (où le mythe de *Namarnkol* est très présent, cf. § I.1.1.2.4.). L'art rupestre Jawoyn est également marqué par les représentations de *Jawoyn Lady* (Fig. II-10) (bien que présentes également dans le nord et le sud du plateau avec quelques variations stylistiques). Elles sont invariablement considérées comme des figures spirituelles par les *Traditional Owners*, au contraire des peintures monochromes qui représentent des humains ou des préoccupations spirituelles non reliées à des cultes religieux majeurs (Gunn, 2016).

L'inventaire de l'art rupestre Jawoyn réalisé dans le cadre du JRAHP a permis de souligner un large panel de techniques parmi lesquelles la peinture prédomine. Les peintures comprennent entre autres de grands motifs polychromes, le plus souvent peints avec une matière picturale épaisse, humidifiée, appliquée par empâtement, des peintures *X-ray* avec un remplissage de lignes fines et organisées, des motifs picturaux simples et épurés. D'autres techniques sont observées comme les mains négatives de couleur rouge et des empreintes d'objets (parmi les motifs les plus anciens), les dessins faits avec une préparation picturale non humidifiée (Gunn et Whear, 2007a) et l'application de cire d'abeille.

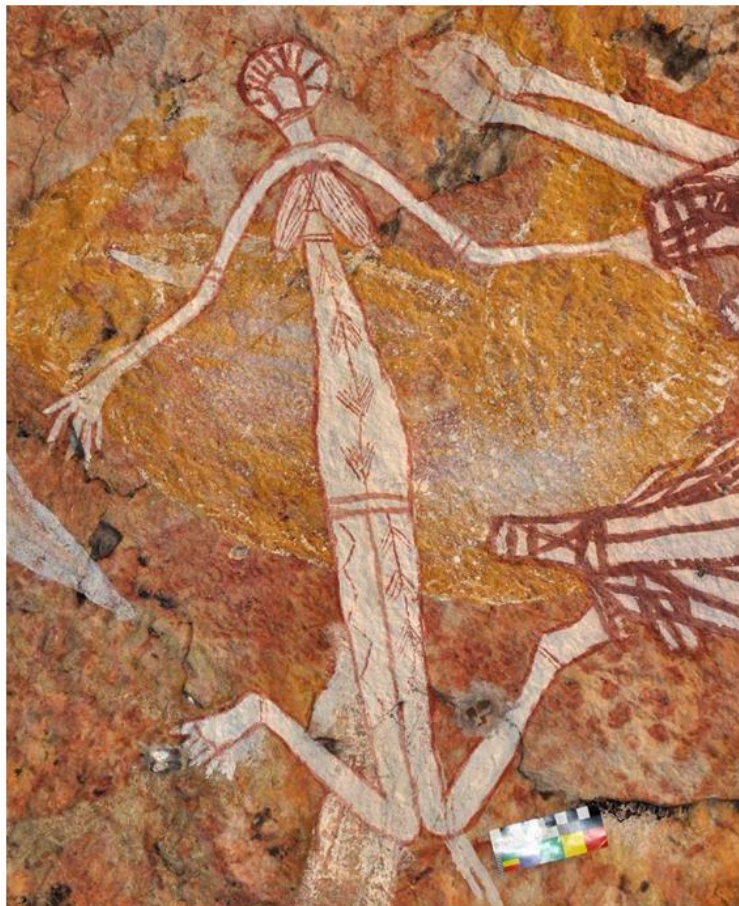


Figure II-10 : Motif *Jawoyn Lady*, Panneau C, Nawarla Gabarnmang (© R.G. Gunn)

L'inventaire a également permis de distinguer différents styles artistiques et d'en proposer une première chronologie provisoire basée sur les superpositions et les relations entre les changements de faune et de l'environnement local. Seule la cire d'abeille a été datée d'une manière fiable, avec des dates qui s'étendent sur les derniers 4000 ans, même si la plupart tombe à moins de 300 ans. Le JRAHP (Gunn et Whear, 2007c) a ainsi catégorisé l'art rupestre Jawoyn en trois grandes périodes, correspondant aux trois principaux styles artistiques :

- Période *Mimi* : les œuvres ont été peintes par les esprits Mimi selon les *Traditional Owners*. Les images correspondent aux styles pré-estuariens proposés par Chaloupka (1993). Les mains négatives rouges sont également rattachées à cette période ;
- Période *Recent* : d'après les *Traditional Owners*, les différentes formes d'art ont été réalisées par leurs ancêtres. Cette période est dominée par la couleur blanche ;
- Période *Contact* : les motifs picturaux témoignent d'un contact avec des cultures non aborigènes.

Tous les sites du complexe enregistré sous le code ARN-074, comprenant Nawarla Gabarnmang, contiennent des motifs de la période *Mimi*, les mains négatives rouges étant les représentations les plus fréquentes. En outre, trois autres grands styles artistiques reconnus, sont présents dans l'art rupestre Jawoyn : *Large Naturalistic*, *Dynamic* et les figures *Stick* (Fig. II-11). Une classe de non déterminés souligne que de nombreux motifs picturaux ont un style ne correspondant à aucune des classes définies par George Chaloupka (1993).

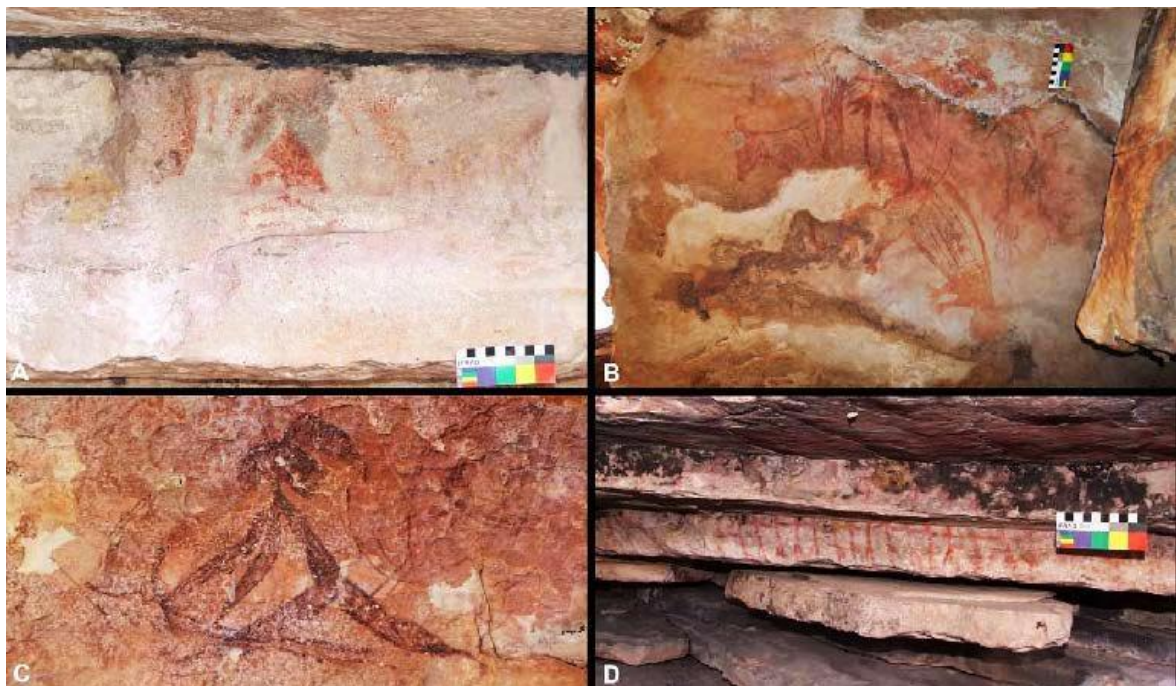


Figure II-11 : Principaux styles artistiques de la période *Mimi*

A : Mains négatives (site ARN-074/C) ; **B** : Peintures *Large Naturalistic* (site ARN-120/22) ;
C : Peintures *Dynamic* (site ARN-074/J) ; **D** : Peintures *Stick* (site ARN-021/9) (© R.G. Gunn)

Le « *Connecting Country: the Jawoyn Homeland Project* »

Le programme « *Connecting Country: the Jawoyn Homeland Project* » élaboré pour travailler sur les principaux sites recensés dans la base de données du JRAHP, débute en 2010. Dans ce cadre, l'université de Monash signe un *Memorandum of Understanding* (Monash University, 2010) avec la *Jawoyn Aboriginal Corporation* pour entreprendre pendant cinq ans des recherches archéologiques rassemblant une équipe internationale et interdisciplinaire. Les objectifs du programme sont les suivants : (i) trouver et dater les anciens sites archéologiques, (ii) caractériser les styles d'art rupestre, (iii) dater l'art rupestre et caractériser les matières colorantes trouvées en fouille et les peintures, (iv) identifier et dater les « artefacts » et industries lithiques, (v) identifier et dater les vestiges fauniques ainsi que (vi) reconstituer les environnements sociaux et culturels du passé.

L'abri de Nawarla Gabarnmang, avec ses grands plafonds, présente des conditions favorables à la préservation des œuvres rupestres et des divers vestiges archéologiques enfouis (matières colorantes, vestiges lithiques, ossements, charbons de bois) envers les aléas météorologiques. De plus, sa disposition perchée au-dessus du niveau d'écoulement des rivières le protège des inondations lors de la saison des pluies. Par ailleurs, les nombreuses superpositions picturales ornant l'abri ont le potentiel de receler en leur sein des peintures très anciennes (mégafaune disparue, figures *Large Naturalistic* et *Dynamic*) et de mettre en lumière l'évolution des styles artistiques au cours des différentes périodes d'occupation humaine. Depuis 2010, le site de Nawarla Gabarnmang est ainsi l'objet du projet de recherche « *Connecting Country* ». Mené par l'archéologue Bruno David, le projet associe de nombreux partenaires scientifiques des universités de Monash et de Southern Queensland (Australie), de l'université de Waikato (Nouvelle-Zélande), ainsi que du Centre National de Préhistoire (France), des universités de Bordeaux (laboratoire PACEA, France) et de Savoie-Mont Blanc (laboratoire EDYTEM, France).

3. Les différents contextes de Nawarla Gabarnmang

Lors d'un survol en hélicoptère, le 11 juin 2006, Ray L. Whear, alors membre de la *Jawoyn Aboriginal Corporation*, et le pilote Chris Morgan ont repéré en contrebas un grand abri rocheux se démarquant par un vaste surplomb et un dépôt sombre sur le sol pouvant traduire une importante occupation du site (David *et al.*, 2011). Lors de sa première visite dans l'abri, R.G. Gunn est impressionné à la fois par la structure de l'abri rocheux, avec son plafond soutenu par plusieurs dizaines de piliers et par la diversité de l'art rupestre qui y règne (Fig. II-12), en le décrivant comme l'« *un des sites les plus spectaculaires d'Australie !* » (Gunn, 2016:204).

Le site a dans un premier temps été dénommé « BB » (*Big Barra*, pour la taille exceptionnelle des représentations des barramundis). Le complexe de sites ARN-074, dans lequel Nawarla Gabarnmang occupe une place centrale, comporte douze autres abris rocheux contenant de l'art rupestre, trois zones avec plusieurs taches colorées sur le sol et cinq pierres dressées, dont l'une de

forme conique est liée à un rituel du *Dreaming* (Fig. II-13) (Gunn *et al.*, 2012 ; Gunn, 2016). Dans le cadre du recensement du JRAHP, le code ARN-074/A1 est attribué à Nawarla Gabarnmang.

Peter Bolgay, un *Traditional Owner* du groupe Mayali, connaissant bien l'art rupestre et les rituels Mayali ainsi que Jawoyn, est conduit sur le site. Il est surpris d'observer autant de barramundis polychromes *X-ray* sur le plafond, de telles figures étant plus communes dans la région nord du plateau de la Terre d'Arnhem que sur les terres Jawoyn, rappelant que le barramundi possède une signification spirituelle particulière pour les populations de l'East Alligator River (Gunn, 2016). La présence des peintures de barramundis peut évoquer des échanges entre des groupes du plateau et du nord de la Terre d'Arnhem. Lors de visites suivantes avec des *Traditional Owners*, le nom sous lequel le site était autrefois connu est révélé. Il s'agit de **Nawarla Gabarnmang**, signifiant littéralement « là où le trou traverse la roche ». Durant leur enfance, dans les années 1930, plusieurs de ces hommes campèrent sur le site avec leurs parents et plus tard, dans les années 1950, lorsqu'ils devaient traverser le plateau pour aller travailler dans les mines de Maranboy. L'un d'entre eux se rappelle avoir vu les peintures des grands poissons en style *X-ray* sur le plafond lors de ses premières visites (Gunn, 2016).



Figure II-12 : Photographie de l'intérieur du site de Nawarla Gabarnmang (© J.-J. Delannoy)



Figure II-13 : Pierre dressée à proximité du site de Nawarla Gabarnmang (site ARN-074/S) (© R.G. Gunn)

3.1. Contexte géologique et géomorphologique de Nawarla Gabarnmang

Un des aspects les plus saisissants de l'abri est sa formation rocheuse. S'élevant à plusieurs mètres au-dessus de la plaine environnante, le grand abri, mesurant 32 m de long sur 23 m de large, avec une hauteur de plafond de l'ordre de 2 à 3 m, possède un sol horizontal protégé sur environ 500 m². La zone étant toutefois occupée par plusieurs piliers, le sol offre finalement une surface habitable sur 350 m². Son plafond en escalier inversé dans les quartzites est supporté par une cinquantaine de piliers également en grès quartzitique.

L'abri de Nawarla Gabarnmang se situe sur le rebord nord d'une avancée d'un bas plateau qui borde une vaste dépression, d'origine tectonique, reliant les bassins en amont de la Katherine River et de la Mann River (Delannoy *et al.*, 2017). Les reliefs à caractère minéral dominant de quelques dizaines de mètres la dépression sont marqués par une structure en damier liée aux nombreuses fractures qui les parcourent. La densité du réseau de fracturation rend compte de la résistance des assises géologiques aux déformations tectoniques, qui correspondent dans la région de Nawarla Gabarnmang à des quartzites de l'unité Marlgowa de la formation Kombolgie (Ferenczi et Sweet, 2005). Leur changement d'état, de sables en grès puis en quartzites, est dû à une très forte compaction liée à un métamorphisme statique (ou d'enfouissement). Les assises géologiques reposent en profondeur sur des roches volcaniques riches en oxydes de fer (Giruth volcanic member, Sweet *et al.*, 1999 ; Ferenczi et Sweet, 2005) ; ces roches affleurent à une dizaine de kilomètres au nord de Nawarla Gabarnmang. Par ailleurs, à moins d'un kilomètre au sud du site, on relève la présence de dolérite¹ associée à des failles transverses majeures en Terre d'Arnhem (de couleur violette sur la figure II-14 ; Delannoy *et al.*, 2017).

¹ Roche magmatique, intermédiaire entre les gabbros, grenus, et les basaltes, microlithiques, à grain visible à la loupe, avec des lattes subautomorphes de plagioclase moulées par du pyroxène interstitiel ; généralement massive et compacte, grise à noire, plus souvent vert sombre (Foucault et Raoult, 2010)

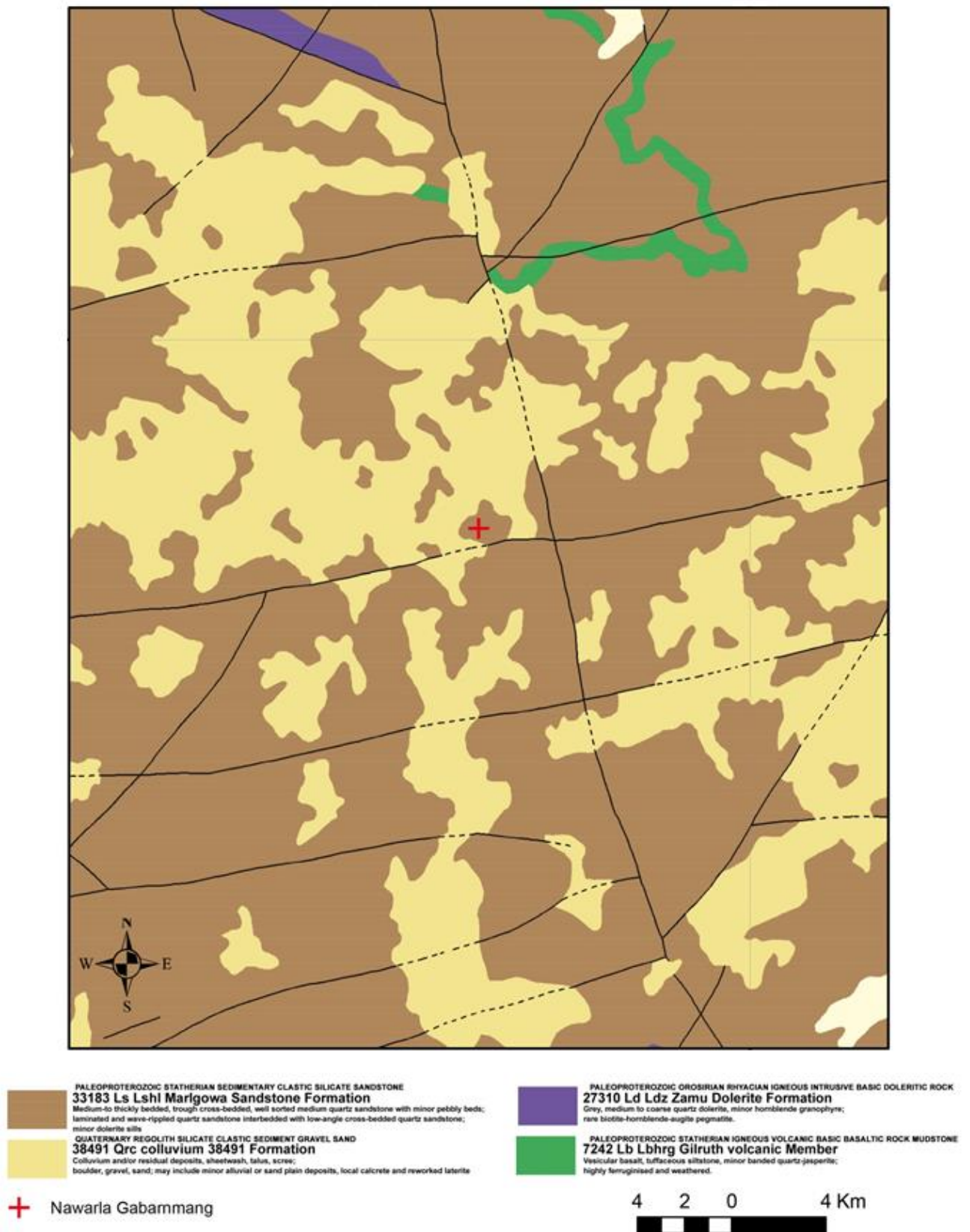


Figure II-14 : Carte géologique de l'environnement immédiat de Nawarla Gabarnmang (<http://www.ga.gov.au/>)

L'organisation du relief à Nawarla Gabarnmang est en grande partie commandée par les accidents géologiques, compte tenu du faible potentiel érosif des cours d'eau liée à l'indigence des pentes et à la nature résistante des quartzites. Les dépressions présentent un caractère très plan en raison de la sédimentation fluviale et des nombreuses zones marécageuses témoignant de la proximité de la roche mère (quartzite) imperméable (Delannoy *et al.*, 2017). L'épaisseur des sédiments alluviaux dans la dépression qui jouxte au nord le site n'atteint pas un mètre. Cette faible épaisseur peut être rapportée aux causes suivantes : (i) la faible quantité de matériel disponible liée à la résistance des quartzites, (ii) la faible capacité de transport des écoulements due à leur faible pente et (iii) une exportation des dépôts alluviaux par les vents, processus non négligeable sur le haut plateau de la Terre d'Arnhem (David *et al.*, 2017c ; Barker *et al.*, 2017).

La topographie de Nawarla Gabarnmang interpelle. Elle diffère totalement des abris sous roche en pied de paroi (Dalakngalarr 1) ou sous pinacle (JSARN-124), qui bien que localisés au sein du même complexe de sites et agencés dans les mêmes assises géologiques, sont de bien moindres dimensions (Delannoy *et al.*, 2017). Le sol subhorizontal est composé d'un remplissage sablo cendreux, pouvant atteindre le mètre et de quelques blocs épars en surface (Delannoy *et al.*, 2012) (Fig. II-15). Bien que perturbé par endroits par le piétinement de buffles et des visiteurs, la surface du sol contient encore un bon nombre de vestiges témoins d'une activité culturelle, travaillés par l'Homme, incluant des éléments lithiques (débitage, outils retouchés, pointes, fers de hache, etc.), osseux et en bois (propulseur *woomera*, claves) (Gunn, 2016).



Figure II-15 : Photographie du sol de Nawarla Gabarnmang (© J.-J. Delannoy)

Le site se développe dans des quartzites disposés en bancs subhorizontaux d'épaisseur variable, entre 10 et 40 cm d'épaisseur (David *et al.*, 2011). Les bancs sont constitués quasi exclusivement de grains de quartz ; des différences de texture et de dureté entre les bancs ont toutefois été relevées (Delannoy *et al.*, 2012). Bien que considérées comme peu solubles, ces quartzites d'âge protérozoïque (Ferenczi et Sweet, 2005) ont été le siège d'une altération chimique agissant préférentiellement au niveau des joints de strate et des fissurations. Cette altération se traduit aujourd'hui dans l'abri rocheux par une succession régulière de conduits souterrains (oblongs à circulaires) et la présence de piliers. Par ailleurs, des « arènes sableuses » ont été observées au fond de certains conduits suggérant une altération en contexte de très faible énergie gravitaire sur une très longue période géologique se comptant en plusieurs centaines de millions d'années (Delannoy *et al.*, 2012), similaire au phénomène de « fantômisement » décrit en milieu calcaire (Quinif, 2010). Les vides souterrains initiaux de Nawarla Gabarnmang se seraient agencés à partir des conduits fantômés dont l'évacuation des altérites a favorisé les phénomènes gravitaires (effondrements de dalles du plafond). Néanmoins, ces processus naturels ne peuvent expliquer l'ampleur des vides et la raréfaction des piliers dans le « secteur archéologique » du site (partie médiane du vide souterrain) (Delannoy *et al.*, 2012, 2017).

Il est à noter qu'au sein du complexe de sites ARN-074, plusieurs abris rocheux présentent une formation avec piliers qui rappelle Nawarla Gabarnmang sans en atteindre l'ampleur. Néanmoins, au contraire de celui-ci, ces abris disposent d'un sol d'occupation très limité, les piliers occupant la majorité de l'espace intérieur parfois même avec un plafond situé à seulement 1 m au-dessus du sol. Seul l'abri ARN-120/1 (Fig. II-16), situé dans un autre complexe de sites, montre des signes d'un agrandissement artificiel, avec une zone centrale ouverte suggérant que l'abri a connu des actes volontaires d'enlèvement de piliers.

L'approche anthropo-géomorphologique

Une cartographie archéo-géomorphologique représentant la répartition spatiale des différents éléments présents au sol sous et à l'extérieur de l'abri a été réalisée afin de les insérer dans leur contexte géomorphologique et archéologique (Fig. II-17).

L'étude anthropo-géomorphologique a permis de distinguer les processus morphogéniques naturels responsables de l'évolution générale du site des actions anthropiques destinées à modifier l'architecture du site et à l'aménager. De plus, elle a permis d'inscrire ces processus naturels ainsi que les actions anthropiques dans le temps (chronologie relative) et dans l'espace (emboîtement des formes) du site. Il ressort également de cette étude l'observation d'une forte corrélation entre la densité des piliers et la facture du plafond. La partie orientale du site est caractérisée par un faible nombre de piliers, des espaces bien dégagés ainsi que de hauts et vastes plafonds plans. Inversement, la partie occidentale présente une densité de piliers plus élevée ainsi que des plafonds de moindre portée et de moindre planéité (Delannoy *et al.*, 2017). Les témoins archéologiques des plus anciennes fréquentations se trouvent également dans la partie occidentale (Tableau II-3) ainsi que les plus anciennes peintures (cf. § II.3.2.). Au contraire, dans la partie orientale sont concentrés les témoins les plus récents tant archéologiques (aménagements) que pariétaux.



Figure II-16 : Abri rocheux aménagé ARN-120/1 (© R.G. Gunn)

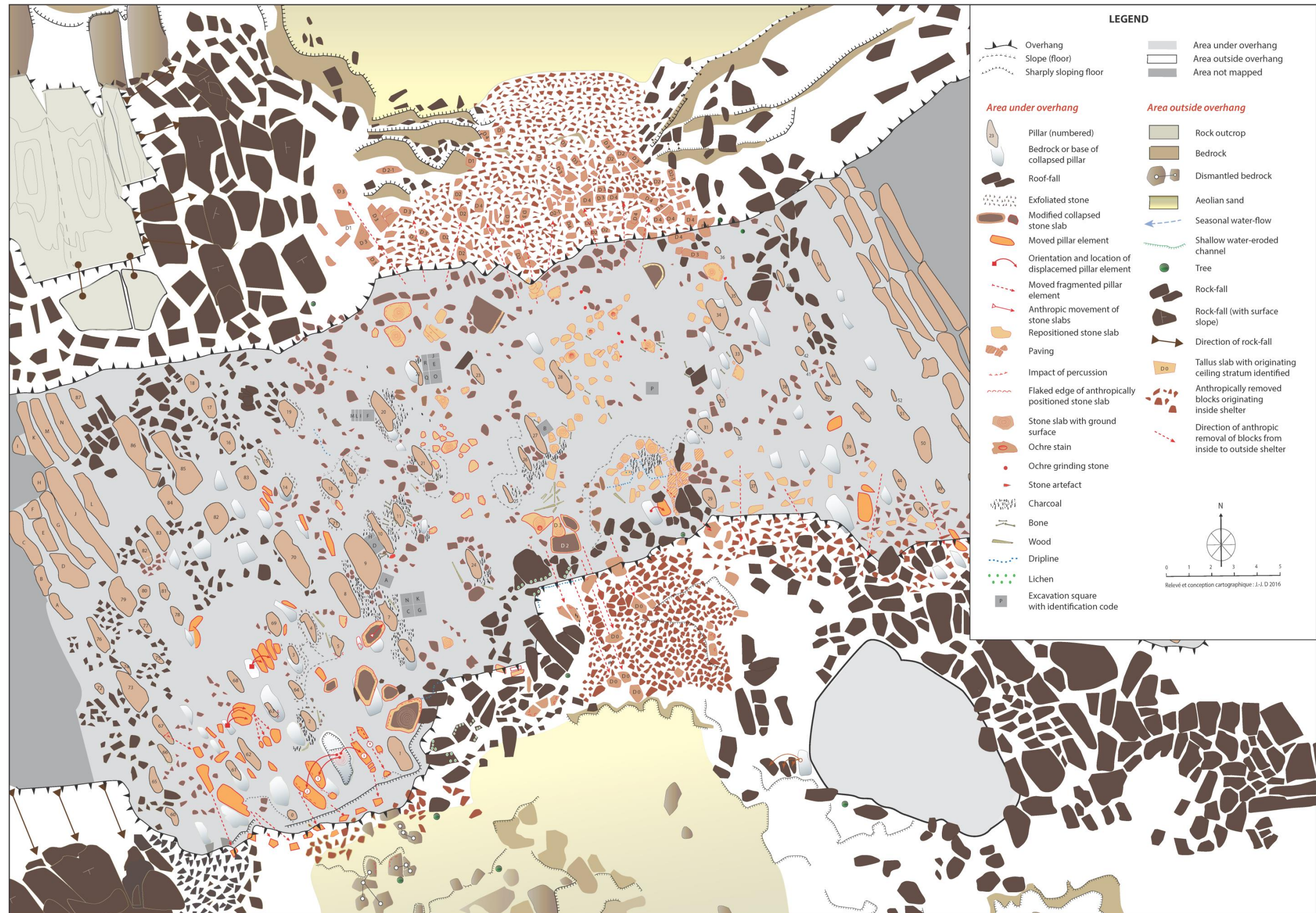


Figure II-17 : Cartographie des éléments sur le sol sous et à l'extérieur de Nawarla Gabarnmang (Delannoy *et al.*, 2017)

Deux hypothèses ont été formulées suite à cette étude :

- La première hypothèse suggère une occupation initiale d'abord concentrée dans la partie occidentale, où se trouvent les plus anciens témoins archéologiques (datation des fréquentations) et l'art rupestre le plus ancien (Gunn, 2016). Cette partie a été aménagée avec de rares enlèvements de piliers et des premières strates de plafond. L'aménagement se serait ensuite poursuivi vers la partie orientale où sont relevés de vastes espaces ouverts par enlèvements de piliers et effondrements de plafond ;
- La seconde hypothèse suppose que le site était entièrement occupé dès les premières phases de fréquentation. Les témoins plus anciens ont subsisté dans la partie occidentale n'ayant pas connu d'importants aménagements (enlèvements de piliers et des strates de plafond). Les aménagements réalisés essentiellement dans la partie orientale du site ont eu pour effet d'éliminer les anciens témoins archéologiques et pariétaux, tout au moins ceux qui existaient sur les piliers et plafonds. Les sédiments et vestiges culturels ont pu être érodés dans cet espace ouvert par une combinaison de facteurs tels que le vent, le passage des Hommes et/ou d'animaux. Il est également possible que des informations plus anciennes aient été conservées sous les dalles de plafond n'ayant pas été – ou pu être – évacuées (comme dans le cas du carré de fouille P).

L'approche anthropo-géomorphologique a aussi permis d'inscrire les différents processus naturels et les actions anthropiques à l'origine de l'évolution physique du site dans **l'espace** et dans le **temps**. Les premiers effondrements de plafond contemporains des fréquentations du site se situent dans une fourchette chronologique comprise entre 21 495 – 23 909 ans cal BP (plus ancien témoin de l'effondrement de plafond retrouvé dans les carrés de fouille F+ILM) et 11 624 – 12 024 ans cal BP (âge d'un nid de guêpe situé sur le Panneau A3 dans la partie sud-ouest du site).

L'étude anthropo-géomorphologique mise en œuvre à Nawarla Gabarnmang a donc permis de définir les grands traits du paysage du site qu'ont connu les premiers occupants, de mettre en avant les aménagements importants du site qui ont fortement modifié ce paysage initial, de reconstituer les modes et chaînes opératoires qui ont contribué à aménager les espaces ouverts ainsi que de fixer un premier cadre chronologique dans l'évolution du site au cours de sa fréquentation (Delannoy *et al.*, 2017).

3.2. Contexte rupestre de Nawarla Gabarnmang

Nawarla Gabarnmang est l'un des sites d'art rupestre les plus remarquables d'Australie. Avec sa structure unique, composée de piliers internes, il constitue une icône géologique et culturelle. Alors qu'à première vue les œuvres apparaissent bien préservées, la majorité de l'art donne l'impression de s'être évanoui au cours du temps et est difficile à contempler en raison aussi de la multitude de superpositions de couches picturales.

Le décor du plafond subhorizontal comprend 42 panneaux composés de plusieurs centaines d'œuvres saisissantes et colorées (Gunn, 2016) en plus de 36 piliers également décorés (Gunn, 2017). Tous sont recouverts de peintures et/ou de pochoirs, la plupart sur les faces les plus larges tournées vers le centre de l'abri bien que plusieurs piliers montrent des peintures sur leurs quatre faces. Trois piliers portent des pétroglyphes et des cupules (Fig. II-18). Bien que non décomptés, chaque pilier présente probablement moins de vingt motifs picturaux, certains n'en portant qu'un seul.



Figure II-18 : Cupules et pétroglyphes portés par les piliers 28 (A) et 25 (B) (© R.G. Gunn)

À travers ses nombreuses superpositions et ses nombreux panneaux peints bien préservés, Nawarla Gabarnmang fournit ainsi une opportunité rare d'étudier le développement de plusieurs phases d'art rupestre des terres Jawoyn. Alors que des études détaillées sur le séquençage de la période *Early Mimi* du nord-ouest du plateau ont déjà été réalisées sur plusieurs panneaux montrant des superpositions picturales (Chaloupka, 1984 ; Haskovec, 1992 ; Chippindale et Taçon, 1993), révélant les séquences artistiques qui sont sans ambiguïté propres aux sites des terres Jawoyn, aucune étude n'a été faite sur les phases d'art rupestre les plus récentes. Par exemple, George Chaloupka (1993) et Paul Taçon (1989) ont examiné un grand nombre de superpositions « récentes » mais leurs données n'ont jamais été présentées. À travers l'investigation des aspects spatiaux et temporels de l'art rupestre de Nawarla Gabarnmang, la recherche doctorale de R.G. Gunn (2016) est la première.

Dans le but d'évaluer la contemporanéité des phases de réalisation artistique identifiées sur les 42 panneaux peints du plafond et de les attribuer à un ensemble chronologique particulier, Gunn (2016) commence par établir des corrélations stylistiques basées sur plusieurs attributs tels que la nature des motifs (taille, forme, couleur), l'état de dégradation des peintures et leur position dans les différentes couches picturales superposées. Il divise ainsi dans un premier temps l'art de Nawarla Gabarnmang en sept entités artistiques, « *Art Assemblages* », notées AA. Les plus anciennes entités artistiques, AA-1 à AA-4 sont dominées par la présence de monochromes de couleur rouge. Les entités artistiques AA-5 à AA-7, plus récentes, sont caractérisées par la présence de grands

polychromes, notamment les barramundis en style *X-ray* du nord du plateau de la Terre d'Arnhem. S'appuyant sur plusieurs indicateurs chronologiques (style artistique, données environnementales, historiques et ethnographiques, datations de cire d'abeille et de nids de guêpe, chute de plafond et vestiges archéologiques excavés), R.G. Gunn propose une période chronologique attribuée à chaque entité artistique (Tableau II-2).

Les indicateurs chronologiques

Les mains négatives de type 3MF (Fig. II-19) sont une tradition artistique associée au style *Dynamic*, style restreint à une période aux alentours ou juste avant 10 000 ans (Chaloupka, 1993 ; Chippindale et Taçon, 1998) ; elles sont considérées comme des indicateurs chronologiques. Les travaux de Barker *et al.* (2017) sur l'abri JSARN-124 ont montré que les peintures présentes sur le panneau principal, dont une main négative 3MF, ont été réalisées il y a environ 14 000 ans (13 976-13 739 ans cal BP, cf. § I.1.2.2.3.). Étant donné la proximité de l'abri JSARN-124 et la période restreinte du style *Dynamic*, R.G. Gunn (2016) considère que les mains négatives 3MF produites à Nawarla Gabarnmang sont âgées d'un peu moins de 14 000 ans. Sur le plafond de Nawarla Gabarnmang, les peintures représentant des thylacines, des dingos, des Jabirus et un cheval ont également été utilisées comme des indicateurs chronologiques. Les thylacines disparaissent il y a près de 3000 ans, les représentations de cette espèce sont donc antérieures à cette date. Un raisonnement similaire est appliqué pour les peintures représentant des dingos et des Jabirus. Les dingos sont introduits en Australie il y a 3500 – 5000 ans. Les oiseaux Jabiru apparaissent dans le paysage de la Terre d'Arnhem il y a 1500 ans, lorsque le paysage est dominé par les marais (Allen et Barton, 1989). Enfin, le cheval peint sur le Panneau D (Fig. II-20) ne peut pas avoir été produit avant 1845, date à laquelle les premiers chevaux sont introduits par Ludwig Leichhardt en Terre d'Arnhem (Gunn *et al.*, 2012).

La datation de cires d'abeille permet de déterminer que la phase d'activité artistique la plus récente dans le site, incluant la plupart des panneaux densément peints, a eu lieu pendant les 500 dernières années (Gunn *et al.*, 2012). Il est probable que la plupart des manifestations encore visibles aient été peintes pendant une courte période entre 1845 et 1935 (Gunn *et al.*, 2012 ; Gunn, 2016). En effet, d'après le témoignage de Wamud Nadjamerrek, les imposantes peintures polychromes *X-ray* représentant des barramundis (cf. Fig. III-5) étaient déjà présentes lorsqu'il visita le site dans les années 1930. Lors de la redécouverte du site en 2010, il déclara que l'art était essentiellement tel qu'il s'en souvenait. R.G. Gunn (2016) estime ainsi la cessation de production artistique sur le site en 1935.

La découverte de dalles tombées du plafond dans les carrés de fouille (cf. § III.2.1.) et la mise au jour des vestiges associés aux activités artistiques servent également de support chronologique. Ce dernier aspect, constituant un des objectifs de notre travail de thèse, sera développé plus en détail dans le dernier chapitre (cf. § VI.2.).



Figure II-19 : Main négative 3MF (motif A-9, Panneau A2, Nawarla Gabarnmang) et image retravaillée sous DStretch (© R.G. Gunn)

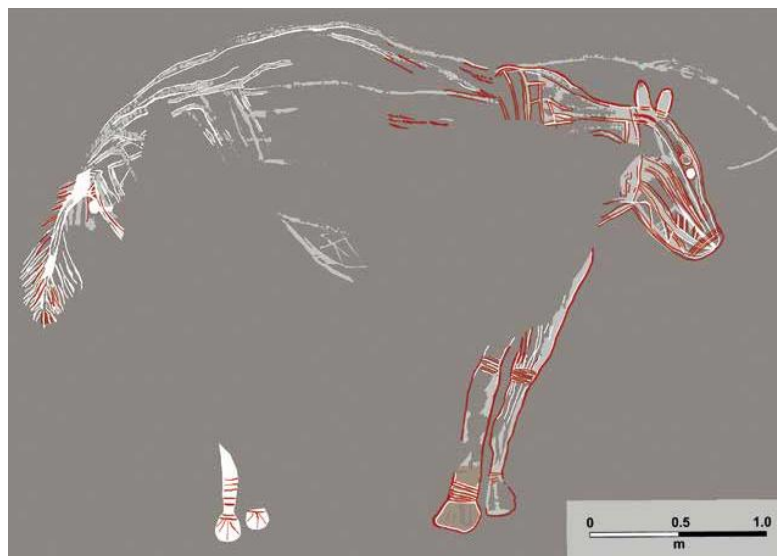


Figure II-20 : Relevé du tracé du cheval peint (Panneau D, Nawarla Gabarnmang, © R.G. Gunn)

Des variations de l'art dans le temps et dans l'espace

Neuf couleurs sont utilisées dans le site, à travers des monochromes et des polychromes. Un changement significatif dans le répertoire artistiques a lieu il y a près de 450 ans : alors que la couleur rouge domine pendant les AA-1 à AA-4, la couleur blanche devient la couleur principale au cours des AA-5 à AA-7, qui présentent également une forte proportion de bichromes à base de blanc rehaussés de détails de couleur rouge. La couleur jaune est utilisée intensément dans l'entité artistique AA-2 et est présente en moindre proportion dans les autres AA. L'utilisation des autres couleurs – noir, gris, mauve, orange, rose et crème – connaît un pic d'intensité dans l'entité artistique AA-4 (Gunn, 2016).

AA	Années BP (approx.)	Nb. de motifs	Description	Distribution dans l'abri
AA-1	3000 – 14 000	305	Pochoirs et peintures rouges, quelques bichromes rouge + jaune. Macropodes représentés en style <i>Lame Naturalistic</i> . Mains négatives 3MF et thylacines.	Utilisation de la totalité du plafond avec une attention particulière sur les panneaux extérieurs notamment dans la partie nord occidentale (Panneau J1). Absence sur les panneaux intérieurs en raison des superpositions picturales actuelles (Panneaux D et E1).
AA-2	>1500 – ~450	157	Monochromes d'anthropomorphes et de macropodes de couleur rouge ou jaune. Quelques peintures en blanc, rouge + jaune et jaune + blanc. Mains négatives rouges ou jaunes.	De nouveau, utilisation de la totalité du plafond, toujours dans la partie nord occidentale (Panneau J1). Absence sur les panneaux intérieurs en raison des superpositions picturales actuelles (Panneaux D et E1).
AA-3	~450	343	Dans un 1 ^{er} temps, peintures rouges. Dans un 2 ^{ème} temps, quelques peintures blanches. Dans un 3 ^{ème} temps, peintures jaunes. Application de cire d'abeille.	Concentration sur les panneaux intérieurs au centre de l'abri (Panneaux E1 et K2).
AA-4	~420 – ~400	49	Peintures rouges, quelques peintures rouge + blanc.	Distribution réduite, concentrée sur l'intérieur nord-est de l'abri.
AA-5	~400	302	Peintures blanches ou blanc + rouge.	Grande utilisation du plafond à l'exception de l'entrée par le sud de l'abri (Panneaux B1 et C2).
AA-6	>100 – ~400	37	Peintures blanches ou blanc + rouge. Application de cire d'abeille.	Distribution concentrée sur les panneaux intérieurs. Peintures sur les panneaux à l'entrée sud de l'abri. Unique fois où le Panneau J1 est non utilisé.
AA-7	>15 – ~100	197	Peintures blanches ou blanc + rouge. Peinture d'un cheval.	Utilisation de l'ensemble du plafond, sauf les panneaux dans le coin sud-ouest. La plupart des panneaux sont densément peints.

Tableau II-2 : Description des entités artistiques et de leur distribution spatiale dans le temps (synthèse à partir des travaux de Gunn, 2016)

Outre des variations temporelles, R.G. Gunn (2016) met également en évidence des variations de la réalisation de l'art rupestre dans l'espace (Tableau II-2). Il constate que des panneaux du plafond ont été peints plus intensivement lors de certains AA, indiquant que le focus d'activité artistique dans l'abri a changé au cours du temps. Pendant l'occupation initiale du site, soit au cours de la période marquée par les AA-1 à AA-2, de 14 000 à près de 450 ans BP, l'activité artistique est répartie sur l'ensemble du site, avec une concentration accrue sous la partie nord-ouest, particulièrement au niveau du Panneau J1 qui a été peint de manière continue au cours du temps. Ce panneau est le plus grand du site (3 × 15 m) et il contient le plus grand nombre de peintures (235 motifs recensés). Pendant les périodes dominées par les AA-3 et AA-4, l'art tend à se concentrer sur les panneaux dans la partie intérieure, qui forme la voie de passage naturel à travers le site du nord au sud. Ce passage se situe sous les Panneaux C1-C3, D, E1-E5 et G (cf. Fig. III-1), un espace ouvert créé par l'enlèvement de plusieurs piliers et constituant le principal espace d'occupation. Pendant les périodes dominées par les AA-5 à AA-7, l'art est de nouveau distribué à travers tout le site. À titre d'exemple, R.G. Gunn (2016) souligne une dichotomie dans la distribution des mains négatives dans l'abri. Les mains négatives rouges produites dans les entités artistiques AA-1 et AA-2 sont concentrées dans la partie occidentale alors que les mains négatives blanches caractéristiques des entités AA-3 à AA-7 sont rassemblées dans la partie centrale. Quant aux mains négatives jaunes, elles sont présentes dans les deux parties du site et sont associées aux entités artistiques AA-1, AA-2, AA-5 et AA-6.

Des changements majeurs dans le répertoire artistique de Nawarla Gabarnmang se sont produits sur une courte période de 200 ans (entre les entités artistiques AA-3 et AA-5) incluant : (i) le passage des peintures rouges aux peintures blanches, (ii) l'augmentation du nombre de motifs à forme pleine avec contours qui ressortent et des détails intérieurs, (iii) l'augmentation du nombre de motifs larges (>100 m de long), (iv) l'augmentation du nombre de peintures d'anthropomorphes sexués (principalement féminins) et (v) l'introduction des *Jawoyn Lady* et du style *X-ray* propres au groupe Jawoyn.

Un autre grand changement est l'apparition des poissons polychromes peints en style *X-ray*, caractéristique des groupes vivant au nord de la Terre d'Arnhem, au cours de la période la plus récente caractérisée par l'entité artistiques AA-7 (Gunn, 2016).

Le changement de couleur (rouge au blanc) n'est pas corrélé à un changement de l'environnement, les conditions environnementales n'ayant pas connu de bouleversement majeur à cette époque. Si l'arrivée des pêcheurs Makassars sur la côte de la Terre d'Arnhem a bien eu lieu il y a près de 450 ans, il est bien difficile de trouver un lien de cause à effet avec ce changement artistique.

Au final, en raison de similarités significatives entre les entités artistiques, R.G. Gunn (2016:986) suggère un regroupement des AA en trois grandes périodes artistiques. Il fait tout d'abord correspondre les AA-1 et AA-2 à la période **Mimi A** (<14 000 – ~450 ans BP). Il assigne les AA-3 et AA-4 à la période **Mimi B** (~450 – ~400 ans BP). Enfin, les AA-5 à AA-7 sont associées à la période **Jawoyn Bim** (de ~400 – >15 ans BP), seule période pour laquelle une chronologie relativement précise est disponible. Cette période est caractérisée par des peintures illustrant des personnages de la mythologie Jawoyn actuelle, tels que des esprits ou des rites particuliers.

3.3. Contexte archéologique de Nawarla Gabarnmang

Dix-huit carrés de fouille situés aux abords de panneaux rupestres sur le plafond et les piliers ont été fouillés entre 2010 et 2012 (Tableau II-3). Trois carrés sont isolés (Carrés A, B et P), les autres étant adjacents avec un ou plusieurs carrés, particulièrement dans les parties nord-ouest et sud-ouest du site (Carrés F+I+L+M, N+K+C+G, R+Q+J+E+O et D+H).

Les fouilles des dépôts du sol à Nawarla Gabarnmang ont révélé, au travers de datations radiocarbone et OSL que l'occupation initiale du site débuta il y a au moins 48 000 ans ($45\,180 \pm 910$ ans cal BP, David *et al.*, 2011) (Fig. II-21). Cet âge fait de cet abri l'occupation la plus ancienne en Pays Jawoyn et l'un des sites les mieux datés en Australie. Les datations obtenues par ^{14}C sur des charbons issus des fouilles indiquent que le site a été utilisé sur une période de temps similaire à ceux de sites retrouvés dans le périmètre nord-ouest du plateau et les plaines avoisinantes, tels Madjedbebe et Nauwalabila (Roberts *et al.*, 1990, 1994). Les dépôts de Nawarla Gabarnmang ont donc le potentiel de contenir les vestiges matériels depuis près de 50 000 ans à nos jours.

Carrés de fouille	Taille (cm)	Localisation dans l'abri	Max. de profondeur (cm)	Bedrock atteint	Âge médian pour la 1 ^{ère} occupation humaine (cal BP)
P	50 × 50	centre est	29	non	4240
F+I+L+M	100 × 50	ONO	80	oui	49 350 (non basal)
N+K+C+G	100 × 100	SO	40-45	oui	21 922
R+Q+J+E+O	130 × 90	NO	72	*	46 278
B	50 × 50	centre	52	oui	5046
A	50 × 50	OSO	66	oui	45 180
D+H	60 × 50	OSO	75	**	46 576

Tableau II-3 : Carrés fouillés à Nawarla Gabarnmang (d'après Delannoy *et al.*, 2017)

(* : *bedrock* atteint dans les Carrés R et E ; non atteint dans les Carrés Q, J et O ;

** : *bedrock* atteint dans le Carré D ; non atteint dans le Carré H)

À Nawarla Gabarnmang, les fouilles ont également révélé la présence de plusieurs centaines de vestiges de production d'outils lithiques dont un fragment de hache à tranchant poli daté de $35\,400 \pm 410$ ans cal BP (Geneste *et al.*, 2010, 2012), faisant de cet objet l'un des plus anciens au monde. Des stries sont clairement visibles sur la surface dorsale de ce fragment de hache (Fig. II-22). Une forte densité de charbons de bois a été mise au jour ainsi que des meules – découvertes aussi bien dans les dépôts que sur la surface du sol (cf. Fig. II-17) – et de nombreuses matières colorantes et colorées. Ces matières colorantes et colorées constituent l'assemblage archéologique étudié, introduit dans le chapitre suivant (cf. § III.1.2.) et présenté plus en détails dans le quatrième chapitre (cf. § IV.1.2.3.). Les éléments lithologiques présents dans les carrés sondés constituent un support de travail majeur dans le sens où ils sont les témoins du dégagement des surfaces de plafond sur lesquelles ont été

portés les dessins. L'identification de chute de plafond calée dans le temps par datation ^{14}C offre un autre support de chronologie des entités pariétales (Delannoy *et al.*, 2017) que nous développerons dans le dernier chapitre de ce mémoire.

À l'exception d'une petite perle bleue percée ($2,30 \times 2,56$ mm), aucun autre objet provenant du continent européen n'a été retrouvé à ce jour sous cet abri rocheux (Gunn *et al.*, 2017). Il en est de même pour tout objet de parure, fragment de céramique ou outil métallique. La perle bleue a été retrouvée à 1,1 cm de profondeur (Carré J), dans un niveau daté de moins de 400 ans cal BP. Il existe peu de références sur les perles en contexte archéologique australien, généralement, considérées comme des objets d'échange (Wesley et Litster, 2015). Ce type d'objet aurait pu être introduit par les Européens lors de leurs premières incursions, à moins, qu'elles aient été introduites dès le début du XVIII^{ème} siècle par les pêcheurs Makassars.

Des restes de mammifères (macropodes, opossums, rongeurs), de crocodiles, de lézards et de poissons ont été identifiés (cf. David *et al.*, 2017b pour les déterminations taxonomiques détaillées). Ces restes fauniques, découverts dans les horizons supérieurs, sont plus ou moins bien préservés supérieurs en raison de l'acidité et des conditions d'oxydo-réduction du sol, des actions *post*-dépositionnelles (attaque de termites et/ou actions microbiennes), du piétinement des buffles et des feux. La présence de traces rouges et d'abrasion parmi les restes osseux révèle l'existence d'une industrie osseuse.

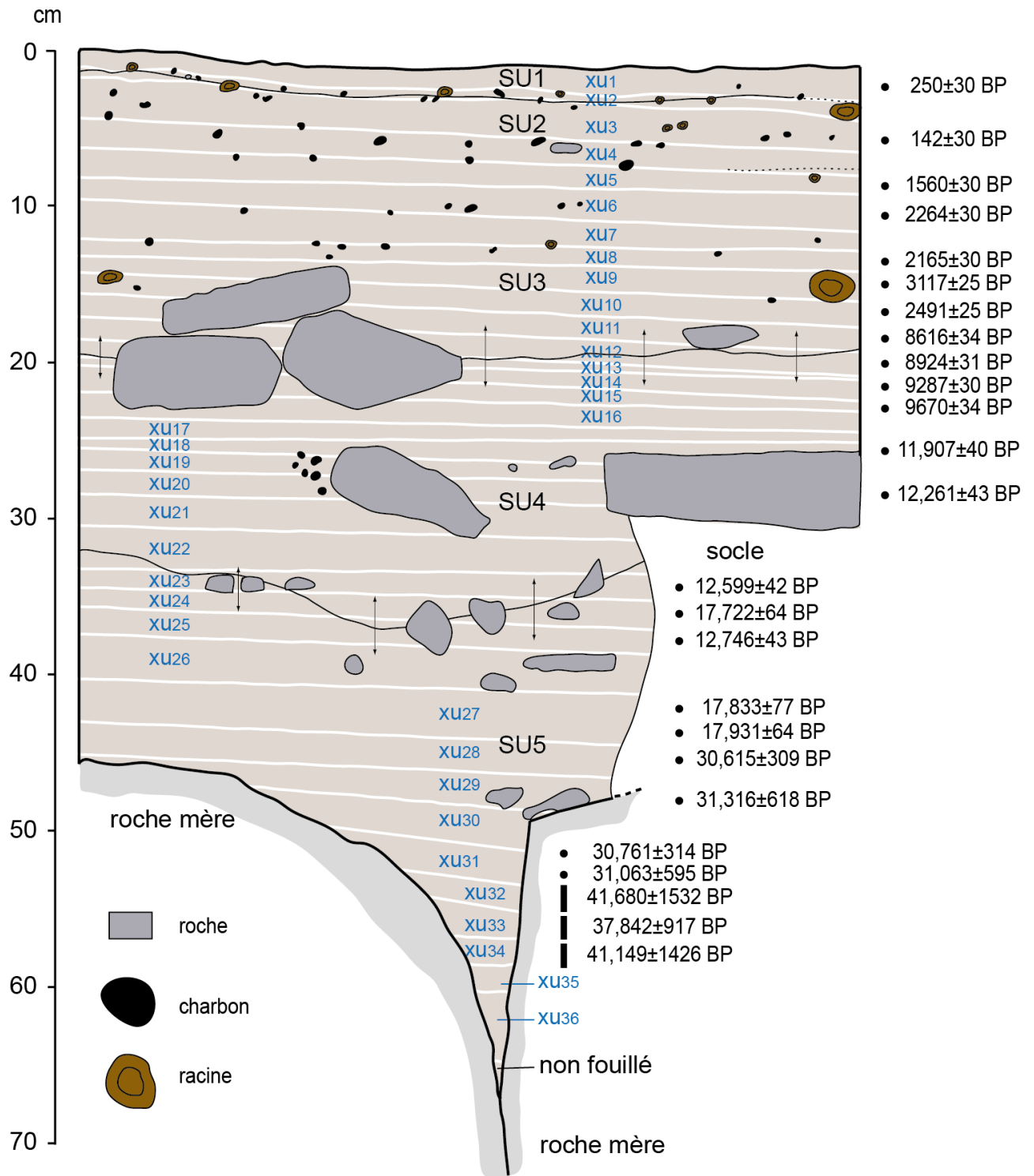


Figure II-21 : Séquence stratigraphique du Carré A (David *et al.*, 2011)

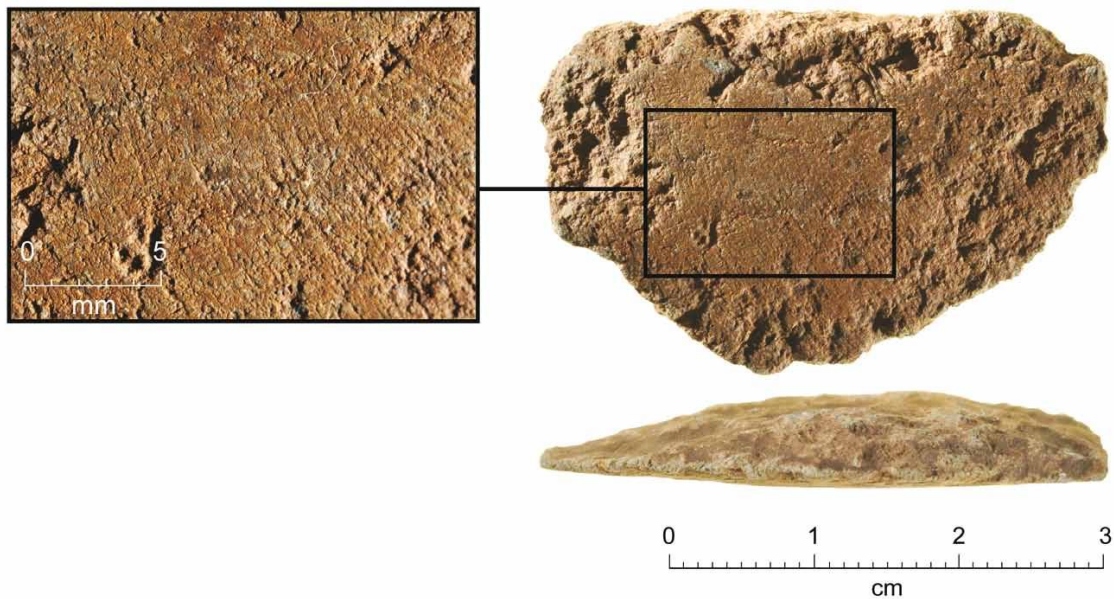


Figure II-22 : Fragment de hache à tranchant poli retrouvé dans le Carré A (© S. Morton)

On notera la découverte exceptionnelle d'un fragment rocheux sur lequel est dessiné un motif au charbon dans le Carré E (Fig. II-23) (David *et al.*, 2013a, 2014). La chute du fragment rocheux s'est produite entre $13\,289 \pm 47$ ans BP et $40\,228 \pm 1043$ ans BP. La datation ^{14}C d'un morceau de cendre adhérent au dos de la roche peinte a révélé un âge de $22\,965 \pm 218$ ans BP, cohérent avec la chronostratigraphie établie et calibrée à $26\,913 - 28\,348$ ans cal BP (David *et al.*, 2013a). La conservation du motif dessiné au charbon tient au fait que l'écaille a été enterrée face dessinée contre terre dans les sédiments. Les auteurs suggèrent donc que le motif a dû être réalisé peu de temps avant la chute du fragment rocheux, datant lui-même ainsi de près de 28 000 ans ; il apporte la preuve incontestable d'une activité picturale au Pléistocène supérieur en Australie.

Une organisation spatiale commune aux données physiques (aménagements), archéologiques (datations des fréquentations) et pariétales (ancienneté des peintures) se dessine à l'intérieur de l'abri. Il importe de s'interroger sur la présence d'une telle dualité spatiale au niveau des vestiges associés à l'art rupestre mis au jour lors des fouilles. Par ailleurs, il serait intéressant de voir si les variations spatio-temporelles mises en évidence au niveau des panneaux peints du plafond sont corrélées à des variations dans la nature et la quantité de matières colorantes et colorées excavées. Est-il possible de percevoir le changement artistique survenu il y a 450 ans, témoin du passage généralisé de la couleur rouge par la couleur blanche ? L'étude du matériel de fouille permettra-elle de valider le modèle chronologique proposé pour l'art rupestre à Nawarla Gabarnmang (Gunn, 2016) et d'apporter de nouvelles informations sur son art ancien (>14 000 ans) ?



Figure II-23 : Motif noir dessiné au charbon sur un fragment rocheux retrouvé dans le Carré E
(© S. Morton)

4. Conclusion

Nawarla Gabarnmang se situe en Pays Jawoyn, au cœur du plateau de la Terre d'Arnhem. L'environnement géologique (affleurement de grès quartzitique) et géomorphologique est propice au développement d'abris rocheux de diverses formes qui, au fil des millénaires, ont fourni un support adapté à la production d'art rupestre et constituent des témoins de l'évolution des techniques et du répertoire artistique des occupants du plateau de la Terre d'Arnhem.

Les programmes culturels (JRAHP et « *Connecting Country* ») ont été des supports majeurs pour que les Jawoyn puissent retrouver leur héritage traditionnel et culturel, et le transmettre aux générations futures. Les informations collectées lors du recensement des lieux de cérémonies, des rites traditionnels, des sites connectés à une histoire du *Dreaming* et des sites d'art rupestre permettent d'enrichir régulièrement les connaissances réunies dans une base de données déjà utilisée pour aider à la gestion des sites d'art rupestre.

Depuis près de 70 ans, les études archéologiques ont montré une longue occupation de la Terre d'Arnhem. Les datations obtenues sur plusieurs sites archéologiques, la découverte d'assemblages lithiques et de matières colorantes portant des traces évidentes d'utilisation anthropique dans des dépôts datés du Pléistocène, ont mis en évidence une occupation remontant à l'arrivée des premiers Hommes sur le continent australien, il y a environ 50 000 ans. Parallèlement aux fouilles archéologiques, les études sur l'art rupestre menées dans l'ouest de la Terre d'Arnhem se sont intensifiées. Elles ont permis de souligner l'évolution des styles artistiques et d'illustrer la diversité et la complexité des interprétations de cet art rupestre. Appuyées par les découvertes faites durant les fouilles entreprises sur plusieurs sites, ces études suggèrent un âge allant du Pléistocène supérieur pour les plus anciennes œuvres rupestres à une époque plus récente, marquée par l'arrivée des Européens, il y a 300 ans. Néanmoins, le manque de dates absolues pour ancrer les séquences chronologiques de l'art rupestre reste problématique et nécessite le développement d'approches intégrées afin de proposer une chronologie la plus robuste possible de l'art rupestre en croisant les différents champs d'informations.

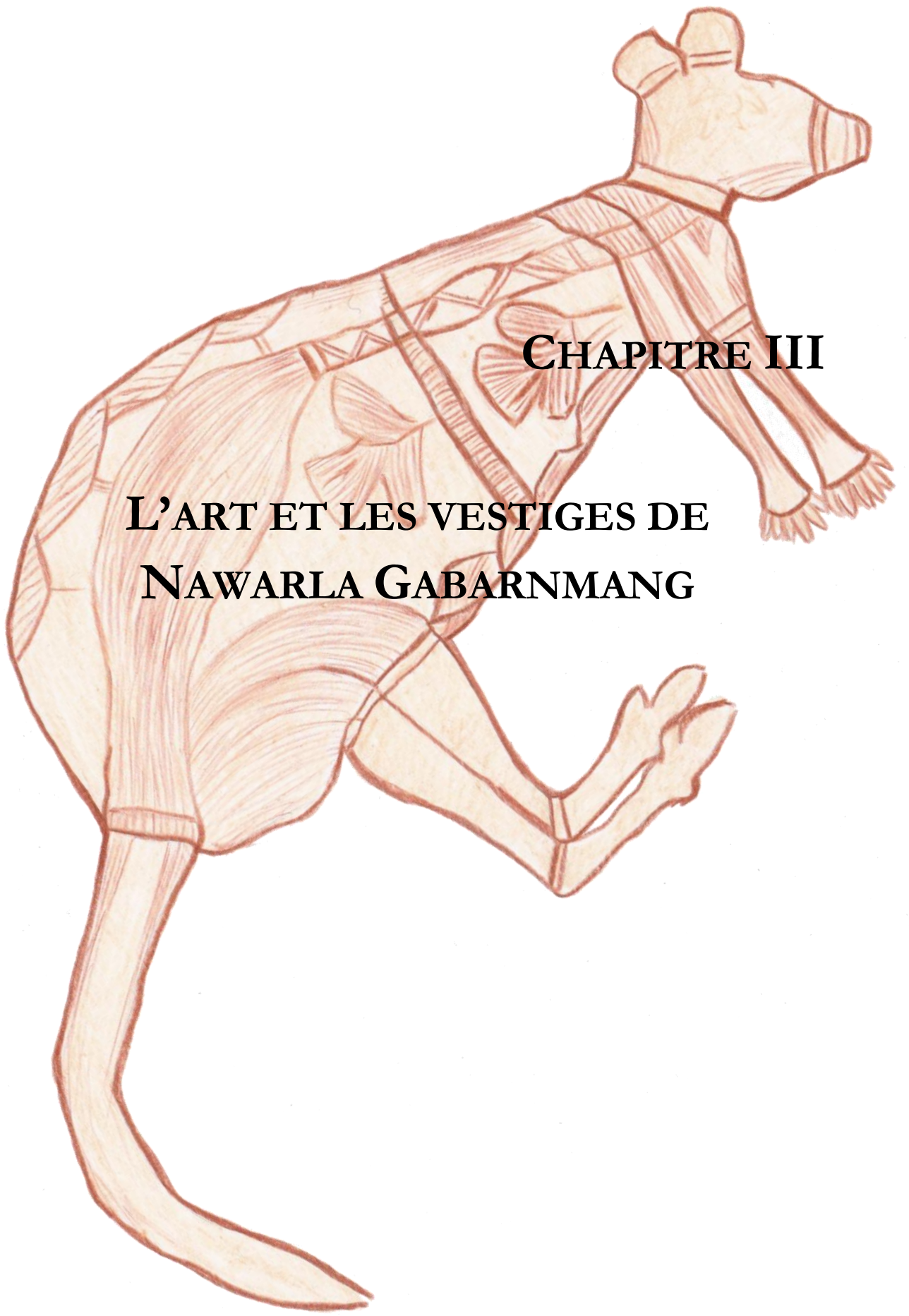
À Nawarla Gabarnmang, les nombreuses générations de superpositions picturales, associées au riche et dense matériel archéologique déposé au cours de sa longue période d'occupation, offrent une exceptionnelle conjonction archéologique en stratigraphie datée pour, d'une part, étudier et caler au mieux dans l'histoire du site l'évolution des différents styles d'art rupestre et pour, d'autre part, reconstituer les savoir-faire techniques et artistiques des ancêtres des Jawoyn (Geneste *et al.*, 2010 ; Delannoy *et al.*, 2012 ; David *et al.*, 2013a, 2017b ; Gunn, 2016 ; Gunn *et al.*, 2017). La chronologie des entités graphiques au sein des superpositions picturales des différents panneaux du plafond, combinée aux études géomorphologiques, archéologiques, ethnographiques et physico-chimiques, révèle des informations individuelles, qui mises ensemble permettent de mieux comprendre les âges des différentes générations de couches picturales et participent à retracer l'histoire de l'occupation du site (cf. § VI.3).

L'analyse du matériel archéologique retrouvé lors des fouilles a pour objectif de reconstituer les savoir-faire des peuples qui ont occupé l'abri pendant une longue période, s'étalant de près de 50 000 ans jusqu'à 1935 AD, en reconstituant la chaîne opératoire de fabrication des matières picturales utilisées pour peindre plafond et piliers. L'identification de la nature des matières colorantes et colorées, leur mode de préparation (extraction de poudre par abrasion, broyage, mélange avec des charges et/ou des liants, traitement thermique) et leur origine géographique (approvisionnement local ou non, recherche de matières colorantes spécifiques) sont autant d'indices précieux pour appréhender au mieux toute la technicité des ancêtres Jawoyn. De plus, l'analyse d'encroûtements et de phases d'altération développés *ante* ou *post* enfouissement permettra également de comprendre l'évolution des peintures au cours du temps (stabilité et dégradation potentielle). Ces deux dimensions sont importantes et complémentaires puisqu'elles permettront de replacer les résultats dans l'évolution archéologique et naturelle du site calée dans le temps *via* la datation des charbons de bois.

Par ailleurs, en l'absence de possibilité de dater directement les composants minéralogiques des peintures présentes dans l'abri, des corrélations chrono-culturelles entre les peintures, les matières colorantes et objets colorés ainsi que les éléments lithologiques (témoins de la chute de plafond) présents dans les carrés de fouille seront établies afin de replacer dans le temps les différentes

générations de représentations rupestres et de pouvoir les associer aux différentes phases d'occupation qui ont marqué ce site depuis près de 50 000 ans.

Avant d'établir de telles corrélations chrono-culturelles, il est nécessaire de connaître la nature du matériel issu des fouilles et de faire la distinction entre les vestiges culturels intervenant dans la chaîne opératoire de fabrication de la matière picturale et les vestiges naturels ne jouant aucun rôle dans cette chaîne opératoire. La présentation du contexte archéologique, à travers la description systématique de l'art rupestre environnant les différents carrés de fouille et l'étude diachronique de la répartition des vestiges mis au jour le long des séquences stratigraphiques de ces carrés apparaît indispensable afin de chercher ultérieurement des connections entre le matériel enfoui et les peintures sur le site.



CHAPITRE III

**L'ART ET LES VESTIGES DE
NAWARLA GABARNMANG**

CHAPITRE III	L'ART ET LES VESTIGES DE NAWARLA GABARNMANG	105
1.	Des superpositions picturales aux dépôts sédimentaires	106
1.1.	Étude des superpositions picturales.....	106
1.2.	Connexion des dépôts sédimentaires aux superpositions picturales.....	109
2.	Étude du site par secteurs.....	115
2.1.	Secteur E.....	115
2.1.1.	Les études pariétales du Panneau E1.....	115
2.1.2.	Les fouilles du Carré P.....	118
2.2.	Secteur L.....	126
2.2.1.	Les études pariétales du Panneau L.....	127
2.2.2.	La séquence stratigraphique des Carrés F+ILM.....	130
2.3.	Secteur B.....	132
2.3.1.	Les études pariétales du Panneau B1.....	132
2.3.2.	Les séquences stratigraphiques des Carrés N, K, G.....	134
2.4.	Secteur K.....	137
2.4.1.	Les études pariétales des Panneaux J3 et K5.....	137
2.4.2.	Les études pariétales du pilier peint 22.....	141
2.4.3.	Les séquences stratigraphiques des Carrés R et Q.....	147
2.5.	Secteur H.....	149
2.5.1.	Les études pariétales du Panneau H.....	149
2.5.2.	La séquence stratigraphique du Carré B.....	152
2.6.	Secteur 9.....	153
2.6.1.	Les études pariétales des piliers peints 9 et 10.....	153
2.6.2.	Les séquences stratigraphiques des Carrés A et D.....	160
3.	Bilan sur les contextes rupestres et stratigraphiques	163

Chapitre III L'art et les vestiges de Nawarla Gabarnmang

Le site de Nawarla Gabarnmang se caractérise par une rare densité de dessins portés au plafond et sur les piliers. Ceux-ci résultent de différentes générations de fréquentation et de représentations graphiques. Les études archéologiques menées sur ce site ont permis d'identifier des occupations remontant à environ près de 50 000 ans (David *et al.*, 2011). Des datations de dessins réalisés à partir de cire d'abeille ont souligné le caractère récent des derniers grands panneaux du plafond réalisés au cours des cents dernières années (Gunn, 2016). Ainsi, la plupart des motifs de ce site pourrait se situer entre ces deux bornes temporelles. Face à l'impossibilité de les dater directement compte tenu de la nature des matières picturales, la caractérisation des différentes couches picturales qui les composent a été réalisée afin de comparer leur nature avec les matières colorantes et colorées retrouvées dans les niveaux archéologiques (David *et al.*, 2011). Cette caractérisation s'appuie également sur l'étude de l'art rupestre et la mise en évidence de différentes générations de peintures (Gunn, 2016). Les niveaux archéologiques étant calés chronologiquement (datations ¹⁴C et OSL), il devient alors possible d'approcher indirectement « l'âge » des peintures. Les liens entre les vestiges de matières colorantes et colorées retrouvés au sein des niveaux d'occupation datés et les peintures du site devraient permettre de replacer dans le temps les différentes générations de représentations rupestres.

Dans cette perspective, la détermination de la nature des matières colorantes et colorées récoltées dans les niveaux archéologiques est essentielle pour conduire une approche comparative avec celles présentes dans les différentes superpositions de peintures. Afin de mieux appréhender les relations entre les matières picturales encore visibles sur le site et les matières colorantes et colorées retrouvées dans les carrés de fouille, il est nécessaire de développer une approche intégrée du site en croisant l'ensemble des données acquises sur le site par les différents champs de recherche (archéologie, art pariétal, géomorphologie, géochimie, datation...). Par ailleurs, la description stylistique des panneaux présents dans ce site est indispensable, notamment ceux en lien avec les différents carrés fouillés depuis 2010.

La **première partie** de ce troisième chapitre présente comment les différentes générations de superposition picturales ornant plafond et piliers ont été étudiées. Après l'introduction des objectifs des fouilles, une définition de secteurs « géographiques » est proposée pour faciliter la lecture des informations pariétales et archéologiques dans le site. La **deuxième partie** est consacrée aux descriptions systématiques dans chaque secteur défini, d'une part, de l'art rupestre environnant les différents carrés de fouille ayant livré du matériel archéologique étudié lors du travail doctoral et, d'autre part, de la répartition de ce matériel le long des séquences stratigraphiques des carrés fouillés. La **troisième partie** du chapitre se clôture sur un bilan des contextes rupestres et stratigraphiques décrits précédemment.

1. Des superpositions picturales aux dépôts sédimentaires

1.1. Étude des superpositions picturales

Depuis le lancement du projet « *Connecting Country* », trois campagnes de terrain ont eu lieu en 2010, 2011 et 2012. Les travaux ont été concentrés sur la partie centrale de l'« abri sous roche », 350 m² où se concentrent les principaux témoins culturels aussi bien en surface du sol, en plafond qu'en paroi (piliers).

Les entités graphiques de Nawarla Gabarnmang ont fait l'objet d'une étude menée par R.G. Gunn (Gunn, 2016). Elle s'est essentiellement intéressée aux emboitements et superpositions des peintures sur les différentes dalles du plafond. Ce sont 42 panneaux qui ont été ainsi étudiés (Fig. III-1) et une chronologie relative a pu être proposée pour l'art rupestre encore visible sur le plafond de l'abri. Ce travail repose à la fois sur un relevé minutieux de terrain, couplé avec des traitements informatiques et infographiques de photographies prises à haute résolution. Les logiciels de traitement numérique utilisés sont Adobe Photoshop® et D-Stretch®. Ils ont permis de travailler sur les couches picturales les plus anciennes puisque D-Stretch® permet de faire ressortir au mieux certaines couleurs selon les options choisies par l'opérateur (Gunn *et al.*, 2010a).

Afin de rendre compte de la chronologie *via* la superposition des couches picturales, une arborescence sur la trame de la matrice de Harris a été construite pour chacun des panneaux (Gunn, 2016). Cette méthode issue des travaux archéologiques (discernement des séquences stratigraphiques et de leur contenu) a été adaptée aux panneaux ornés de Nawarla Gabarnmang. Elle met en évidence les rapports qu'entretiennent les unités « stratigraphiques » entre elles. Ces unités sont représentées par des cases numérotées et les relations temporelles (antériorité et postérité) entre celles-ci sont traduites par des traits reliant les cases.

Dans le cadre de l'étude de R.G. Gunn (2016), les matrices de Harris ont été appliquées pour étudier les modèles de superpositions picturales présentes dans l'art rupestre encore visible à Nawarla Gabarnmang. La méthode considère une unité graphique ou un motif pictural comme une « unité stratigraphique ». En observant l'organisation des motifs les uns par rapport aux autres, trois types de relation sont établis entre les unités graphiques d'une ou plusieurs couches picturales : (i) contemporanéité (liée à la présence de traits artistiques communs tels le type de motif, la couleur, la forme, la taille, l'état de conservation, etc.), (ii) superposition et (iii) absence de relation directe (Aubry *et al.*, 2014). Ces relations sont exprimées graphiquement dans la matrice du panneau étudié. Par cette méthode de codage se dégage une chronologie relative propre à chaque panneau traité (Fig. III-2). L'objectif de cette analyse structurelle est non seulement de reconstituer les processus de mise en place des motifs picturaux sur les panneaux, de comprendre les relations pouvant les lier, ou non, au sein d'une même couche picturale ou au niveau du panneau lui-même, mais également d'apprécier leur évolution stylistique (motifs picturaux et couleurs principalement) à travers le temps.

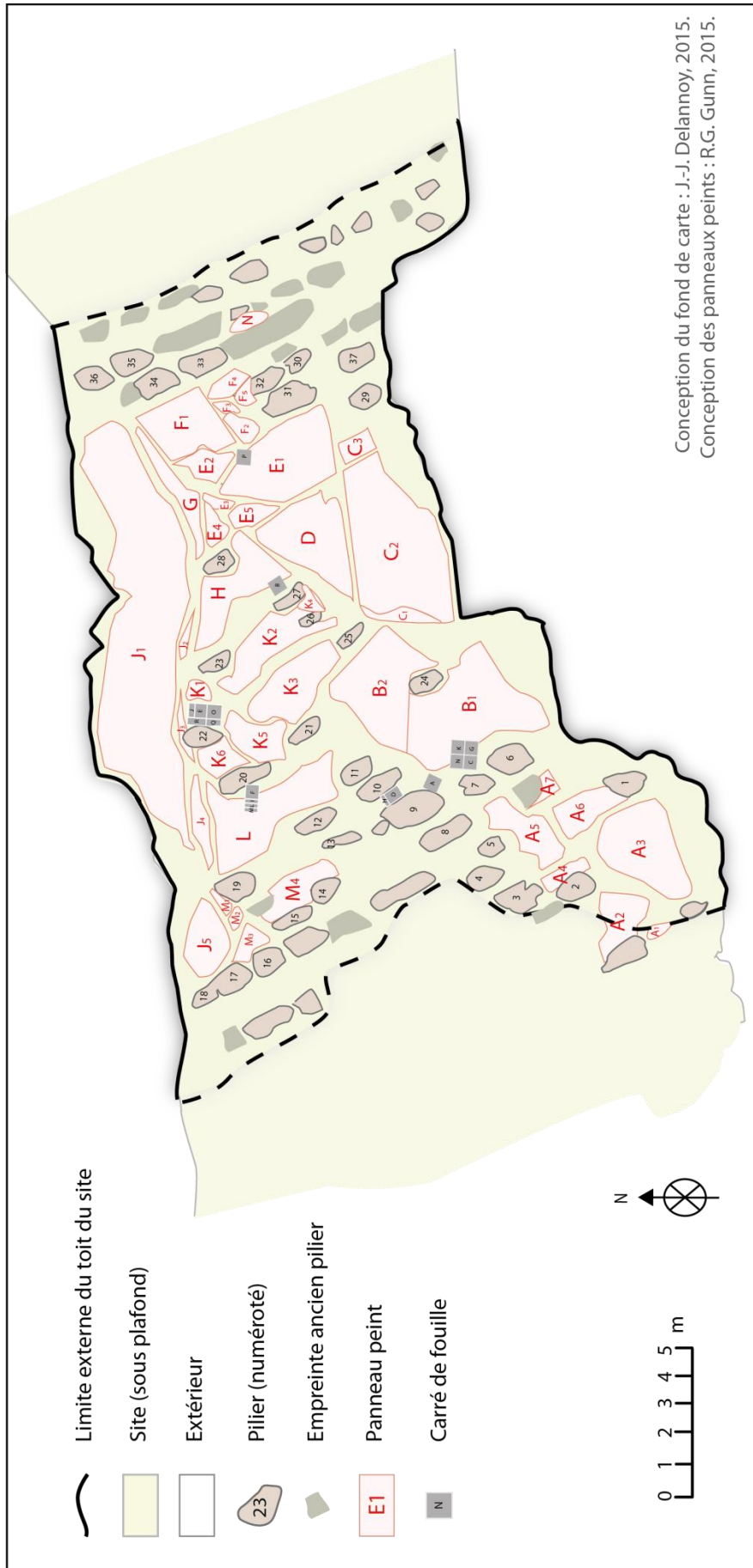


Figure III-1 : Localisation des plafonds peints, des piliers décorés et des carrés de fouille à Nawarla Gabarnmang

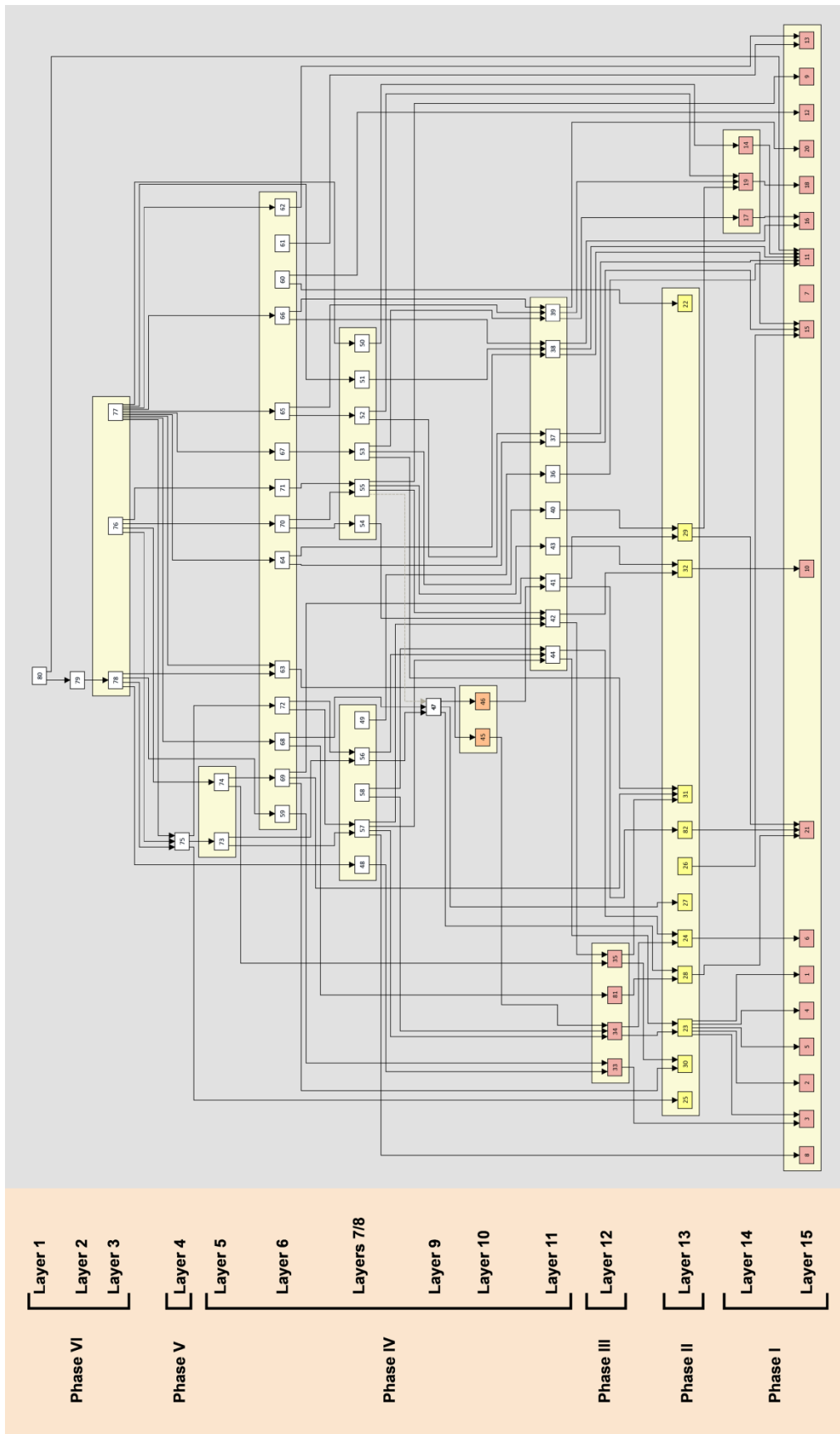


Figure III-2 : Exemple d'interprétation de la matrice de Harris du Panneau E1, avec report des phases artistiques identifiées (d'après Gunn, 2016). Les couleurs des cases indiquent la couleur principale des figures (dans les œuvres polychromes, c'est la couleur sous-jacente et habituellement la couleur la plus présente qui est représentée) (blanc = blanc ; rouge = rouge ; jaune = jaune ; orange = orange)

Cette approche méthodologique adaptée à l'analyse des panneaux de Nawarla Gabarnmang a permis de rendre compte des différentes générations de peintures et des changements stylistiques. Ces mises en relief interrogent sur les causes de ces changements : sont-elles liées à des modifications dans la stratégie d'approvisionnement en matières premières et/ou à des changements symboliques associés aux couleurs ?

Les séquences chronologiques ainsi dégagées de l'art rupestre constituent de forts supports de travail à mettre en lien avec les périodes d'occupation du site. Cet aspect chronologique vise donc à traiter la « continuité » de l'usage des pratiques artistiques en lien avec les différentes phases d'occupation archéologique et les pratiques artistiques qui peuvent se traduire non seulement à travers des changements stylistiques mais également à travers des changements dans la composition de la matière picturale servant à la réalisation des peintures rupestres. Ces changements peuvent être notamment mis en évidence par l'étude physico-chimique des peintures ainsi que des matières colorantes et colorées retrouvées pendant les fouilles archéologiques. Cette démarche prend d'autant plus de puissance lorsque les carrés de fouille se situent sous les entités graphiques de paroi (pilier) et de plafond. Notre travail s'est concentré sur les vestiges de ces matières colorantes et colorées, extraits des carrés de fouille situés à l'aplomb des peintures.

1.2. Connexion des dépôts sédimentaires aux superpositions picturales

Dès la première campagne de terrain (mai 2010), plusieurs carrés de fouille situés aux abords de panneaux rupestres ont été réalisés. D'une surface de 50 cm sur 50 cm, la fouille est effectuée selon un protocole rigoureux : dégagement par niveaux centimétriques correspondant aux unités élémentaires de fouille (XU). Celles-ci sont ensuite regroupées en unités stratigraphiques (SU : *stratigraphic unit*) sur des critères de changements visibles dans la stratigraphie et de la composition granulométrique. Les sédiments fouillés sont tamisés à sec avec un maillage de 2,1 mm. Tous les matériaux collectés lors de cette étape (refus de tamis de taille supérieure à 2,1 mm) sont conservés dans des sachets en plastique (un sachet par niveau élémentaire) afin d'être lavés, puis séchés à l'air et enfin triés en laboratoire. Cette étape est répétée sur l'ensemble des niveaux élémentaires (XU). Les objets désignés comme « culturels » et de taille supérieure à 2 cm en longueur observés *in situ*, ainsi que les charbons, sont enregistrés dans les trois dimensions de l'espace (coordonnées X, Y et Z). Ils sont conservés dans des contenants adaptés (David *et al.*, 2011). Le matériel archéologique est ensuite envoyé dans différentes institutions selon les analyses qui y seront menées (datation, pollen, sédimentologie). Une part de ce matériel a été transmise au Centre National de Préhistoire pour les analyses des outils lithiques et au laboratoire EDYTEM pour l'étude des matières colorantes et colorées.

À Nawarla Gabarnmang, les matières colorantes et colorées excavées ne représentent que quelques pourcents au sein du corpus archéologique qui comprend majoritairement des outils lithiques, une forte densité de charbons de bois, des restes fauniques et des éléments lithologiques. Ces matières colorantes et colorées – pièces facettées porteuses de traces d'un usage anthropique, éclats rocheux recouverts de matière picturale, meules présentant des résidus de couleur rouge sur leur surface abrasée, etc. – ont été mises au jour tout au long des séquences stratigraphiques au sein

de différents carrés de fouille (David *et al.*, 2014). Ces objets constituent l'assemblage étudié dans ce travail de recherche doctorale.

Dans le site, dix-huit carrés de fouille ont été réalisés. Onze d'entre eux ont livré du matériel d'étude pour ce travail doctoral constituant le corpus archéologique. Il s'agit des Carrés A, B, D, F+ILM (les Carrés I+L+M sont considérés comme un seul carré), G, K, N, P, Q et R (cf. Fig. III-1). Les principaux objectifs des fouilles archéologiques situées sous les panneaux peints du plafond sont de :

- Dater la création des surfaces peintes du plafond supportant les différents panneaux en trouvant les strates rocheuses des plafonds précédents enfouies dans le sol archéologique, conférant ainsi un âge maximal aux peintures présentes sur les panneaux ;
- Trouver et dater les résidus des matières colorantes et colorées issus de la préparation de la matière picturale nécessaire à la réalisation des peintures des panneaux du site, permettant de dater de façon indirecte les peintures aux couleurs correspondantes ;
- Identifier et dater les écailles peintes qui se sont détachées des panneaux peints, donnant ainsi un âge minimum pour ces peintures ;
- Déterminer l'âge des gouttes de peinture, désormais sèches, qui sont tombées sur le sol à l'époque de la réalisation des panneaux, permettant ainsi de dater de façon indirecte les peintures aux couleurs correspondantes.

Ces différents objectifs constituent les éléments majeurs de l'approche intégrée que nous avons souhaité mener en croisant les données archéologiques, environnementales, pariétales et géomorphologiques du site.

Dans le cadre de notre étude, seuls les carrés de fouille ayant livré du matériel archéologique étudié au cours de la période de recherche doctorale seront présentés. Par conséquent, seul l'art rupestre des panneaux situés au-dessus de ces carrés – Panneaux E1, L, B1, J3, K5 et H – sera décrit (Fig. III-3). L'art rupestre a également été signalé sur 36 piliers. Les piliers enregistrés portent un numéro (piliers 1 à 36, Fig. III-1 et III-3) et leurs panneaux artistiques portent le numéro du pilier associé avec un suffixe dépendant de la direction dans laquelle le panneau fait face (A : ouest, B : est, C : nord, D : sud). L'étude pariétale des piliers du site étant toujours en cours, seul l'art rupestre de trois piliers peints (piliers 9, 10 et 22) sera ici détaillé.

Des secteurs « géographiques » ont été définis pour permettre un repérage aisé des différents panneaux et piliers peints du site et faciliter la lecture des informations (Tableau III-1 ; Fig. III-3).

Carrés de fouille	Secteurs	Panneaux/piliers peints
P	E	E1
F+ILM	L	L/20
N	B	B1
K	B	B1
G	B	B1
R	K	J3/22
Q	K	K5/22
B	H	H/27
A	9	9
D	9	9 et 10

Tableau III-1 : Correspondance entre les carrés de fouille et les panneaux et/ou piliers peints (en lien avec Fig. III-3)

La présentation ci-après des carrés de fouille se concentre d'une part sur la description de l'art rupestre sur panneaux et/ou piliers peints environnants à partir des travaux de Gunn (2016). D'autre part, une présentation succincte du matériel archéologique, hors matériel lithique et faunique, mis au jour pendant les fouilles est donnée (nombre et répartition des vestiges archéologiques le long des séquences stratigraphiques de chaque carré fouillé). Cette présentation débute avec la description du Carré P situé sous le Panneau E1. Ce carré a suscité une attention toute particulière notamment en raison de la découverte lors des fouilles de « gouttes de peinture » dans un des niveaux archéologiques. Il a ainsi fait l'objet de la rédaction d'un chapitre de la monographie intitulée « *The Archaeology of Rock Art in Western Arnhem Land, Northern Australia* » (in *Terra Australis*, eds. B. David, P.S.C. Taçon, J.-J. Delannoy et J.-M. Geneste). Ainsi, l'étude exhaustive réalisée sur le Panneau E1 ainsi que sur l'ensemble des vestiges archéologiques – vestiges lithiques et fauniques compris – provenant du Carré P situé immédiatement dessous est présentée. Notre recherche doctorale s'inscrivant dans une approche intégrée, il a semblé judicieux de faire une synthèse de l'ensemble des informations issues des différentes études entreprises sur ce carré de fouille (pariétales, archéologiques, sédimentaires et géomorphologiques).

Par la suite, les descriptions des carrés fouillés restants seront plus succinctes se concentrant uniquement sur la description de l'art rupestre environnant et sur le matériel archéologique étudié dans le cadre de ce travail doctoral.

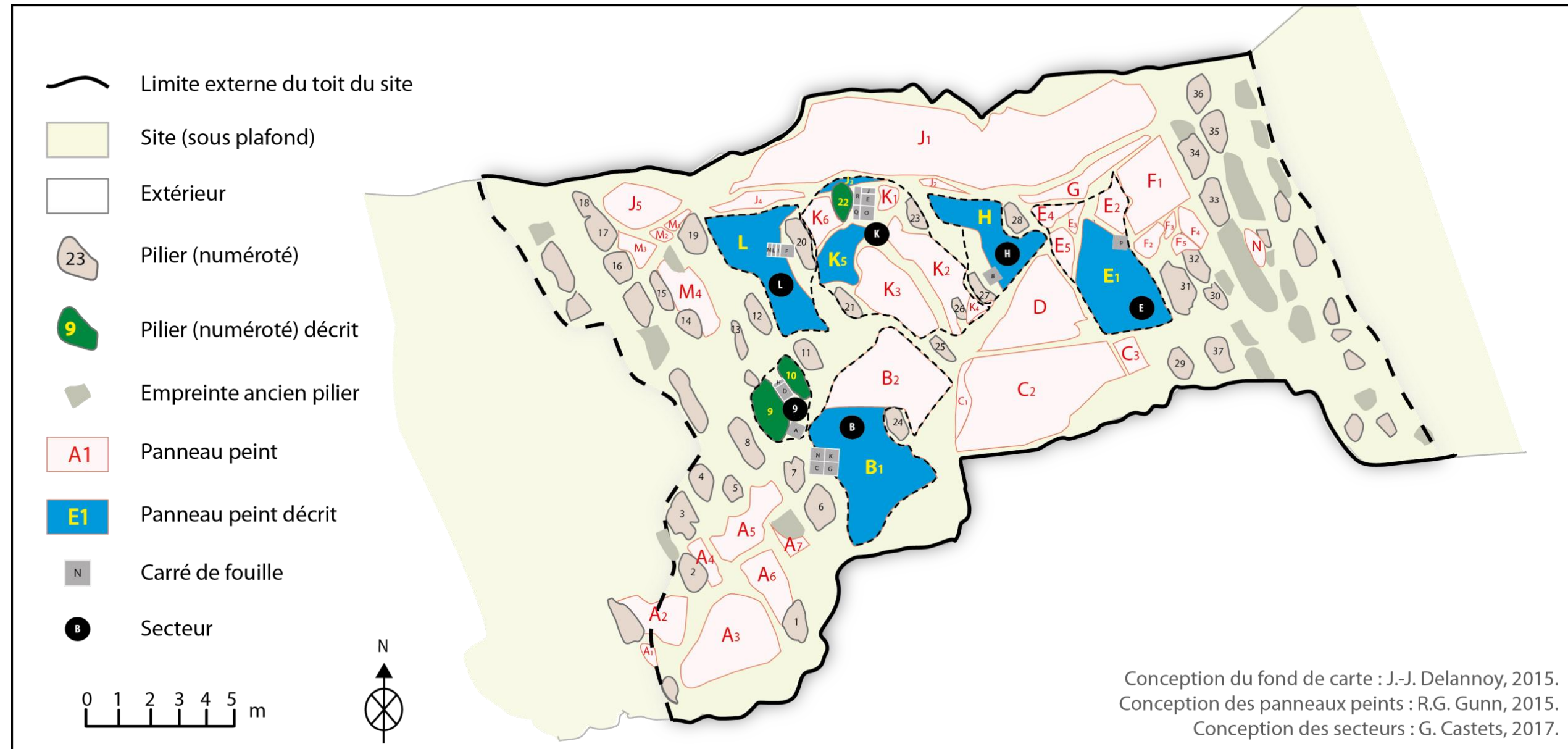


Figure III-3 : Carte du plafond et des carrés de fouille, avec secteurs définis à Nawarla Gabarnmang

2. Étude du site par secteur

2.1. Secteur E

En mai 2012, le **Carré P** (50 × 50 cm), situé immédiatement sous le **Panneau E1** du plafond, a été fouillé (David *et al.*, 2014).

2.1.1. Les études pariétales du Panneau E1 (d'après les travaux de Gunn, 2016)

Le Panneau E1 couvre le plafond subhorizontal sur une zone mesurant 5,4 × 2,4 m (Fig. III-4). Il est situé dans la partie orientale de l'abri. À la différence des autres carrés de fouille, le Carré P ne se trouve pas à proximité de piliers. 82 entités ont été répertoriées sur ce panneau (Fig. III-5). Elles se concentrent essentiellement au centre du panneau, avec de très nombreuses superpositions picturales qui masquent les motifs des couches picturales sous-jacentes et donc plus anciens.

Quinze couches picturales superposées ont été identifiées et illustrées dans une matrice de Harris (cf. Fig. III-2). Six phases de réalisation ont ainsi pu être relevées :

- La Phase E1/I, la plus ancienne, se limite aux couches picturales 14 et 15. Elle comprend 21 figures de couleur rouge. On peut souligner les représentations inhabituelles d'un poisson et d'un grand serpent en monochrome rouge avec des traits caractéristiques du style *X-ray*. Ceci est inattendu car, comme partout à Nawarla Gabarnmang, le style *X-ray* est uniquement présent parmi les œuvres les plus récentes ;
- La Phase E1/II comprend une seule couche picturale (couche 13) et se démarque des autres phases identifiées par la présence exclusive de douze peintures jaunes, non suffisamment visibles pour identifier les motifs peints ;
- La Phase E1/III est associée à une seule couche picturale (couche 12) et est constituée de quatre peintures rouges qui, au vu de leur état de conservation, ne permettent pas de reconnaître le type de motifs peints ;
- La Phase E1/IV se compose de 39 figures réparties dans sept couches picturales distinctes (couches 5 à 11). Les couches picturales sont dominées par 28 monochromes blancs, huit bichromes à base de blanc et de rouge, un bichrome blanc et jaune, ainsi que deux monochromes oranges ;
- La Phase E1/V se caractérise par un seul motif de tortue en bichrome blanc et orange qui orne la couche picturale 4 ;
- La Phase E1/VI, la plus récente, regroupe les couches 1 à 3 pour un total de cinq motifs. Elle montre un changement de style artistique des couches picturales sous-jacentes. Ce changement se traduit par des peintures plus grandes et spectaculaires visuellement parlant, comme en attestent les représentations polychromes de deux barramundis.



Figure III-4 : Photographie du Panneau E1 situé au-dessus du Carré P (face au sud) avant la fouille (© B. David)

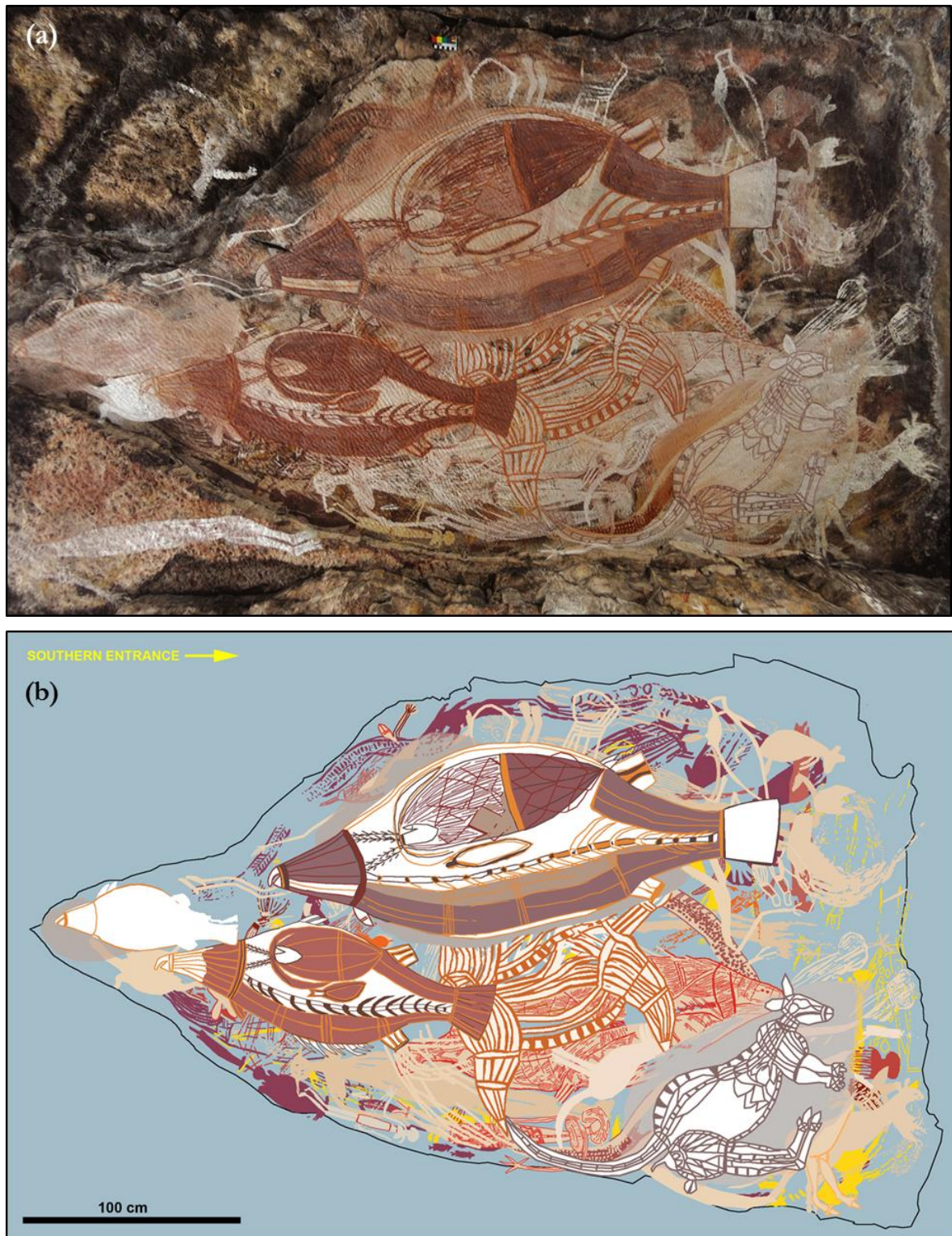


Figure III-5 : (a) Photographie du Panneau E1 (© R.G. Gunn) ;

(b) Relevé des figures composant le Panneau E1 (d'après Gunn, 2016).

Les figures sont dessinées avec des couleurs standardisées qui n'équivalent pas nécessairement aux teintes des œuvres rupestres originales. Comme sur les autres relevés des panneaux décrits dans ce manuscrit, un fond gris (Pantone Cool Grey 9C) a été choisi afin de fournir un bon contraste avec les couleurs des figures superposées.

On peut noter une évolution dans le temps concernant les couleurs appliquées sur le Panneau E1 (Tableau III-2) ; elle débute par des peintures rouges, passe ensuite à des motifs de couleur jaune, puis blancs, et enfin des polychromes toujours avec une base blanche.

Phases de réalisation E1	Nombre de couches picturales	Nombre de motifs picturaux	Couleurs des motifs picturaux
I	2	21	rouge
II	1	12	jaune
III	1	4	rouge
IV	7	39	blanc , blanc + rouge, orange, blanc + jaune
V	1	1	blanc + orange
VI	3	5	polychrome (blanc, rouge, orange, mauve)

Tableau III-2 : Résumé des phases de réalisation identifiées sur le Panneau E1 (C : couleur majeure, C : couleur mineure) (synthèse à partir des travaux de Gunn, 2016)

2.1.2. Les fouilles du Carré P (d'après les travaux de B. David)

23 niveaux élémentaires (XU) suivant la séquence stratigraphique ont été relevés dans le Carré P. Les niveaux élémentaires ont une épaisseur moyenne de $1,3 \pm 0,3$ cm. Le fond actuel du carré bute à 29 cm de profondeur sur un niveau rocheux plat (Fig. III-6) (David *et al.*, 2014). Des mesures par géoradar suggèrent que le niveau rocheux à la base du Carré P repose sur des sédiments non consolidés d'une épaisseur moyenne de 30 cm. L'étude géomorphologique a souligné que ce niveau rocheux n'est pas lié à la base d'un pilier aujourd'hui effondré (Delannoy *et al.*, 2017). L'hypothèse la plus vraisemblable est qu'il corresponde à un élément de dalle tombée du plafond. La nature de cette chute (naturelle ou anthropique) ne peut être précisée à ce stade des travaux morphogéniques. Le Panneau E1 a ainsi été peint sur le plafond dégagé par la chute de la dalle (David *et al.*, 2017b).



Figure III-6 : Photographie de la base du Carré P, exposant vraisemblablement une dalle tombée du plafond
(© B. David)

La séquence stratigraphique du Carré P comprend cinq unités stratigraphiques (SU) (Fig. III-7). Les éléments constitutifs des différentes unités stratigraphiques sont globalement similaires : sédiments de nature sablo-cendreuse, charbons plus ou moins abondants, quelques végétaux sous formes de racines et de feuilles sèches dans les niveaux supérieurs (Tableau III-3).

Toutefois, durant la fouille, de petites taches de 1 mm à 2 cm d'épaisseur ont été observées *in situ* dans la troisième unité stratigraphique (SU3A). Ces taches, de couleur pâle, apparaissent à 24 cm de profondeur à hauteur du XU18 ; elles sont réparties densément à la surface du niveau bien que se rarifiant vers le quadrant nord-est du carré (Fig. III-8). Elles mesurent près de 2 cm de diamètre avec des bords convexes et se présentent sous forme de poudre compacte et consolidée qui aurait coagulée avec (ou sur) le sable cendreuse, constituant majeur de l'unité SU3A. Ces taches sont archéologiquement interprétées comme des « gouttes de peinture » tombées sur le sol lors de la réalisation du Panneau E1. Elles peuvent être tombées soit du panneau peint soit du pinceau de l'artiste pendant l'application de la peinture. Au contact du sol, ces « gouttes de peinture » se seraient alors mélangées avec le sable cendreuse et auraient séchées *in situ*.

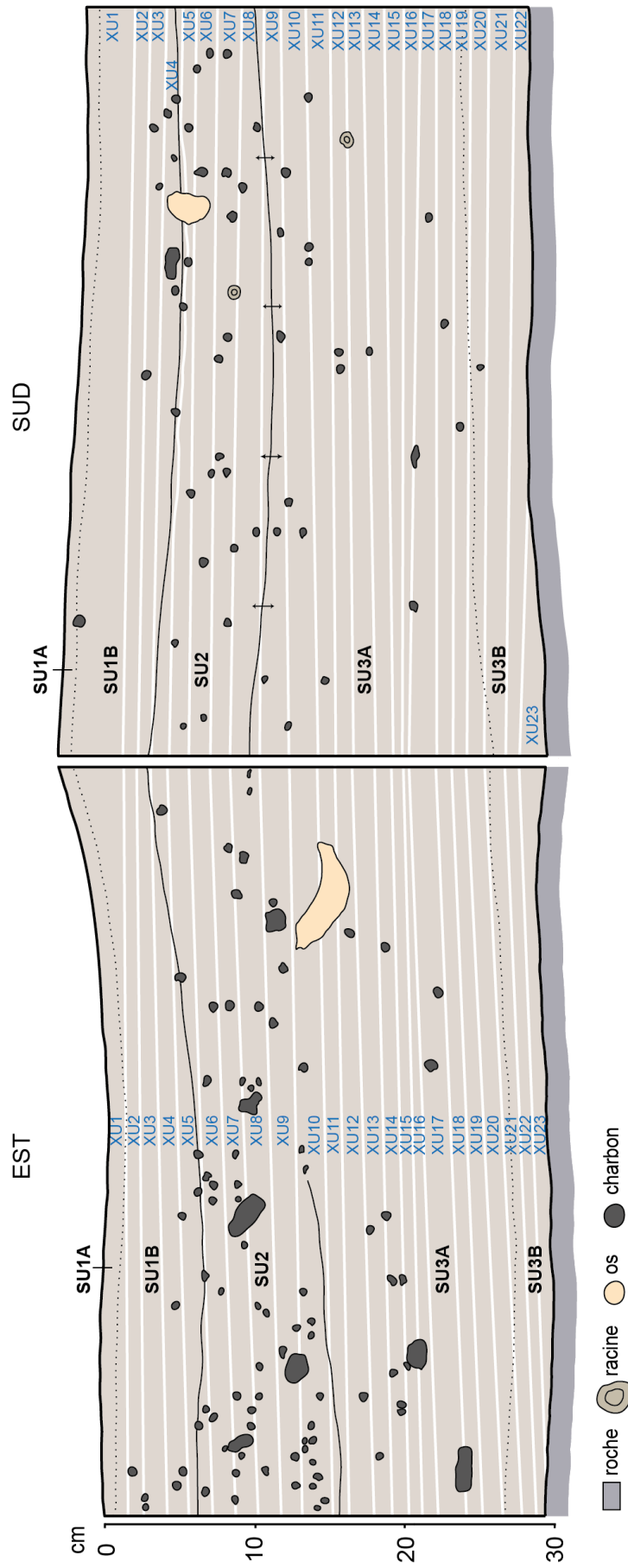


Figure III-7 : Coupe stratigraphique du Carré P (© B. David)



Figure III-8 : Photographies du Carré P montrant les sédiments à la base de :
(a) XU17 (23 cm de profondeur), niveau élémentaire au-dessus de celui contenant les gouttes de peinture sèches ;
(b) XU18 (24 cm de profondeur), niveau élémentaire contenant les gouttes de peinture sèches, ici visibles comme des taches légèrement colorées ;
(c) XU19 (25 cm de profondeur), niveau élémentaire au-dessus de celui contenant les gouttes de peinture sèches ;
(d) Zoom sur le niveau tacheté XU18 (© B. David)

SU	XU	Description
1A	« surface »	Sédiments sablo-cendreux Charbons abondants Aucune végétation
1B	1-4	Sédiments sablo-cendreux, plus consolidés que ceux dans SU1A Charbons abondants Quelques feuilles sèches
2	5-8	Sédiments sablo-cendreux, moyennement consolidés, plus clairs que ceux dans SU1 et SU3 Charbons abondants Racines végétales et os d'animaux
3A	9-19	Sédiments sablo-cendreux Charbons en moindre quantité Taches colorées identifiées comme des gouttes de peinture sèches
3B	20-23	Sédiments sablo-cendreux, plus humides que ceux dans les SU précédents, bien que jamais véritablement « mouillés » Charbons en moindre quantité Racines végétales

Tableau III-3 : Description des constituants des SU du Carré P (remarque : le changement de strate entre SU1A et SU1B est mal défini) (d'après David *et al.*, 2017b)

Les analyses sédimentaires

Les analyses sédimentaires menées sur ce carré de fouille indiquent que les sédiments sont de nature sablo-limoneuse avec une forte teneur en charbons et en cendres. Cela se traduit par un pourcentage en matière organique compris entre 4,0 et 8,3 % en masse par XU. Les analyses physico-chimiques révèlent l'acidité des sédiments, avec un pH compris entre 3,83 et 4,55. Cette acidité a pour incidence la mauvaise conservation des vestiges organiques (bois, ossements...).

Les datations ¹⁴C

40 dates ont été obtenues à partir de mesures de datation radiocarbone par spectrométrie de masse par accélérateur réalisées sur des charbons extraits des différentes couches sédimentaires du Carré P (David *et al.*, 2017b). Quatre « Phases Radiocarbone » se dégagent du haut vers le bas :

- « Phase Radiocarbone IV » : cette phase, la plus récente, s'étend sur 180 ans cal BP et comprend les treize premiers niveaux élémentaires (à l'exception d'une date qui remonte à 337 ± 25 ans BP). Tous ces datations se retrouvent dans les ensembles sédimentaires SU1A, SU1B, SU2 ou à l'interface SU2/SU3A ;
- « Phase Radiocarbone III » : elle précède immédiatement la « Phase Radiocarbone IV » et comprend les datations donnant un âge moyen entre 390 et 510 ans cal BP. Ces dates correspondent à SU3A et au niveau de ses interfaces avec SU2 et SU3B ;

- « Phase Radiocarbone II » : elle inclut les datations comprises entre 1030 et 1370 ans cal BP. Ces datations sont associées à des charbons de l'ensemble sédimentaire SU3B et à son interface avec SU3A ;
- « Phase Radiocarbone I » : la phase la plus ancienne englobe les datations comprises entre 2580 et 4240 ans cal BP. Cette phase couvre une plage de temps assez large avec de multiples phases d'activités ; celles-ci sont particulièrement marquées à la base de la fouille (deux derniers niveaux élémentaires), sur ou très proches de la dalle rocheuse marquant la base actuelle de la fouille du Carré P.

On ne dispose pas d'information sur les dépôts sédimentaires scellés sous la dalle rocheuse effondrée, visible au fond du Carré P.

Le matériel archéologique mis au jour

Les objets lithiques

Un total de 792 objets lithiques a été extrait de la fouille du Carré P. Près de la moitié d'entre eux provient des niveaux élémentaires compris entre XU1 et XU8. Le poids moyen de ces objets lithiques est de 0,4 g. Ils mesurent dans la majorité des cas plus de 10 mm de longueur. Ces objets semblent issus d'un travail de matière première lithique réalisé au sein même du site. Cinq grands types de matériaux ont été utilisés pour la confection de ces objets, majoritairement du quartzite, mais aussi du chert, du quartz, du *siltstone* et des roches ignées. Des fragments de hache polie ont été retrouvés dans les strates les plus récentes, suggérant une continuité dans la production lithique de ce type d'objets jusqu'à des temps subactuels. Dix autres outils ou fragments d'outils ont été exhumés. Ces objets (unifaces et bifaces) sont en quartzite et se retrouvent uniquement dans les douze premiers niveaux élémentaires (XU1 – XU12) (David *et al.*, 2017b).

Les restes fauniques

L'assemblage faunique est constitué d'une quantité modérée de fragments d'os et de dents, de quelques matières fécales de mammifères et d'une petite quantité de coquilles de bivalve d'eau douce. Les morceaux de coquille, extrêmement fragiles, se localisent uniquement dans les quatrième et cinquième niveaux élémentaires. Des boulettes de matière fécale, bien préservées, de macropodes (wallabies et kangourous) ainsi que des fragments de selles canines ont été retrouvées dans les trois premiers niveaux élémentaires.

Les fragments osseux et dentaires se concentrent principalement entre les niveaux élémentaires XU1 et XU8, en moindre mesure entre XU9 et XU13, et occasionnellement entre XU14 et XU22. La majeure partie de cet assemblage appartient à la « Phase Radiocarbone IV », c'est-à-dire à la phase subactuelle qui s'étale sur 180 ans cal BP. Les restes fauniques les plus anciens retrouvés dans le niveau XU22 pourraient dater de la fin de la « Phase Radiocarbone II » (1030 – 1340 ans cal BP) mais sont plus probablement associés au début de la « Phase Radiocarbone III » (390 – 510 ans cal BP) (David *et al.*, 2017b). Les os et les dents retrouvés dans les strates les plus récentes (XU1 – XU3) sont exceptionnellement bien conservés, de même que ceux retrouvés dans les niveaux XU4 – XU6, bien que certains montrent des traces de consommation par les termites. Ce type de dégradation ne cesse

Les études pariétales ont souligné une évolution dans le temps des couleurs appliquées sur le Panneau E1. Les datations sur les charbons de bois ont permis d'attribuer un âge aux unités stratigraphiques identifiées compris entre 180 et 4240 ans cal BP. Quant aux analyses sédimentaires, elles ont confirmé la nature acide et sablo-cendreuse des sédiments.

Par la suite, seules les études pariétales et les séquences stratigraphiques des carrés de fouille ayant livrés des vestiges de matières colorantes et colorées seront évoquées. Il sera intéressant de vérifier si un modèle d'évolution des couleurs appliquées sur les différents panneaux à proximité des autres carrés de fouille se dessine à l'échelle du site et comment l'évolution des couleurs peut-elle être utilisée pour aider à la datation des peintures rupestres. Par ailleurs, il serait judicieux de vérifier si l'omniprésence de matériel archéologique au sein des différentes unités stratigraphiques est uniquement caractéristique du Carré P ou si on la retrouve aussi dans les autres carrés de fouille, à moins de relever des lacunes de vestiges. De même, est-ce que des « gouttes de peinture » ont été observées au sein des autres carrés situés sous le plafond peint ? Ainsi, après une description détaillée du Carré P et de son environnement pariétal, ce sont maintenant les études pariétales et archéologiques menées sur les autres carrés fouillés, qui sont présentées afin de répondre à ces questions.

2.2. Secteur L

Dans la partie ONO de l'abri sous roche, les Carrés F+ILM sont situés sous le Panneau L et à proximité du pilier peint 20 (Fig. III-10).

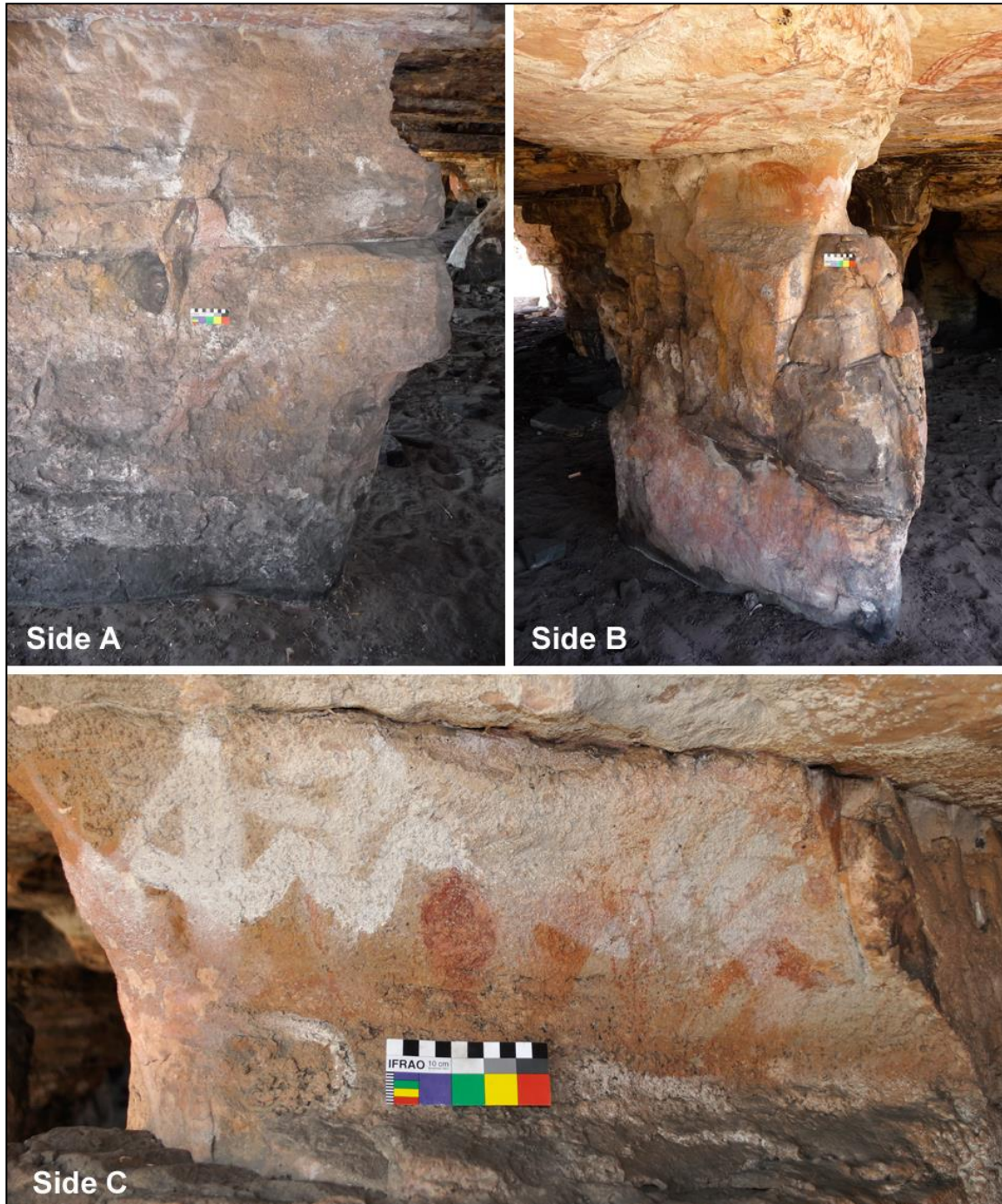


Figure III-10 : Photographies du pilier peint 20, accolé au Carré F (© R.G. Gunn)

2.2.1. Les études pariétales du Panneau L (d'après les travaux de Gunn, 2016)

Le Panneau L mesure 4,8 × 3,2 m. Au total, 58 motifs ont été dénombrés, dont celui d'un anthropomorphe peint en rouge, postérieurement complété avec des traits blancs, muni d'une paire d'antennes émanant de sa tête et retombant le long de son corps (Fig. III-11).





Figure III-11 : (a) Photographie du Panneau L ;
(b) Relevé des figures composant le Panneau L (d'après Gunn, 2016)

Sur ce panneau, treize couches picturales superposées ont été mises en évidence et regroupées en six phases de réalisation :

- La Phase L/I, la plus ancienne, est composée de neuf motifs de couleur rouge ;
- La Phase L/II est constituée de trois couches picturales et comporte sept peintures rouges, dont celle de l'anthropomorphe avec des antennes. Des détails à base de peinture blanche ont été ajoutés sur cette figure et, au vu de la différence d'état de conservation entre les peintures rouges et blanches, il en a été déduit que ces deux événements ne sont pas contemporains ;
- La Phase L/III présente des similarités avec la phase précédente, dans le sens où deux anthropomorphes, peints en rouge, ont été embellis par le rajout de détails exécutés avec de la peinture blanche ;
- La Phase L/IV est décorée par treize motifs blancs ;
- La Phase L/V, comprenant une seule couche picturale, se caractérise par la présence de neuf motifs de couleur jaune ;
- La Phase L/VI, la plus récente, présente cinq couches picturales pour un total de dix-sept motifs. Toutes ces couches picturales sont dominées par la représentation d'anthropomorphes, au nombre de douze : cinq monochromes blancs, quatre bichromes blanc et rouge, et trois bichromes blanc et jaune. À ces dessins d'anthropomorphes s'ajoutent deux mains négatives blanches, un motif irrégulier blanc et deux opossums en bichrome rouge et blanc.

Les couleurs appliquées sur le Panneau L ont changé au fil des différentes phases de réalisation identifiées (Tableau III-4). On retrouve majoritairement dans les plus anciennes phases des peintures rouges dont certaines ont été rehaussées avec des traits de couleur blanche. Au cours de la quatrième phase identifiée, seules des peintures blanches ont été réalisées. Ceci contraste avec la phase artistique suivante qui se distingue des autres par l'exécution de peintures uniquement de couleur jaune. Enfin, la phase la plus récente regroupe des peintures blanches ainsi que des peintures bichromes à base de blanc, soulignées de traits rouges ou jaunes.

Phases de réalisation L	Nombre de couches picturales	Nombre de motifs picturaux	Couleurs des motifs picturaux
I	2	9	rouge
II	3	7	rouge, rouge + blanc
III	2	3	rouge + blanc, rouge
IV	1	13	blanc
V	1	9	jaune
VI	5	17	blanc, blanc + rouge, blanc + jaune

Tableau III-4 : Résumé des phases de réalisation identifiées sur le Panneau L (C : couleur majeure, C : couleur mineure) (synthèse à partir des travaux de Gunn, 2016)

2.2.2. La séquence stratigraphique des Carrés F+ILM (d'après les travaux de B. David)

Les fouilles archéologiques des Carrés F+ILM ont atteint la roche mère. Le **Carré F**, accolé au pilier 20, a été fouillé jusqu'à atteindre une dalle rocheuse à près de trente centimètres en profondeur, entravant la poursuite des fouilles. Un deuxième carré, le **Carré I**, a donc été excavé immédiatement à côté du Carré F afin d'essayer de dégager cette dalle. Toutefois, la présence d'une autre dalle, à peu près à la même profondeur, a également empêché la suite de l'excavation du Carré I. Un autre carré (L) a été réalisé afin de retirer la dalle bloquant la poursuite des fouilles du Carré I. Le **Carré L** a ainsi été fouillé jusqu'à une autre dalle. Un dernier carré, le **Carré M**, a permis d'atteindre la roche mère à 80 cm de profondeur. Au final, nous sommes en présence d'un grand carré de fouille, mesurant 100 cm sur 50 cm (50 cm pour le Carré F, 10 cm pour le Carré I, 15 cm pour le Carré L et 25 cm pour le Carré M). Cependant, il a été décidé de le scinder en deux carrés de même dimension, à savoir en deux carrés de 50 cm sur 50 cm. Ainsi, le **Carré F** et le **Carré ILM** ont été fouillés indépendamment l'un de l'autre. Ils se divisent respectivement en 56 et 48 niveaux élémentaires.

Vingt-huit vestiges de matières colorantes et colorées ont été retrouvés durant ces fouilles : onze dans le Carré F et dix-sept dans le Carré ILM (Fig. III-12).

Les études pariétales ont montré un changement des couleurs utilisées pour peindre le panneau pariétal situé au-dessus des Carrés F+ILM. Au contraire du Carré P, on note des lacunes de vestiges de matières colorantes et colorées au sein des unités stratigraphiques des Carrés F+ILM, se traduisant par un nombre de matériel moindre qui n'excède pas la trentaine.

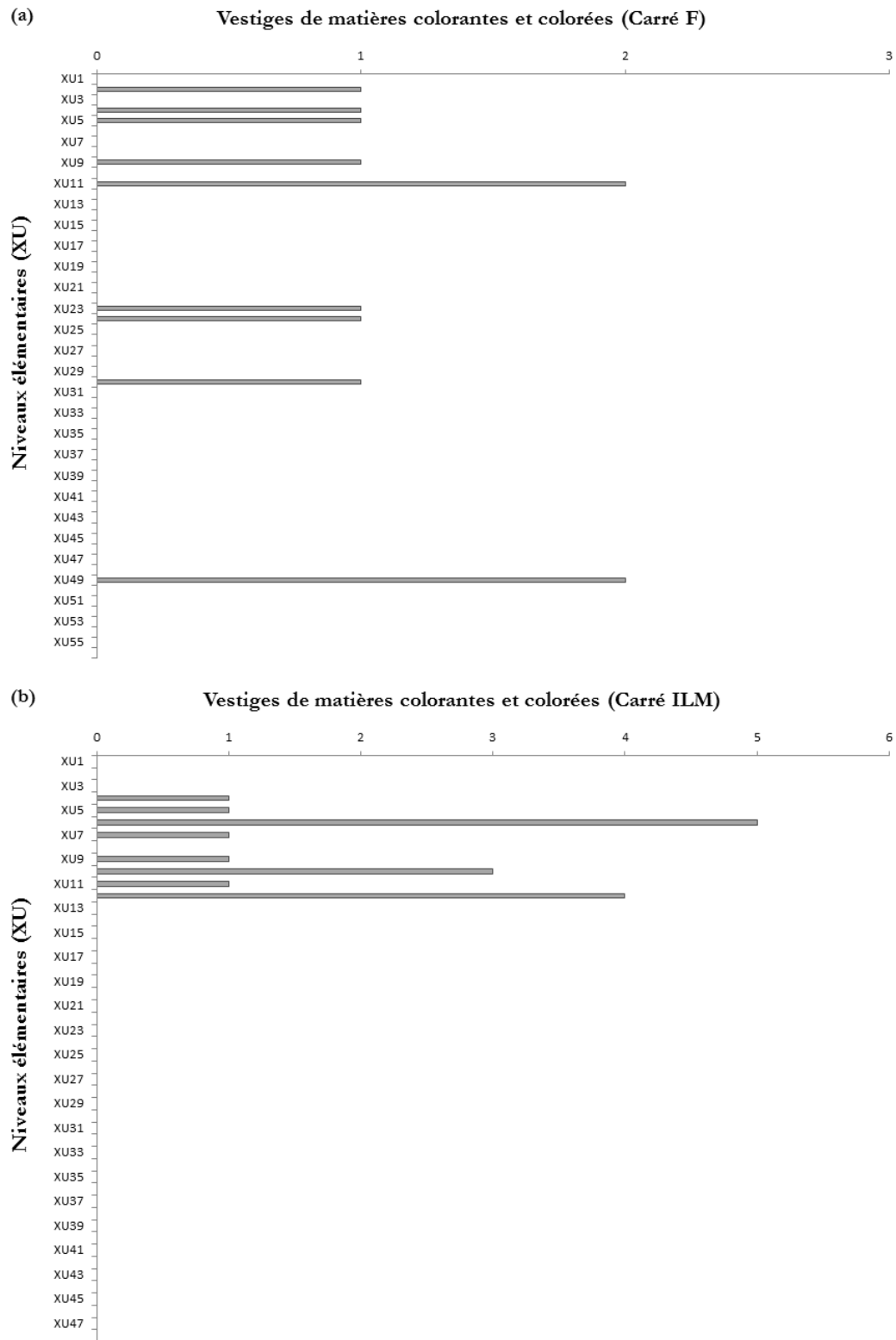


Figure III-12 : (a) Répartition des vestiges de matières colorantes et colorées par nombre au sein des niveaux élémentaires du Carré F ;
 (b) Répartition des vestiges de matières colorantes et colorées par nombre au sein des niveaux élémentaires du Carré ILM

2.3. Secteur B

Quatre carrés adjacents (N, K, G et C) ont été fouillés sous le **Panneau B1**. L'un d'entre eux, le Carré C, n'a pas livré de matières colorantes et/ou colorées. Ainsi, seuls les **Carrés N, K et G** seront ici décrits.

2.3.1. Les études pariétales du Panneau B1 (d'après les travaux de Gunn, 2016)

Les Carrés N, K et G sont situés sous le Panneau B1, mesurant près de $4,0 \times 3,3$ m. Ce panneau contient 47 motifs. La plupart des entités graphiques se concentrent sur le pourtour extérieur du panneau. Ce panneau se démarque des autres précédemment décrits par la présence de plusieurs traits de couleur noire venant rehausser les tons rouges et blancs de trois macropodes de style *X-ray* (Fig. III-13). Douze couches picturales ont été identifiées, puis regroupées en six phases de réalisation :

- La Phase B1/I, la plus ancienne, est constituée de deux couches picturales et pourvue de six motifs de couleur rouge. La couche picturale la plus ancienne se dénote par la présence d'un motif réalisé avec de fins traits de couleur mauve ;
- La Phase B1/II comprend une seule couche picturale et cinq peintures jaunes ;
- La Phase B1/III comprend également une seule couche picturale et onze peintures rouges. Ces peintures représentent toutes sans exception des animaux, comme par exemple des émeus et des macropodes ;
- La Phase B1/IV se compose de trois couches picturales, avec un total de dix peintures rouges ;
- La Phase B1/V montre un seul motif de couleur jaune. Ce motif a servi à repeindre un motif rouge d'échidné présent sur une couche picturale de la phase précédente ;
- La Phase B1/VI contient quatre couches picturales avec treize peintures blanches. Onze de ces dernières sont des anthropomorphes de couleur blanche, dont six ont été embellies par l'ajout ultérieur de détails exécutés au trait rouge. Trois macropodes, dont deux sont les peintures les plus grandes et voyantes du Panneau B1, sont des polychromes à base de blanc, de rouge et de noir, représentés dans le style *X-ray* propre au groupe des Jawoyn.

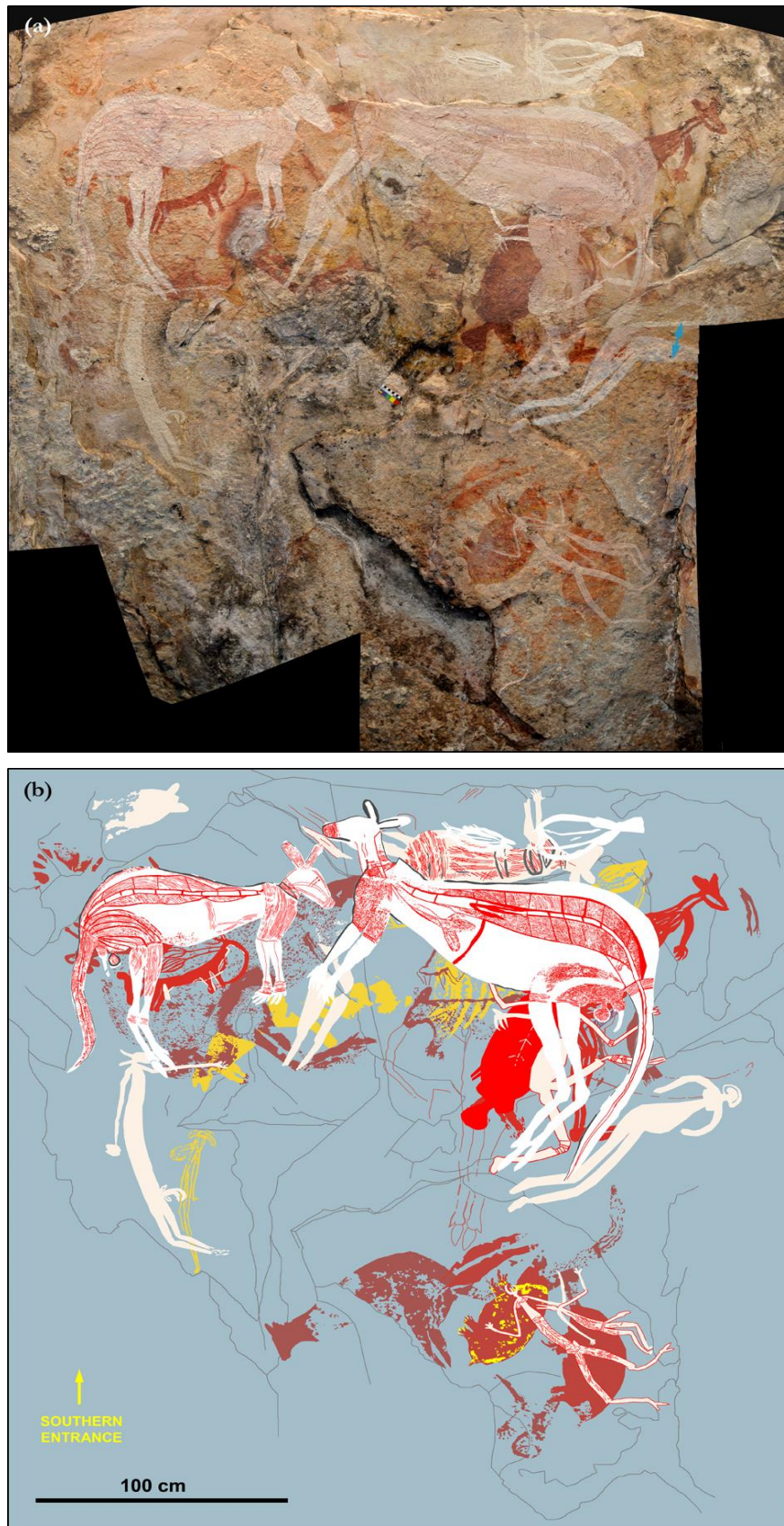


Figure III-13 : (a) Photographie du Panneau B1 (↔ : entités graphiques faisant partie d'un même motif) ;
(b) Relevé des figures composant le Panneau B1 (d'après Gunn, 2016)

Le Panneau B1 souligne une évolution des couleurs au cours du temps (Tableau III-5). Les plus anciennes entités graphiques sont composées de teintes rouges-mauves. La phase de réalisation suivante est caractérisée par des motifs uniquement de couleur jaune. Les deux phases qui succèdent sont marquées par une dominante de nouveau rouge. Enfin, la phase la plus récente se traduit par l'utilisation de la couleur blanche, que ce soit pour peindre des monochromes, des bichromes en blanc et rouge ou encore des polychromes en blanc et rouge soulignés par des contours au trait noir.

Phases de réalisation B1	Nombre de couches picturales	Nombre de motifs picturaux	Couleurs des motifs picturaux
I	2	7	rouge, mauve
II	1	5	jaune
III	1	11	rouge
IV	3	10	rouge
V	1	1	jaune
VI	4	13	blanc, blanc + rouge, blanc + rouge + noir

Tableau III-5 : Résumé des phases de réalisation identifiées sur le Panneau B1 (C : couleur majeure, C : couleur mineure) (synthèse à partir des travaux de Gunn, 2016)

2.3.2. Les séquences stratigraphiques des Carrés N, K, G (d'après les travaux de B. David)

La fouille du **Carré N** a distingué 32 niveaux élémentaires, jusqu'à atteindre la roche mère à une profondeur comprise entre 40 et 45 cm. Vingt-cinq vestiges de matières colorantes et colorées ont été relevés. Les trois premiers vestiges ont été exhumés dans le niveau XU21 (Fig. III-14). Les autres vestiges se retrouvent dans les derniers niveaux élémentaires (XU27 à XU31).

Au sein du **Carré K**, 24 niveaux élémentaires ont été identifiés et la roche mère a été atteinte à une profondeur entre 40 à 45 cm. Douze vestiges de matières colorantes et colorées ont été retrouvés le long de la séquence stratigraphique (Fig. III-15).

Le **Carré G** présente 20 niveaux élémentaires et a été fouillé jusqu'à atteindre la roche mère vers 40 cm de profondeur. Un seul résidu de matière colorante rouge a été exhumé du niveau XU17 (Fig. III-16).

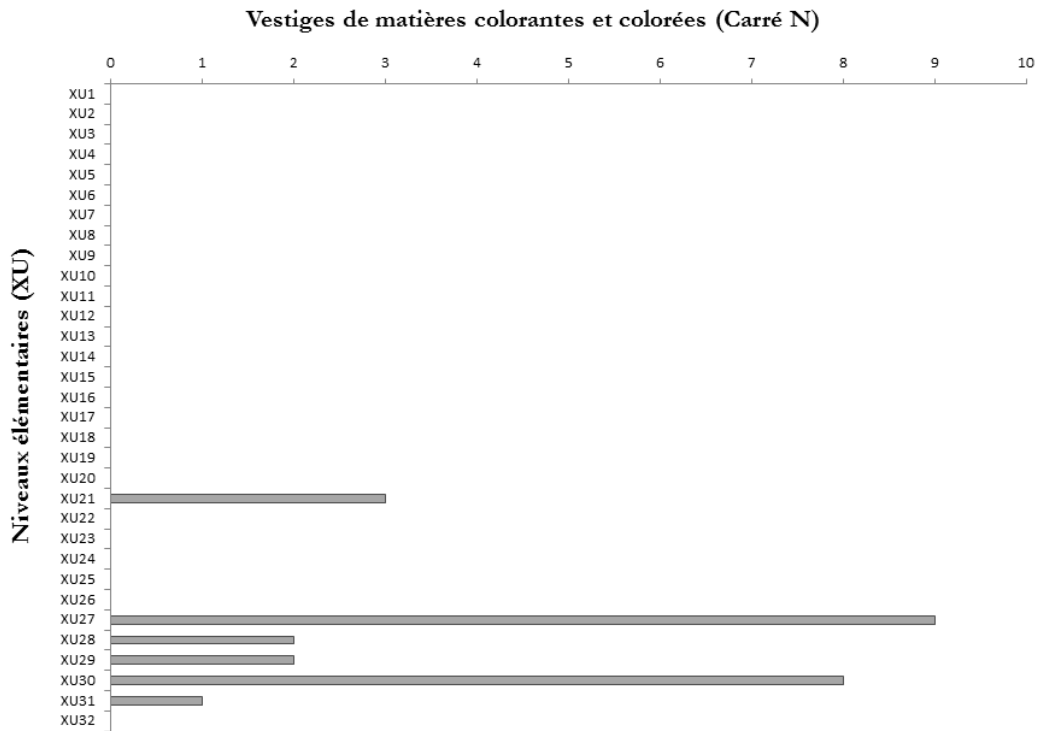


Figure III-14 : Répartition des vestiges de matières colorantes et colorées par nombre au sein des niveaux élémentaires du Carré N

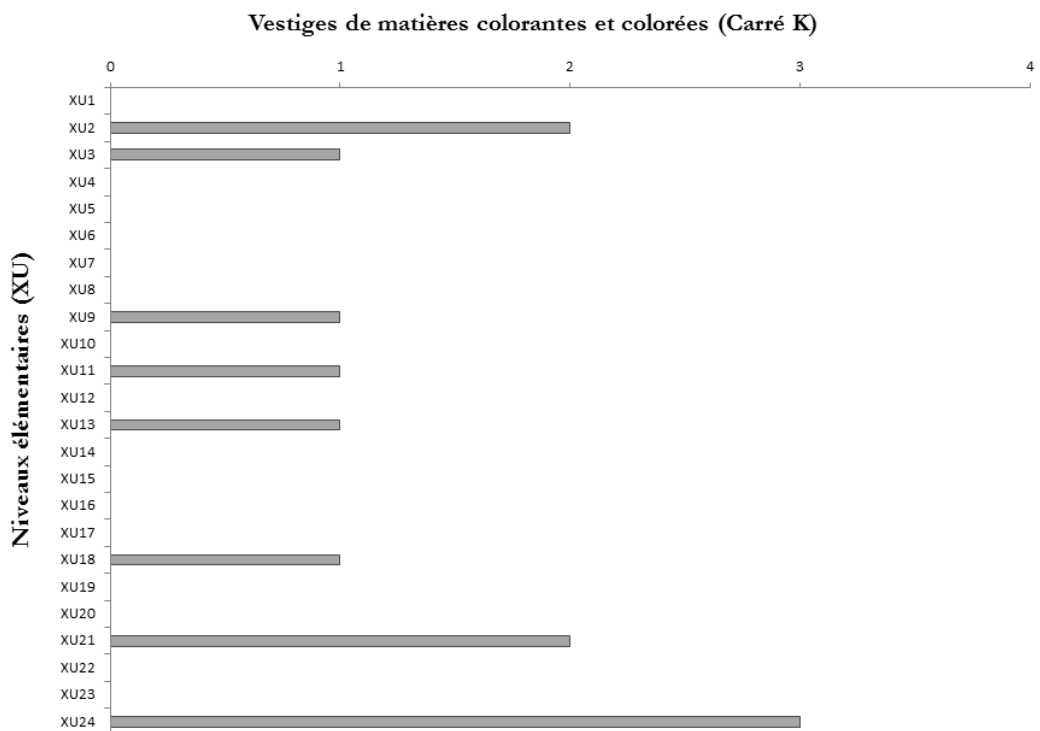


Figure III-15 : Répartition des vestiges de matières colorantes et colorées par nombre au sein des niveaux élémentaires du Carré K

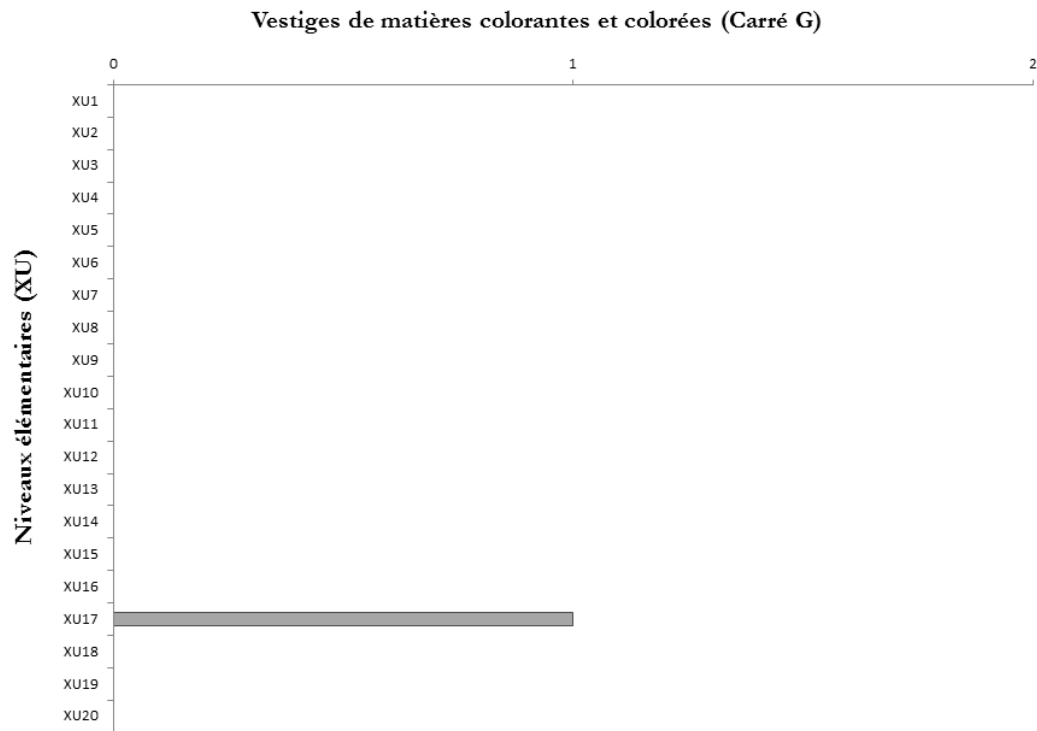


Figure III-16 : Répartition des vestiges de matières colorantes et colorées par nombre au sein des niveaux élémentaires du Carré G

Une fois de plus, au travers des études pariétales du Panneau B1, une évolution des couleurs au cours du temps a été mise en avant. Le nombre de vestiges de matières colorantes et colorées au sein des Carrés N, K et G varie fortement, de même que leur répartition le long des séquences stratigraphiques respectives. Alors que les vestiges archéologiques contenus dans le Carré K ont été retrouvés tout le long de la séquence stratigraphique, la majorité du matériel du Carré N a été exhumé en bas de sa séquence stratigraphique.

2.4. Secteur K

Les deux **Carrés R et Q** sont accolés au pilier peint 22. Ils sont adjacents aux Carrés E, J et O (cf. Fig. III-3). Aucune matière colorante et/ou colorée n'a été relevée dans ces trois derniers carrés, à l'exception d'un fragment rocheux recouvert d'un pictogramme noir réalisé au charbon retrouvé dans le Carré E. Cet objet a été étudié à l'Université de Monash et ne fait pas partie du corpus étudié dans le cadre de notre recherche doctorale (David *et al.*, 2013a, 2014) (cf. § Fig. II-23). Ces carrés sont « encerclés » par dix panneaux peints (J1, J2, J3, J4, K1, K2, K3, K4, K5 et K6). Le Carré R se situe en partie sous le **Panneau J3** ; le Carré Q est partiellement sous le **Panneau K5**. Les fouilles archéologiques menées sur ces deux carrés ont été effectuées au pied du pilier peint 22.

2.4.1. Les études pariétales des **Panneaux J3 et K5** (d'après les travaux de Gunn, 2016)

❖ **Panneau J3**

Une partie du Carré R se situe sous le **Panneau J3**. Ce panneau a la forme d'un étroit rectangle et mesure 1,3 m de long sur 0,3 m de large. Quatorze œuvres rupestres sont alignées le long de ce panneau (Fig. III-17). Neuf couches picturales ont été identifiées et regroupées en cinq phases de réalisation :

- La Phase J3/I, la plus ancienne, se compose d'une seule couche picturale. Elle comporte deux motifs de couleur rouge dans un mauvais état de conservation ;
- La Phase J3/II se compose également d'une seule couche picturale avec deux motifs de couleur jaune. Un de ces motifs présente des contours rouges ;
- La Phase J3/III contient deux couches picturales sur lesquelles deux peintures rouges ont été identifiées ;
- La Phase J3/IV rassemble quatre peintures blanches en deux couches picturales. Un anthropomorphe peint en blanc se démarque par la présence de contours rouges ;
- La Phase J3/V, la plus récente, est composée de quatre peintures blanches réparties en trois couches picturales. Ces peintures représentent deux poissons, un anthropomorphe et un serpent, dont le très bon état de conservation permet d'observer encore aujourd'hui les traces laissées par les coups de pinceau.

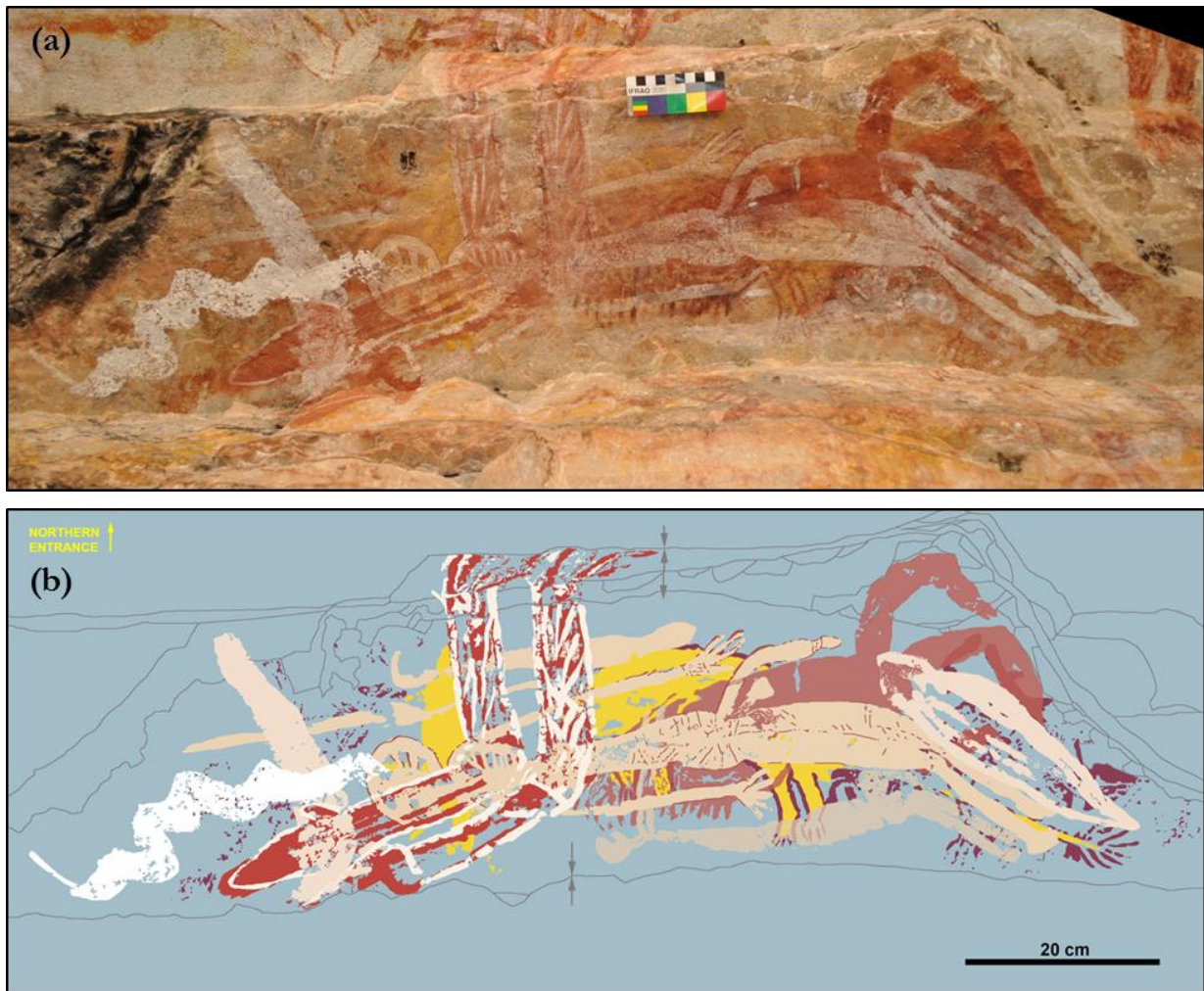


Figure III-17 : (a) Photographie du Panneau J3 ;
(b) Relevé des figures composant le Panneau J3 (d'après Gunn, 2016)

Sur le Panneau J3, on retrouve, par ordre de succession, des couches picturales associées aux Phases J3/I et J3/III sur lesquelles seules des peintures rouges ont été exécutées. Une couche picturale recouverte de motifs de couleur jaune, associée à la Phase J3/II, vient s'intercaler entre ces couches. Enfin, les dernières couches picturales sont quant à elles marquées par l'utilisation majeure de la couleur blanche (Tableau III-6).

Phases de réalisation J3	Nombre de couches picturales	Nombre de motifs picturaux	Couleurs des motifs picturaux
I	1	2	rouge
II	1	2	jaune, jaune + rouge
III	2	2	rouge
IV	2	4	blanc, blanc + rouge
V	3	4	blanc

Tableau III-6 : Résumé des phases de réalisation identifiées sur le Panneau J3
(C : couleur majeure, C : couleur mineure) (synthèse à partir des travaux de Gunn, 2016)

❖ **Panneau K5**

Le **Panneau K5**, de forme rectangulaire (2,3 × 1,2 m), présente un dépôt de sels occupant une surface de 0,2 m², non recouvert d'entités graphiques (Fig. III-18a). Quatre couches picturales comportant dix-sept motifs ont été regroupées en trois phases de réalisation :

- La Phase K5/I, la plus ancienne, se compose de quatre motifs de couleur rouge dont un anthropomorphe ;
- La Phase K5/II est composée de deux couches picturales et se distingue par la présence exclusive de sept peintures blanches, avec notamment deux tortues à long cou et une main négative ;
- La Phase K5/III, la plus récente, constituée par une seule couche picturale, présente trois peintures blanches ainsi qu'une main négative blanche, une tortue peinte en blanc et rouge, et un anthropomorphe à base de blanc souligné par des contours jaunes et des détails intérieurs en rouge.

L'évolution des couleurs utilisées sur le Panneau K5 souligne deux temps forts (Tableau III-7). Les peintures les plus anciennes sont de couleur rouge, tandis que les plus récentes sont de couleur blanche, avec notamment une tortue bichrome et un anthropomorphe polychrome. La couleur jaune apparaît seulement au niveau des contours de l'anthropomorphe polychrome.

Phases de réalisation K5	Nombre de couches picturales	Nombre de motifs picturaux	Couleurs des motifs picturaux
I	1	4	rouge
II	2	7	blanc
III	1	6	blanc , blanc + rouge, blanc + rouge + jaune

Tableau III-7 : Résumé des phases de réalisation identifiées sur le Panneau K5
(**C** : couleur majeure, C : couleur mineure) (synthèse à partir des travaux de Gunn, 2016)

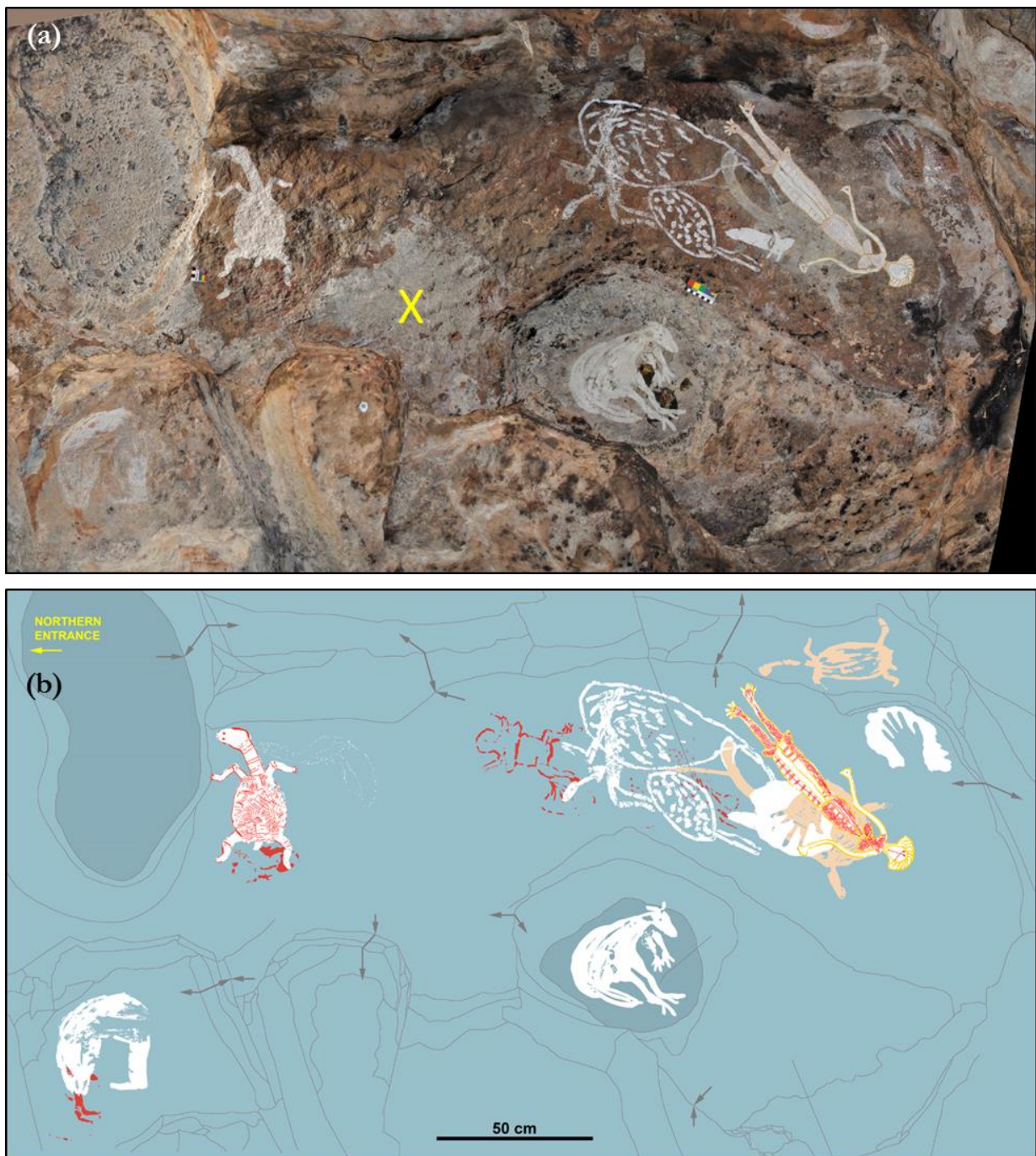


Figure III-18 : (a) Photographie du Panneau K5 (X : dépôt de sels) ;
(b) Relevé des figures composant le Panneau K5 (d'après Gunn, 2016)

2.4.2. Les études pariétales du pilier peint 22 (Gunn, 2017)

Le pilier peint 22 est recouvert de peintures sur trois de ses quatre faces (Faces 22A, 22B et 22C, Fig. III-19) et contient un total de 86 entités graphiques. Les Faces 22A et 22B se découpent toutes deux en quatre panneaux peints, avec respectivement 31 (Fig. III-20) et 24 motifs picturaux (Fig. III-21). La Face D comporte un seul panneau sur lequel sont représentés 31 motifs picturaux (Fig. III-22). Les carrés de fouille R et Q sont situés à la base de la Face 22B.

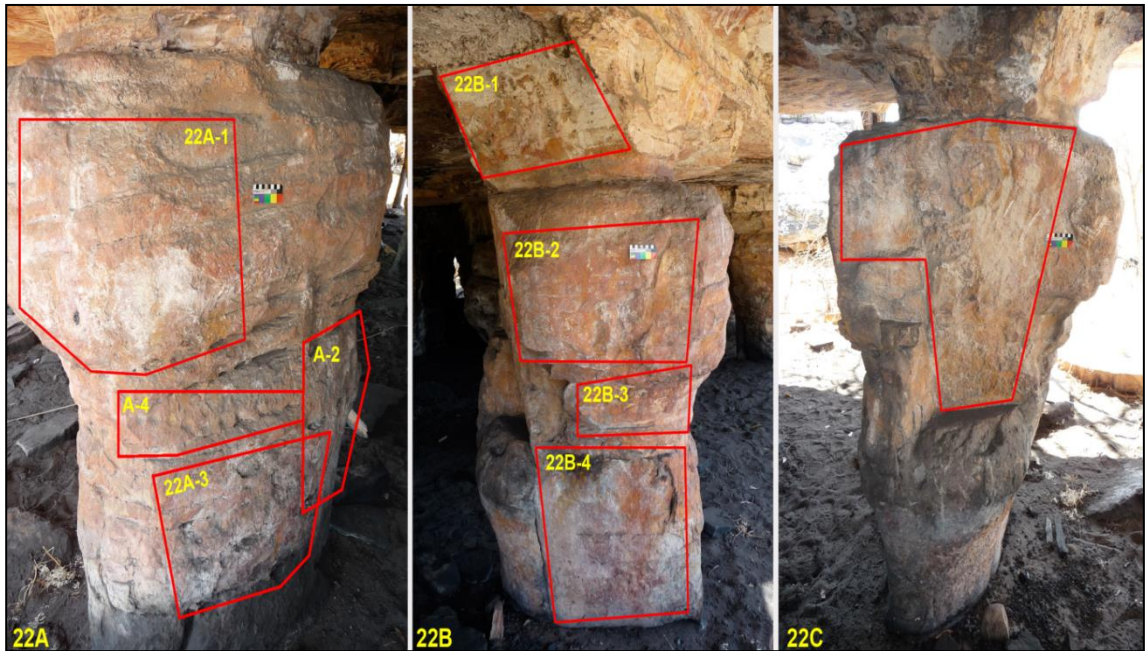


Figure III-19 : Photographie du pilier peint 22 et découpage des panneaux (© R.G. Gunn)

D'après l'état de conservation et les superpositions picturales, les motifs picturaux présents sur les trois faces du pilier 22 ont été regroupés en plusieurs ensembles de couleur qui représentent les différentes phases de réalisation notées dans le tableau III-8.

Phases de réalisation par panneaux, pilier 22	Nb. de motifs picturaux	Couleurs des motifs picturaux
22A-1/I	4	jaune
22A-1/II	2	rouge
22A-1/III	2	blanc
22A-2/I	1	rouge
22A-2/II	2	jaune
22A-2/III	4	blanc
22A-3/I	4	rouge foncé
22A-3/II	8	jaune
22A-3/III	1	blanc
22A-4/I	2	patiné (pointillé)
22A-4/II	1	jaune
22B-1/I	1	rouge
22B-2/I	8	jaune
22B-3/I	1	rouge foncé
22B-3/II	3	rouge
22B-3/III	1	jaune
22B-3/IV	1	blanc
22B-4/I	2	rouge foncé
22B-4/II	1	rouge
22B-4/III	4	jaune
22D-1/I	13	rouge foncé
22D-1/II	1	rouge
22D-1/III	6	blanc + jaune, blanc, blanc + rouge
22D-1/IV	5	jaune
22D-1/V	6	blanc, crème

Tableau III-8 : Résumé des phases de réalisation identifiées sur le pilier 22 (C : couleur majeure, C : couleur mineure) (synthèse d'après Gunn, 2017)

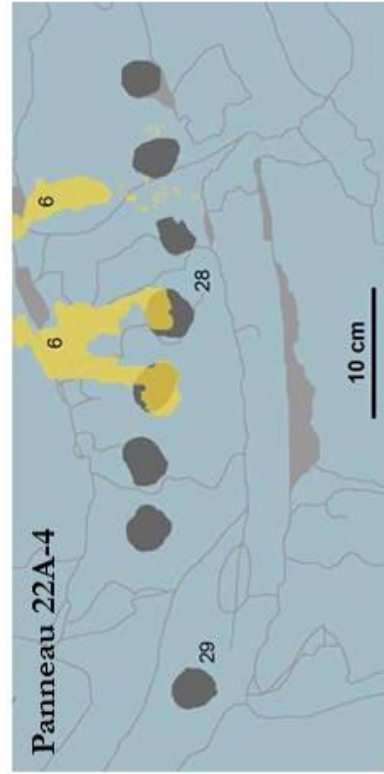
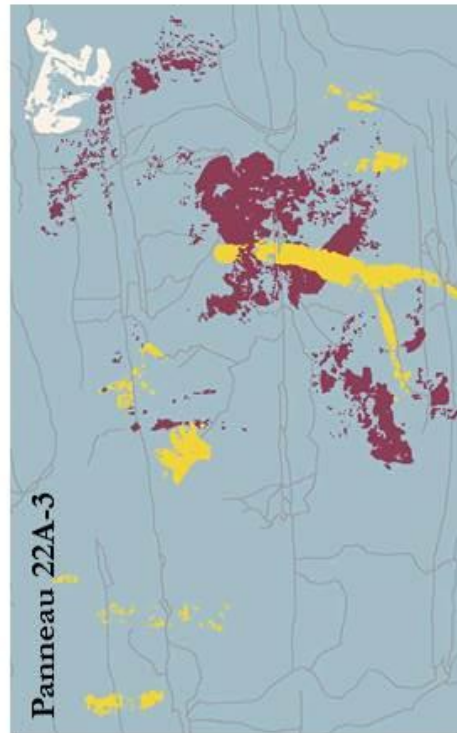
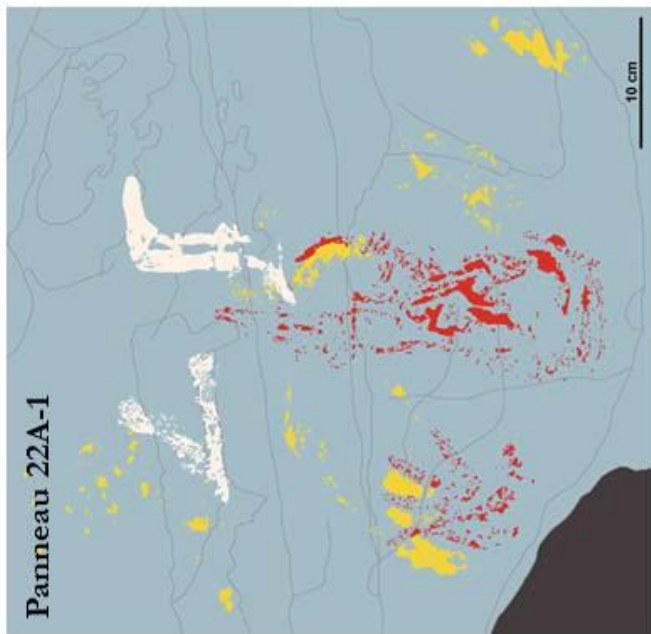
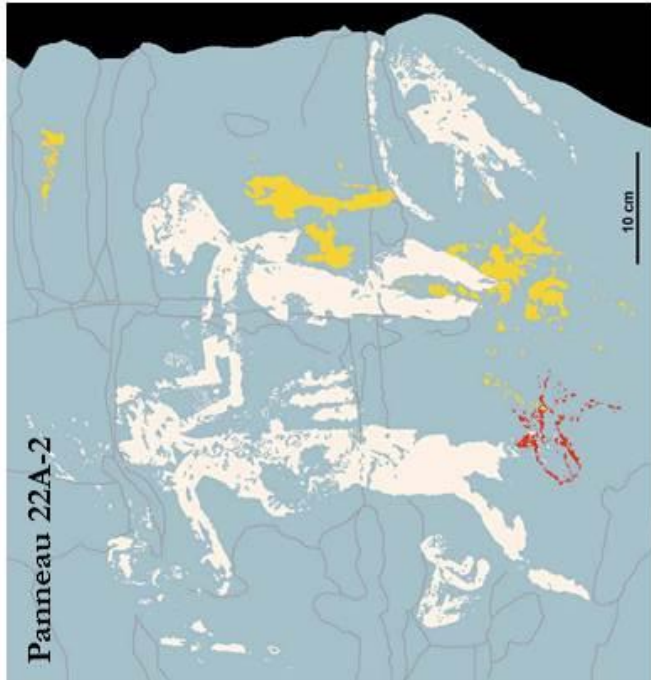


Figure III-20 : Relevé des figures composant le panneau 22A du pilier 22 (d'après Gunn, 2017)

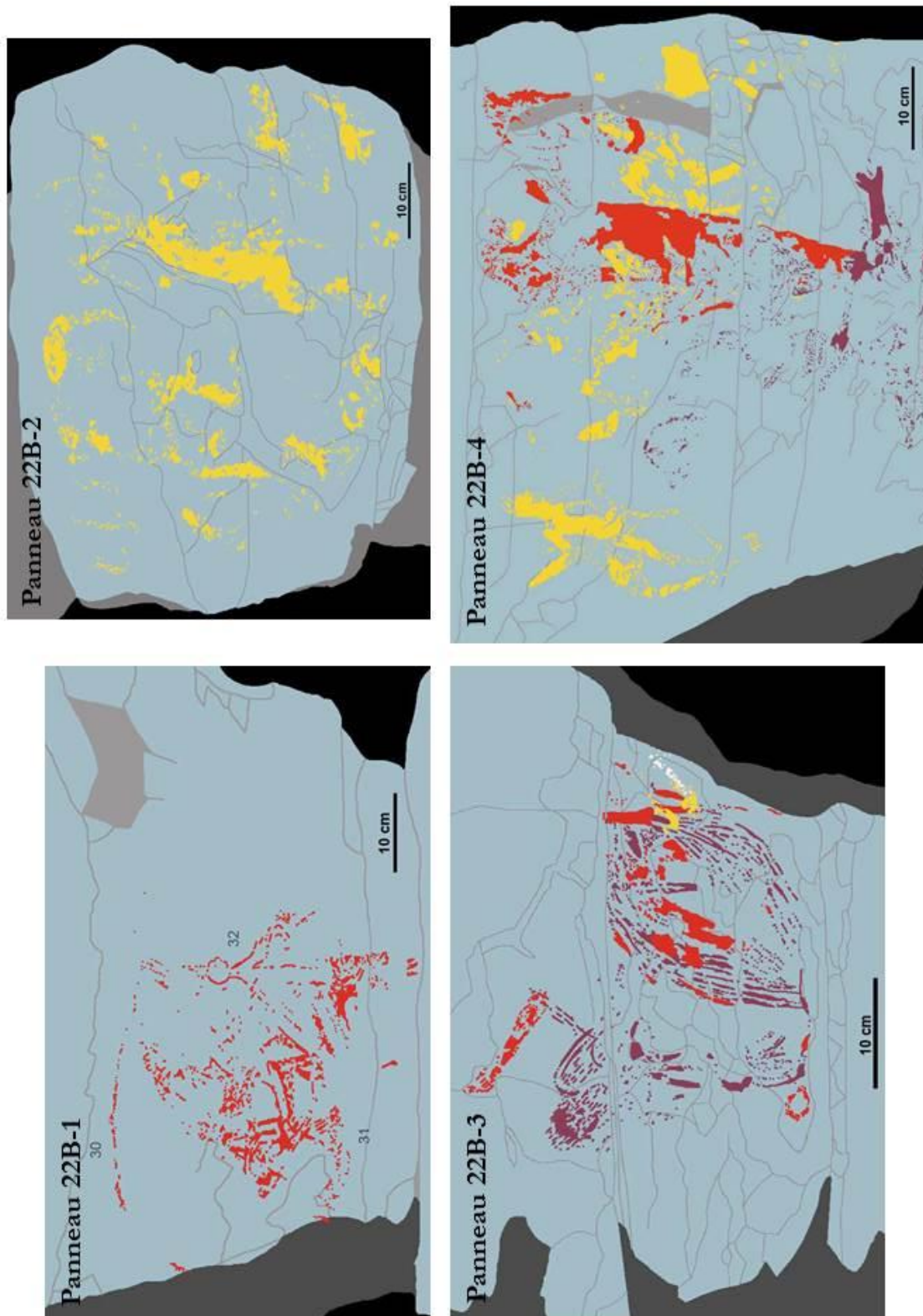


Figure III-21 : Relevé des figures composant le panneau 22B du pilier 22 (d'après Gunn, 2017)

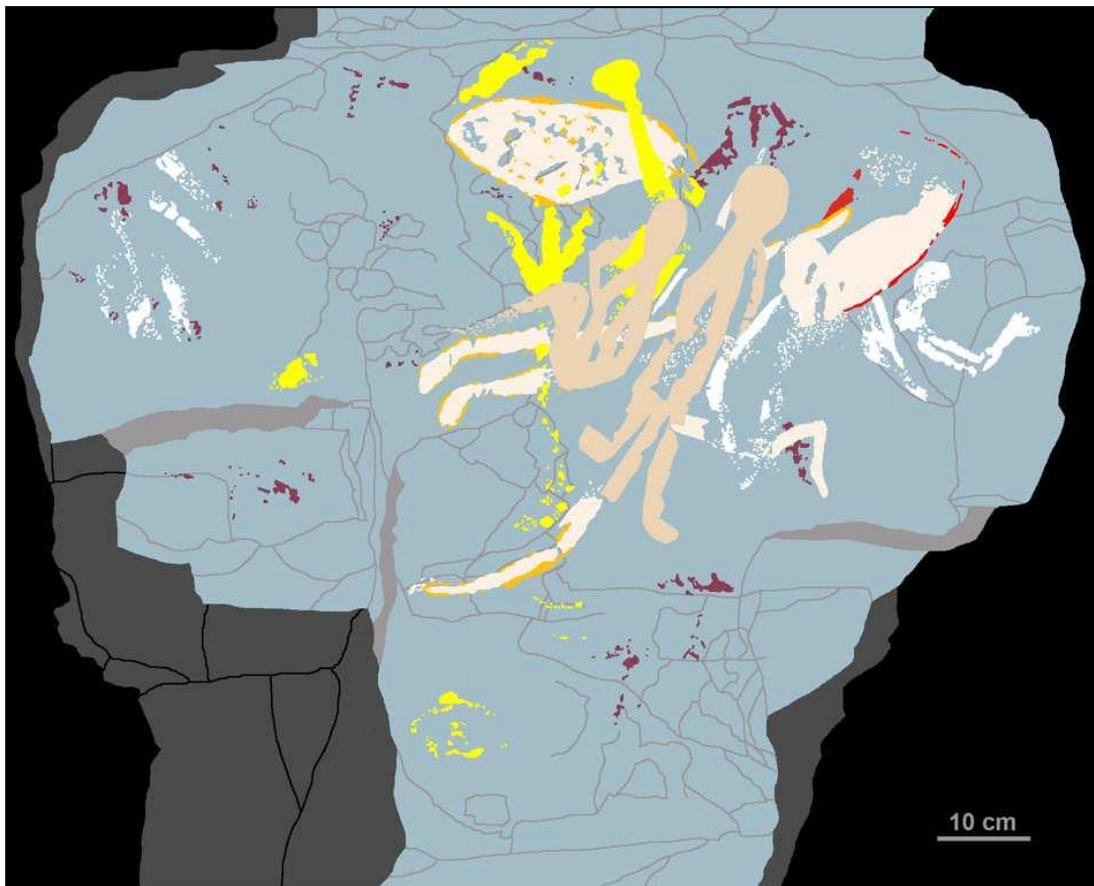


Figure III-22 : Relevé des figures composant le panneau 22D du pilier 22 (d'après Gunn, 2017)

Sur la base de similarités artistiques et des couleurs employées, associées avec l'état de conservation des motifs et de leurs superpositions, les phases de réalisation sur les panneaux de chaque face du pilier ont été corrélées (Tableau III-9). Les résultats indiquent un modèle général dans l'utilisation des couleurs :

- Une période initiale pendant laquelle le rouge foncé domine ;
- Une période où un rouge plus clair prédomine ;
- Une période dominée par des bichromes à base de blanc soulignés de traits rouges ou jaunes ;
- La couleur jaune s'impose dans la quatrième période ;
- Une cinquième période pour laquelle seule une entité graphique de couleur rouge est identifiée ;
- Pour terminer, une sixième période dominée par des monochromes blancs avec de petits motifs de couleur crème.

Phases de réalisation	Panneau 22A-1	Panneau 22A-2	Panneau 22A-3	Panneau 22A-4	Panneau 22B-1	Panneau 22B-2	Panneau 22B-3	Panneau 22B-4	Panneau 22D-1	Nb. de motifs
22/1				I						13
22/2			I				I	I	I	2
22/3		I			I		II	II	II	32
22/4									III	6
22/5	I	II	II	II		I	III	III	IV	11
22/6	II									19
22/7	III	III	III				IV		V	2
Nb. de motifs	8	7	13	3	3	8	6	7	31	Total 86

Tableau III-9 : Corrélation des phases de réalisation sur le pilier 22
 (rouge = rouge foncé ; rouge = rouge ; jaune = jaune ; bleu = blanc ; vert = pointillé) (synthèse d'après Gunn, 2017)

2.4.3. Les séquences stratigraphiques des Carrés R et Q (d'après les travaux de B. David)

Le Carré R présente 45 niveaux élémentaires et a été fouillé jusqu'à atteindre la roche mère à près de 70 cm de profondeur. 76 vestiges de matières colorantes et colorées ont été mis au jour le long de la séquence stratigraphique (Fig. III-23).

La fouille du Carré Q a distingué 36 niveaux élémentaires. La roche mère n'a pas pu être atteinte du fait de la présence de dalles entravant la poursuite des fouilles. Trois vestiges de matières colorantes et colorées ont été retrouvés dans les deux derniers niveaux élémentaires fouillés dans ce carré (Fig. III-24).

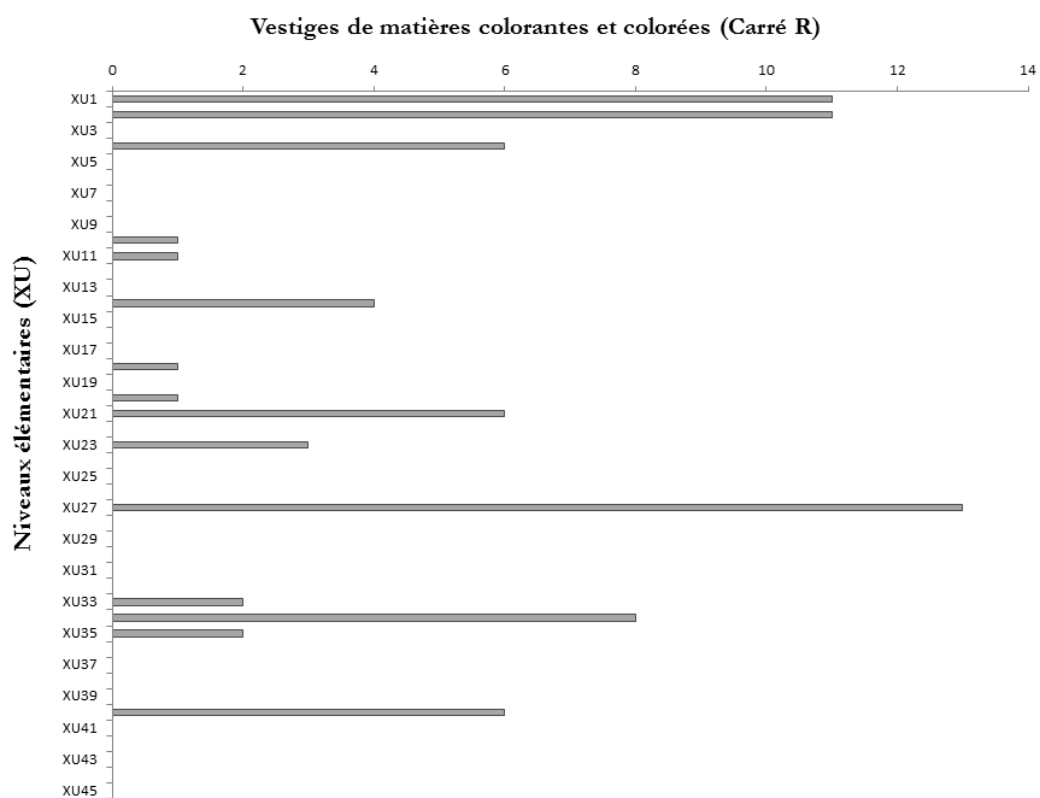


Figure III-23 : Répartition des vestiges de matières colorantes et colorées par nombre au sein des niveaux élémentaires du Carré R

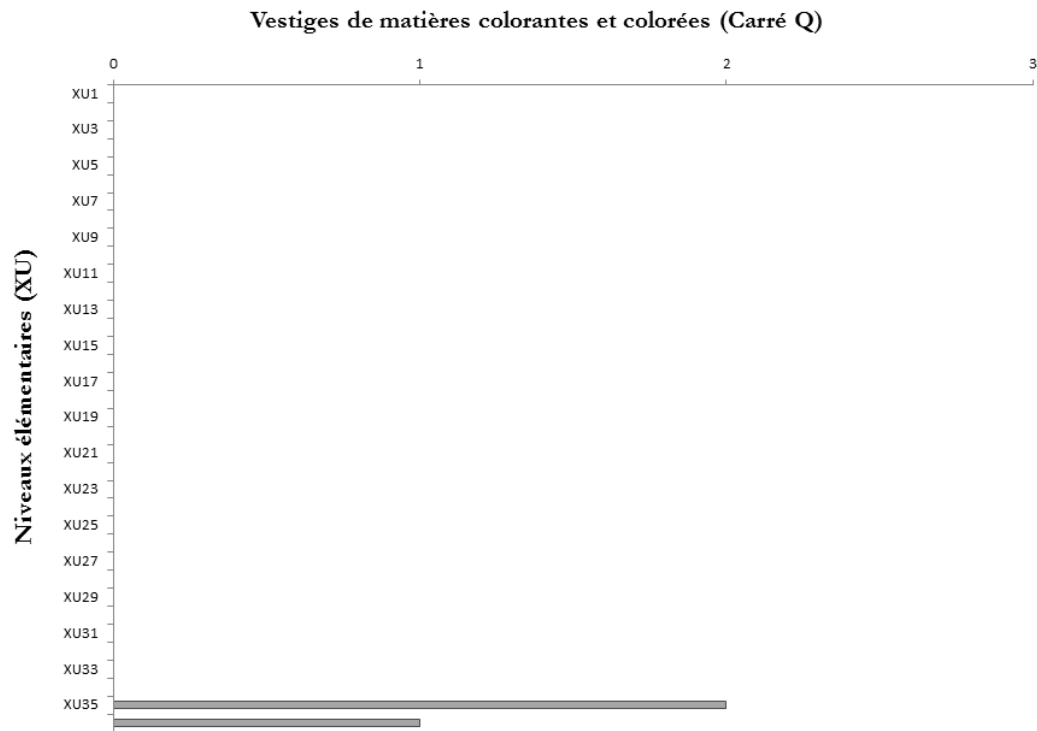


Figure III-24 : Répartition des vestiges de matières colorantes et colorées par nombre au sein des niveaux élémentaires du Carré Q

Dans le secteur K, deux panneaux pariétaux ont été étudiés. Sur le Panneau J3 se succèdent plusieurs couches picturales chacune caractérisée par une couleur dominante. Le Panneau K5 est marqué de deux temps forts de réalisation. Le nombre de vestiges archéologiques exhumés le long de la séquence stratigraphique du Carré R est important comparativement aux trois vestiges de matières colorantes et colorées retrouvés en bas de la séquence stratigraphique du Carré Q.

2.5. Secteur H

Le **Carré B** est situé dans la partie centrale du site, à proximité du pilier peint 27 (Fig. III-25) et est partiellement couvert par le **Panneau H**.



Figure III-25 : Photographie du pilier peint 27 (© R.G. Gunn)

2.5.1. Les études pariétales du Panneau H (d'après les travaux de Gunn, 2016)

Le Panneau H est ample ; il mesure près de 4,1 m × 3,1 m. 132 motifs y ont été répertoriés (Fig. III-26). À l'instar des autres panneaux, l'état de conservation des peintures est moindre pour les couches picturales les plus anciennes. Tout comme le Panneau E1, le Panneau H est dominé par deux grands dessins de barramundis polychromes de style *X-ray* qui cachent partiellement, voire totalement, les peintures sous-jacentes. Un macropode semble avoir été dessiné au charbon avant d'être recouvert de peinture blanche, produisant ainsi des contours gris pour ce motif. Enfin, une figure d'anthropomorphe réalisée à partir de cire d'abeille est présente sur une extrémité du panneau. Cette figure recouvre une peinture jaune et est elle-même située sous une peinture blanche. La figure en cire d'abeille date de 1770 AD. Les 132 peintures ornant le Panneau H sont dispatchées sur vingt-et-unes couches picturales regroupées en sept phases de réalisation :

- La Phase H/I, la plus ancienne, se compose de vingt peintures rouges ;
- La Phase H/II regroupe quatre couches picturales composées de vingt-huit monochromes jaunes, sept rouges et deux blancs ;
- La Phase H/III présente des similitudes avec la précédente. Elle est constituée de trois couches picturales où ne figurent que des monochromes, un rouge et huit blancs ;
- La Phase H/IV est formée de deux couches picturales. Elles comprennent un total de dix peintures rouges, incluant la représentation d'un macropode et d'un serpent dont les contours et détails intérieurs ont été peints en blanc ;
- La Phase H/V est composée de deux couches picturales. La plus ancienne rassemble quinze peintures blanches tandis que celle au-dessus comporte deux figures orange ;
- La Phase H/VI, composée de huit couches picturales, totalise trente-six peintures et une figure exécutée avec de la cire d'abeille. Parmi les peintures, se distinguent deux « taches », sorte d'aplats de couleur rose et une figure linéaire rouge. Il y a également de nombreuses peintures blanches, dont des anthropomorphes avec des contours et des détails intérieurs de couleur rouge, un émeu, deux poissons, une tortue avec des détails intérieurs peints en rouge et un macropode avec des traits intérieurs rouges et des contours gris. Cette couleur grise est issue du mélange probable entre le charbon utilisé pour réaliser l'ébauche et la peinture blanche appliquée par la suite ;
- La Phase H/VII, la plus récente, est associée à une seule couche picturale sur laquelle sont peints deux grands polychromes représentant des barramundis dans le style *X-ray* ; ces barramundis sont fortement similaires à ceux peints lors de la Phase E1/VI. Au vu de l'âge de la figure réalisée à base de cire d'abeille, les deux barramundis peints sur le Panneau H ont probablement moins de 200 ans.

Comme pour les panneaux précédents, la conception du Panneau H s'est effectuée en plusieurs étapes (Tableau III-10). Sur la première couche picturale, associée à la première phase de réalisation, seules des peintures rouges sont représentées. Les couches picturales suivantes, associées aux Phases H/II et H/III, sont décorées exclusivement de monochromes de couleur rouge, jaune et blanche. Enfin, à l'exception de la Phase H/IV marquée par l'exécution majoritaire de motifs de couleur rouge, les dernières phases de réalisation identifiées sur ce panneau sont associées à des couches picturales sur lesquelles sont peintes essentiellement des figures blanches, ou à base de blanc, comme dans le cas des bichromes ou des deux polychromes à l'effigie de barramundi.

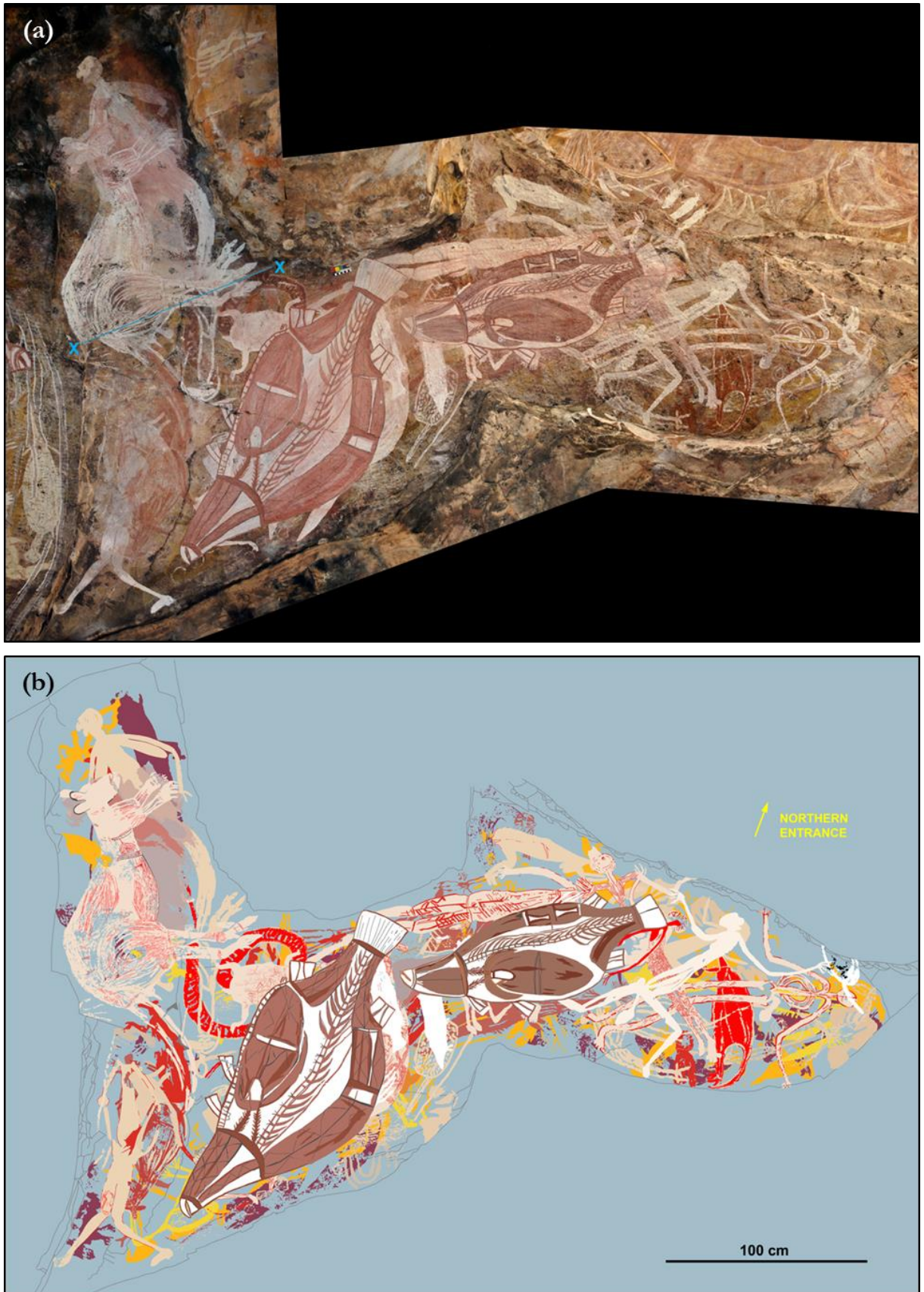


Figure III-26 : (a) Photographie du Panneau H (X—X : erreur de distorsion sur la photomosaïque) ;
(b) Relevé des figures composant le Panneau H (d'après Gunn, 2016)

Phases de réalisation H	Nombre de couches picturales	Nombre de motifs picturaux	Couleurs des motifs picturaux
I	1	20	rouge
II	4	37	jaune, rouge, blanc
III	3	9	blanc, rouge
IV	2	10	rouge, rouge + blanc
V	2	17	blanc, orange
VI	8	37	blanc, rouge, rose, blanc + rouge, blanc + rouge + noir
VII	1	2	polychrome (blanc, rouge, noir, orange)

Tableau III-10 : Résumé des phases de réalisation identifiées sur le Panneau H (C : couleur majeure, C : couleur mineure) (synthèse à partir des travaux de Gunn, 2016)

2.5.2. La séquence stratigraphique du Carré B (d'après les travaux de B. David)

Le Carré B se divise en 29 niveaux élémentaires. Lors des fouilles, la roche mère a été atteinte à près de 50 cm de profondeur. Seuls quatre blocs rocheux volumineux ont été dégagés de la fouille (Fig. III-27). Des résidus de matière colorée sont présents sur la surface de ces blocs.

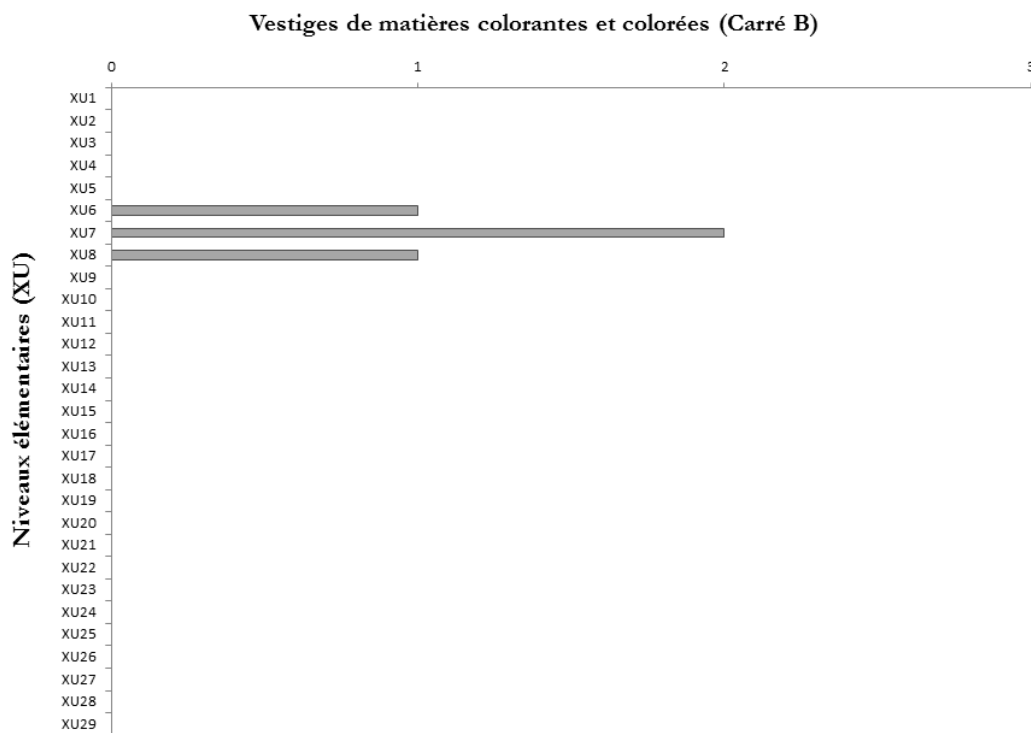


Figure III-27 : Répartition des vestiges de matières colorantes et colorées par nombre au sein des niveaux élémentaires du Carré B

2.6. Secteur 9

Les Carrés A et D ne sont pas situés sous des panneaux peints ; le secteur n'est donc pas défini par rapport à l'emplacement d'un panneau mais par rapport au pilier voisin peint : le pilier 9.

2.6.1. Les études pariétales des piliers peints 9 et 10 (Gunn, 2017)

Les piliers 9 et 10 sont situés dans la partie occidentale de l'abri (Fig. III-28). Le pilier 9 présente quatre faces recouvertes d'art rupestre, Faces 9A-9D (Fig. III-29). Les carrés de fouille A, D et H sont positionnés à la base de ce pilier. Le plafond portant le Panneau B1 est placé immédiatement au sud-est du pilier. Le pilier peint 9 est l'un des piliers les plus décorés de l'abri avec 89 entités graphiques enregistrées.



Figure III-28 : Localisation des piliers 9 et 10 (Gunn, 2017)

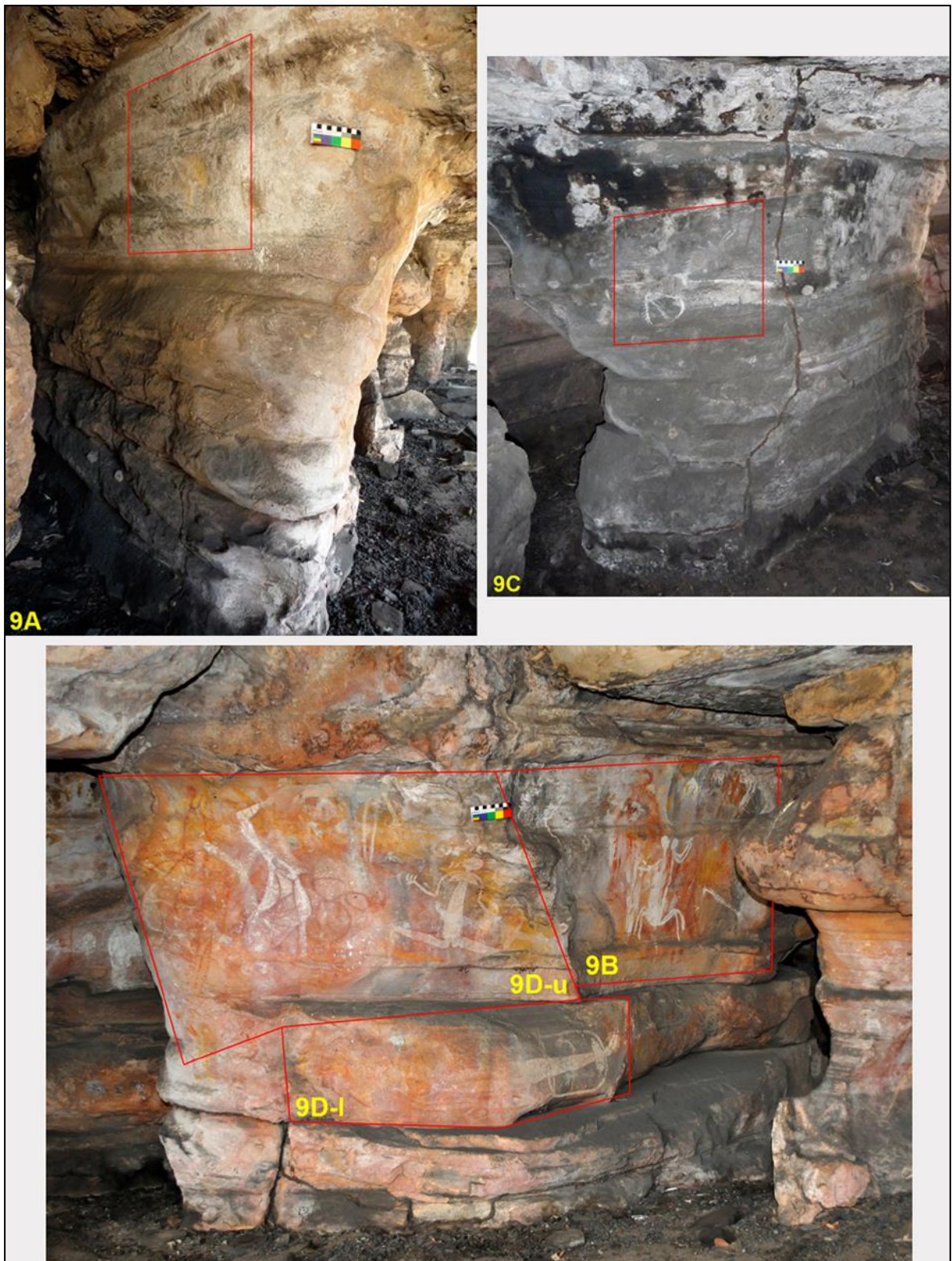


Figure III-29 : Localisation des panneaux artistiques sur le pilier 9 (9A-9D)
(9D-u : panneau haut sur la Face 9D ; 9D-l : panneau bas sur la Face 9D) (Gunn, 2017)

D'après l'état de conservation et les superpositions picturales (Fig. III-30), les motifs picturaux présents sur les quatre faces du pilier 9 ont été regroupés en plusieurs ensembles de couleur qui représentent les différentes phases de réalisation notées dans le tableau III-11.

Phases de réalisation par panneaux, pilier 9	Nb. de motifs picturaux	Couleurs des motifs picturaux
9A/I	2	rouge
9A/II	2	blanc
9A/III	3	jaune
9B/I	5	rouge
9B/II	6	jaune
9B/III	10	rouge
9B/IV	12	blanc, noir
9C/I	3	blanc
9D-u/I	4	rouge
9D-u/II	6	jaune, rouge
9D-u/III	1	rouge
9D-u/IV	17	blanc, rouge, blanc + rouge
9D-l/I	5	rouge
9D-l/II	7	jaune
9D-l/III	4	blanc, blanc + rouge
9D-l/IV	2	jaune

Tableau III-11 : Résumé des phases de réalisation identifiées sur le pilier 9
(C : couleur majeure, C : couleur mineure) (synthèse d'après Gunn, 2017)

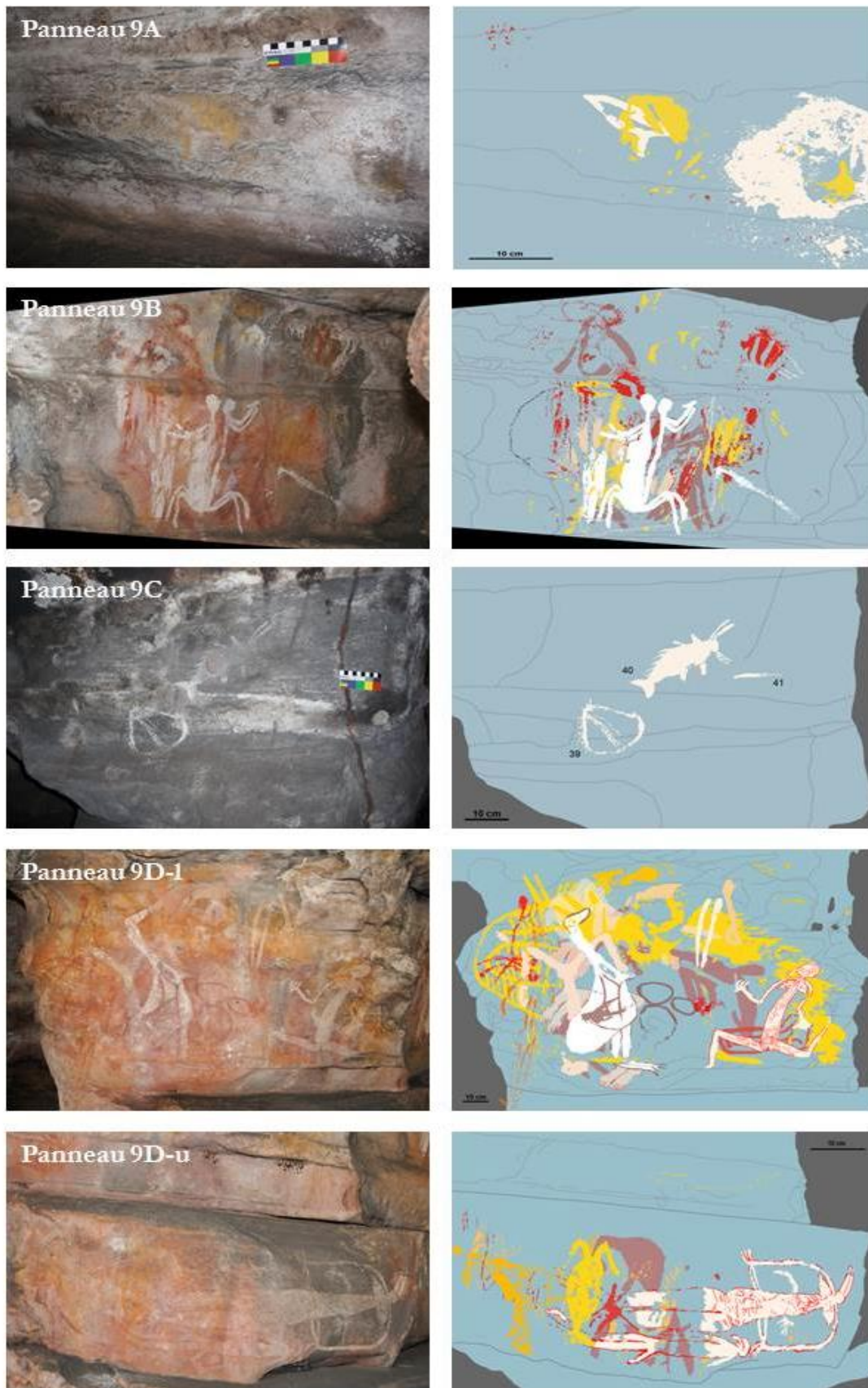


Figure III-30 : Photographies et relevés associés des figures composant les panneaux du pilier 9 (Gunn, 2017)

Le **panneau 9A** mesure $0,40 \times 0,35$ m et est marqué par trois phases de réalisation, pour un total de sept motifs picturaux. Le **panneau 9B** se compose de 33 entités graphiques et s'étend sur $0,80 \times 0,55$ m. Les Carrés D et H sont situés à proximité de ce panneau. Quatre phases de réalisation ont été identifiées. La phase la plus récente, la Phase 9B/IV, se distingue des autres phases identifiées sur les autres faces du pilier par la présence de neuf motifs de couleur blanche et de trois dessins noirs. Sur le **panneau 9C**, mesurant $1 \times 0,5$ m, seuls trois motifs de couleur blanche et non superposés sont peints. La face sud du pilier 9 présente deux panneaux séparés par un bord rocheux étroit. Le Carré A est situé à la base de ces panneaux, appelés 9D-u (u pour *upper*) et 9D-l (l pour *lower*). Le **panneau 9D-u** mesure $1 \times 0,65$ m et contient 28 motifs picturaux. Le **panneau 9D-l** contient 18 motifs picturaux et mesure $1 \times 0,25$ m. La moitié gauche du panneau est partiellement effacée par les frottements d'animaux et la moitié droite par l'accumulation de poussières. Les motifs des deux panneaux ont été groupés en quatre phases de réalisation distinctes.

Sur la base de similarités artistiques et des couleurs employées, associées avec l'état de conservation des motifs et de leurs superpositions, les phases de réalisation sur les quatre panneaux du pilier ont été corrélées (Tableau III-12). Les résultats indiquent un modèle général dans l'utilisation des couleurs :

- Une période initiale pendant laquelle le rouge domine ;
- Une période où la couleur jaune domine à son tour bien qu'on retrouve quelques peintures rouges ;
- Une troisième période où la couleur rouge s'impose de nouveau ;
- Une période avec des monochromes blancs, des bichromes blanc et rouge, ainsi que des dessins noirs ;
- Pour terminer, une cinquième période dominée à nouveau par la couleur jaune.

Phases de réalisation	Panneau 9A	Panneau 9B	Panneau 9C	Panneau 9D-u	Panneau 9D-l	Nb. de motifs
1	I	I		I	I	17
2		II		II	II	18
3		III		III		11
4	II	IV	I	IV	III	38
5	III				IV	5
Nb. de motifs	7	33	3	28	18	Total 89

Tableau III-12 : Corrélation des phases de réalisation sur le pilier 9
(rouge = rouge ; jaune = jaune ; bleu = blanc) (synthèse d'après Gunn, 2017)

Le **pilier 10** est adjacent au pilier 9 (Fig. III-28). Le carré de fouille D est positionné à la base ouest de ce pilier, entre celui-ci et le pilier 9. Il n'y a pas de panneau peint au plafond associé avec ce pilier. Seule la face est du pilier 10 est peinte. Le panneau 10B mesure 0,80 × 0,65 m et contient six entités graphiques (Fig. III-31).

Trois phases de réalisation ont été identifiées sur le panneau 10B, révélant une évolution des couleurs au cours du temps (Tableau III-13).

Phases de réalisation 10B	Nombre de motifs picturaux	Couleurs des motifs picturaux
I	3	rouge
II	2	jaune
III	1	blanc + orange

Tableau III-13 : Résumé des phases de réalisation identifiées sur le panneau 10B (C : couleur majeure, C : couleur mineure) (synthèse d'après Gunn, 2017)

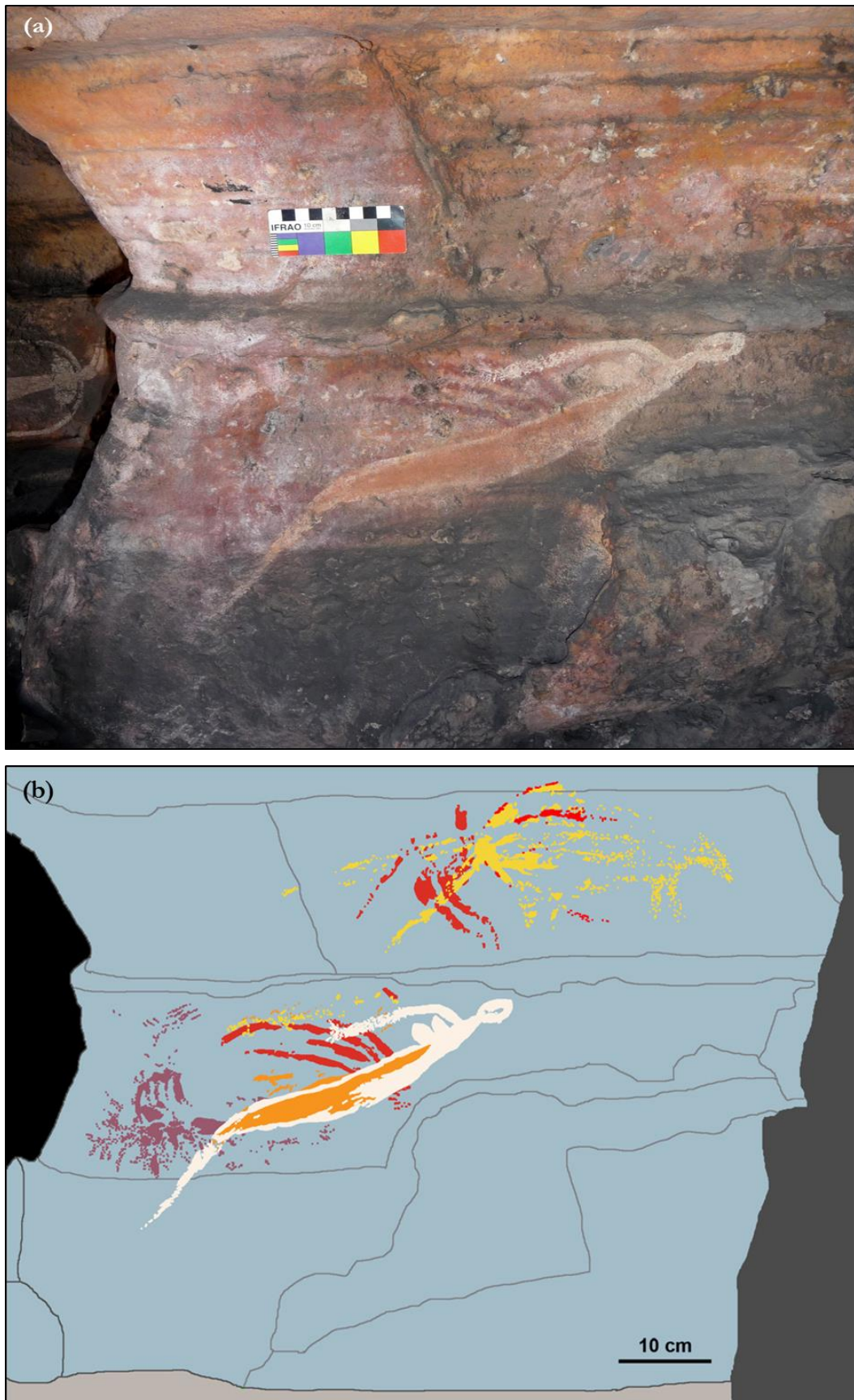


Figure III-31 : (a) Photographie de la portion gauche-centrale du panneau 10B ;
(b) Relevé des figures composant le panneau 10B (Gunn, 2017)

2.6.2. Les séquences stratigraphiques des Carrés A et D (d'après les travaux de B. David)

Le **Carré A**, situé dans la partie ouest-sud-ouest du site dans une zone montrant peu, voire aucune perturbation de la surface, a été fouillé sur 66 cm de profondeur jusqu'à atteindre la roche mère (Fig. III-32). Ce carré, localisé à proximité du pilier peint 9, se découpe en cinq unités stratigraphiques et comptabilise 36 niveaux élémentaires mesurant 1,8 cm d'épaisseur moyenne. Les sédiments de ces ensembles consistent principalement en des sables d'origine éolienne (David *et al.*, 2011).

La fouille archéologique a permis de mettre au jour un grand nombre de charbons (près de 2,7 kg) permettant de réaliser des datations par ^{14}C et ainsi d'établir une séquence stratigraphique s'étalant sur près de 48 000 ans ($45\,180 \pm 90$ ans cal BP, David *et al.*, 2011).

Charbons, mais également objets lithiques, ont été retrouvés dans chaque niveau élémentaire. En effet, ce sont près de 9,4 kg d'objets lithiques qui ont été identifiés au sein du Carré A. La grande majorité de ces objets lithiques sont en grès ou en quartzite issus de l'abri sous roche. L'ampleur du travail d'extraction de cette matière première lithique à l'intérieur même du site est soulignée par le fait qu'un quart du matériel retenu dans les tamis se compose d'objets lithiques (David *et al.*, 2017b). Parmi ces objets se distingue notamment un fragment de hache polie âgé de 35 400 ans cal BP (David *et al.*, 2011 ; Geneste *et al.*, 2012) (cf. § Fig. II-23). Cet âge a été obtenu à partir de datations réalisées sur des charbons retrouvés dans les strates encadrant le fragment de hache polie. Des os bien conservés ont été mis au jour mais uniquement dans les couches stratigraphiques de l'Holocène supérieur. Enfin, des graines calcinées ont également été retrouvées sur une grande partie de la séquence stratigraphique (David *et al.*, 2011). Dans ce carré, 83 vestiges de matières colorantes et colorées ont été exhumés (Fig. III-33).



Figure III-32 : Photographie de la roche mère atteinte à la fin de la fouille du Carré A (© B. David)

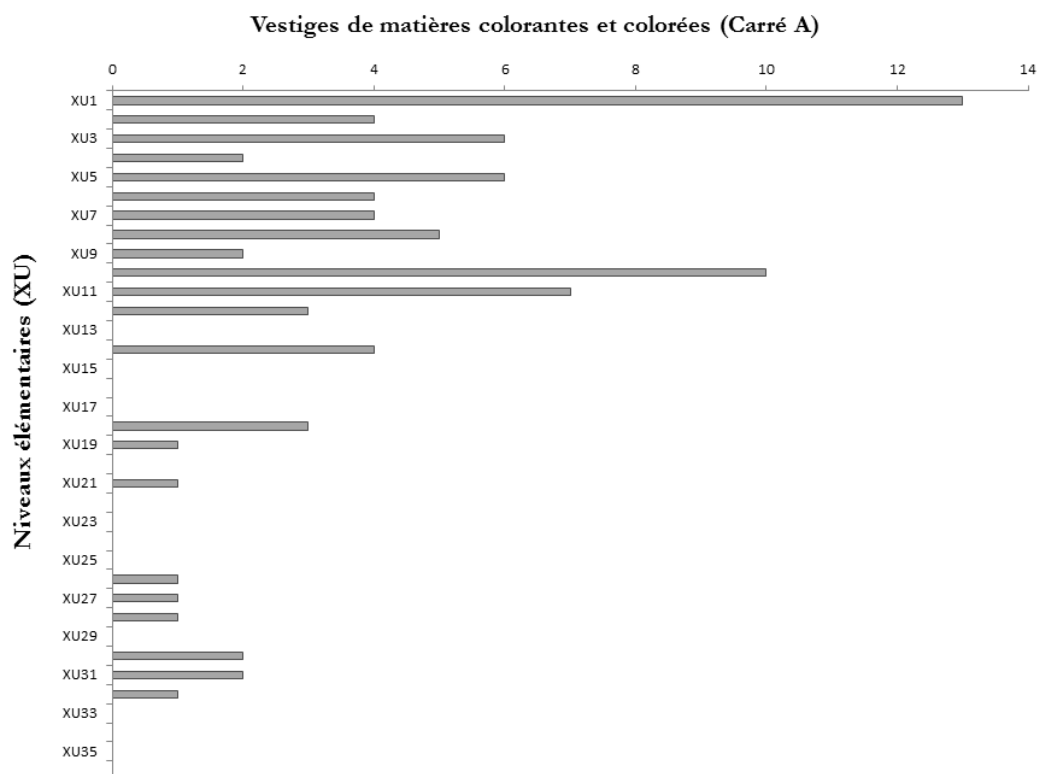


Figure III-33 : Répartition des vestiges de matières colorantes et colorées par nombre au sein des niveaux élémentaires du Carré A

Le **Carré D** se situe entre les piliers peints 9 et 10, dans la partie ouest-sud-ouest du site. Accolé au pilier peint 10, il se divise en 34 niveaux élémentaires et a été fouillé jusqu'à atteindre la roche mère à environ 75 cm de profondeur. Quatorze vestiges de matières colorantes et colorées ont été mis au jour dans ce carré de fouille (Fig. III-34).

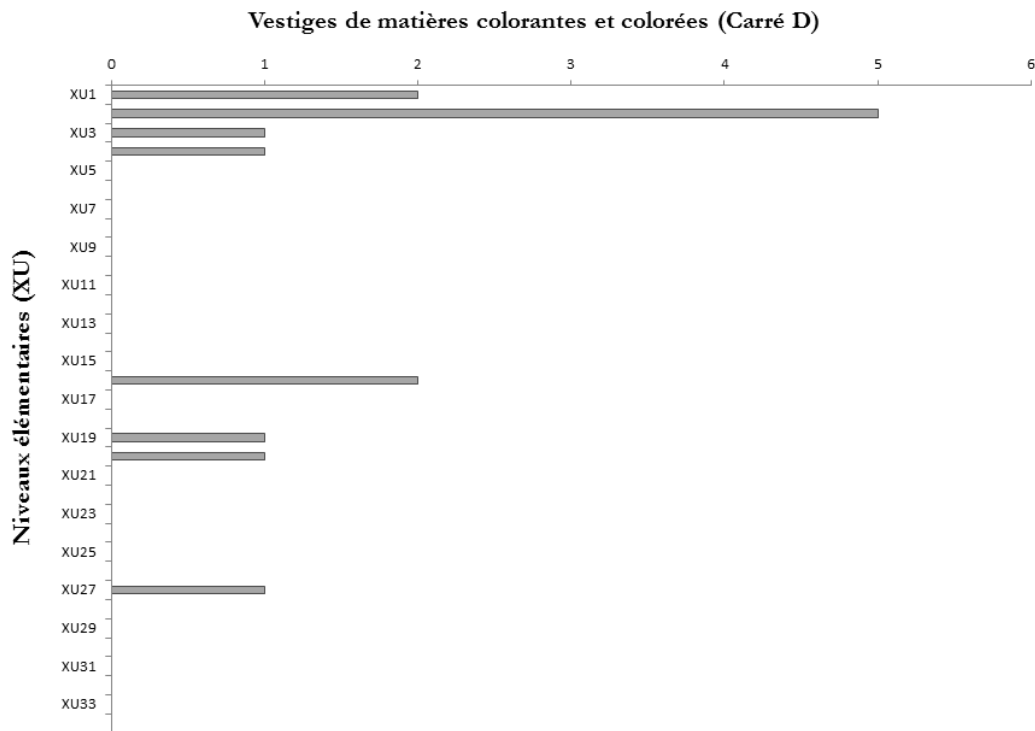


Figure III-34 : Répartition des vestiges de matières colorantes et colorées par nombre au sein des niveaux élémentaires du Carré D

Sur la base de similarités artistiques et des couleurs employées, associées avec l'état de conservation des motifs et de leurs superpositions, un modèle général dans l'utilisation des couleurs, découpé en cinq périodes de réalisation, a été identifié sur le pilier 9. Les études pariétales du pilier 10 ont quant à elles permis d'identifier trois phases de réalisation, indices d'une évolution dans l'emploi des couleurs dans le temps.

Plusieurs dizaines de vestiges de matières colorantes et colorées ont été retrouvés le long de la stratigraphie du Carré A, contre une seule dizaine pour le Carré D qui présente de nombreux niveaux élémentaires vierges de matériel archéologique.

3. Bilan sur les contextes rupestres et stratigraphiques

En l'absence de micro-prélèvements effectués sur les peintures et dessins ornant plafond et piliers, et/ou d'analyses physico-chimiques *in situ*, seule la description du contexte pariétal des onze carrés de fouille ayant livré du matériel archéologique peut ici permettre d'appréhender une première approche de comparaison. Cette approche vise à mettre en évidence des parallèles entre les peintures des différentes couches picturales superposées et les vestiges des matières colorantes et colorées retrouvées dans les carrés de fouille qui leur sont directement associés.

Ainsi, l'art rupestre de six panneaux en plafond (Panneaux E1, L, B1, J3, K5 et H) situés au-dessus des carrés de fouille a été présenté. L'étude des superpositions picturales ne permet pas de dégager de modèle commun aux six panneaux précédemment décrits. Ce constat s'observe également à l'échelle de l'ensemble des 42 panneaux peints sur le plafond du site. Toutefois, certaines tendances se dessinent, notamment celle d'une utilisation plus fréquente de la couleur blanche, combinée ou non avec d'autres couleurs pour peindre des bichromes et/ou des polychromes au cours des dernières phases de réalisation. Ce crescendo dans l'emploi de la couleur blanche va de pair avec une baisse dans l'usage de la couleur rouge, comme le montre le tableau III-14. Il est important de noter que contrairement aux panneaux des piliers, les phases de réalisation identifiées sur les panneaux du plafond n'ont pas été corrélées ; aucun parallèle ne peut donc être fait entre les phases de réalisation des différents panneaux. La couleur jaune, autre couleur majeure de la palette chromatique utilisée, apparaît de façon plus épisodique au cours des différentes phases de réalisation, notamment sur les Panneaux E1, L, B1, J3, K5 et H. Enfin, les peintures mauves et noires sont bien plus anecdotiques. R.G. Gunn (2016) mentionne la présence de trois motifs de couleur mauve sur trois panneaux différents, dont le Panneau B1. Les motifs de couleur mauve apparaissent dans les couches picturales les plus profondes, donc les plus anciennes, sur les trois panneaux. Au contraire, les motifs noirs (les motifs réalisés à partir de cire d'abeille ne sont pas considérés ici) se manifestent dans les couches picturales les plus récentes sur 6 des 42 panneaux identifiés au plafond, dont les Panneaux B1 et H. À l'exception d'un dessin, cette couleur noire se manifeste essentiellement au niveau de contours des peintures à base de matière picturale blanche. Dans le dernier chapitre, nous chercherons à montrer comment l'étude des superpositions picturales corrélée à l'étude des vestiges de matières colorantes et colorées retrouvées peut permettre d'approcher un âge de réalisation des peintures (cf. § VI.2.1.)

Les niveaux archéologiques fouillés ont permis de mettre au jour une quantité variable de vestiges de matières colorantes et colorées, répartis aléatoirement le long des séquences stratigraphiques des différents carrés fouillés. L'omniprésence de matériel observée au sein des différentes unités stratigraphiques du Carré P est propre à ce carré puisque des lacunes de vestiges sont relevées dans les autres carrés de fouille. Il importe désormais d'inventorier, de classer et d'identifier la nature exacte de ces vestiges à l'aide d'un panel de techniques analytiques présentées dans le chapitre suivant.

Panneaux Couleurs des motifs picturaux							
Phases de réalisation	E1	L	B1	J3	K5	H	
I	rouge	rouge	rouge, mauve	rouge	rouge	rouge	rouge
II	jaune	rouge, rouge + blanc	jaune	jaune, jaune + rouge	blanc	jaune, rouge, blanc	
III	rouge	rouge + blanc, rouge	rouge	rouge	blanc, blanc + rouge, blanc + rouge + jaune	blanc, rouge	
IV	blanc, blanc + rouge, orange, blanc + jaune	blanc	rouge	blanc, blanc + rouge		rouge, rouge + blanc	
V	blanc + orange	jaune	jaune	blanc		blanc, orange	
VI	polychrome (blanc, rouge, orange, mauve)	blanc, blanc + rouge, blanc + jaune	blanc, blanc + rouge, blanc + rouge + noir			blanc, rouge, rose, blanc + rouge, blanc + rouge + noir	
VII						polychrome (blanc, rouge, noir, orange)	

Tableau III-14 : Évolution des couleurs appliquées sur les Panneaux E1, L, B1, J3, K5 et H (C : couleur majeure, C : couleur mineure) (synthèse à partir des travaux de Gunn, 2016)

CHAPITRE IV

STRATEGIE METHODOLOGIQUE : DE L'INVENTAIRE AUX ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES



CHAPITRE IV STRATEGIE METHODOLOGIQUE :	
DE L'INVENTAIRE AUX ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES	167
1. Identifier et classifier : les prémices d'une méthodologie analytique	167
1.1. Tri, inventaire et classification : la triade incontournable	168
1.1.1. Tri et inventaire	168
1.1.2. Critères de classification du corpus archéologique	170
1.2. Caractérisation chimique du corpus archéo : vers une classification affinée	174
1.2.1. Une caractérisation chimique par spectrométrie de fluorescence X	174
1.2.2. Une classification macroscopique et chimique	176
1.2.3. Description des classes de vestiges	178
2. Étude diachronique du corpus archéologique issu des fouilles	189
2.1. Étude diachronique du corpus archéologique issu des fouilles	190
2.1.1. Secteur E	190
2.1.2. Secteur L	191
2.1.3. Secteur B	193
2.1.4. Secteur K	196
2.1.5. Secteur H	198
2.1.6. Secteur 9	199
2.2. Bilan de l'étude diachronique à l'échelle du site	201
3. Techniques et stratégie d'analyse	202
3.1. Stratégie d'analyse	202
3.2. Méthodes de caractérisation	205
3.2.1. Étapes préliminaires aux études de caractérisation	205
3.2.1.1. Observations macroscopiques et mésoscopiques	205
3.2.1.2. Enregistrement photographique	205
3.2.1.3. Préparation des échantillons archéologiques	205
3.2.2. Techniques d'analyses élémentaires et structurales	206
3.2.2.1. L'approche élémentaire	207
3.2.2.2. L'approche structurale	214
3.2.2.3. Les techniques par rayonnement synchrotron	218
3.3. Vision synoptique des techniques d'analyse choisies	219
4. Conclusion	221

Chapitre IV Stratégie méthodologique : de l'inventaire aux analyses physico-chimiques

Dans un **premier temps**, une classification basée sur des observations macroscopiques, mésoscopiques et une première caractérisation chimique par pXRF est établie et permet d'identifier plusieurs classes de vestiges au sein du corpus archéologique étudié. Une description des principales caractéristiques (macroscopique, mésoscopique et chimique) de chaque classe de vestiges déterminée est présentée. Dans un **deuxième temps**, une étude diachronique est proposée sur les classes de vestiges afin de mettre en avant l'occurrence et la diversité de la nature de ces vestiges le long de la séquence stratigraphique de chaque carré de fouille. Enfin, dans un **troisième temps**, est décrite la stratégie méthodologique mise en place pour la caractérisation physico-chimique des vestiges. Elle repose sur des techniques d'analyses élémentaires, structurales et issues du rayonnement synchrotron. Le protocole d'étude a été adapté à la nature même des échantillons archéologiques et aux problématiques spécifiques du site de Nawarla Gabarnmang.

1. Identifier et classer : les prémices d'une méthodologie analytique

Les vestiges archéologiques issus des fouilles de Nawarla Gabarnmang (sédiments, restes fauniques, objets lithiques, matières colorantes et colorées) ont été répartis entre l'Université de Monash, le Centre National de Préhistoire et le laboratoire EDYTEM.

Le corpus d'étude de notre recherche doctorale concerne les vestiges archéologiques de matières colorantes et colorées. Ceux-ci se présentent sous différentes formes telles que des résidus de matière colorante, des écailles colorées, d'anciennes gouttes de peinture sèches ou des blocs rocheux avec des résidus colorés. Plusieurs objets facettés et portant les stigmates d'une utilisation anthropique ainsi qu'un fragment rocheux portant un dessin incomplet réalisé au charbon, daté d'environ 28 000 ans (David *et al.*, 2013a, 2014), ont également été mis au jour lors des fouilles archéologiques conduites sur le site (David *et al.*, 2014). Ces diverses matières colorantes et colorées exhumées lors des fouilles ont des teintes caractéristiques de la palette chromatique des peintures en plafond et sur pilier ; à savoir des teintes variant du brun au rouge, en passant par des plus orangées et également quelques plus rares mauves. La couleur jaune est présente en moindre quantité sur quelques vestiges de matières colorantes et colorées et est parfois associée avec la couleur rouge. La couleur blanche est représentée par quelques vestiges de matières colorantes avec des teintes variant entre le blanc et blanc écru.

Les objets ou vestiges archéologiques sont répartis sur la partie centrale de l'abri rocheux, mais tous les carrés de fouille n'en ont pas livrés. L'inventaire actuel des vestiges, conservés au laboratoire

EDYTEM et étudiés dans le cadre de ce travail de thèse, en compte 726. Suite aux différents tris réalisés en laboratoire et à l'établissement d'une classification basée sur l'observation de critères physiques et sur des informations chimiques, des classes de vestiges ont été créées au sein du corpus archéologique.

1.1. **Tri, inventaire et classification : la triade incontournable**

Pendant l'enregistrement initial des vestiges de matières colorantes et colorées retrouvés dans les carrés fouillés à Nawarla Gabarnmang, un numéro d'inventaire a été attribué à chaque vestige après un premier tri effectué soit à l'Université de Monash soit au laboratoire EDYTEM.

Cette première étape a pour objectif de déterminer la nature des différents vestiges. Quels sont-ils ? Sont-ils retrouvés à l'intérieur de tous les carrés de fouille ? En quelle quantité ? Leur répartition le long des séquences stratigraphiques est-elle homogène ? Quel type de vestiges constitue le cœur de l'assemblage archéologique ? Ont-ils été utilisés directement ou comme base pour préparer la matière picturale destinée à peindre les peintures du site ? Quelles sont les preuves de leur utilisation ? A-t-on une preuve de la production de matière picturale dans tel ou tel secteur du site ? La méthode mise en place a pour objectif de répondre à ces différentes interrogations.

1.1.1. **Tri et inventaire**

Tri des vestiges archéologiques

Le tri du matériel, à l'exception de celui provenant des fouilles du Carré P, a été réalisé dans le laboratoire d'archéologie de l'Université de Monash. Les sédiments fouillés sont tamisés à sec avec un maillage de 2,1 mm. Tous les matériaux collectés lors de cette étape (refus de tamis de taille supérieure à 2,1 mm) ont été lavés, puis séchés à l'air et enfin triés à l'aide d'une pince. L'état de la collection des vestiges de matières colorantes et colorées mise au jour et conservée au laboratoire EDYTEM pour analyse varie en fonction des carrés de fouille (Tableau IV-1).

Carré	P	F+ILM	N	K	G	R	Q	B	A	D
Nombre	480	11+17	25	12	1	76	3	4	83	14

Tableau IV-1 : Nombre de vestiges archéologiques par carrés de fouille

Cas particulier : le tri des vestiges archéologiques issus du Carré P

Les refus de tamis issus des 23 niveaux élémentaires du Carré P ont été triés au laboratoire EDYTEM. Le tri du matériel du Carré P a été réalisé après une première observation macroscopique du matériel archéologique provenant des autres carrés de fouille (A, B, D, F+ILM, G, K, N, Q et R), ce qui a permis dans un premier temps d'orienter la recherche des différents types de vestiges de matières colorantes et colorées. De plus, du fait de la connaissance du contexte culturel et rupestre propre au site archéologique, l'accent a été mis sur la recherche de tous matériaux susceptibles d'être liés à la réalisation des œuvres rupestres. Le tri des vestiges du Carré P visait donc non seulement à sortir les vestiges de matières colorantes et colorées ayant pu servir à la production de la matière picturale, mais également à constituer un référentiel des différents types de matériaux pouvant se retrouver le long de la séquence stratigraphique du Carré P et, par extension, le long de celles des autres carrés fouillés sur le site. Le nombre de pièces inventoriées s'élève ainsi à 480 (dont 12 piluliers contenant des vestiges prélevés *in situ* au moment de la fouille) et est de loin bien plus conséquent que dans les autres carrés de fouille ; la nature même de ces pièces est également plus diversifiée.

Inventaire des vestiges archéologiques

Par la suite, l'ensemble des vestiges de matières colorantes et colorées ont reçu un numéro d'inventaire unique noté : « [nom de code du site pour Nawarla Gabarnmang] [**lettre du carré de fouille**] XU [numéro du niveau élémentaire dans lequel a été retrouvé le vestige en question] - [numéro unique du vestige] ». Par exemple, pour l'unique vestige de matière colorante retrouvé dans le niveau élémentaire XU17 du Carré G, son numéro d'inventaire est « A74**G**XU17 ». Lorsque plusieurs vestiges sont exhumés au sein du même niveau élémentaire, ils sont discriminés par le champ « [numéro unique du vestige] » ; ainsi, les six vestiges issus du niveau élémentaire XU4 du Carré R portent les numéros d'inventaire suivants : A74**R**XU4-1, A74**R**XU4-2, (...) et A74**R**XU4-6. Seuls les résidus de matière résineuse et les morceaux de bois issus du Carré P n'ont pas reçu de numéro d'inventaire unique ; ils sont conservés dans des piluliers sur lesquels ont été notés les niveaux élémentaires dont ils ont été extraits.

Certains numéros d'inventaire comportent des parenthèses indiquant un prélèvement *in situ* et un enregistrement des coordonnées en X, Y et Z, comme par exemple, les prélèvements des gouttes de peinture sèches, issues du niveau XU18 du Carré P : A74**P**XU18(4) à A74**P**XU18(9). Enfin, certains numéros d'inventaire comprennent les lettres N ou T après le [numéro du niveau élémentaire dans lequel a été retrouvé le vestige en question]. Ces désignations littérales ont été octroyées par les fouilleurs au moment de la récupération de ces vestiges après tamisage et de leur rangement dans des sachets en plastique individuels. Ces lettres n'ont pas de signification particulière mais ont toutefois été conservées lors de la réattribution des numéros d'inventaire.

1.1.2. Critères de classification du corpus archéologique

Le corpus archéologique retenu compte un total de **726 objets inventoriés**, comprenant les 246 objets présélectionnés à l'Université de Monash (Carrés A, B, D, F+ILM, G, K, N, Q et R) et les 480 issus du tri effectué dans les 23 sachets de refus de tamis du Carré P. Parmi l'ensemble des objets inventoriés, vingt-trois ont été identifiés *in situ* pendant la fouille ; ce chiffre peu élevé est lié au mode opératoire basé sur la stratégie de fouille. Les coordonnées de ces objets ont été enregistrées dans les trois dimensions de l'espace.

Selon la nature des vestiges archéologiques trouvés en fouille, une première dénomination a été proposée par les archéologues : “ ochre crayons ”, “ grindstones ”, “ drops of paint ”, et “ ochres ? ” (Fig. IV-1). La présence du point d'interrogation n'est pas anodine et souligne la nécessité d'approfondir l'étude des vestiges appelés « *ocre* » afin d'identifier leur nature exacte. Afin de ne pas préjuger de la nature des vestiges archéologiques et dans un souci d'harmonisation terminologique, il a été préféré de faire abstraction de cette dénomination. Un travail a été mené sur les termes désignant les différents vestiges, termes qui seront définis lors de la présentation ultérieure des classes de vestiges archéologiques (cf. § IV.1.1.1.).

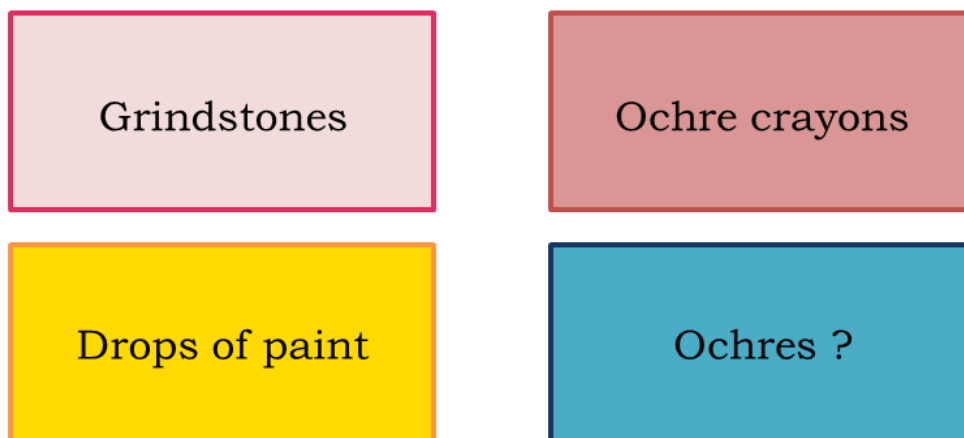


Figure IV-1 : Dénomination initiale des vestiges archéologiques envoyés au laboratoire EDYTEM

Tous les vestiges composant le corpus archéologique ont été photographiés, soit sous la loupe binoculaire (Leica MZ16) équipée d'une caméra Leica MC 120 HD, soit avec un appareil photo Canon EOS 100D. Les photographies prises sous la loupe binoculaire ont été traitées grâce au logiciel Leica Application Suite (LAS 4.5 livré avec caméra) possédant de nombreuses fonctions d'acquisition et de retouche des images, tandis que les photographies prises avec l'appareil photo ont été traitées sous le logiciel Photoshop (Suite Adobe CS5). Cet enregistrement photographique initial permet ainsi de garder une trace de l'état de l'objet à son arrivée au laboratoire, certains objets ayant été préparés, enrésinés ou broyés, afin de mettre en œuvre certaines techniques analytiques (cf. § IV 4.2.1.3.). À l'occasion de cet enregistrement photographique, les différents vestiges archéologiques ont été observés minutieusement. Leur description physique est une étape primordiale à réaliser avant de

débuter toute classification et constitue la base de l'analyse d'un corpus archéologique quel qu'il soit. Au cours de l'examen macroscopique opéré sous la loupe binoculaire, plusieurs propriétés physiques ont été observées. Pour décrire le matériel, une grille de lecture (Tableau IV-2) – inspirée et adaptée de grilles de description exposées dans divers travaux (Salomon, 2009 ; Watts, 2010 ; Pradeau, 2015) – a été systématiquement renseignée. Un certain nombre de critères observables à l'échelle macroscopique ont été choisis pour définir cette grille de description. Ces critères, essentiels à la répartition des différents vestiges dans des catégories, comprennent :

- La **couleur** extérieure des vestiges, qui peut être rouge, rose, mauve, orangée, brune, bicolore rouge et jaune, jaune, noire, blanche ou polychrome mêlant différentes teintes ;
- Le **pouvoir colorant**, défini comme « *la faculté d'un pigment (et du matériau colorant qu'il compose) de transmettre durablement sa teinte à ce qui l'entoure* » (Pradeau, 2015:43). Cette caractéristique a été évaluée lors de la manipulation des vestiges au cours de leur examen sous loupe binoculaire. Elle peut être nulle (ne colore pas par contact), faible (colore la peau), moyenne (colore abondamment la peau ou tout autre support par contact) ou forte (la peau colorée colore à son tour par simple contact) ;
- Les **dimensions**, parmi lesquelles ont été retenues quatre valeurs :
 $T1 < 1 \text{ cm} < T2 < 5 \text{ cm} < T3 < 10 \text{ cm} < T4$;
- La **masse**, mesurée à 0,0001 g près à l'aide d'une balance de précision OHAUS Pioneer™ ;
- La présence de certaines **inclusions**, parmi les plus aisées à reconnaître à l'œil nu, comme les carbonates (calcite) et les minéraux de la famille des silicates (quartz, micas) ;
- La **texture** de la matière, qui peut être homogène ou hétérogène, granuleuse, compacte ou poreuse, litée, caverneuse ;
- Le degré de **dureté**, exprimé sur l'échelle de Mohs. Il a été déterminé comme a été évalué le pouvoir colorant, c'est-à-dire lors de la manipulation des vestiges avec une pince recourbée pendant leur observation sous la loupe binoculaire. Pour les objets non manipulables avec une pince, un indice de ce degré de dureté a été fourni lors de leur prise en main. L'échelle d'appréciation du degré de dureté utilisée a été définie par J.-V. Pradeau: « *Un degré de dureté 1 indique que l'objet est aisément pulvérisable [lors de la prise en pince]. Un objet de dureté 2 peut fournir une poudre colorante par contact mais devra préférentiellement être frotté sur un support plus dur pour fournir de la matière. Les catégories de dureté 3 et plus nécessitent un traitement à l'aide d'outils adaptés.* » (Pradeau, 2015:147) ;
- La **forme** du vestige, de parfaitement arrondie à très anguleuse, voire irrégulière. Ces formes peuvent procurer des indices sur le mode de transport de ces objets (fluvial, éolien) ;
- L'**éclat**, mat ou terreux, gras ou lustré, métallique (avec des nuances entre métallique, submétallique, irisé et brillant), vitreux ;
- Le **magnétisme**, mis en évidence à l'aide d'un simple aimant ;
- La présence de **facettes et de stries**. Une fiche de description adaptée aux pièces montrant ces caractéristiques a été élaborée et est présentée dans le chapitre suivant (cf. § V.1.2.2.).

Comme préconisé par H. Salomon (2009) et par J.-V. Pradeau (2015), la charte Munsell (Munsell Soil-Color Chart, 2012) n'a pas été utilisée pour évaluer et qualifier la couleur des vestiges archéologiques. En effet, comme souligné dans ces deux thèses, l'absence d'uniformité des teintes en surface des objets archéologiques aurait rendu difficile l'attribution de ces teintes à celle des pastilles uniformément colorées imprimées sur la charte. L'emploi de cette charte Munsell, plus couramment utilisée afin de décrire des sols, aurait ainsi conduit à l'utilisation de plusieurs dizaines de références de teintes différentes pour décrire ne serait-ce que les pièces présentant des teintes nuancées de rouge (pages de la charte Munsell concernées : 5R, 7.5R, 10R, 2.5YR, 5YR, 7.5YR, et 10YR, pour une *chroma* comprise entre 1 et 8). De plus, si, comme l'explique H. Salomon, nous partons du « *principe que c'est la poudre issue des blocs qui constitue le produit recherché* » (Salomon, 2009:172) pour préparer la matière picturale, on peut juger comme non pertinent de lister la ou les couleurs perçues en surface des vestiges composant notre corpus d'étude. La couleur de la poudre issue du travail des blocs de matières premières apparaît plus révélatrice. Néanmoins, ce critère de classification n'a pas été retenu car nous avons choisi de limiter les actions de broyage ou d'incision sur les vestiges de Nawarla Gabarnmang. Ainsi, bien que la charte Munsell permette de dégager des tendances et ait l'avantage d'être universelle, il a semblé judicieux de considérer la couleur extérieure des objets retrouvés en fouille mais de n'utiliser qu'un simple descriptif pour les désigner, à l'instar de J.-V. Pradeau (2015).

Caractéristiques	Appréciations	Valeurs	Critères
Couleur (en surface)	Observations macro et mésoscopiques	Noir Mauve Brun Rouge Orangé Rose Jaune Blanc	
Pouvoir colorant	Test empirique	Nul Faible Moyen Fort	Ne colore pas la peau Colore la peau Colore la peau ou tout autre support par contact La peau colorée colore à son tour par simple contact
Dimensions	Observations macro et mésoscopiques	T1 T2 T3 T4	Entre 2,1 mm et 1 cm Entre 1 et 5 cm Entre 5 et 10 cm Supérieures à 10 cm
Masse	Balance de précision	Mesure à 0.0001 g près	
Inclusions	Observations mésoscopiques	Quartz Calcite Etc.	
Texture	Observations macro et mésoscopiques	Homogène ou non Massive Granuleuse Compacte Caverneuse Poreuse	
Dureté	Test empirique	D1 D2 D3 et +	Friable Rayable à la pince Non rayable à la pince
Forme	Observations macroscopiques	Arrondie Émoussée Anguleuse Irrégulière Plane/non plane	
Éclat	Observations mésoscopiques	Terreux Gras Métallique Vitreux	
Magnétisme	Test aimant	Oui/non	
Facettes et stries	Observations macro et mésoscopiques	Oui/non	cf. Tableau V-4

Tableau IV-2 : Grille de lecture des vestiges composant le matériel archéologique de Nawarla Gabarnmang

Suite à l'enregistrement des différentes caractéristiques physiques relevées sur les vestiges, neuf types d'objets ont pu être identifiés au sein du corpus archéologique (Fig. IV-2). Dans l'objectif de déterminer la nature des vestiges, le critère le plus déterminant et pertinent privilégié est la présence, ou l'absence, de stigmates causés par un usage anthropique lié ou non à la production de matière picturale. Le second critère important est la propriété colorante des vestiges exhumés, propriété indispensable à la fabrication de la matière picturale. Ont ainsi été distingués les types d'objets suivants :

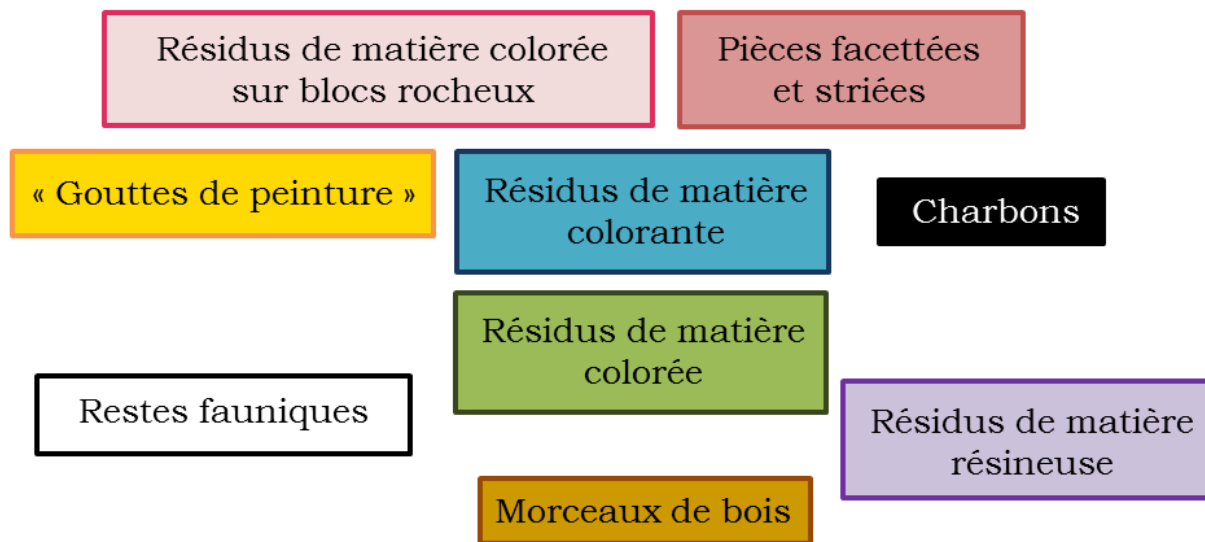


Figure IV-2 : Types d'objets distingués à partir des critères enregistrés dans la grille de lecture

1.2. Caractérisation chimique du corpus archéologique : vers une classification affinée

1.2.1. Une caractérisation chimique par spectrométrie de fluorescence X

Les vestiges archéologiques ont été regroupés sur des critères morphologiques et physiques. Une première caractérisation a été réalisée pour vérifier l'homogénéité chimique des vestiges compris à l'intérieur de chaque grand type d'objets distingués dans le corpus archéologique. Dans un souci d'exhaustivité, les vestiges ont été soumis à des analyses de fluorescence X afin de déterminer leur nature chimique. Celles-ci ont été effectuées à l'aide d'un pistolet à fluorescence X (S1 Titan, Bruker), monté en configuration dite de laboratoire (Fig. IV-3), pour sa facilité de mise en œuvre ainsi que de la rapidité et du caractère non-destructif de ces analyses (cf. Huntley *et al.*, 2016 pour discussion sur le caractère non-destructif et non invasif des analyses en fluorescence X). Exécutées en « Mode Géochimie », les analyses se sont déroulées en deux temps : une première excitation de fluorescence X a été réalisée à 15 keV pendant 30 secondes afin d'identifier les éléments dits légers, suivie d'une seconde excitation qui a été effectuée à 45 keV, toujours pendant 30 secondes, pour déterminer les éléments dits lourds. Les vestiges archéologiques ont été placés sur une feuille d'ultralène recouvrant la fenêtre du détecteur (0,5 × 0,5 cm). Cela a permis de ne pas avoir à changer

le filtre du détecteur (nécessitant le démontage de la tête du pistolet) suite à l'analyse des matières colorantes. Par ailleurs, pour éviter toute contamination d'un vestige à un autre, la feuille d'ultralène a été systématiquement changée après chaque analyse opérée. Chacune des faces des vestiges a été analysée et, lorsque la taille de ces derniers le permettait, plusieurs points de mesures ont été pris.



Figure IV-3 : Pistolet à fluorescence X (S1 Titan, Bruker) en configuration dite de laboratoire (© G. Castets)

Ces analyses ont permis de compléter et d'affiner la classification établie précédemment, qui reposait uniquement sur des observations macroscopiques. Suite à ces mesures, les concentrations des éléments chimiques (en pourcentage d'oxyde) composant les objets archéologiques ont été obtenues. Néanmoins, nous avons décidé de ne pas considérer ces résultats physico-chimiques d'un point de vue quantitatif mais uniquement d'un point de vue qualitatif en considérant la bibliographie traitant de l'usage des pistolets à fluorescence X (Goodale *et al.*, 2012 ; Huntley, 2012 ; Shackley, 2012 ; Koenig *et al.*, 2014). En effet, bien que cet appareil soit en général dédié à un usage *in situ*, certaines limites d'utilisation se rencontrent également en configuration dite de laboratoire. Ces limites sont principalement liées à :

- L'hétérogénéité des échantillons analysés. Lors de la caractérisation d'une couche de peinture, une hétérogénéité peut être causée par la quantité de peinture déposée (liée à la façon dont a été appliquée la matière picturale) et/ou par l'altération de la couche (liée à des phénomènes taphonomiques) (Resano *et al.*, 2007) ;
- L'épaisseur de la couche qui joue sur la pénétration des rayons X. Si la couche de peinture est trop fine et/ou hétérogène, les rayons X peuvent passer au travers et par conséquent analyser le substrat rocheux (Resano *et al.*, 2007 ; Huntley, 2012 ; Koenig *et al.*, 2014) ;
- La taille et la forme irrégulière de la surface. D'après Shackley *et al.*, (2012), pour être dans des conditions d'analyses idéales, la taille de l'échantillon doit être supérieure à 10 mm avec une

épaisseur supérieure à 2 mm. Au-dessous, une baisse de précision est à prendre en compte lors des mesures réalisées. Sachant que l'air est un facteur qui peut atténuer l'effet de fluorescence X, il est recommandé d'analyser des surfaces qui soient les plus planes possibles (Huntley, 2012 ; Koenig *et al.*, 2014) ;

- La structure minérale. La taille de grain ainsi que la densité de la matrice peuvent également entraîner une atténuation de l'effet de fluorescence X, de même que l'absorption par l'eau, présente dans la structure microcristalline des minéraux constitutifs de l'échantillon étudié (Goodale *et al.*, 2012) ;
- La gamme d'éléments détectés. Les matériaux géologiques peuvent être problématiques car ils sont composés majoritairement d'éléments chimiques de numéro atomique faible, qui ne sont pas détectables avec certains appareils portables de fluorescence X (Shackley *et al.*, 2012). Dans notre cas, les éléments chimiques de la classification périodique situés avant l'aluminium, tels que le magnésium et le sodium, ne peuvent pas être détectés ;
- La limite de détection : certains éléments chimiques présents en très faible quantité pourront être indiqués comme étant sous la limite de détection (<LOD) (Koenig *et al.*, 2014).

À toutes ses limitations reconnues lors de l'utilisation de la fluorescence X portable s'ajoutent celles mises en évidence par notre propre expérience personnelle de l'usage du pistolet XRF S1 Titan en configuration dite de laboratoire. Tout d'abord, nous signalerons qu'en raison de l'hétérogénéité des échantillons (forme et composition chimique), les mesures ne sont pas reproductibles. Nous avons également pu constater que le logiciel de traitement dont nous disposons – le logiciel Spectra EDX – n'est pas adapté au traitement des données XRF car impose un choix d'éléments à quantifier non modifiable. De plus, nous ne pouvons pas récupérer les spectres de fluorescence X afin de les dépouiller, autrement dit, d'extraire les informations provenant de la forme même des pics composant ces spectres. Ainsi, il est impossible de *fitter* les spectres, ce qui aurait permis de corriger les erreurs induites par le recouvrement entre les pics caractéristiques de certains éléments chimiques. De plus, en raison de la morphologie des échantillons archéologiques (petite taille, surface non plane) et aussi de l'utilisation de l'ultralène, entraînant une atténuation de la contribution des éléments légers, les conditions optimales ne sont pas atteintes pour des analyses semi-quantitatives. Enfin, on notera que certaines analyses n'ont pas pu aboutir en raison, essentiellement, de la petite taille de certains objets. Ainsi, il n'a pas été possible de classer par affinité chimique 37 objets du corpus archéologique.

1.2.2. Une classification macroscopique et chimique

Les mesures effectuées en fluorescence X, combinées aux observations macroscopiques, ont permis de différencier des vestiges caractérisés par une chimie spécifique au sein des résidus de matière colorante et au sein des résidus de matière colorée.

Les « résidus de matière colorante » ont ainsi été séparés en deux classes distinctes : d'une part, les résidus de matière colorante riches en fer présentant une large gamme de couleurs (jaune, orangé, rouge, mauve, brun), d'autre part les résidus riches en aluminosilicates de couleur blanc-écru, désignés comme des résidus de matière argileuse.

Les « résidus de matière colorée », caractérisés par l'absence de pouvoir colorant, ont été divisés en cinq classes :

- des résidus de matière colorée caractérisés par une composition chimique riche en aluminium, fer et phosphore ;
- des résidus non colorant présentant un éclat brillant, presque exclusivement composé de fer ;
- des résidus riches en silicium, désignés comme des « grès quartzitiques » ;
- des résidus de matériaux riches en phosphate de calcium (CaP) ;
- des écailles rocheuses recouvertes d'une fine couche colorée, présentant une chimie particulière, pouvant être reliée à la nature et/ou à la couleur de la couche colorée.

Les restes fauniques identifiés lors des observations mésoscopiques (cf. Fig. IV-2) ont été intégrés dans la classe comprenant les résidus de matériaux riches en phosphate de calcium ; ils présentent eux-mêmes une composition chimique riche en ces éléments chimiques.

La nouvelle classification établie dans le cadre de ce travail doctoral se décline désormais en treize classes (Fig. IV-4), certaines ayant été précisées grâce à l'apport de la chimie.

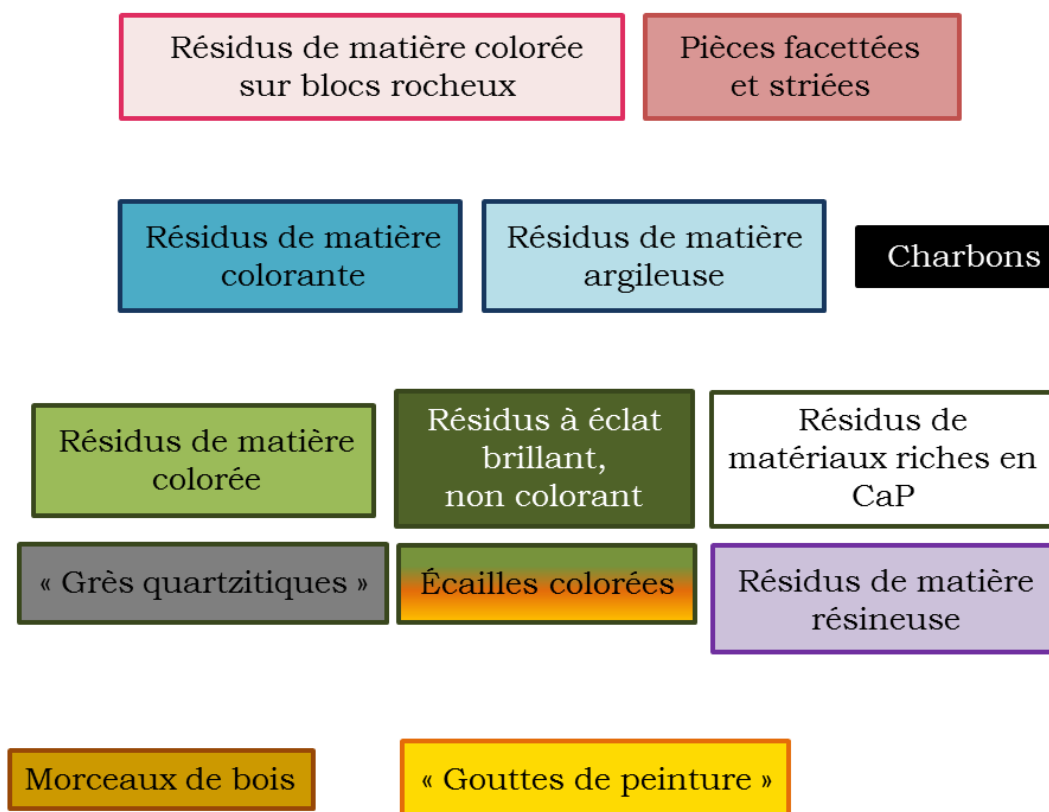


Figure IV-4 : Classes de vestiges composant le corpus archéologique étudié, distinguées à partir des observations morphologiques et des analyses chimiques par pXRF

1.2.3. Description des classes de vestiges

La répartition des treize classes déterminées en nombre de vestiges archéologiques étudiés fait ressortir une prédominance de trois classes en particulier, indépendamment de l'inventaire détaillé réalisé sur le Carré P (Fig. IV-5a et IV-5b) : (i) résidus de matière colorée, (ii) résidus de matière colorante et (iii) « grès quartzitiques ». Le détail du nombre de vestiges par classe et par carré est indiqué dans le tableau III-3.

Près d'une cinquantaine d'écailles colorées ont été exhumées dans les Carrés A et P ; les écailles restantes sont réparties entre les Carrés D, F+ILM, K et R. De nombreux résidus à éclat brillant, non colorant ainsi que divers types de résidus enrichis en phosphate de calcium ont également été déterrés à l'intérieur du Carré P. On dénombre moins d'une vingtaine de pièces portant des marques de striation et/ou des facettes d'usure, réparties entre six carrés de fouille. Les résidus de matière argileuse se partagent entre les Carrés A et P. Enfin, les « gouttes de peinture » (exclusivement découvertes *in situ* dans le Carré P) et les blocs montrant des résidus de matière colorée sur leur surface (issus du Carré B) reflètent une part infime des vestiges retrouvés à Nawarla Gabarnmang. Les résidus de matière résineuse, les charbons et les morceaux de bois n'ont pas subi de décompte exhaustif.

Les classes de vestiges ainsi constituées pour le site de Nawarla Gabarnmang comprennent des vestiges archéologiques rencontrés dans d'autres contextes d'art pariétal préhistorique (cf. § I.2.3.). La diversité des vestiges est illustrée en figure IV-6 par la présentation d'un échantillon typique de chaque classe de vestiges.

Classe Carré	Morceaux de bois	« Gouttes de peinture »	Écailles colorées	Résidus de matière résineuse	« Grès quartzitiques »	Résidus riches en phosphate de calcium	Résidus à éclat brillant, non colorant	Résidus de matière colorée	Charbons	Résidus de matière argileuse	Résidus de matière colorante	Pièces facettées et striées	Blocs avec résidus de matière colorée	
	P	1*	6	26	1*	96	24	20	192	3*	5	98	-	-
F+ILM	-	-	4	-	3	-	1	2	-	-	16	2	-	
N	-	-	-	-	12	-	-	2	-	-	8	3	-	
K	-	-	3	-	-	-	1	6	-	-	1	1	-	
G	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1	-	-	
R	-	-	1	1	6	-	2	42	-	-	18	6	-	
Q	-	-	-	-	-	-	-	2	-	-	1	-	-	
B	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	4	
A	-	-	21	1	24	2	2	3	2	6	15	4	-	
D	-	-	5	-	2	1	-	1	-	-	3	2	-	
Total	1*	6	60	3*	143	27	26	250	5*	11	161	18	4	

Tableau IV-3 : Classes et nombre de vestiges archéologiques identifiés macroscopiquement et chimiquement par carré de fouille (* : décompte non exhaustif)

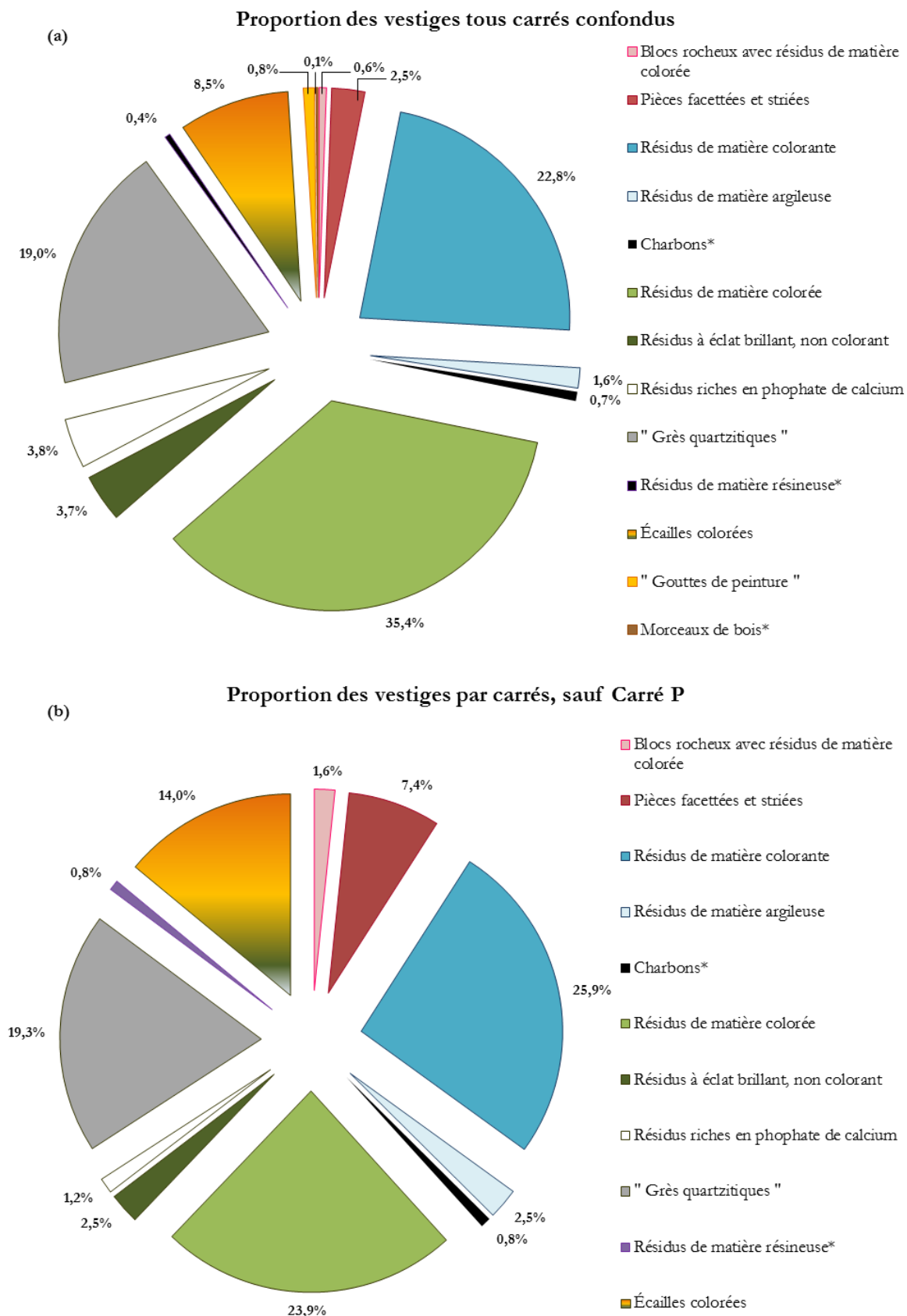




Figure IV-6 : Planche photographique des vestiges archéologiques représentatifs de chaque classe (échelle orange à 5 cm ; bleue à 1cm ; noire à 1mm)

Les principales caractéristiques morphologiques et chimiques des treize classes de vestiges établies précédemment et leur distribution à l'échelle du site sont ici décrites.

Les blocs rocheux avec des résidus de matière colorée

Des résidus de matière colorée rouge sont observés sur les quatre « blocs rocheux » retrouvés dans les trois niveaux consécutifs XU6, XU7 et XU8 du Carré B. On considère comme « blocs » les objets rocheux dont la taille est comprise dans la catégorie T4, soit une taille supérieure à 10 cm. La masse des blocs extraits du Carré B varie entre 0,9 kg pour le plus petit et léger bloc, et 9 kg pour le bloc le plus grand et le plus lourd. Deux de ces blocs arborent des aplats de couleur rouge sur toute une surface abrasée et peuvent dès à présent être considérées comme une meule et une molette. Il reste néanmoins à déterminer quelle est la nature des matériaux qui ont été réduits en poudre à la surface de ces objets. Les deux autres blocs présentent des résidus de couleur rouge sous forme de taches ponctuelles, plus ou moins irrégulière. Leur identification en tant que meules est plus incertaine et requiert un examen macro et microscopique plus approfondi. Les résidus colorés présentent des teneurs en fer supérieures à celles mesurées sur le substrat rocheux.

Les pièces facettées et striées

Dix-huit pièces facettées et striées ont été retrouvées à Nawarla Gabarnmang. Ces pièces sont couramment désignées comme « crayons » ou « crayons d'ocre ». Elles portent de multiples stries et une ou plusieurs facettes d'usure qui sont liées soit à l'extraction de poudre colorante par abrasion sur un support rocheux telle une meule soit par raclage avec un outil tranchant.

Ces pièces sont retrouvées dans la plupart des carrés de fouille étudiés à l'exception des Carrés B, G, P et Q (Tableau IV-4). Deux pièces ont été exhumées du Carré F+ILM : une dans le niveau XU30 du Carré F, et l'autre dans le niveau XU5 du Carré ILM. Trois d'entre elles proviennent du Carré N et une du niveau XU9 du Carré K. Les fouilles opérées dans le Carré R ont permis de mettre au jour six pièces présentant des stries et des facettes d'usure. Enfin, quatre et deux pièces facettées et striées ont été découvertes respectivement au sein des Carrés A et D. Toutes ces pièces ont des dimensions de type T2, c'est-à-dire comprises entre 1 et 5 cm, à l'exception de trois pièces dont la longueur n'excède pas le centimètre (T1). La couleur majeure des pièces facettées et striées reste le rouge, bien que des nuances de teinte puissent être appréciées d'une pièce à l'autre. D'après les premières analyses chimiques, ces pièces sont caractérisées par des teneurs élevées en fer, à l'exception d'une pièce provenant du Carré A pour laquelle l'élément prédominant est le silicium.

Carré	P	F+ILM	N	K	G	R	Q	B	A	D
Nombre	—	1+1	3	1	—	6	—	—	4	2

Tableau IV-4 : Nombre de pièces facettées et striées par carré de fouille

Les résidus de matière colorante

L'expression « résidus de matière colorante » désigne des vestiges de matière colorante qui se caractérisent par leur pouvoir colorant, leur texture pulvérulente, leur petite taille (Γ1) n'excédant que très rarement le centimètre, ainsi que par leur composition chimique pour laquelle l'élément fer prédomine. Aucun indice pertinent d'un usage anthropique, telles des striations, n'a été relevé sur ces résidus. Il est possible qu'au vu de leur taille, ils n'aient pu enregistrer les traces laissées par des transformations mécaniques. Sur un total de 161 résidus de matière colorante répertoriés, la majorité, soit précisément 126 résidus, produisent une trace colorée orangée à rouge. En moindre quantité, il a été répertorié près de vingt résidus de couleur jaune, dix résidus de couleur rouge et jaune ainsi que cinq résidus de couleur mauve.

Près d'une centaine de ces vestiges de matière colorante proviennent du Carré P (Tableau IV-5). Leur nombre varie entre quinze et vingt au sein des Carrés A, F+ILM et R. Enfin, leur occurrence n'excède pas la dizaine dans les carrés de fouille restants.

Carré	P	F+ILM	N	K	G	R	Q	B	A	D
Nombre	98	5+11	8	1	1	18	1	—	15	3

Tableau IV-5 : Nombre de résidus de matière colorante par carré de fouille

Les résidus de matière argileuse

Les résidus de « matière argileuse » se distinguent principalement des résidus de matière colorante par leur composition chimique et par leur couleur. La « matière argileuse » est dans cette étude associée au matériel à base de silicates et/ou d'aluminosilicates.

Les onze résidus de matière argileuse ont été retrouvés dans les Carrés A et P (Tableau IV-6). Ces résidus présentent des teintes variant de blanc, écru à légèrement brunâtre. Ils se caractérisent par une composition chimique enrichie principalement en éléments silicium et/ou aluminium, avec d'autres éléments tels le potassium, le calcium ou le fer. Ils ont une texture qualifiée de molle (D1), puisque facilement pulvérisable et laissent une trace légèrement blanchâtre et colorante sur les doigts caractéristique des argiles blanches.

Carré	P	F+ILM	N	K	G	R	Q	B	A	D
Nombre	5	—	—	—	—	—	—	—	6	—

Tableau IV-6 : Nombre de résidus de matière argileuse par carré de fouille

Les charbons de bois

Le corpus n'est pas exhaustif et seulement deux échantillons provenant du Carré A et trois du Carré P ont été considérés dans cette étude. Les charbons inventoriés ont une taille inférieure au centimètre et produisent une trace noire. Supports indispensables au calage chronologique du site, les charbons ont en fait été retrouvés en grand nombre, plusieurs dizaines de kilogrammes, dans les divers carrés fouillés. Les études pariétales menées sur l'ensemble des panneaux du plafond et sur quelques piliers peints ont montré plusieurs traits de couleur noire susceptibles d'avoir été dessinés avec des morceaux de charbon (Gunn, 2016). Par ailleurs, la découverte d'un fragment de motif noir dessiné avec du charbon sur un éclat rocheux prouve l'utilisation du charbon comme matière picturale à Nawarla Gabarnmang (cf. Fig. II-23). Néanmoins, dans le cadre de notre travail, les morceaux de charbon sont exclus de l'assemblage car considérés comme des vestiges « naturels », leur utilisation comme matière picturale ne pouvant être démontrée.

Les résidus de matière colorée

Les résidus de matière colorée sont les vestiges archéologiques les plus nombreux au sein de notre assemblage. Ils se distinguent des résidus de matière colorante par l'absence de pouvoir colorant et par leur degré de dureté plus élevé (D3). Sur les 250 résidus constituant cette classe, près des trois quarts montrent une sorte de « croûte » compacte, parfois craquelée, à éclat gras, avec une teinte variant entre le rouge et le brun. Cette « croûte » est caractérisée par une composition chimique particulière, dévoilant des concentrations élevées en éléments aluminium, phosphore et fer. Par ailleurs, grâce à des cassures naturelles présentes sur certains de ces résidus, il a été possible de constater que cette « croûte » enrobe une matrice plus granuleuse. Sur plusieurs échantillons, cette matrice s'est révélée plus ou moins structurée, poreuse, de couleur orangée à violette, avec ou non de petits grains de quartz piégés en son sein.

Les résidus de matière colorée ont été retrouvés en grand nombre dans le Carré P et, dans une moindre mesure, dans le Carré R (Tableau IV-7). La littérature sur de tels objets en contexte pariétal préhistorique est rare, ce qui ne fait qu'accroître l'interrogation sur leur fonction au sein de ce site d'art rupestre, poussant à approfondir leur analyse.

Carré	P	F+ILM	N	K	G	R	Q	B	A	D
Nombre	192	1+1	2	6	_	42	2	_	3	1

Tableau IV-7 : Nombre de résidus de matière colorée par carré de fouille

Les résidus à éclat brillant, non colorant

Les résidus à éclat brillant, non colorant, ont été retrouvés majoritairement dans le Carré P (Tableau IV-8). Les vingt-six résidus ont été séparés en trois groupes, selon la nature de l'éclat. Un résidu issu du XU1 du Carré P présente un **éclat irisé**. Douze résidus sont caractérisés par un **éclat submétallique** ; onze proviennent du Carré P et un du Carré R. L'**éclat métallique** est porté par treize résidus provenant de plusieurs carrés : un du Carré K, un du Carré R, deux du Carré A, un du Carré F, huit du Carré P. Indépendamment de la couleur du résidu, orangé ou noir, ce sont les reflets argentés et rouges observés sous la loupe binoculaire qui définissent cette sous-classe.

Ces résidus sont tous de taille T1 et quel que soit leur éclat ou leur couleur, ces résidus possèdent une composition chimique caractérisée par une teneur en fer élevée, à l'exception d'un résidu issu du Carré R.

Carré	P	F+ILM	N	K	G	R	Q	B	A	D
Nombre	20	1	–	1	–	2	–	–	2	–

Tableau IV-8 : Nombre de résidus à éclat brillant et non colorant par carré de fouille

Les résidus de matériaux riches en phosphate de calcium

Cette classe comprend un total de vingt-sept vestiges qui sont caractérisés par des teneurs élevées en calcium (Ca) et phosphore (P), parmi lesquels on retrouve notamment des fragments d'os, et de dent dont les tailles ne surpassent jamais le centimètre. À l'exception de trois résidus retrouvés dans les Carrés A et D, l'ensemble des résidus constituant cette classe provient du Carré P (Tableau IV-9). Treize fragments osseux et deux fragments de dent ont été identifiés par Christophe Griggo (EDYTEM). La nature osseuse des résidus restants n'a pas pu être confirmée principalement en raison de leur état de dégradation et de leur petite taille.

Carré	P	F+ILM	N	K	G	R	Q	B	A	D
Nombre	24	–	–	–	–	–	–	–	2	1

Tableau IV-9 : Nombre de résidus de matériaux enrichis en phosphate de calcium par carré de fouille

Les « grès quartzitiques »

143 matériaux siliceux ou « grès quartzitiques » au sens large du terme ont été relevés dans tous les carrés de fouille excepté les Carrés B, G, K et Q (Tableau IV-10). Indépendamment de leur faciès macroscopiques, ils sont caractérisés par une composition élémentaire chimique prédominée par l'élément silicium. Les analyses de fluorescence X opérées sur cette classe ont permis de souligner des différences significatives en termes de composition chimique. Il a donc été créé six sous-classes :

- Une première sous-classe rassemble 85 matériaux enrichis en aluminosilicates. Ces matériaux ne rentrent pas dans la catégorie des « résidus de matière argileuse » en raison de l'absence de trace colorante sur les doigts, de leur dureté plus élevée (D2 à D3) et de la présence de grains de quartz plus ou moins grossiers avec un diamètre moyen de 3 mm. La couleur des objets de cette sous-classe présentent un large panel de couleurs : blanc écru, légèrement orangé à rouge vif, brun léger à brun sombre. Certains présentent même un gradient de couleurs, indice révélateur d'une altération chimique au niveau des grains de quartz (Chalmin *et al.*, 2017a) ;
- Vingt-sept matériaux siliceux enrichis en fer sont rassemblés dans une deuxième sous-classe. En l'absence d'observation pétrographique sur lame mince, il n'est pas possible d'affirmer que les objets contenus dans cette sous-classe soient des grès ferrugineux. En effet, on entend par « grès ferrugineux » des grès constitués de grains de quartz consolidés entre eux par un ciment de nature ferrugineuse. Or, bien que les objets présentent différentes teintes de rouge et dévoilent une composition chimique enrichie en fer, nous ne pouvons affirmer si cette nature ferrugineuse est liée à la nature même du ciment ou plus certainement à un enrichissement en fer lors d'une altération *post*-dépositionnelle ;
- Un seul échantillon constitue une troisième sous-classe. La composition chimique de cet échantillon est atypique par rapport au reste du corpus archéologique, présentant une teneur élevée en calcium et en fer ;
- La quatrième sous-classe est composée de dix matériaux siliceux caractérisés par la présence d'une phase enrichie principalement en aluminium, phosphore et fer, désignée par la suite comme « phase d'encroutement », ou de manière plus générale, « d'encroutement ». Alors qu'un objet recouvert d'un léger dépôt blanc écru présente des teneurs moindres en éléments caractéristiques de la phase d'encroutement mais des teneurs élevées en calcium et soufre, laissant supposer la présence de sulfate de calcium, trois autres objets sont constitués à la fois de la phase d'encroutement et de sulfate de calcium ;
- La cinquième sous-classe rassemble onze échantillons caractérisés par la présence de grains de quartz grossiers, enveloppés par une sorte de croûte de couleur brune, compacte, à éclat gras. Cette croûte, déjà aperçue sur les résidus de matière colorée, présente une composition chimique riche en aluminium et fer, et en moindre mesure, en phosphore ;

- Neuf échantillons n'ont pas pu être analysés par fluorescence X en raison de leur petite taille. Ils ont été confinés dans une dernière sous-classe du fait de leur ressemblance morphologique avec les différents objets de la classe des « grès quartzitiques ».

Carré	P	F+ILM	N	K	G	R	Q	B	A	D
Nombre	96	1+2	12	–	–	6	–	–	24	2

Tableau IV-10 : Nombre de « grès quartzitiques » (tous faciès confondus) par carré de fouille

Parmi les nombreux « grès quartzitiques » mis au jour dans les divers carrés de fouille, seuls ceux présentant un enrichissement en fer sont propices à être utilisés pour produire de la matière picturale. Néanmoins, en raison de leur faible pulvérulence et de leur faible pouvoir colorant, combinés à une absence de trace d'utilisation, une attention plus particulière portée à ces objets a été estimée comme non pertinente. Ainsi, les matériaux siliceux enrichis en fer et les « grès quartzitiques » sont retirés de l'assemblage et sont considérés comme des vestiges « naturels ».

Les résidus de matière résineuse

Vingt-six résidus de matière résineuse, pour une masse totale de 0,1 g, ont été extraits du XU6 du Carré P. Un seul résidu parmi ceux-ci présente une taille supérieure à 1 cm ; il a été photographié et inventorié individuellement. Les résidus restants n'ont pas été individualisés et ont été regroupés dans un pilulier. Deux résidus de matière résineuse ont également été identifiés, un résidu dans le Carré A et un autre dans le Carré R.

Le cas des résidus de matière résineuse est assez similaire à celui des morceaux de charbon, dans la mesure où des motifs à base de cire d'abeille ont en effet été réalisés sur certains panneaux du plafond de l'abri (Gunn, 2016). Cette tradition artistique a également été observée dans d'autres sites d'art rupestre dans le nord de l'Australie (Taçon *et al.*, 2003), notamment dans l'ouest de la Terre d'Arnhem (Gunn et Whear, 2008) et dans la région du Kimberley (Aubert, 2012). La datation de ces motifs à base de cire d'abeille peut permettre d'ancrer chronologiquement certaines peintures rupestres en fournissant un terminus *ante quem* et *post quem*. Les résidus de matière résineuse retrouvés en fouille ne présentent pas de trace de résidu coloré qui aurait pu traduire un contact entre ces derniers et les peintures rupestres. Leur utilisation comme matière première pour réaliser les figures en cire d'abeille observées sur certains panneaux ne pouvant être démontrée, ils sont donc également considérés ici comme des vestiges « naturels ».

Les écailles colorées

Les soixante écailles colorées mises au jour sont caractérisées par la présence d'un dépôt coloré sur une seule face d'un fragment rocheux. Ce dépôt peut présenter une ou plusieurs couleurs : blanc, jaune, orange, rouge, mauve, noir ou bichrome. Il est réparti de façon plus ou moins homogène. Selon la couleur de ce dépôt, les analyses en fluorescence X ont révélé une composition chimique spécifique, qui sera exposée plus en détail dans le chapitre suivant. Parmi ces écailles colorées, seules treize ont des dimensions caractéristiques de la catégorie T2, tandis que le reste ne dépasse pas le centimètre. Les écailles retrouvées lors des fouilles proviennent majoritairement des Carrés A et P (21 et 26 respectivement). Les autres sont réparties entre les Carrés D, K, F+ILM et R (Tableau IV-11) : cinq écailles colorées ont été déterrées du Carré D, trois proviennent du dernier niveau élémentaire du Carré K, quatre du Carré F+ILM et une seule a été retrouvée dans le XU40 du Carré R.

Carré	P	F+ILM	N	K	G	R	Q	B	A	D
Nombre	26	2+2	—	3	—	1	—	—	21	5

Tableau IV-11 : Nombre d'écailles colorées par carré de fouille

Les « gouttes de peinture »

La présence de « gouttes de peinture » a été remarquée au sein du XU18 du Carré P. Ces « gouttes de peinture » ont été désignées ainsi par les fouilleurs du carré où elles ont été retrouvées. Elles se manifestent *in situ* sous forme de six petites taches de couleur pâle, de 1 mm à 2 cm d'épaisseur. Après prélèvement *in situ* et observations sous loupe binoculaire, ces « gouttes de peinture » se révèlent sous forme de poudre compacte légèrement colorée et consolidée, mélangée avec le sable cendreau de couleur plus sombre.

Les morceaux de bois

Les morceaux de bois ont été retrouvés au sein des XU7, XU8 et XU10 du Carré P. La manipulation de ces morceaux de bois avec une pince ayant par moments entraînée une fragmentation de ces derniers, seule une estimation de leur nombre peut être donnée, entre la dizaine et la quinzaine. Ces bouts de bois ont été, comme les fragments de charbon et les résidus de matière résineuse, rassemblés dans des piluliers. Ils ont été récupérés lors du tri opéré sur les vestiges issus du Carré P afin de compléter notre matériel de référence. Aucune analyse n'a été effectuée et aucune étude xylologique n'a été réalisée pour déterminer l'espèce végétale de ces morceaux de bois.

Les morceaux de bois sont considérés comme des vestiges « naturels ». Leur découverte reste anecdotique ne représentant qu'une part infime des vestiges retrouvés lors des fouilles. Ils ne sont évidemment porteurs d'aucun potentiel en tant que matière picturale et ne montrent aucun résidu coloré, éventuel indice de l'utilisation d'outils en bois pour la préparation ou l'application d'un mélange pictural.

L'enregistrement des critères morphologiques et les informations chimiques ont permis de répartir les 726 vestiges composant le corpus d'étude en treize classes distinctes. La distribution verticale le long de la séquence stratigraphique des carrés de fouille des vestiges par classe peut désormais être étudiée.

2. Étude diachronique du corpus archéologique issu des fouilles

Avant de présenter les résultats issus de cette étude diachronique, il importe de souligner que les niveaux élémentaires (XU), de même que les unités stratigraphiques (SU), n'ont pas encore fait l'objet de croisement d'informations entre les différents carrés fouillés du site : un XU dans un carré ne peut être comparé avec le XU portant le même numéro d'un autre carré. Par exemple, il n'est pas permis de comparer l'âge des vestiges archéologiques retrouvés dans les XU18 des Carrés A et P. De ce fait, la répartition des différents vestiges archéologiques reflète seulement l'occurrence, la diversité et la distribution verticale des objets retrouvés le long de la séquence stratigraphique d'un même carré de fouille.

La classification établie précédemment a permis de distinguer treize classes de vestiges qui ne sont pas forcément présentes dans chacun des carrés de fouille ; leur occurrence varie d'un carré à l'autre. Une étude diachronique (ou « verticale ») des vestiges archéologiques, hors vestiges lithiques et fauniques ainsi que les charbons, est présentée par secteur dans un premier temps afin de mettre en évidence leur répartition le long des séquences stratigraphiques des différents carrés fouillés. Dans un second temps, un bilan des tendances lues à travers l'étude diachronique sera par la suite réalisé à l'échelle du site.

2.1. Étude diachronique du corpus archéologique issu des fouilles

2.1.1. Secteur E

Au sein du Carré P, les « grès quartzitiques » sont omniprésents le long de la séquence stratigraphique (Fig. IV-7). De nombreux résidus de matières colorantes et colorées sont également présents dans l'ensemble des niveaux élémentaires. Quelques résidus de matière colorante produisant une trace jaune, soit 20 % des résidus de matière colorante issus du Carré P, ont été mis au jour principalement dans la première moitié de la séquence stratigraphique. Parmi ces résidus-ci, neuf présentent des teintes jaune et rouge. Un résidu à éclat brillant produisant une trace mauve a été découvert dans le niveau XU2. Vingt résidus arborant des éclats submétallique à métallique mais ne produisant pas de trace colorante ont également été retrouvés dans plusieurs niveaux élémentaires. Enfin, rares sont les résidus de matière argileuse à avoir été retrouvés dans ce carré. Quant aux résidus de matière résineuse, ils sont uniquement identifiés à l'intérieur du XU6. Près de la moitié des niveaux fouillés ont livré une à deux écailles colorées. On remarque également l'abondance des résidus de matériaux enrichis en phosphate de calcium, identifiés principalement dans les treize premiers niveaux élémentaires, ainsi qu'au niveau du vingtième. Des « gouttes de peinture » ont été observées *in situ* dans le XU18 (cf. § III.2.1.). Aucune pièce porteuse de facette ou de stries n'a été découverte parmi les vestiges du Carré P.

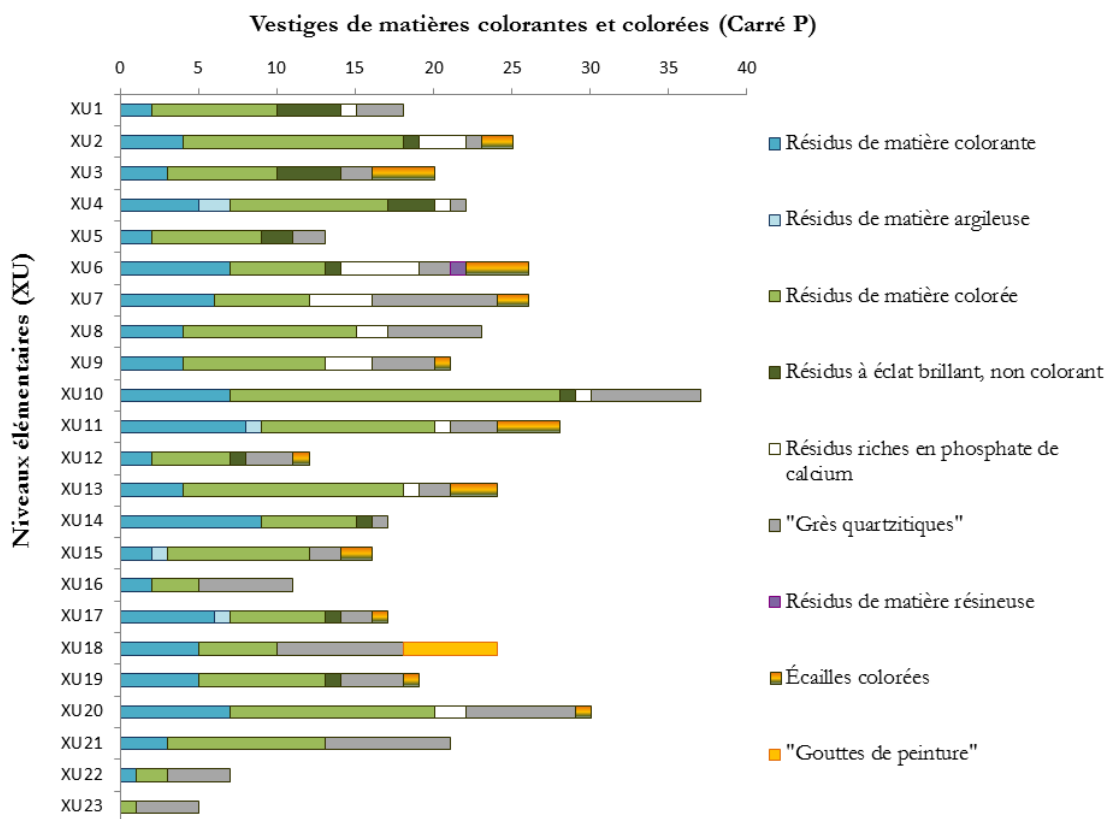


Figure IV-7 : Répartition des classes de vestiges par nombre le long de la séquence stratigraphique du Carré P

La présence systématique de « grès quartzitiques » et résidus de matière colorante et colorée soulève une question essentielle : est-ce qu'ils sont présents naturellement dans le milieu d'enfouissement ou est-ce que leur présence traduit une utilisation de ces matériaux pour décorer l'abri rocheux ? L'étude diachronique d'un seul carré de fouille est loin d'être suffisante pour répondre à cette interrogation. Il apparaît indispensable de poursuivre l'étude diachronique des autres carrés de fouille ayant livré du matériel pour vérifier cette omniprésence et de la compléter par des analyses physico-chimiques pour mieux comprendre la nature de ces matériaux.

2.1.2. Secteur L

Parmi les onze vestiges archéologiques inventoriés, plusieurs résidus de matière colorante (avec des teintes oscillant entre l'orange et le rouge) ainsi qu'un résidu présentant un éclat métallique ont été retrouvés dans les onze premiers niveaux stratigraphiques du **Carré F** (Fig. IV-8). Deux écailles colorées ont été exhumées un peu plus en profondeur au sein des niveaux XU23 et XU24. Celle provenant du XU23 (numéro d'inventaire A74FXU23) n'est pas s'en rappeler, à bien des égards, le fragment rocheux exhumé du Carré E sur lequel un pictogramme a été dessiné au charbon (David *et al.*, 2013a). La fouille du XU30 a mis au jour une pièce facettée et marquée de stries. Enfin, sont issus du XU49 un résidu de matière colorée ainsi qu'un grès riche en aluminosilicates.

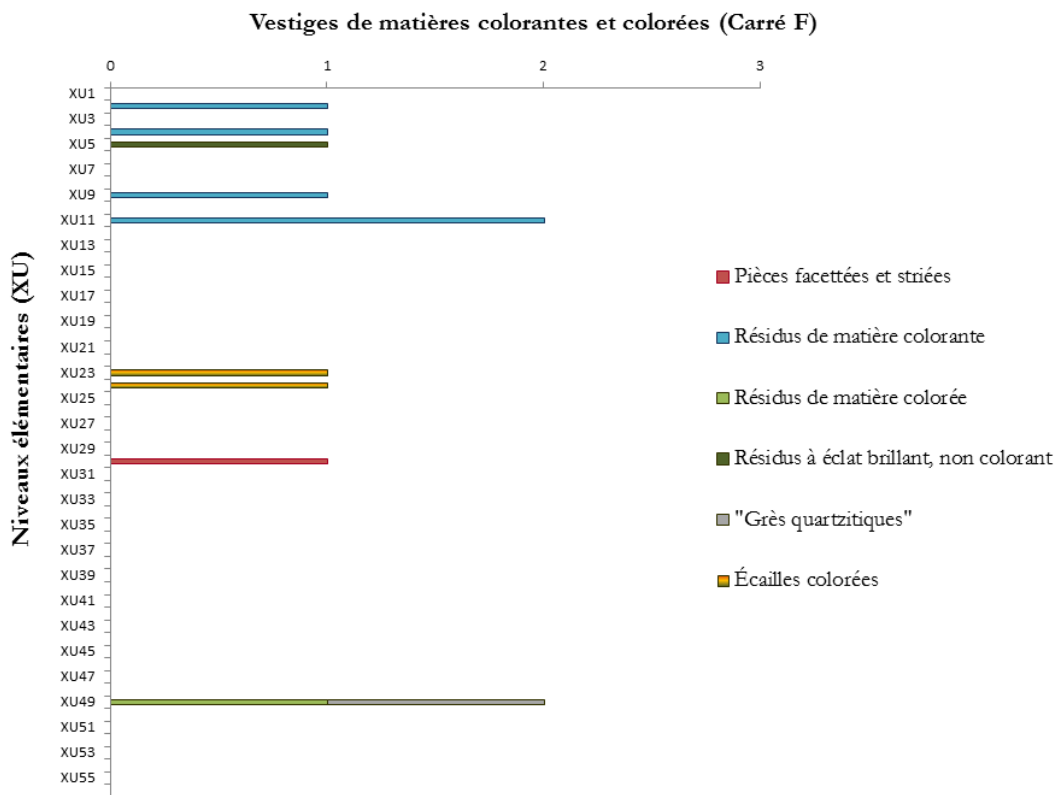


Figure IV-8 : Répartition des classes de vestiges par nombre le long de la séquence stratigraphique du Carré F

Seul le haut de la séquence stratigraphique du Carré ILM a livré des vestiges archéologiques (Fig. IV-9). Ces derniers sont au nombre de dix-sept et sont concentrés entre les XU4 et XU12. Ils sont représentés par dix résidus de matière colorante produisant une trace orangée à rouge. Une pièce porteuse de stries (A74MXU5(1)), caractérisée par la présence d'un dépôt de couleur mauve sur une masse de couleur gris argentée, a été relevée dans le niveau XU5. Deux écailles colorées, l'une rouge et l'autre orange pâle voire jaune, ont également été découvertes dans les niveaux XU7 et XU9. Deux fragments de « grès quartzitiques » ainsi qu'un résidu de matière colorée ont également été retrouvés dans le niveau XU12.

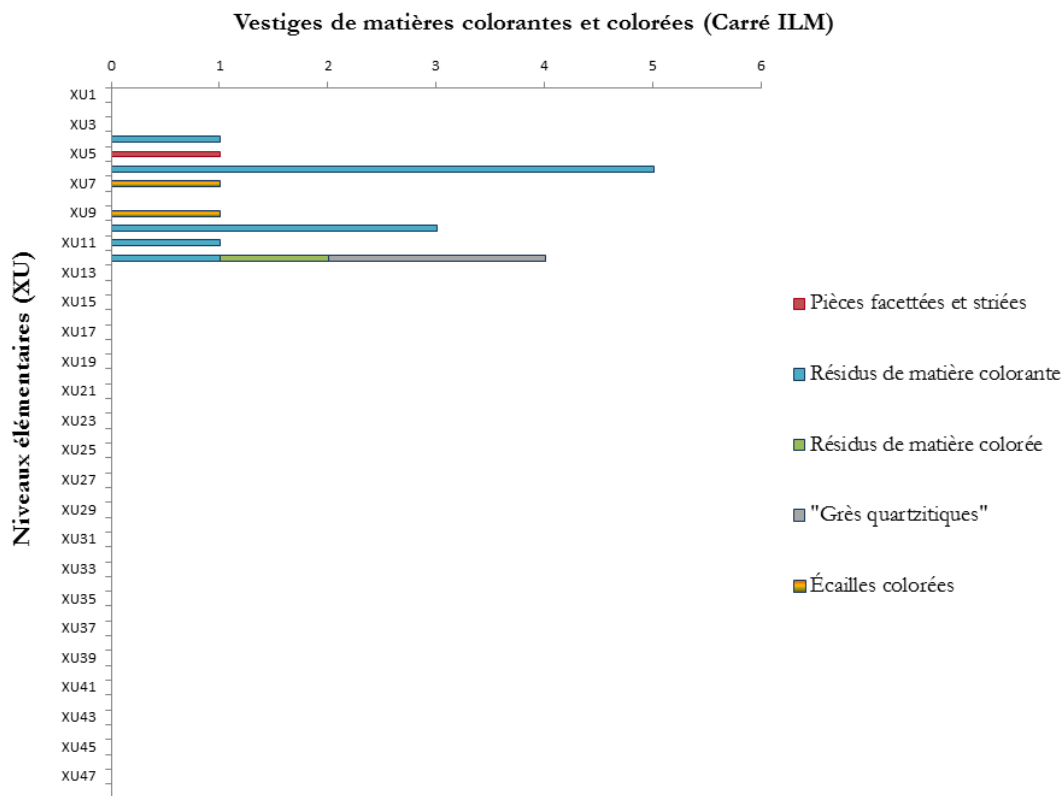


Figure IV-9 : Répartition des classes de vestiges par nombre le long de la séquence stratigraphique du Carré ILM

Malgré un manque de calage chronologique entre les différents carrés de fouille, on observe une bonne corrélation au niveau de la répartition des résidus de matière colorante en haut de la séquence stratigraphique des carrés du secteur L.

2.1.3. Secteur B

Le Carré N a révélé un total de vingt-cinq vestiges à partir du niveau XU21 (Fig. IV-10). Dans ce niveau élémentaire, deux résidus de matière colorante, l'un laissant une trace orangée (A74NXU21-3), l'autre mauve (A74NXU21-1) ont été découverts ainsi qu'un résidu de matière colorée. Dès le niveau XU27 sont découverts plusieurs résidus de matière colorante laissant une trace de couleur rouge, mais également une pièce exhibant des facettes et des stries d'usure. La fouille du niveau élémentaire suivant, XU28, a permis de mettre au jour deux autres pièces facettées et striées. La fouille des trois derniers niveaux élémentaires a révélé la présence d'un résidu de matière colorée et douze « grès quartzitiques » affichant des teintes rouges.

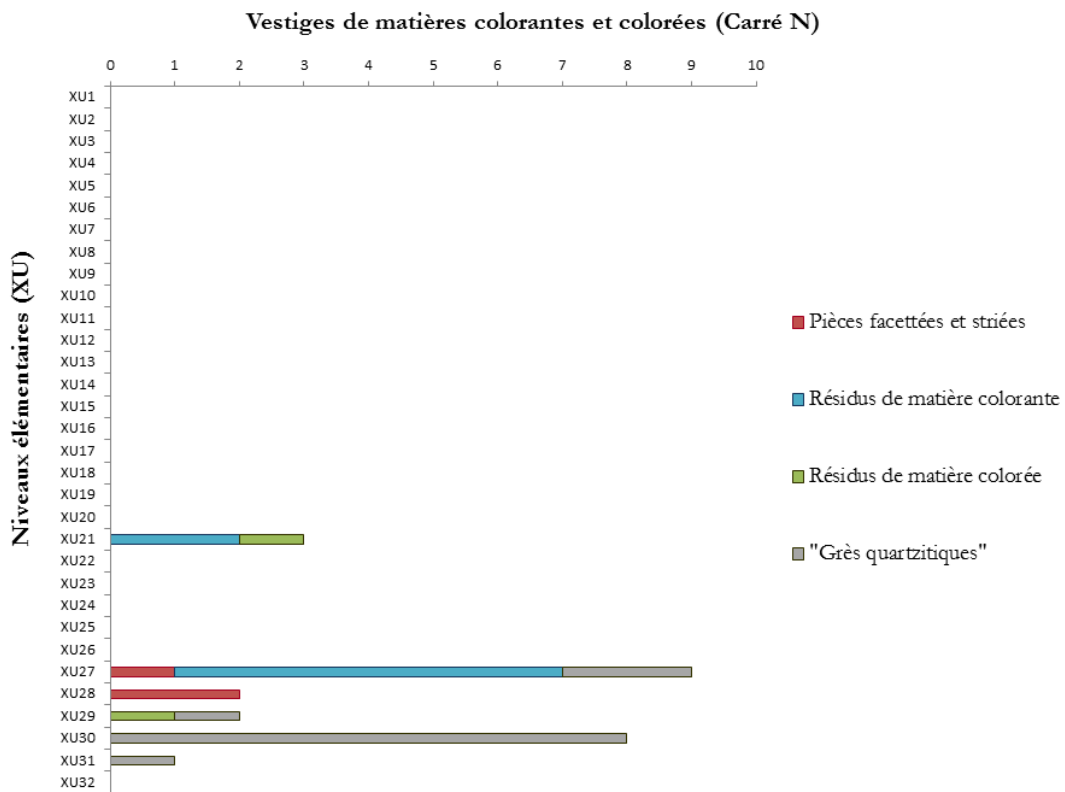


Figure IV-10 : Répartition des classes de vestiges par nombre le long de la séquence stratigraphique du Carré N

Les résidus de matière colorée, distribués sur plusieurs niveaux élémentaires (Fig. IV-11), prédominent parmi les douze vestiges archéologiques mis au jour à l'intérieur du Carré K. On enregistre également la présence d'un résidu de matière colorante produisant une traînée poudreuse jaune en haut de la séquence stratigraphique (XU3), une pièce facettée portant des striations (XU9), un résidu à éclat métallique recouvert de sédiment (XU21) et enfin trois écailles recouvertes d'un dépôt de couleur jaune à la base du carré (XU24).

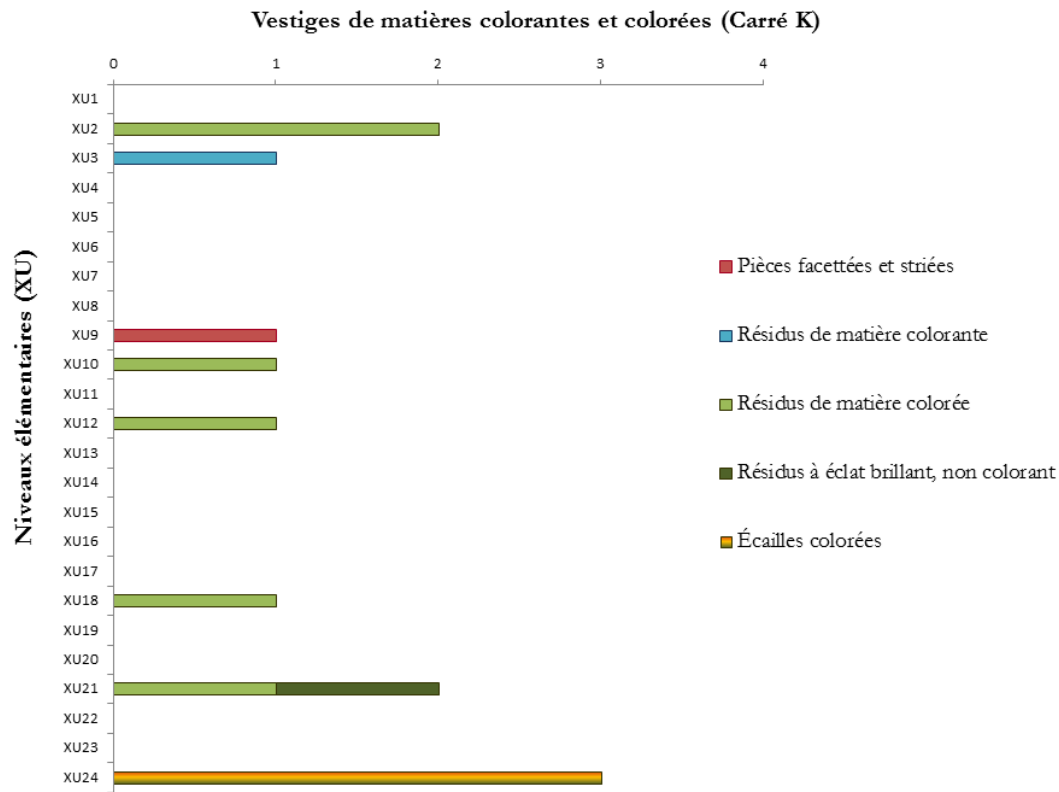


Figure IV-11 : Répartition des classes de vestiges par nombre le long de la séquence stratigraphique du Carré K

Un unique résidu de matière colorante rouge été retrouvé au sein du niveau XU17 du **Carré G** (Fig. IV-12), soit à peine quelques centimètres au-dessus de la base du carré.

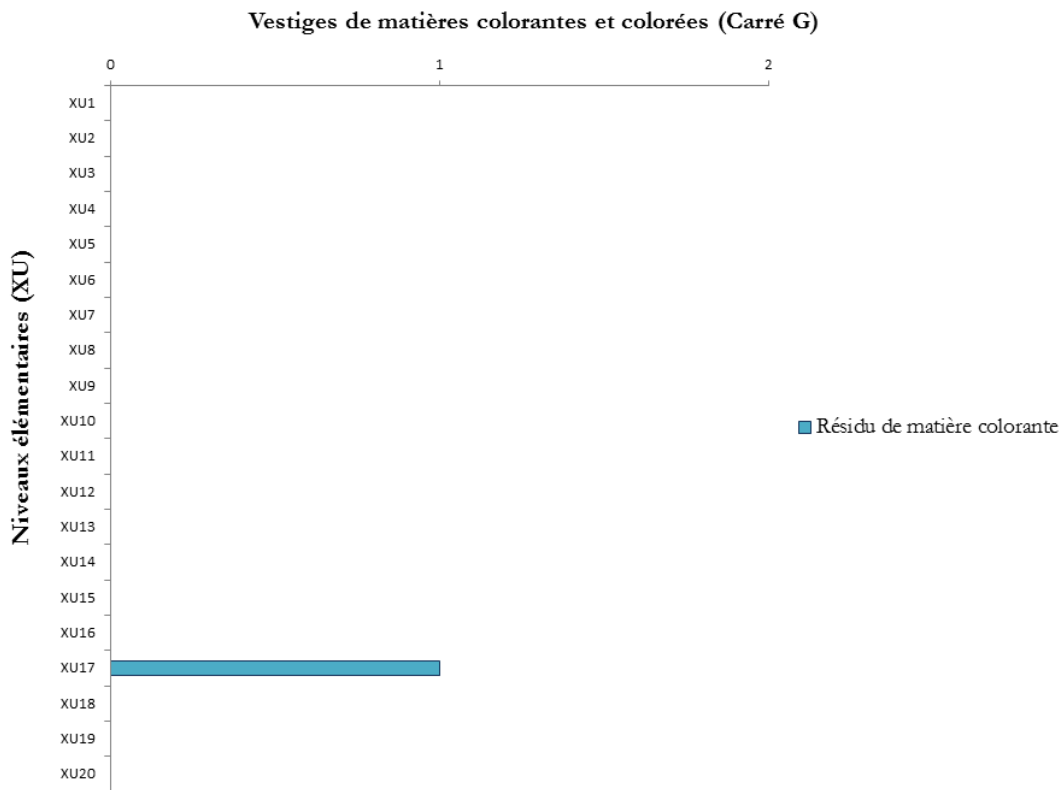


Figure IV-12 : Répartition des classes de vestiges par nombre le long de la séquence stratigraphique du Carré G

Au contraire du secteur L, on visualise parfaitement de grandes disparités de répartition, du type et du nombre de vestiges d'un carré à l'autre dans le secteur B : essentiellement des résidus de matière colorante et des « grès quartzitiques » au bas de la séquence stratigraphique pour le Carré N, des résidus de matière colorée le long de la séquence stratigraphique ainsi que des écailles colorées en haut de la séquence pour le Carré K, un unique résidu de matière colorante dans le Carré G et rappelons enfin qu'aucun vestige associé à de l'art rupestre a été retrouvé dans le Carré C.

2.1.4. Secteur K

Malgré une distribution tout le long de la séquence stratigraphique, seul un tiers des niveaux élémentaires du Carré R a livré du matériel archéologique, soit 76 objets (Fig. IV-13). La majorité des résidus de matière colorante ont été retrouvés au niveau de la première moitié de la séquence stratigraphique ; neuf résidus de couleur jaune ont été découverts dans le niveau XU2 et un résidu produisant une trace violette a été détéré du niveau XU21. Près de quarante résidus de matière colorée se répartissent sur l'ensemble de la séquence stratigraphique. Deux vestiges, arborant un éclat submétallique pour le premier et métallique pour le second, ont été retrouvés dans la seconde moitié de la séquence stratigraphique (respectivement dans XU27 et XU34). Un résidu de matière résineuse a été détéré du niveau XU14 et quelques grès ont également été mis au jour, surtout dans le niveau XU27. Enfin, une écaille colorée a été exhumée du niveau XU40 et six pièces facettées portant des marques de striation ont été découvertes dans plusieurs niveaux élémentaires (XU11, XU18, XU21, XU23, XU34 et XU35).

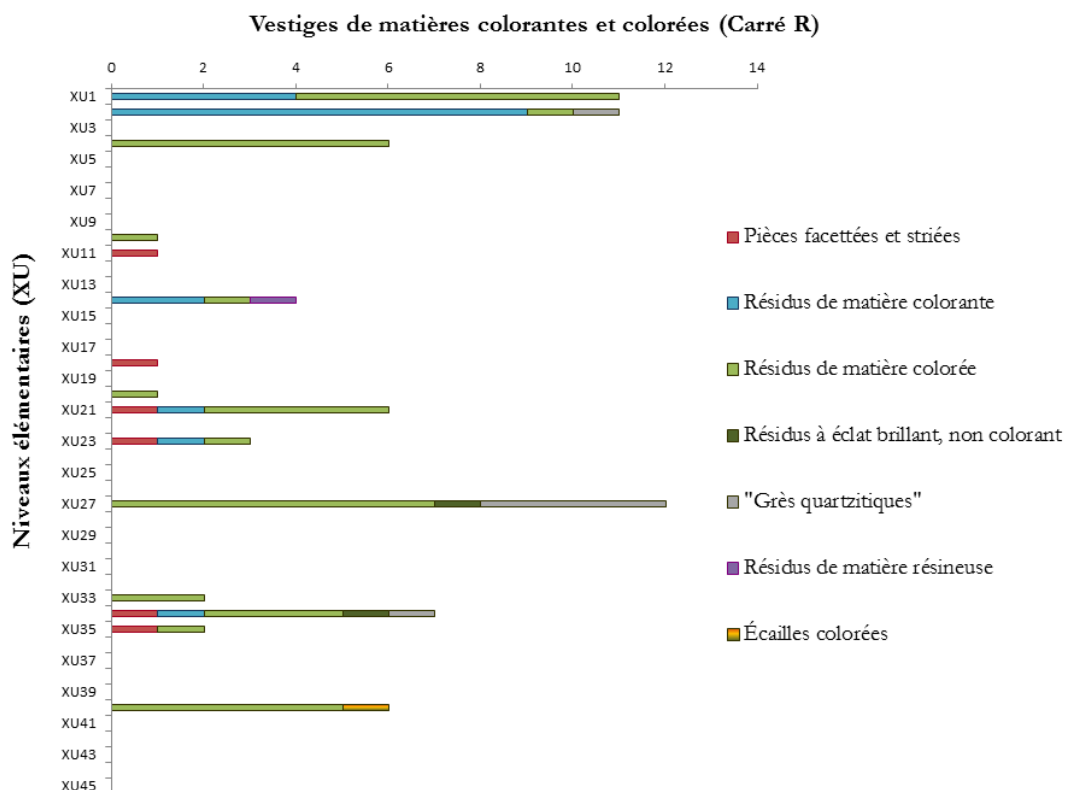


Figure IV-13 : Répartition des classes de vestiges par nombre le long de la séquence stratigraphique du Carré R

Trois objets ont été exhumés juste au-dessus des dalles à la base du **Carré Q**, à l'intérieur des niveaux XU35 et XU36 (Fig. IV-14). Parmi ces objets, seul l'objet inventorié A74QXU35N2 appartient à la classe des résidus de matière colorante, tandis que les deux autres font partie de la classe des résidus de matière colorée.

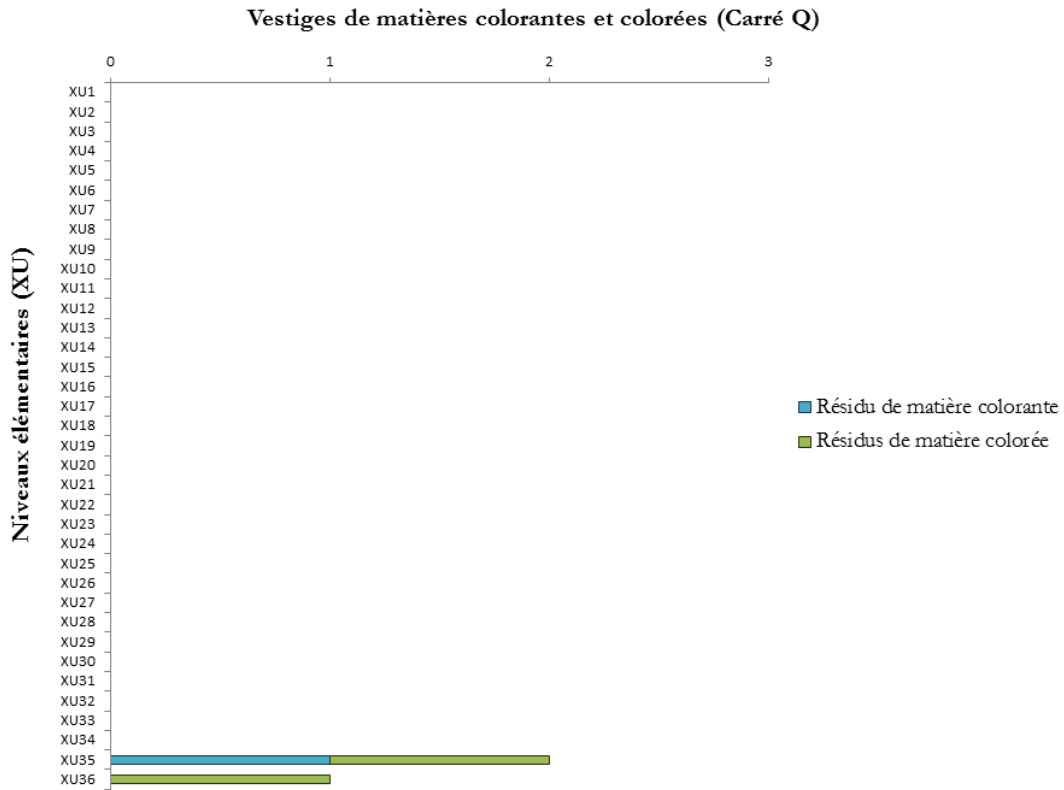


Figure IV-14 : Répartition des classes de vestiges par nombre le long de la séquence stratigraphique du Carré Q

Comme pour le secteur B, on remarque de nouveau de grandes disparités de répartition et du nombre de vestiges d'un carré à l'autre dans le secteur K : alors que près de quatre-vingt vestiges de nature diverse ont été exhumés tout le long de la séquence stratigraphique du Carré R, seuls trois vestiges, dont deux résidus de matière colorée, ont été extraits en bas de la séquence stratigraphique du Carré Q. De plus, excepté l'écaïlle rocheuse recouverte d'un dessin au charbon mise au jour dans le Carré E, les autres Carrés, J et O, n'ont pas livré de matériel en association pertinente avec l'art rupestre.

2.1.5. Secteur H

Les quatre blocs sur lesquels sont observés des résidus de matière colorée se situent exclusivement dans le **Carré B** ; carré qui n'a, par ailleurs, livré aucun autre vestige archéologique (Fig. IV-15).

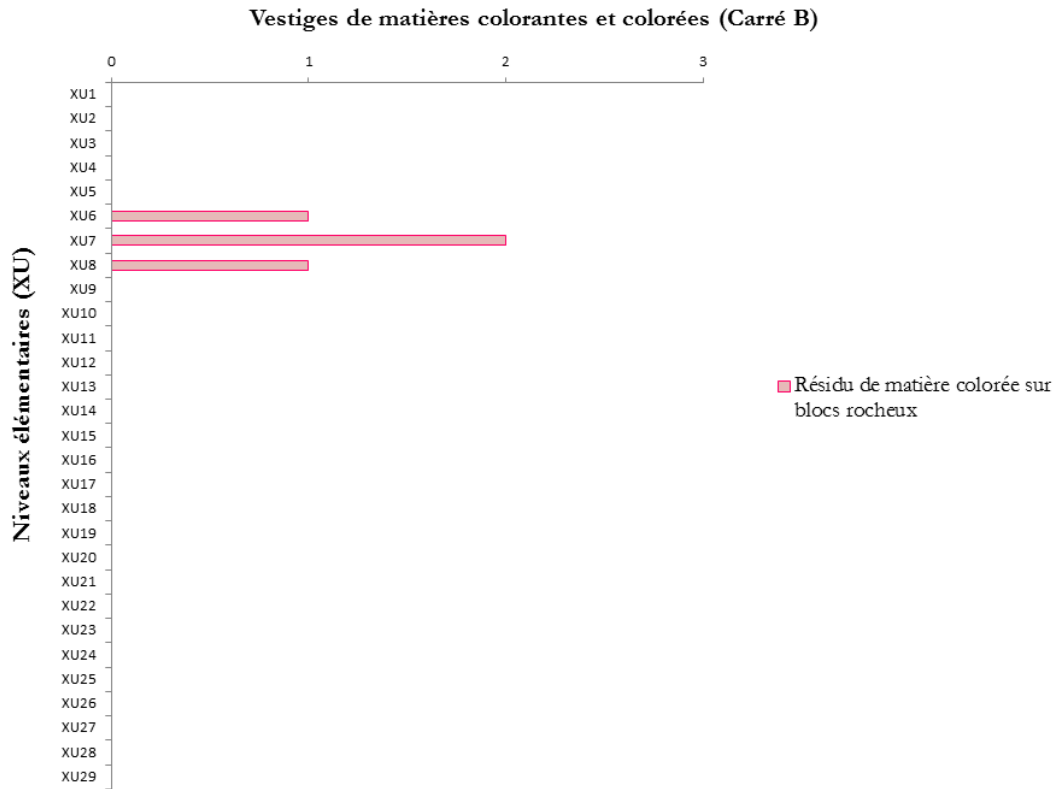


Figure IV-15 : Répartition des classes de vestiges par nombre le long de la séquence stratigraphique du Carré B

2.1.6. Secteur 9

Sur les 83 vestiges archéologiques issus du Carré A, près de 90 % ont été mis au jour dans la première partie de la séquence stratigraphique, plus particulièrement dans les douze premiers niveaux élémentaires (Fig. IV-16). On retrouve parmi ces vestiges un grand nombre de « grès quartzitiques », plusieurs écailles colorées et résidus de matière colorante, trois pièces facettées et striées, quelques résidus de matière argileuse, quelques rares résidus de matière colorée et à éclat métallique, des matériaux enrichis en phosphate de calcium, ainsi que des charbons et un résidu de matière résineuse issu du niveau XU1. La seconde partie de la séquence a quant à elle livré, de manière plus discontinue, plusieurs écailles colorées, quelques résidus de matière colorante, des grès et une pièce exhibant des stries d'usure située dans le niveau XU26.

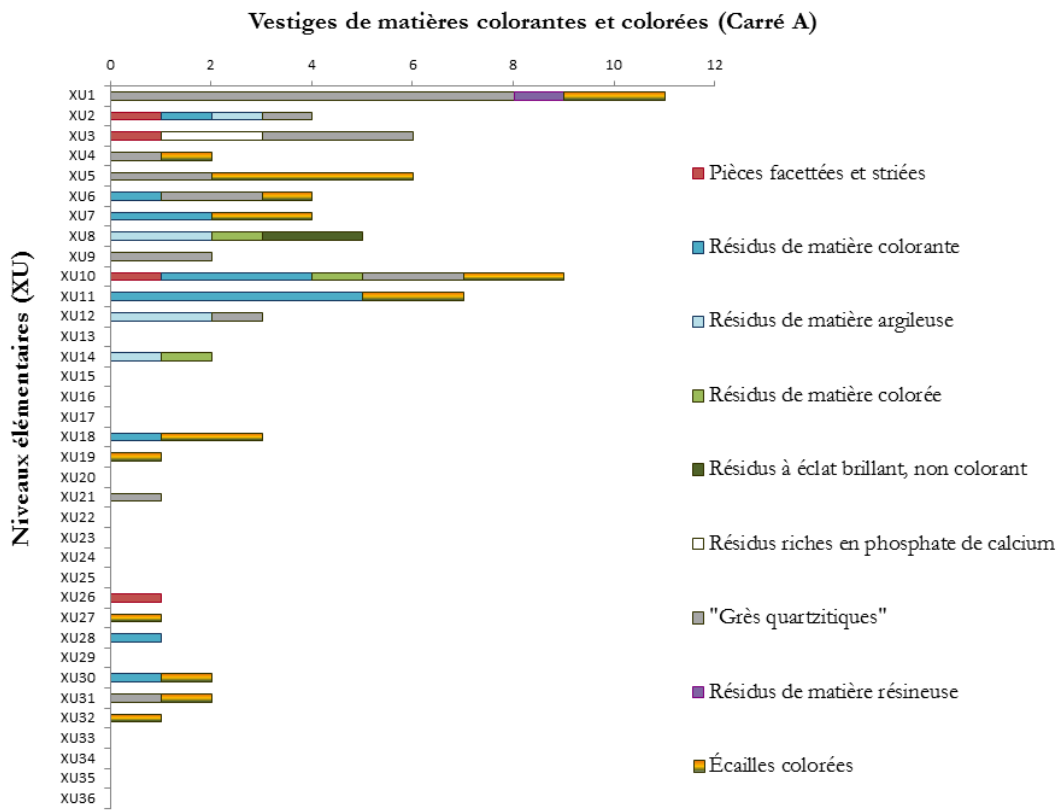


Figure IV-16 : Répartition des classes de vestiges par nombre le long de la séquence stratigraphique du Carré A

Les quatorze vestiges issus du **Carré D** ont été retrouvés dans le haut de la séquence stratigraphique, plus précisément dans les quatre premiers niveaux élémentaires (Fig. IV-17). Parmi ces vestiges, se démarquent notamment deux pièces facettées avec des stries, deux écailles colorées et trois résidus de matière colorante. Concernant ces résidus de matière colorante, les deux premiers proviennent du niveau XU2 et le troisième du niveau XU4. Le premier résidu issu de XU2 est caractérisé par un éclat brillant et laisse une trace violette vive, tandis que le second laisse une trace rouge. Le résidu issu de XU4 produit quant à lui une trace rouge orangée. Les cinq derniers vestiges, répartis sur quatre niveaux élémentaires situés plus en profondeur dans la séquence stratigraphique, comptent en leur sein une troisième pièce facettée et striée, un résidu de matière colorée et trois écailles dont une provenant du niveau XU20 qui présente une face de couleur jaune.

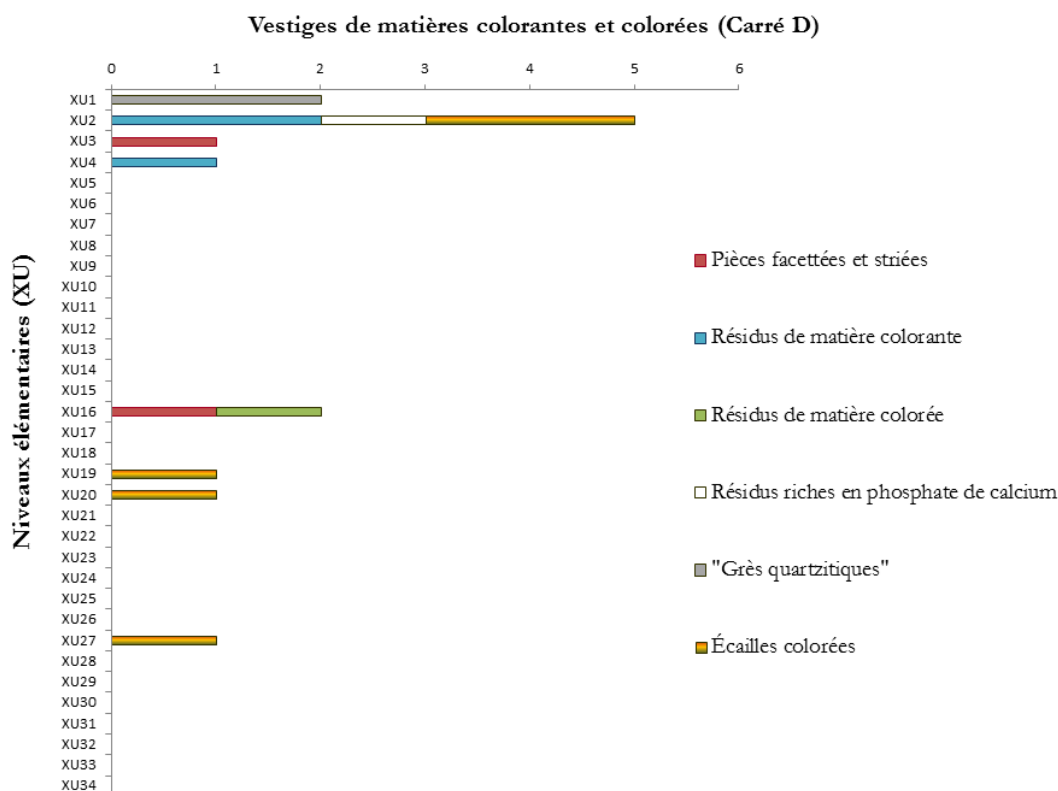


Figure IV-17 : Répartition des classes de vestiges par nombre le long de la séquence stratigraphique du Carré D

Une fois de plus, en dépit d'un manque de calage chronologique, on constate des différences non seulement de répartition mais également du nombre et du type de vestiges découverts dans les carrés de fouille du secteur 9. Tandis que la majorité des vestiges du Carré D, consistant en des résidus de matière colorante, a été retrouvée en haut de de la séquence stratigraphique, la fouille du Carré A a permis de mettre au jour de nombreux et divers vestiges le long du premier tiers de la séquence stratigraphique. Le bas des séquences stratigraphiques de chacun des deux carrés a quant à elle livré moins de matériel. De plus, la fouille du Carré H adjacent au Carré D n'a, pour rappel, fourni aucun vestige d'art rupestre.

2.2. Bilan de l'étude diachronique à l'échelle du site

Sur les dix-huit carrés fouillés, onze carrés ont fourni du matériel étudié dans le cadre de ce travail de thèse. Si la fouille du Carré E a conduit à la mise au jour de l'écaille rocheuse recouverte d'un dessin noir, les autres carrés de fouille, c'est-à-dire les Carrés C, H, J et O, n'ont pas fourni de vestige associé à l'art rupestre. L'absence de vestiges peut s'expliquer en général par l'emplacement même des carrés de fouille, en pied de paroi peinte ou encore à l'écart de toute trace de peinture rupestre. À Nawarla Gabarnmang, tous les carrés de fouille ont été réalisés à proximité soit de piliers peints soit immédiatement au-dessous de panneaux décorés sur le plafond. L'absence de matériel dans des carrés localisés dans un même secteur semble ici liée principalement au hasard de la chute des objets à un endroit défini, donc dans une certaine mesure à leur emplacement, mais également en lien avec la taille des carrés de fouille – les Carrés H et J présentant une superficie plus petite comparée aux autres carrés.

Par ailleurs, rappelons qu'aucune corrélation croisée n'ayant été réalisée entre les carrés de fouille du site, il n'est pas possible d'avancer des comparaisons sur l'âge des vestiges retrouvés par niveau élémentaire entre chaque carré de fouille sondé à ce stade des travaux. En revanche, leur nombre, leur classe et leur distribution spatiale peuvent être comparés, au moins à l'ensemble des carrés d'un même secteur. Ainsi, cette étude diachronique nous permet de dégager des tendances, concernant la répartition spatiale et les proportions de vestiges par classe déterminée, non seulement au niveau d'un même secteur, mais également dans une moindre mesure à l'échelle globale du site.

Les vestiges comprenant les **pièces facettées et striées**, les **résidus de matière colorante**, les **résidus de matière colorée**, les **résidus à éclat brillant**, les **écailles colorées** et les « **grès quartzitiques** » représentent 90 % du corpus archéologique. Ils sont présents dans plus de la moitié des carrés de fouille et se retrouvent aussi bien en haut qu'en bas de séquence stratigraphique. Par ailleurs, suite à l'étude diachronique, les différents types de « grès quartzitiques », particulièrement les grès ferrugineux susceptibles de produire de la matière picturale, ont finalement été exclus de l'assemblage. Leur exclusion repose non seulement sur leur présence quasi systématique dans les différents carrés, liée au contexte géologique du site, l'abri rocheux étant constitué de quartzites plus ou moins altérés mais également en raison de leur faible pulvérulence et de leur faible pouvoir colorant qui n'en font pas des matières colorantes de premier choix, ainsi qu'en raison de l'absence de trace d'utilisation.

Les **résidus de matière argileuse**, les **résidus de matériaux riches en phosphate de calcium (CaP)** et les **résidus de matière résineuse** comptent pour moins de 7 % du matériel archéologique. Ils sont condensés dans un nombre limité de carrés de fouille et, excepté les charbons répartis le long des séquences stratigraphiques, ils se retrouvent majoritairement dans les premiers niveaux élémentaires.

Finalement, les **blocs rocheux avec résidus colorés** et les « **gouttes de peinture** » ont été découverts exclusivement au sein de certains niveaux élémentaires de deux carrés de fouille : dans le Carré B pour les blocs rocheux avec résidus de matière colorée et dans le Carré P pour les « gouttes de peinture ».

3. Techniques et stratégie d'analyse

À l'issue des observations macroscopiques et de la première étape de caractérisation chimique, un premier constat a pu être posé. Parmi les nombreux vestiges archéologiques, certains vestiges sont considérés comme naturels (grès quartzitiques...) et d'autres clairement culturels, d'un point de vue archéologique (les « gouttes de peinture » et les pièces facettées et striées). Cependant, le statut de la grande majorité des vestiges reste indéterminé à ce stade de l'étude (Tableau IV-12).

Culturel	Indéterminé	Naturel
<p>Pièces facettées et striées « Gouttes de peinture »</p>	<p>Blocs rocheux avec résidus colorés Résidus de matière colorante Résidus de matière argileuse Résidus de matière colorée Résidus à éclat brillant Résidus de matériaux riches en CaP Écailles colorées</p>	<p>Morceaux de bois « Grès quartzitiques » Résidus de matière résineuse Charbons</p>

Tableau IV-12 : Statut provisoire attribué aux classes des vestiges archéologiques de Nawarla Gabarnmang

Pour interroger les vestiges au statut encore non précisé, une stratégie méthodologique privilégiant les méthodes d'analyse non destructives a été mise en place. Pour explorer au mieux la nature complexe et hétérogène des matières colorantes et colorées, tout en optimisant les conditions expérimentales, des étapes de préparation ont été suivies pour l'étude de plusieurs échantillons archéologiques (cf. § IV.3.2.1.3.).

Cette première section permet donc d'introduire la stratégie d'analyse et de décrire les différentes méthodes de caractérisations utilisées pour l'étude des vestiges associés à l'art rupestre de Nawarla Gabarnmang.

3.1. Stratégie d'analyse

Afin de lever les verrous analytiques et méthodologiques liés à la nature des échantillons archéologiques et aux contraintes techniques, la figure IV-18 présente la stratégie d'analyse mise en jeu.

L'examen macroscopique et mésoscopique du matériel archéologique (sous loupe binoculaire) a permis d'examiner les propriétés physiques du matériel archéologique (cf. Tableau IV-2.), les traces d'usure ou de préparation et d'appréhender l'état de conservation. Cette première étape a précisé les

spécificités propres à chaque échantillon (traces d'utilisation, inclusions minérales, encroutements, etc.) réunis dans les différentes classes au sein du corpus.

Alors que ce premier examen sous loupe binoculaire concerne l'ensemble des échantillons archéologiques de la collection, les analyses physico-chimiques concernent, quant à elles, qu'un échantillonnage limité, en raison du nombre important d'échantillons contenus dans le corpus mais également à cause du caractère destructif de certaines méthodes de caractérisation. Le nombre des méthodes d'analyse mises en œuvre par la suite reste cependant relativement important, reflet de la variété des questionnements abordés dans l'introduction du chapitre et de la complexité du matériel archéologique.

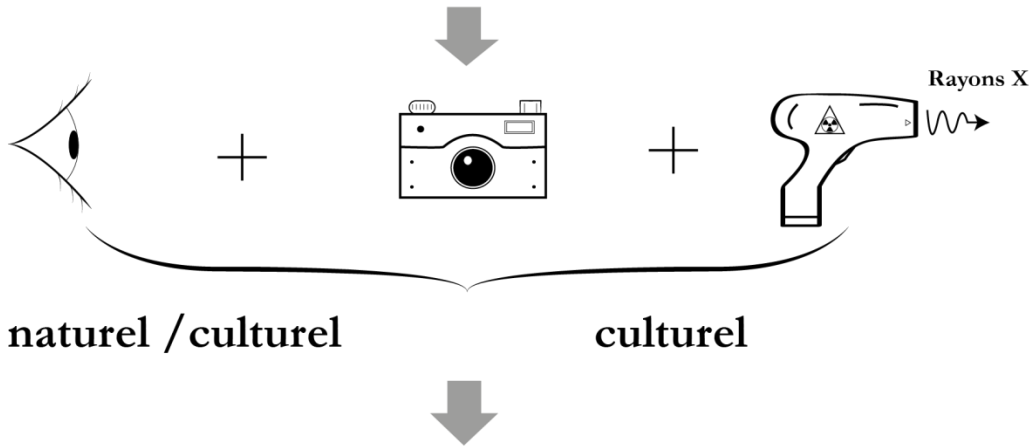
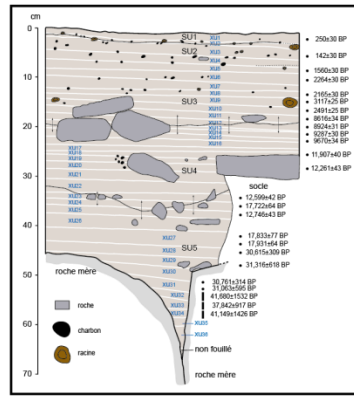
La stratégie d'analyse impose de connaître en premier lieu la composition élémentaire, avant d'accéder à l'information structurale.

L'approche élémentaire (pXRF, μ XRF, MEB-EDS et PIXE) est utilisée pour déterminer la nature des éléments chimiques constitutifs (majeurs, mineurs et traces), leur répartition spatiale au moyen de cartographies chimiques, leur concentration, et pour identifier le faciès et la morphologie des diverses variétés minérales. La pXRF, technique non invasive, permet dans un premier temps une lecture rapide de la composition chimique (éléments majeurs et mineurs) de l'ensemble des objets composant le corpus d'étude, conduisant, en parallèle d'observations macroscopiques et mésoscopiques, à l'établissement d'une classification. Les méthodes par μ XRF et par MEB-EDS donnent accès, en plus de la détermination de la composition chimique, aux teneurs relatives (résultats semi-quantitatifs) des éléments identifiés, à leur répartition spatiale, ainsi qu'à la morphologie des constituants de la matière. L'application du PIXE permet l'identification des éléments chimiques présents à l'état de trace et la réalisation de cartographies et analyses élémentaires quantitatives, plus fines que les méthodes citées précédemment.

L'approche structurale, regroupant les techniques de DRX, diffraction-tomographie et micro-spectrométrie Raman, permet d'identifier les phases majeures et mineures, cristallisées ou non, et d'observer de manière non invasive leur répartition spatiale au sein des échantillons archéologiques. La DRX et la micro-spectrométrie Raman conduisent à l'identification des phases cristallines majeures. La micro-diffraction de rayons X couplée à la tomographie assistée par ordinateur détecte et caractérise les diverses phases cristallisées ou non d'un échantillon hétérogène polyphasé à une échelle de l'ordre de la centaine de micromètres.

Le rayonnement synchrotron complète les informations sur les échantillons archéologiques et permet d'accéder à des informations à la fois élémentaires et structurales à l'échelle du micron.

Avant de décrire les méthodes destinées à la caractérisation du matériel archéologique, les étapes suivantes ont été définies : (i) observation à l'échelle macroscopique et mésoscopique, (ii) enregistrement photographique et (iii) préparation des échantillons archéologiques, introduites dans le paragraphe IV.3.2.1. Ensuite, le paragraphe IV.3.2.2. présente les méthodes d'analyse de type « élémentaire », les méthodes d'analyses de type « structural » et enfin les techniques basées sur l'utilisation du rayonnement synchrotron (cf § IV.3.2.3.).



Blocs rocheux avec résidus colorés		Pièces facettées et striées	
μXRF	∅	PIXE	∅
pRaman	∅	μ-Raman, pRaman	×
DRX	×	DRX	×
		SR-μDRX/μXRF	∅

Résidus de matière colorante		Résidus de matière argileuse	
μXRF (cp.)	DRX ∅	MEB-EDS (mét.)	∅
MEB-EDS (mét.)	μ-DS-CT ∅	SR-μDRX	∅
PIXE ∅	SR-μDRX (p.)		
	μ-Raman ∅		

Résidus de matière colorée		Résidus à éclat brillant, non colorant		Résidus de matières riches en CaP	
μXRF (cp.)	μ-Raman ∅	MEB-FEG (cp.)		μXRF (cp.)	μ-Raman ∅
MEB-EDS (mét.)		PIXE ∅		MEB-EDS (mét.)	
PIXE ∅		μ-Raman (cp.)		SR-μDRX (p.)	
SR-μDRX (p.)					

Préparation des échantillons

- ∅ : aucune
- cp. : coupe polie
- p. : poudre
- mét. : métallisation par dépôt au C
- ×

« Gouttes de peinture »		Écailles colorées	
MEB-EDS (mét.)		MEB-EDS ∅	DRX ∅
DRX ∅		PIXE ∅	μ-Raman ∅
		SR-μDRX/μXRF	∅

Figure IV-18 : Protocole d'étude appliqué aux échantillons archéologiques par classe de vestiges

3.2. Méthodes de caractérisation

3.2.1. Étapes préliminaires aux études de caractérisation

3.2.1.1. Observations macroscopiques et mésoscopiques

L'observation à l'œil nu et sous loupe binoculaire permet, dans un premier temps, d'appréhender le caractère homogène ou non des échantillons et de les différencier par leur couleur, leur aspect. Ce premier examen a permis de préciser et de remplir une grille de description du matériel de fouille (cf. § IV.1.1.2., Tableau IV-2), d'appréhender son état de conservation et la cohésion de l'ensemble support/couche picturale au niveau des écailles colorées. Cet examen a également permis l'échantillonnage pour analyses postérieures de plusieurs vestiges représentatifs au sein des différentes classes précédemment sélectionnées (cf. § IV.2.2., Fig. IV-18).

3.2.1.2. Enregistrement photographique

Lors des examens macroscopiques et mésoscopiques, les vestiges archéologiques composant le corpus d'étude ont été photographiés (cf. § IV.1.1.2.). Cet enregistrement photographique initial permet ainsi de garder une trace de l'état de l'objet à son arrivée au laboratoire, certains objets ayant pu être préparés (en coupes polies ou broyés), afin de mettre en œuvre certaines méthodes de caractérisation physico-chimiques.

3.2.1.3. Préparation des échantillons archéologiques

Les techniques d'analyse utilisées pour la caractérisation des échantillons archéologiques sont toutes non destructives, bien que certaines soient invasives. Néanmoins, en raison de la nature même des matières colorantes et colorées retrouvées sur les sites d'art rupestre (complexe, hétérogène, disponible en très faible quantité...) des contraintes techniques peuvent survenir, conduisant à une éventuelle préparation des échantillons archéologiques. Dans le cas présent, certains objets ont été imprégnés dans de la résine avant d'être sciés et polis afin de révéler le cœur même des vestiges des matières colorantes et colorées, tandis que d'autres ont été réduits en poudre.

Préparation des coupes transversales

Les échantillons inclus dans la résine ont une dimension moyenne de l'ordre de quelques millimètres. Ils ont été enrobés afin d'examiner leur structure intérieure, voire leur stratigraphie, tout en conservant leur organisation spatiale, et pour que la manipulation soit facilitée. L'enrobage a été effectué dans des moules plastiques contenant de la résine époxyde de type Araldite 2020R. La résine Araldite est mélangée avec un durcisseur dans les proportions de 100 g de résine pour 30 g de durcisseur. Des précautions sont prises pendant la préparation des inclusions pour éviter la formation de bulles d'air. Le cube de résine est coupé transversalement après séchage pour accéder à l'intérieur de l'échantillon. L'étape suivante consiste à polir manuellement l'échantillon avec des disques en carbure de silicium, de granulométrie différente et décroissante (600, 800, 1200, 2400 et 4000), afin d'obtenir une surface plane.

Au final, seuls sept échantillons ont été préparés pour leur étude : trois résidus de matière colorante, trois résidus de matière colorée et un résidu de matière riche en phosphate de calcium.

Les observations sous loupe binoculaire et microscope optique des coupes transversales permettent de déterminer l'organisation interne, l'agencement des constituants d'un échantillon, de définir leur structure, leur couleur, leur texture et leur épaisseur. Dans le cas d'un prélèvement de peinture ou d'une écaille peinte desquamée, il est également possible de repérer l'ordre des strates : celles qui appartiennent à la peinture la plus ancienne et celles correspondant aux différentes superpositions.

Préparation des poudres

Suite à plusieurs expériences non concluantes de caractérisation structurale par diffraction de rayons X sur des échantillons non préparés, il a été décidé de préparer des poudres à partir d'échantillons représentatifs. Une sélection d'échantillons a ainsi été broyée manuellement à l'aide d'un mortier et d'un pilon en agate. Ponctuellement, un tamisage a pu être effectué afin d'éliminer les grains de quartz grossiers des poudres obtenues par broyage.

3.2.2. Techniques d'analyses élémentaires et structurales

Souvent non invasives, les **méthodes d'analyse élémentaire** donnent accès à un large nombre d'éléments chimiques et offrent généralement de bonnes limites de détection. Dans le cas de l'étude des vestiges de l'art rupestre, ces méthodes permettent d'appréhender les questions en lien avec les modes de fabrication de la matière picturale, voire les questions de provenance (cf. § I.3.2.). Pour la mesure des concentrations en éléments majeurs (>10 % massique) et mineurs (entre 1 à 10 % massique), les différentes méthodes fournissent des données souvent comparables ; si l'on souhaite obtenir des renseignements sur l'origine des matières premières, seules certaines techniques offrent des informations sur les éléments caractéristiques présents à l'état de trace (ou éléments traces, <1 % massique). Finalement, le choix d'une technique d'analyse élémentaire par rapport à une autre dépend entre autres de la taille du matériau étudié, du nombre d'éléments chimiques accessibles et de la possibilité d'effectuer des cartographies élémentaires.

Les **méthodes d'analyse structurale**, également souvent non invasives, sont essentielles pour la détermination de la nature exacte des phases minérales et organiques composant les matériaux : plusieurs types de matériaux possédant une composition élémentaire très similaire, voire identique dans le cas des polymorphes, peuvent exister. De plus, rares sont les matériaux ne présentant aucune hétérogénéité ; or celles-ci (taille de cristaux, défauts structuraux) peuvent être liées soit à des processus naturels d'altération, soit provenir de transformations anthropiques (Régert *et al.*, 2006).

3.2.2.1. L'approche élémentaire

Les techniques d'analyse élémentaire utilisées dans cette étude sont la spectrométrie par fluorescence X portable (**pXRF**), la micro-spectrométrie par fluorescence X (**μXRF**), la microscopie électronique à balayage couplée à la spectrométrie à dispersion d'énergie (**MEB-EDS**) et la technique reposant sur l'émission de rayons X induites par des particules chargées (**PIXE** pour *Particle Induced X-ray Emission*). Ces méthodes reposent sur le phénomène de fluorescence X, soit issu de l'interaction entre les rayons X et la matière, soit de l'interaction entre des particules chargées (électrons ou protons) et la matière (cf. Annexes 2.1 et 2.2. pour un rappel synthétique des interactions entre matière et rayons X/particules chargées et du phénomène de fluorescence X).

La spectrométrie par fluorescence X portable (pXRF)

La spectrométrie par fluorescence X portable a été mise en œuvre sur la quasi-totalité des objets archéologiques du corpus d'étude (689 objets sur un total de 726), en raison de sa facilité d'utilisation, de la rapidité des acquisitions et du caractère non-destructif des analyses.

Les analyses ont été exécutées à l'aide du pistolet S1 Titan (Bruker), monté en configuration dite de laboratoire (pour plus de détails sur les conditions opératoires des analyses, ainsi que sur les limites de la méthode, cf. § IV.1.2.1.). Le traitement des données de fluorescence X acquises par le logiciel Spectra EDX a permis la détermination de la composition chimique en éléments majeurs et mineurs ainsi que l'obtention des concentrations des éléments identifiés (résultats semi-quantitatifs).

La micro-spectrométrie par fluorescence X (μXRF)

Le petit bloc rocheux présentant un résidu de matière colorée sur sa surface (A74BXU6) et les sept échantillons préparés en coupes transversales ont été analysés par μXRF au laboratoire ISTerre (Grenoble), avec la participation de Valérie Magnin. Cette technique a permis d'identifier les éléments chimiques majeurs et mineurs, de semi-quantifier les teneurs de ces éléments mais surtout de réaliser des cartographies chimiques permettant de visualiser la répartition spatiale des éléments au sein de l'échantillon analysé. La réalisation de ces cartographies a été possible grâce à la préparation des échantillons en coupes polies, offrant une surface plane adaptée à une telle analyse. L'avantage majeur de la méthode repose ici sur la configuration de l'appareil qui permet d'examiner des échantillons de taille comprise entre quelques millimètres et plusieurs centimètres. L'inconvénient majeur est de disposer d'échantillons plans ou préparés en coupe polie.

L'appareil utilisé, un spectromètre EDAX EAGLE III, est équipé d'une fenêtre en béryllium d'une épaisseur de 10 μm, d'une source de rhodium et d'un détecteur EDAX Si(Li). La chambre d'analyse mesure 330 par 350 mm (Fig. IV-19) (pour plus de détails sur l'appareil, cf. Annexe 3).

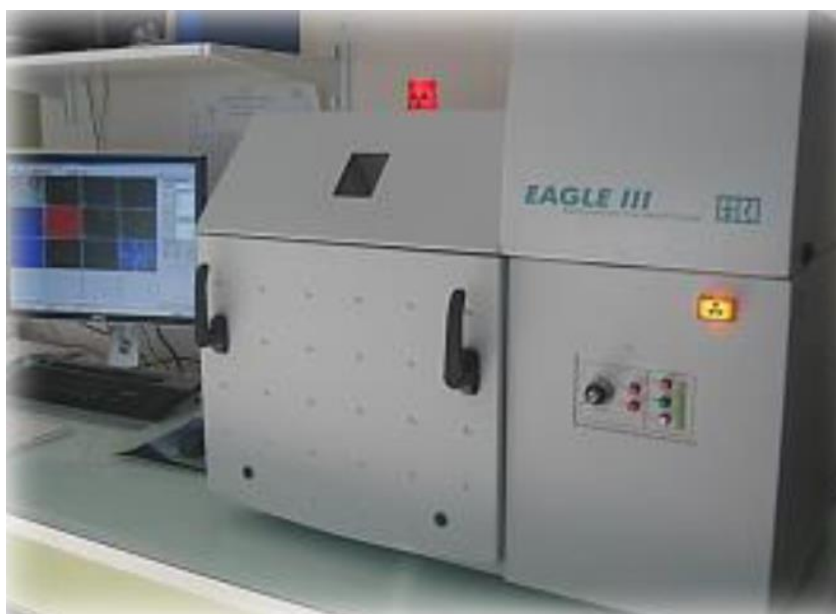


Figure IV-19 : Appareil EDAX EAGLE III du laboratoire ISTerre (<https://isterre.fr/>)

Les conditions spécifiques d'acquisition des données selon le type d'échantillons analysés sont listées dans le tableau IV-13. Les informations sont acquises avec le logiciel EDAX32 Amtek et leur traitement est réalisé à l'aide du logiciel Vision32.

	Bloc rocheux avec résidus colorés	Échantillons archéologiques préparés en coupe polie
Tube Rh	65°	65°
Détecteur Si(Li)	65°	65°
Vaccum	<1 mbar	<1 mbar
Tension	20 kV	20 kV
Intensité	300 µA	300 µA
Taille de sonde	Ø 30 à 300 µm	Ø 30 µm
Durée d'acquisition	300 s + 10 % de temps mort	900 s + 10 % de temps mort
Taille zone analysée Taille pixel	Analyses ponctuelles	Cartographies : 1,6 × 1,3 mm X = 13 µm ; Y = 13 µm

Tableau IV-13 : Conditions d'acquisition par µXRF au laboratoire ISTerre

La microscopie électronique à balayage couplée à la spectrométrie à dispersion d'énergie (MEB-EDS)

La microscopie électronique à balayage (MEB) constitue une étape essentielle pour la caractérisation d'un échantillon archéologique. Couplée à la spectrométrie à dispersion d'énergie (EDS), elle permet de réaliser, en parallèle à l'imagerie à l'échelle micrométrique (tant sur la surface que sur la texture), une analyse élémentaire qui concerne les tout premiers micromètres et les éléments majeurs et mineurs à partir du fluor. Il est ainsi possible de caractériser chacun des éléments constituant les matières colorantes et colorées d'un point de vue chimique et morphologique. La MEB-EDS ne permet pas cependant d'accéder à la structure cristalline de chacune des phases minérales constitutives de la matière et donc de distinguer les diverses phases allotropiques, et notamment celles des oxydes de fer.

Pour que l'examen soit possible, on peut travailler sur des échantillons bruts mais aussi sur des sections polies. Généralement, ces échantillons subissent un recouvrement par une fine couche de carbone pour rendre la surface plus conductrice et éviter ainsi tout phénomène de charge lié à l'accumulation des électrons en surface, permettant ainsi d'obtenir des images de meilleure qualité.

Plusieurs ouvrages décrivent en détail le principe de cette méthode (Colliex, 1998 ; Brisset, 2012). Son fonctionnement repose sur l'interaction d'un faisceau électronique, d'une vingtaine de keV, avec la matière analysée. Les interactions entre les électrons du faisceau et les atomes de la matière entraînent l'émission d'une série de signaux tels des électrons secondaires, des électrons rétrodiffusés, utilisés pour l'imagerie, et des rayons X, utilisables pour l'analyse élémentaire :

- Les électrons secondaires résultent du passage d'électrons primaires sur la matière. Ils se caractérisent par une faible énergie (>200 eV) et viennent de la surface, avec une profondeur d'extraction ne dépassant pas les dix premiers nanomètres ;
- Les électrons rétrodiffusés sont le fruit de la collision entre les électrons primaires et ceux qui constituent la matière. Ils possèdent une forte énergie et proviennent de la matière entre 10 et 100 nm de profondeur. Ils livrent des indications sur la répartition des éléments chimiques selon leur numéro atomique (Z) : plus l'atome est lourd, plus il développe une surbrillance ; en revanche, plus l'élément est léger et plus il aura des niveaux de gris plus sombre.

La MEB offre ainsi différents types d'imagerie, correspondant à chacun des signaux émis lors du bombardement électronique :

- L'imagerie en mode électrons secondaires (SE) permet d'observer la topographie, la morphologie de la surface ;
- L'imagerie en mode électrons rétrodiffusés (BSE) permet, quant à elle, de visualiser la distribution des atomes en fonction de leur densité électronique et d'informer sur l'hétérogénéité de la composition chimique de l'échantillon ;
- L'imagerie en mode cartographie de rayons X, permettant de distinguer la répartition des atomes identifiés et proposer une cartographie élémentaire de répartition.

La détection des rayons X émis est à la base de l'analyse élémentaire EDS (énergie dispersive des rayons X), qui repose sur le principe de fluorescence X, décrit pour rappel en annexe 2.2. Malgré un rayonnement de freinage électronique (ou Bremsstrahlung) et donc d'un bruit de fond assez important, la limite de détection reste correcte et permet la semi-quantification des éléments chimiques majeurs et mineurs identifiés sur les spectres de fluorescence X acquis.

Les échantillons archéologiques ont été étudiés avec le microscope électronique à balayage (LEO Stereoscan 440) de la plateforme ASTRE de l'Université Savoie-Mont Blanc. Il est couplé à un détecteur de fluorescence (Bruker SDD X-FLASH 4030) et est équipé du logiciel informatique Quantax pour le traitement des données (Fig. IV-20) (<http://www.scem.univ-smb.fr/labex-plateformes/plateforme-astre.html?pid=49>). Une tension d'accélération de 20 keV a été utilisée pour produire le faisceau électronique au niveau du filament de tungstène, avec un courant d'une centaine de micro-Ampère.

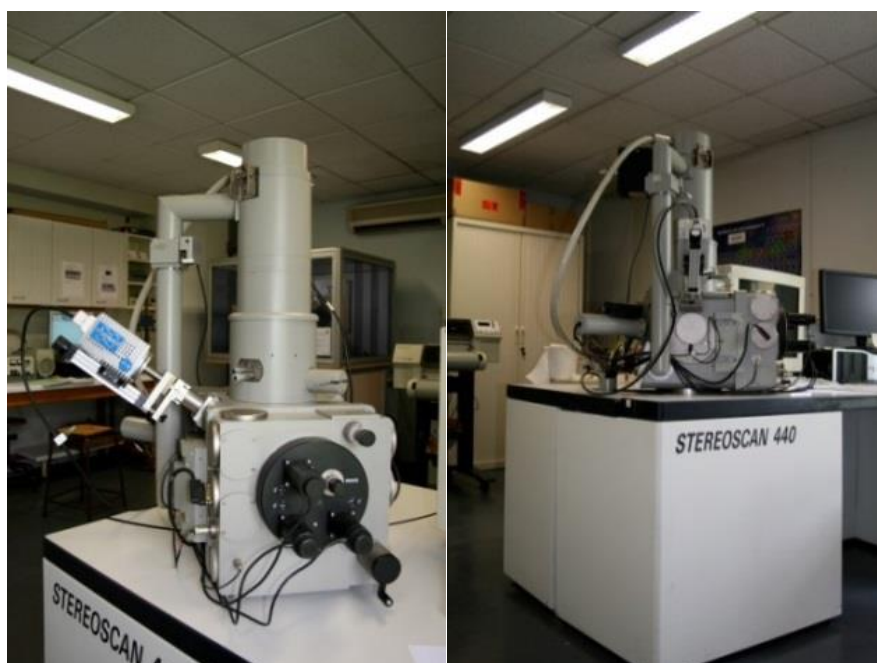


Figure IV-20 : MEB-EDS de la plateforme ASTRE (Université Savoie-Mont Blanc)

Les échantillons ont été observés, sous forme de poudre ou de petits grains, déposés sur un petit disque adhésif en carbone. Puis, les échantillons, à l'exception des écailles colorées, ont été recouverts, par vaporisation, d'une fine couche de carbone pour les rendre conducteurs et ainsi permettre l'évacuation des charges (Métalliseur Scancoat Six Microtome LEICA RM165).

La technique PIXE (Particle Induced X-ray Emission)

La technique PIXE (*Particle Induced X-ray Emission* ou émission de rayons X induite par des particules chargées) permet de déterminer la présence des éléments contenus dans les dix premiers micromètres d'un matériau et leur concentration à l'état majeur, mineur et trace, en analysant l'émission des rayons X induits par l'interaction entre un faisceau de particules chargées (des protons) et ce matériau.

Cette technique dite quantitative et « panoramique » permet de doser avec une bonne précision et simultanément les éléments compris entre le sodium (Na) et l'uranium (U). Un atout non négligeable, outre son caractère non destructif, est sa sensibilité, puisqu'elle est capable de détecter des éléments présents dans de très faibles teneurs, à l'état de traces (de l'ordre du ppm). Les limites de détection sont en effet bien meilleures au PIXE qu'en MEB-EDS. C'est également une méthode rapide, les acquisitions s'effectuant en quelques minutes seulement. Qui plus est, par simple déplacement des objets devant le faisceau, au moyen d'une table motorisée x - y - z , il est possible d'effectuer des mesures de profils de concentration ou des cartographies élémentaires de surface.

La technique PIXE présente quelques limites et ne permet pas, par exemple, de mesurer les éléments carbone, oxygène et azote. De plus, il s'agit d'une méthode d'analyse de surface qui ne fournit donc pas d'informations sur la répartition en profondeur (Walter, 2010). Sa mise en œuvre nécessite également une certaine planéité des échantillons analysés.

Dans notre étude, l'analyse PIXE est utilisée pour quantifier les éléments majeurs, mineurs et traces pour une sélection d'échantillons archéologiques, comme les pièces présentant des striations, plusieurs résidus de matières colorantes et colorées ainsi que quelques écailles colorées.

Les expériences par PIXE ont été réalisées à AGLAE (**A**ccélérateur **G**rand **L**ouvre d'**A**nalyse **É**lémentaire, Paris, France). L'équipement mis en jeu pour les analyses par PIXE à AGLAE est décrit de manière plus ou moins exhaustive dans plusieurs publications (Calligaro *et al.*, 2004 ; Salomon *et al.*, 2008a ; Walter, 2010 ; Beck *et al.*, 2012b). Depuis son installation en 1987 au **C**entre de **R**cherche et de **R**estauration des **M**usées de **F**rance, situé dans le musée du Louvre (Paris, France), le système d'acquisition a subi de nombreuses modifications dont une des plus récentes a été effectuée dans le cadre de l'EQUIPEX NEW AGLAE (ANR-10-EQPX-22). Le système d'acquisition de la ligne de faisceau extrait a été modifié, passant d'un traitement du signal analogique à un traitement numérique, grâce au remplacement des deux détecteurs Si(Li) de l'ancien système par cinq détecteurs SDD (Pichon *et al.*, 2014). Ce système permet notamment l'acquisition rapide de cartographies élémentaires. C'est avec ce nouveau système que les mesures ont été réalisées.

Dans ce travail, la ligne de faisceau extrait (d'un diamètre de près de 50 μm) a été utilisée pour collecter les spectres PIXE. Des protons de 3 MeV traversent une mince fenêtre de sortie à base de nitrure de silicium (Si_3N_4) d'épaisseur de 0,1 μm . L'hélium est soufflé entre la fenêtre et l'échantillon archéologique pour éviter la dispersion du faisceau. La mesure de la dose, c'est-à-dire du nombre de protons qui arrivent sur l'échantillon par unité de temps, s'effectue grâce à la détection de la fluorescence X des éléments chimiques. Les mesures PIXE ont été réalisées avec une dose possédant une valeur de un million.

La majorité des échantillons archéologiques ont juste été posés sur une table motorisée x - y - z devant la sortie du faisceau extrait. Un positionnement plus précis est obtenu par la suite en utilisant la luminescence induite par le faisceau de protons sur les échantillons (Fig. IV-21a). La planéité des surfaces analysées imposée pour la réalisation des cartographies élémentaires a entraîné la préparation d'un quart des échantillons : ils ont été coincés entre deux feuilles d'ultralène, en s'efforçant de faire ressortir une zone de surface suffisamment plane (Fig. IV-21b). Le montage est ensuite disposé sur la table motorisée de sorte de présenter la surface de l'échantillon face au faisceau incident.

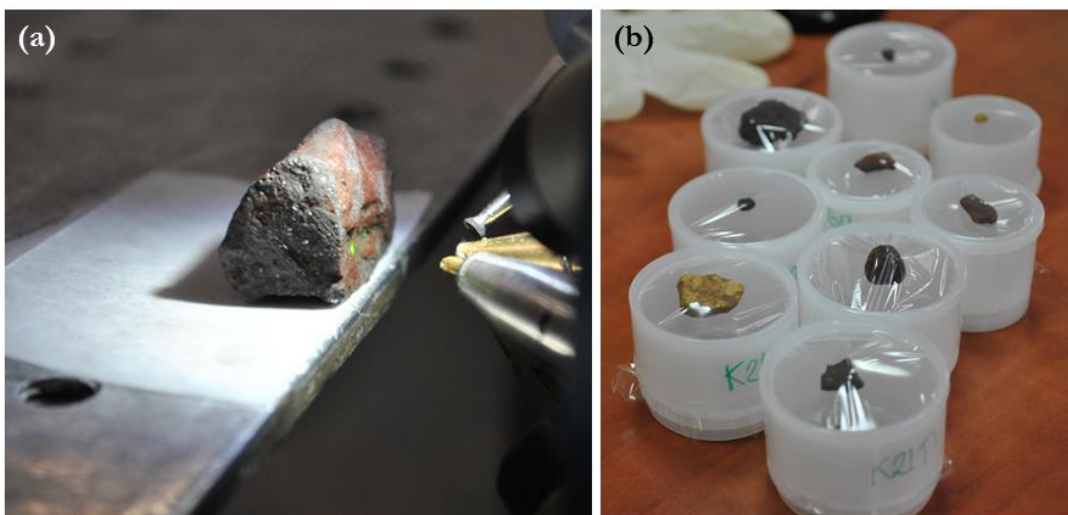


Figure IV-21 : (a) Positionnement d'un échantillon placé devant la sortie du faisceau ;
(b) Préparation des échantillons pour les analyses par PIXE (© G. Castets)

Dans notre cas d'étude, les spectres PIXE ont été collectés par les détecteurs SDD suivants (Fig. IV-22) :

- Le détecteur LE (*Low Energy*), dédié à la détection des rayons X de faible énergie (1 – 10 keV), provenant des éléments majeurs et mineurs de la matrice des échantillons analysés. Il est positionné selon un angle relatif de 50° avec l'axe du faisceau ;
- Les détecteurs HE1, HE3 et HE4 (*High Energy*), dédiés à la détection des rayons X de haute énergie (>3 keV), émis par les éléments traces. Les détecteurs HE forment un angle relatif de 45° avec l'axe du faisceau (Pichon *et al.*, 2014).

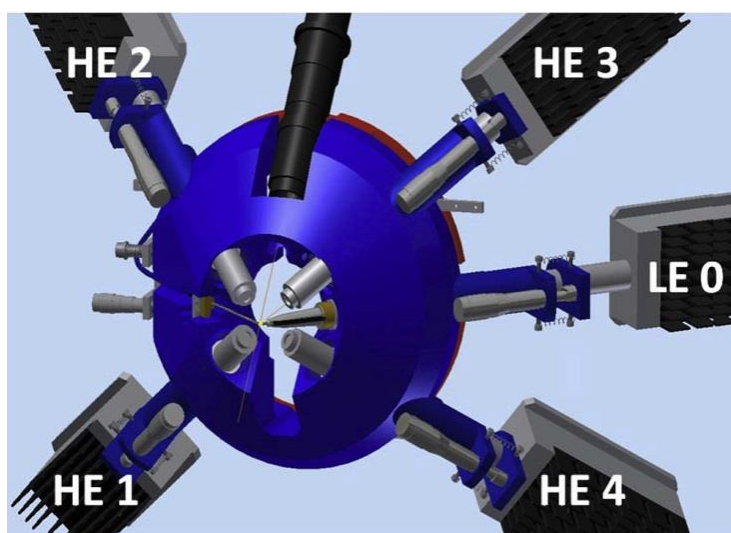


Figure IV-22 : Configuration des multi-détecteurs en sortie de faisceau des analyses PIXE (Pichon *et al.*, 2014)

Quant au détecteur HE2, il a été configuré de sorte de collecter des spectres RBS permettant d'identifier les constituants de la matière organique. Aucune information n'a pu néanmoins être extraite de ces spectres, traduisant l'apparente absence de matière organique dans les échantillons archéologiques analysés.

Des filtres de 13 µm de chrome (Cr) et de 50 µm d'aluminium (Al) ont été placés devant le nez des trois détecteurs HE. Le premier filtre en Cr sert à filtrer les raies du fer. Le second filtre en Al sert à filtrer les protons ainsi qu'à réduire les rayons X secondaires du Cr induits par l'interaction entre les rayons X primaires provenant de l'échantillon et le filtre de Cr. Les mêmes filtres étant positionnés sur les trois détecteurs HE, ils peuvent virtuellement être sommés pour créer une sorte de « super détecteur », appelé HE10. Les conditions opératoires sont résumées dans le tableau IV-14.

Standards géologiques	Doses	Tailles carto. (µm ²)	Tailles pixel (µm ²)
DR-N	500 000	1000 × 1000	20 × 20
BE-N	500 000	1000 × 1000	20 × 20
BX-N	500 000	1000 × 1000	20 × 20
MA-N	500 000	1000 × 1000	20 × 20
Échantillons archéologiques	1 000 000	260 × 250	10 × 10

Configurations des détecteurs SDD	
LE	Ø filtre
HE1	filtre : 13 µm Cr + 50 µm Al
HE2	RBS
HE3	filtre : 13 µm Cr + 50 µm Al
HE4	filtre : 13 µm Cr + 50 µm Al
HE10 (« super détecteur »)	HE10 = HE1 + HE3 + HE4

Tableau IV-14 : Condition d'acquisition et configuration adoptée pour les analyses par PIXE

En début et fin d'analyse, des standards géologiques (DR-N, MA-N, BE-N, BX-N) ont été analysés. Les spectres PIXE ont été collectés entre 10 et 15 minutes. Les données sur la composition élémentaire de la sélection d'échantillons archéologiques ont été traitées par le logiciel GUPIX (Campbell *et al.*, 2010), les teneurs sont données en ppm pour chaque éléments détectés, les teneurs proches ou en dessous des limites de quantification étant indiquées par un code couleur (respectivement en rouge et bleu).

Afin d'obtenir une concentration moyenne pour chaque élément détecté dans les échantillons archéologiques, des cartographies élémentaires PIXE ont été réalisées et un spectre somme a été extrait pour chaque cartographie avec le logiciel PyMCA (Annexe 2.3.). Des cartographies qualitatives par éléments chimiques sélectionnés ont rapidement été obtenues, de l'ordre de 10 minutes pour chacune.

3.2.2.2. L'approche structurale

L'approche structurale est complémentaire de l'approche élémentaire. Selon la technique employée, elle permet d'identifier, de localiser, voire de quantifier les phases, cristallisées ou non, majeures et mineures constituant la matière. Les méthodes d'analyse structurale utilisées dans cette étude sont la diffraction des rayons X (**DRX**), la micro-diffraction/diffusion de rayons X couplée à la tomographie assistée par ordinateur (**μ -DS-CT**) et la micro-spectrométrie Raman (**μ -Raman**). Ces méthodes reposent sur différents phénomènes d'interactions physiques : la diffraction, l'absorption et la diffusion de la lumière.

La diffraction des rayons X (DRX)

La DRX est l'une des méthodes les plus courantes pour accéder à la structure des phases minérales inconnues pouvant se trouver seules ou en mélange dans un matériau. Utilisée sur poudre ou sur matériaux non préparés, elle permet d'identifier les minéraux constituant la matière picturale. Cette méthode fournit aussi des informations sur l'état de cristallinité et sur certains défauts de structure, pouvant être induits par les actions des hommes tels que le broyage ou le chauffage (Périnet et Onorattini, 1987 ; Pomies *et al.*, 1998, 1999a ; Chalmin *et al.*, 2004b ; Salomon *et al.*, 2015).

Dans notre étude, la DRX, dont le principe est rappelé en annexe 4.1., a été utilisée pour caractériser des échantillons archéologiques représentatifs de chaque classe sélectionnée en déterminant la nature des phases minérales les composant. Elle n'a pu toutefois être utilisée sur l'ensemble des échantillons choisis surtout en raison de la non-planéité de certains objets, de leur taille ou encore de leur rugosité, voire aussi de la teneur et de l'état cristallin des minéraux. Les analyses en réflexion ont été tentées mais seul un nombre restreint de phases minérales (quartz et hématite) a pu être identifié, nécessitant parfois des ajustements de paramètre de maille. Ainsi, les analyses sur poudre ont été privilégiées. Il a donc été nécessaire, après sélection d'échantillons représentatifs, de les broyer, étape parfois suivie d'un tamisage afin de retirer les gros grains de quartz. Aucun micro-prélèvement n'a été réalisé sur les résidus de matière colorée présents sur les blocs rocheux ou sur les pièces facettées et striées. De plus, afin de déterminer la nature minéralogique des résidus à éclat brillant (présentant un degré de dureté élevé D3), des analyses en μ -Raman ont été privilégiées et mises en œuvre (cf. § V.2.1.2.).

Une partie des mesures a été réalisée sur le diffractomètre INEL XRG-3000 à l'Université Savoie-Mont Blanc (plateforme ASTRE, Fig. IV-23) équipé d'un détecteur courbe INEL CPS 120 sur une plage angulaire de 120°, pour une résolution théorique de 0,29° (en 2 θ). Une source de rayons X (Co(K_{α})) et un monochromateur en silicium plan complètent l'équipement. Les diffractogrammes ont été enregistrés sur le domaine angulaire en 2 θ allant de 10 à 120°, pour une durée totale d'acquisition de 2h, sous une tension d'utilisation de 30 kV et un courant de 30 mA.



Figure IV-23 : Diffractomètre INEL XRG-3000 de la plateforme ASTRE (Université Savoie-Mont Blanc)

L'autre partie des mesures a été réalisée sur deux diffractomètres en mode θ - 2θ au sein de l'Institut Néel (Grenoble) : D5000R (SIEMENS K-760) et D5000T (INEL XRG-3000) (Fig. IV-24). Ces diffractomètres sont équipés respectivement d'une anticathode en $\text{Co}_{(K\alpha)}$ et d'une anticathode en $\text{Cu}_{(K\alpha)}$ ¹. L'acquisition des diffractogrammes s'effectue grâce à un compteur à scintillation. Les diffractogrammes ont été enregistrés sur le domaine angulaire en 2θ allant de 5° à 85° , avec un pas variant entre $0,02^\circ$ et $0,05^\circ$, et une durée d'acquisition de 7s par pas, sous une tension d'utilisation de 40 kV et un courant de 40 mA. Le traitement des diffractogrammes est effectué dans les deux cas avec le logiciel DIFFRAC-EVA (Bruker) qui, donnant accès à la base de données PDF-2, permet l'identification des phases minérales.

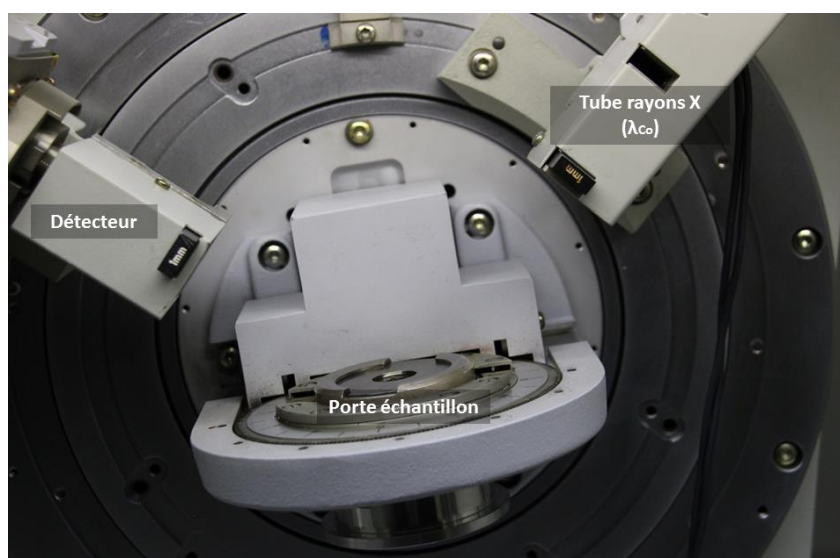


Figure IV-24 : Diffractomètre D5000R (Institut Néel)

¹ L'utilisation d'une anticathode de $\text{Co}_{(K\alpha)}$ est plus adaptée pour les composés enrichis en fer car elle évite la formation d'un fond de fluorescence comme c'est le cas avec une anticathode en $\text{Cu}_{(K\alpha)}$.

La micro diffraction/diffusion couplée à la tomographie de rayons X assistée par ordinateur (μ -DS-CT)

Les expériences par diffraction-tomographie DCT (*Diffraction Computed Tomography*, ou diffraction-tomographie assistée par ordinateur) ont prouvé l'intérêt de cette approche pour l'étude des matériaux hétérogènes afin d'extraire les diagrammes de diffraction des phases mineures, les contributions désordonnées d'un mélange de phases et obtenir une cartographie 3D des structures présentes dans un même échantillon (Bleuet *et al.*, 2008). Les stratégies d'enregistrement et de traitement des données de DCT ont été décrites en détail dans plusieurs papiers (Bleuet *et al.*, 2008 ; Álvarez-Murga *et al.*, 2012 ; McDonald *et al.*, 2015). Toutefois à ce jour, ces démonstrations ont été réalisées principalement avec des faisceaux de quelques microns à l'aide de rayonnement synchrotron (de Nolf et Janssens, 2010 ; Cersoy *et al.*, 2016).

Dès 2013, un projet PEPS (Projets **E**xploratoires **P**remier **S**outien) voit le jour suite à l'étroite collaboration entre le laboratoire EDYTEM et l'Institut Néel. Ce projet est né de la nécessité de parvenir à la caractérisation de matériaux colorants et colorés de petite taille, présentant une grande hétérogénéité et des mélanges de phases cristallisées ou non. Pour réussir, l'utilisation de méthodes non invasives était fortement préconisée, d'où la volonté, pour sonder au mieux les différents constituants de ces matériaux, d'utiliser un microfaisceau. Au départ, ce projet visait donc à développer l'utilisation d'un faisceau submillimétrique de taille variable, avec des pas de taille variable, pour permettre entre autre de sonder des échantillons (ou objets) de taille millimétrique. L'autre objectif consistait à équiper un diffractomètre de laboratoire de l'Institut Néel en ajoutant des moteurs pour la translation et la rotation afin d'obtenir un instrument de laboratoire permettant la mobilité de l'échantillon devant le microfaisceau de rayons X (développement réalisé par Olivier Leynaud). Les années suivantes ont vu le développement d'un instrument de laboratoire associant la tomographie de rayons X en microfaisceau à la diffraction/diffusion de rayons X (Cersoy *et al.*, 2015).

Le montage expérimental créé à l'Institut Néel est présenté en figure IV-25 et décrit en détail dans l'article de Cersoy *et al.* (2015). Il dispose d'un diffractomètre KappaCDD (Nonius) et d'un détecteur bidimensionnel APEX II CCD (Bruker AXS) à haute résolution (taille pixel : $98,3 \times 106,7 \mu\text{m}$). Il est équipé d'une micro-source de rayons X (anode en argent, avec $\lambda_{\text{Ag}} = 0,5608 \text{ \AA}$). Le diamètre du faisceau mesuré est de $240 \mu\text{m}$. La collecte des données acquises par μ -DS-CT se fait en géométrie de transmission. Les échantillons sont montés dans un capillaire en verre borosilicaté aligné à la sortie du faisceau de rayons X. Les échantillons sont scannés à pas réguliers selon la direction de translation y , perpendiculaire à l'axe du faisceau incident. À chaque pas de translation s'opèrent toutes les rotations d'angle ω , le moteur gérant la rotation étant plus précis que celui en charge de la translation. Pour plus de clarté dans le discours, un rappel détaillé des conditions d'acquisition et de traitement des données spécifiques à l'instrument de laboratoire construit à l'Institut Néel, utilisé pour l'acquisition des données dans le cadre de cette étude, est présenté en annexe 4.2.

Dans notre étude, la μ -DS-CT (*Micro Diffraction/Scattering-Computed Tomography*) a été appliquée pour déterminer les phases minérales majeures et mineures présentes dans des échantillons archéologiques présentant une grande hétérogénéité et une complexité de répartition des phases minérales. Cette méthode a permis des analyses structurales sélectives, non invasives, et l'observation des différents constituants des échantillons afin d'identifier la répartition spatiale des phases cristallisées ou désordonnées, avec une limite de détectabilité pour une phase donnée de 1 à 5 %.

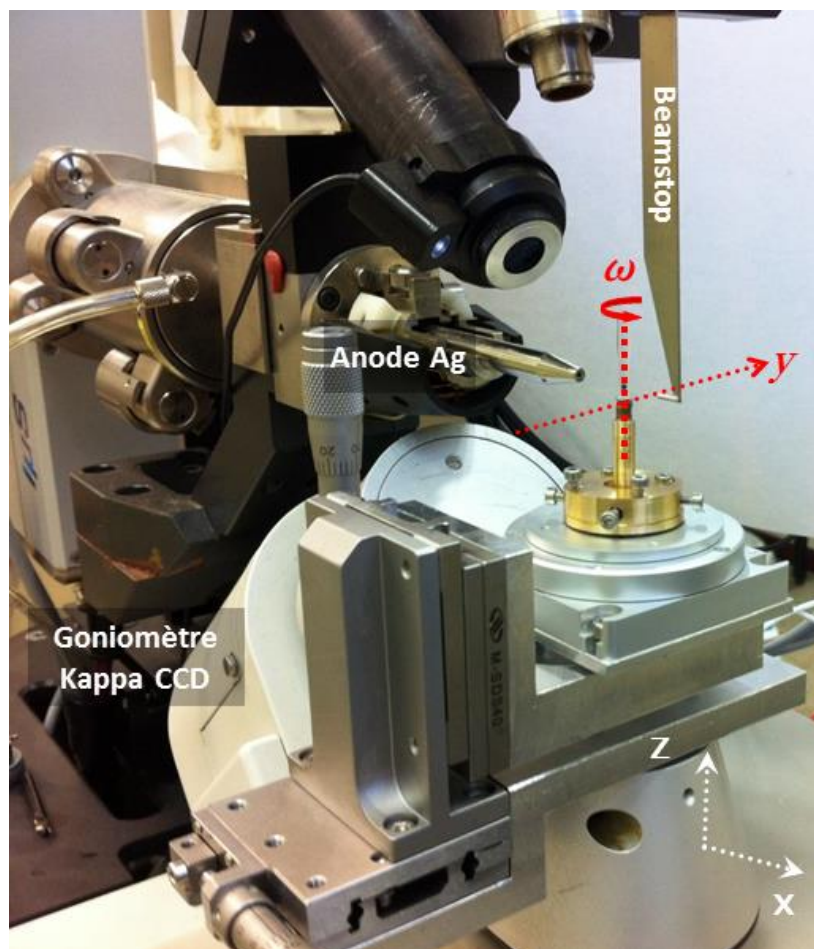


Figure IV-25 : Dispositif expérimental de μ -DS-CT (Institut Néel, Cersoy *et al.*, 2015)

La micro-spectrométrie Raman (μ -Raman)

Pour compléter les analyses structurales, la micro-spectrométrie Raman a été utilisée afin de caractériser non seulement des minéraux mais aussi des composés organiques (Annexe 4.3.). Elle a la capacité d'analyser des zones de petites dimensions, de l'ordre du micromètre et donc de travailler sur des matériaux de petite taille et/ou hétérogènes. Enfin, totalement non invasive, la μ -Raman ne demande pas de préparation spécifique des échantillons, même si une certaine planéité peut être requise pour le bon déroulement des acquisitions ; l'analyse peut donc se faire directement sur l'objet étudié.

Les analyses ont été effectuées à l'Institut Néel sur le spectromètre Raman (modèle T64000 de Jobin-Yvon-Horiba). Il est couplé à un microscope Olympus (U 5RE2) possédant trois objectifs ($\times 10$, $\times 50$, $\times 100$) et à une caméra couleur intégrée dans l'appareil permettant de visualiser l'échantillon en lumière blanche et le point d'impact du faisceau laser. Il est équipé d'une diode laser à 514,5 nm (domaine du vert) dont la puissance a été maintenue assez faiblement (< 1 mW), à l'aide de densités optiques, pour ne pas risquer d'endommager les échantillons bruts, la dégradation pouvant être également causée par une exposition trop longue. Les spectres ont été acquis avec un réseau 1800 tr/mn, sur une plage de 120 à 4000 cm^{-1} pour une résolution spectrale de 4 cm^{-1} . Les calibrations ont été faites sur la position du silicium à 520,7 cm^{-1} . Quant à la durée des acquisitions, elle est variable, dépendant de la qualité du spectre obtenu et aussi de l'impact du faisceau sur la matière étudiée.

Lors de la réalisation des analyses, un inconvénient majeur de la méthode est apparu. La grande majorité des matériaux analysés présentent une forte fluorescence sous le faisceau laser incident ce qui les rend souvent difficilement identifiables. La fluorescence observée sur de nombreux spectres semble *a priori* être causée par la présence de matières organiques, argileuses ou encore de substances humiques (Yang et Wang, 1998 ; Bikiaris *et al.*, 1999 ; Hernanz *et al.*, 2008 ; Hanesch, 2009 ; Prinsloo *et al.*, 2013), provenant elles-mêmes du milieu d'enfouissement de Nawarla Gabarnmang dont les vestiges ont été exhumés.

3.2.2.3. Les techniques par rayonnement synchrotron

Deux techniques, la **micro-diffraction de rayons X** et la **micro-fluorescence X induites par rayonnement synchrotron** (**SR- μ DRX** et **SR- μ XRF**) ont été mises en œuvre pour les caractérisations non invasives structurales et élémentaires. La **SR- μ DRX** permet la réalisation d'analyses ponctuelles extrêmement fines à l'échelle microscopique pouvant révéler des hétérogénéités ou des variations de répartition des différentes phases minérales contenues dans un matériau. Ces phases mineures, plus ou moins bien cristallisées, sont la plupart du temps présentes sous forme d'inclusions dans les matériaux, telles les empreintes d'une origine géologique, d'une transformation anthropique ou d'un processus d'altération. En complément, la SR- μ DRX a pu être couplée avec la **SR- μ XRF**, notamment lors des expériences menées sur les lignes CRG-D2AM et DIFFABS (Annexe 4.4.) au sein des installations respectives de l'ESRF et de SOLEIL.

La ligne de lumière CRG-D2AM, ESRF

La ligne de lumière CRG-D2AM (**D**iffraction et **D**iffusion **A**nomale **M**ulti longueur d'ondes) est en service à l'ESRF depuis 1994. Cette ligne de lumière utilise le rayonnement synchrotron de l'ESRF pour les études en sciences des matériaux. Elle est équipée de deux instruments interchangeables : un diffractomètre Kappa permettant d'effectuer les expériences de diffraction et un banc de diffusion aux petits angles permettant de sonder la matière et ses hétérogénéités sur des échelles mésoscopiques.

Les échantillons sont déposés sur des disques adhésifs en carbone, eux même fixés sur des plots en laiton, afin de faciliter leur manipulation lors de leur caractérisation structurale par SR- μ DRX/ μ XRF. Le plot est ensuite positionné sur le porte échantillon du diffractomètre Kappa. Des mesures sur un standard d'hexaborure de lanthane (LaB_6) sont enregistrées pour réaliser une calibration précise des données en utilisant le logiciel XRDUA. Après plusieurs mesures visant à aligner correctement l'échantillon, une cartographie structurale de la zone d'intérêt est lancée à partir d'un script Python, qui commande les déplacements en x et y , avec des pas de longueur définie pour chaque échantillon. La géométrie d'acquisition, et en particulier l'angle d'incidence ω fixé ici à 10° , a été optimisée par rapport à plusieurs facteurs, notamment en raison de la profondeur de pénétration sondée par les rayons X, la résolution spatiale de la zone analysée, la troncature et l'ombrage du faisceau incident ainsi que la sensibilité à la topologie de surface des échantillons. Afin de corréler les cartographies élémentaires et structurales, les signaux de fluorescence et de diffraction ont tous deux été simultanément collectés à une énergie autour du seuil L du platine, soit une énergie $E_0 = 11,5 \text{ keV}$, avec une longueur d'onde de $1,07811 \text{ \AA}$. À chaque position (x, y) sur l'objet ont été enregistrés

simultanément un cliché de micro-diffraction (format EDF) et un spectre de fluorescence X (format MCA). Une grande quantité de données est ainsi générée, entre 2 à 6 Go par échantillon selon la taille de la cartographie (entre 4,5 et 18 mm²) et une procédure semi-automatique a été mise en place pour réduire, corriger et analyser les données.

Le traitement des clichés de micro-diffraction est réalisé en utilisant le logiciel XRDU (de Nolf *et al.*, 2014) en suivant de manière générale les mêmes étapes que pour le traitement des données acquises en μ -DS-CT. La recherche des pics et l'identification des structures minérales sont opérées par la suite avec le logiciel DIFFRAC-EVA. La topographie de surface des échantillons (rugosité, courbure, trous) varie avec les coordonnées (x, y) et peut causer un décalage sur l'apparente position des pics de diffraction. Les positions des pics du quartz, utilisés comme références internes, aident à corriger ces erreurs de positionnement. Quant aux mesures effectuées par SR- μ XRF, elles ont été acquises avec un détecteur Si(Li) et traitées ultérieurement avec le logiciel PyMCA (Solé *et al.*, 2007).

La ligne de lumière 28-ID-2, NSLS-II

Cette ligne de lumière permet de collecter des données structurales à hautes énergies (entre 30 et 70 keV), avec une taille de faisceau ajustable à la taille des grains et aux hétérogénéités (inclusions minérales) présentes dans les matériaux polycristallins à des échelles au-dessus du micron. Un diffractomètre 3-cercles est équipé de quatre détecteurs dont un détecteur Flat-Panel, utilisé pour enregistrer les clichés de diffraction lors des mesures.

Les échantillons archéologiques analysés sur la ligne de lumière 28-ID-2 ont été broyés au laboratoire EDYTEM dans un mortier en agate, voire tamisés afin d'éliminer les grains de quartz visibles à l'œil nu. La poudre obtenue a alors été transvasée dans un capillaire en borosilicate de diamètre 0,3 mm. Seuls deux échantillons préparés par broyage au centre NSLS-II ont été montés dans des capillaires en borosilicate de diamètre 0,7 mm. Des mesures de calibration ont été effectuées sur un standard d'hexaborure de lanthane (LaB₆) sous forme de poudre, dans un capillaire en borosilicate de diamètre 0,7 mm. Avant chaque nouvelle acquisition, un enregistrement de dark (image en fond noir, sans faisceau et dépourvue de bruit de fond) est fait et l'image est corrigée automatiquement. Les images de diffraction acquises sont par la suite intégrées et enregistrées au format TIF. Les diffractogrammes sont alors sauvegardés en format CHI, puis transformés en fichiers UXD puis RAW, en utilisant le logiciel XCH v5.0.12, Bruker AXS, pour pouvoir être traités sous le logiciel DIFFRAC-EVA, et ainsi permettre l'identification des phases minérales.

Les données par SR- μ DRX ont été acquises à une énergie de 40 keV, pour une longueur d'onde de 0,308371 Å.

3.3. Vision synoptique des techniques d'analyse choisies

L'ensemble du dispositif analytique utilisé répond aux questionnements sur les vestiges archéologiques en lien avec l'art rupestre de Nawarla Gabarnmang. L'apport respectif des différentes techniques mises en œuvre est précisé dans le tableau IV-15.

Techniques d'analyse	Types d'interactions	Préparations	Informations acquises
pXRF	rayons X/matière	Ø	Composition chimique : éltls majeurs et mineurs
µXRF	rayons X/matière	Ø + coupes polies	Composition chimique : éltls majeurs et mineurs, cartographique, semi-quantitatif
MEB-EDS	électrons/matière	avec ou sans métallisation	Composition chimique : éltls majeurs et mineurs, obs. microscopiques, semi-quantitatif
PIXE	protons/matière	Ø	Composition chimique : éltls majeurs, mineurs et traces, cartographie, quantitatif
DRX	diffraction	Ø + poudre	Structure minérale : phases cristallines majeures et mineures
µ-DS-CT	diffraction et absorption	Ø	Structure minérale : phases cristallines majeures et mineures organisation spatiale des phases
µ-Raman	diffusion	Ø + coupes polies	Structure minérale : phases cristallines majeures et mineures phases amorphes majeures et mineures
SR-µDRX	diffraction	Ø + poudre	Structure minérale : phases cristallines majeures, mineures, traces cartographie structurale
SR-µXRF	rayons X/matière	Ø	Composition chimique : éltls majeurs et mineurs cartographie chimique, quantitatif

Tableau IV-15 : Tableau récapitulatif des techniques employées avec leurs spécificités dans le cadre de l'étude

4. Conclusion

Le corpus archéologique se compose d'un grand nombre et d'une grande variété de vestiges. La classification réalisée à partir de critères physiques observés macroscopiquement, combinée à une première caractérisation chimique, a permis de répartir les 726 vestiges du corpus d'étude parmi les treize classes définies.

L'étude diachronique a été réalisée afin d'apprécier l'abondance et la répartition verticale des vestiges archéologiques retrouvés le long des séquences stratigraphiques de chacun des carrés fouillés. Cette étude, à la fois quantitative et qualitative, associée à la classification établie en amont et aux coordonnées spatiales enregistrées pour chaque vestige, a ainsi permis d'évaluer la quantité, l'homogénéité et la distribution spatiale du matériel archéologique excavé au sein de chaque carré de fouille. Il est par ailleurs important de préciser que seuls les vestiges retrouvés *in situ* telles les pièces facettées et striées, ont des coordonnées enregistrées dans les trois dimensions de l'espace (X, Y et Z) ; les autres vestiges sont uniquement localisés par leur coordonnée en Z. L'étude diachronique a également permis de mettre en évidence l'apparition de grandes tendances reflétant à la fois le nombre, la classe, de même que la distribution spatiale des vestiges archéologiques exhumés le long des séquences stratigraphiques des différents carrés de fouille.

La détermination de la nature des vestiges retrouvés lors des fouilles archéologiques est essentielle avant de questionner le rôle potentiel de ces derniers dans la chaîne opératoire de fabrication de la matière picturale. Sans être exhaustif, la présence de certains vestiges tels que les pièces facettées et striées, ou encore les résidus de matière colorante, peut être considérée comme un indice – voire la preuve – d'une production de matière picturale sur l'ensemble des secteurs étudiés dans le cadre de cette recherche doctorale. D'autres vestiges, tels les résidus de matière colorée ou les blocs rocheux avec résidus de matière colorée, peuvent également être perçus comme des indices d'une ancienne activité anthropique bien que leur rôle dans la chaîne opératoire reste à préciser.

La mise en place de la classification, combinée avec une première caractérisation chimique, a permis de :

- (i) rassembler les vestiges archéologiques présentant des similitudes morphologiques et chimiques dans treize classes ;
- (ii) souligner des grandes tendances reflétant le nombre, la classe et la répartition verticale des vestiges archéologiques au sein des carrés de fouille, mais également ;
- (iii) proposer un échantillonnage, en vue de caractériser chimiquement et physiquement les vestiges les plus représentatifs.

À la fin de ce chapitre, parmi les plusieurs centaines de vestiges identifiés dans notre corpus archéologique de Nawarla Gabarnmang, seuls les vestiges compris dans neuf classes sur les treize classes identifiées précédemment, constituent notre assemblage et ont été retenus pour faire l'objet d'analyses plus détaillées. Les morceaux de bois, les fragments de charbon, les résidus de matière résineuse et les « grès quartzitiques » ont été exclus de l'échantillonnage pour les raisons expliquées précédemment (cf. § IV.1.2.3.).

Par conséquent, la suite de la stratégie méthodologique va être mise en place sur un panel échantillonné au sein des neuf classes de vestiges restantes. Celles-ci ont été sélectionnées en partant de l'hypothèse que les vestiges contenus en leur sein peuvent se distinguer de par leur position dans la chaîne opératoire menant à la réalisation des peintures rupestres (Fig. IV-26) : de l'approvisionnement en matières premières, à la préparation de la matière picturale (extraction de poudre colorante, mélange, traitement thermique) jusqu'à son application sur le plafond et les piliers de l'abri sous roche.

Les blocs rocheux avec des résidus colorés ainsi que les pièces facettées et striées sont ici considérés comme des objets ayant pu servir à la préparation de la matière picturale. Les surfaces des blocs rocheux ont pu être utilisées comme support sur lesquelles des matières premières minérales ont pu être abrasées pour en extraire de la poudre colorante. Ces objets archéologiques sont donc par la suite discutés comme des **vestiges liés à la préparation de la matière picturale**.

Les différents résidus sélectionnés sont étudiés comme des « **vestiges déchets** », des résidus de matière, colorante ou non, issus du travail de matières premières de taille plus importante, et produits lors de la préparation de la matière picturale par abrasion, raclage, broyage, etc.

Quant aux écailles colorées et aux « gouttes de peinture », elles sont considérées comme les **vestiges liés à l'application de la matière picturale** sur le plafond ou les piliers de l'abri.

La nature et le rôle dans la chaîne opératoire des vestiges ainsi définis amènent des interrogations spécifiques qui sont abordées dans le chapitre suivant.

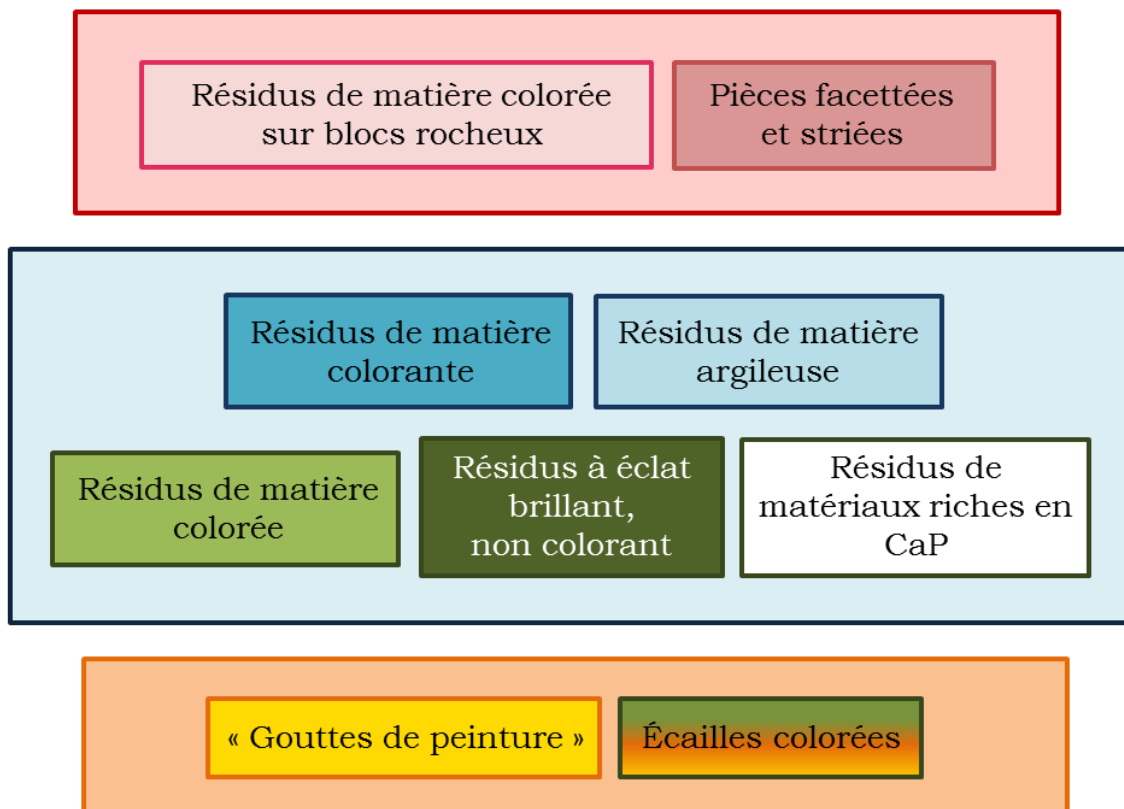
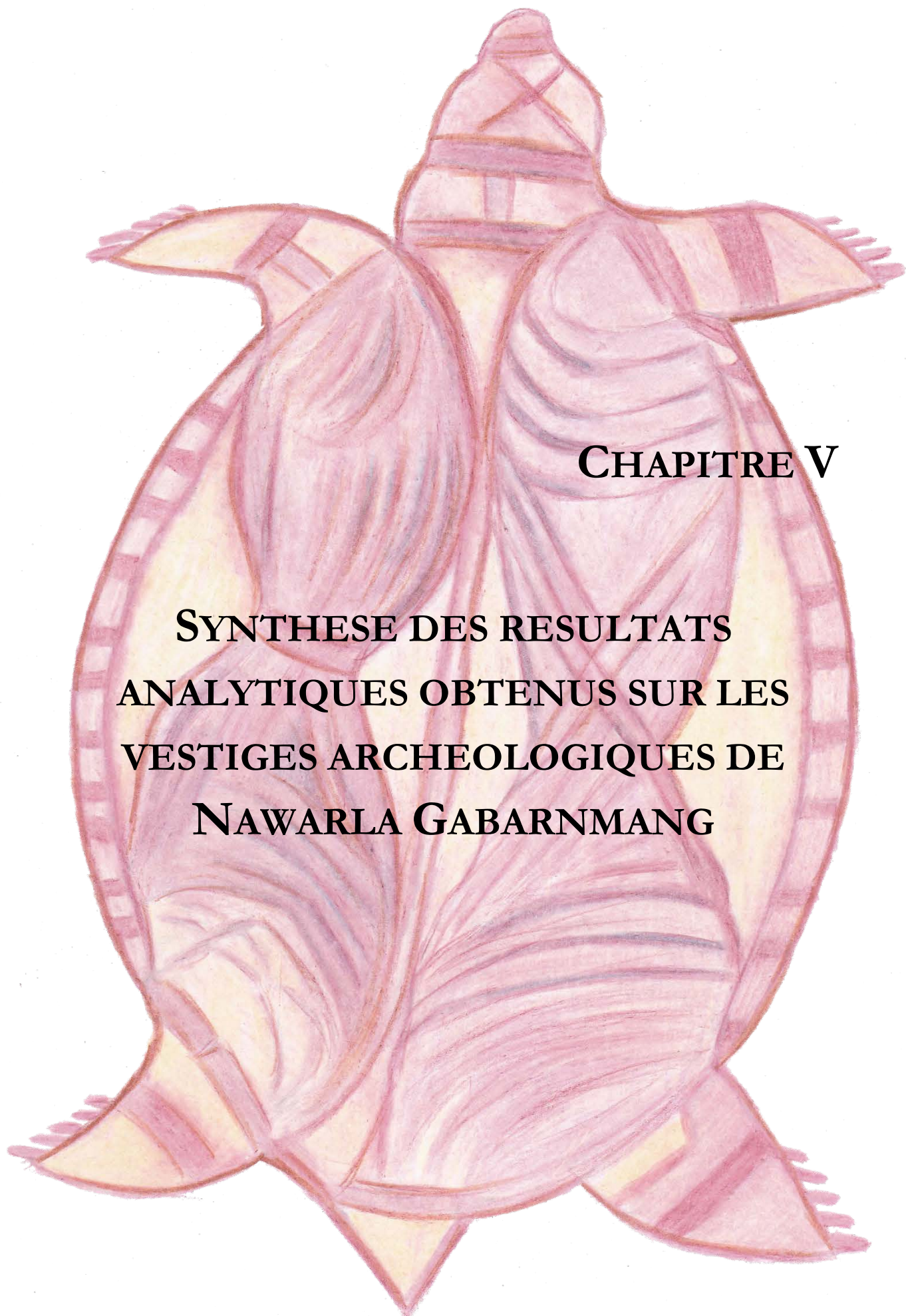


Figure IV-26 : Classes de vestiges sélectionnées pour les analyses physico-chimiques (vestiges liés à la préparation de la matière picturale ; « vestiges déchets » ; vestiges liés à l'application de la matière picturale)



CHAPITRE V

SYNTHESE DES RESULTATS ANALYTIQUES OBTENUS SUR LES VESTIGES ARCHEOLOGIQUES DE NAWARLA GABARNMANG

CHAPITRE V SYNTHÈSE DES RESULTATS ANALYTIQUES OBTENUS SUR LES VESTIGES ARCHEOLOGIQUES DE NAWARLA GABARNMANG 229

1. Les vestiges au service de la préparation de la matière picturale.....	230
1.1. Les blocs rocheux avec résidus colorés.....	230
1.1.1. Protocole d'étude des blocs rocheux avec résidus colorés.....	230
1.1.2. Description macroscopique et résultats chimiques.....	231
1.1.3. Synthèse et interprétations	243
1.2. Les pièces facettées et striées	245
1.2.1. Protocole d'étude des pièces facettées et striées.....	245
1.2.2. Description macroscopique et mésoscopique	246
1.2.3. Résultats des analyses chimiques.....	261
1.2.4. Sériation des pièces facettées et striées par analyse statistique.....	271
1.2.5. Synthèse et interprétations	275
2. Les « vestiges déchets » issus de la fabrication de la matière picturale	278
2.1. Les résidus de matière colorante	278
2.1.1. Description macroscopique et mésoscopique	278
2.1.2. Préparation et protocole d'étude.....	282
2.1.3. Résultats des analyses physico-chimiques.....	284
2.1.4. Synthèse et interprétations	314
2.2. Les résidus de matière argileuse.....	319
2.2.1. Description macroscopique et mésoscopique	319
2.2.2. Préparation et protocole d'étude.....	320
2.2.3. Résultats des analyses physico-chimiques.....	320
2.2.4. Synthèse et interprétations	320
2.3. Les résidus de matière colorée.....	322
2.3.1. Description macroscopique et mésoscopique	322
2.3.2. Préparation et protocole d'étude.....	328
2.3.3. Résultats des analyses physico-chimiques.....	331
2.3.4. Synthèse et interprétations	347
2.4. Les résidus à éclat brillant, non colorant.....	353
2.4.1. Description macroscopique et mésoscopique	353
2.4.2. Préparation et protocole d'étude.....	355
2.4.3. Résultats des analyses physico-chimiques.....	356
2.4.4. Synthèse et interprétations	359
2.5. Les résidus de matériaux enrichis en phosphate de calcium	360
2.5.1. Description macroscopique et mésoscopique	360
2.5.2. Préparation et protocole d'étude.....	361
2.5.3. Résultats des analyses physico-chimiques.....	362
2.5.1. Synthèse et interprétations	362

3. Les vestiges liés à l'application de la matière picturale	367
3.1. Les « gouttes de peinture »	367
3.1.1. Préparation et protocole d'étude.....	367
3.1.2. Description et résultats des analyses physico-chimiques	368
3.1.3. Synthèse et interprétations	375
3.2. Les écailles colorées.....	377
3.2.1. Description macroscopique et mésoscopique	377
3.2.2. Préparation et protocole d'étude.....	379
3.2.3. Résultats des analyses physico-chimiques.....	380
3.2.4. Synthèse et interprétations	402
4. Conclusion.....	411
4.1. Bilan de la stratégie méthodologique.....	411
4.2. Bilan sur le statut attribué aux classes des vestiges archéologiques	413

Chapitre V Synthèse des résultats analytiques obtenus sur les vestiges archéologiques de Nawarla Gabarnmang

L'objectif de ce chapitre vise à appréhender la chaîne opératoire, depuis l'approvisionnement en matières premières à leur application en tant que matière picturale, en passant par leur mode de préparation. L'étude de celles-ci en tant que vestiges archéologiques apporte de nouvelles connaissances sur les savoir-faire, anciens et présents, du peuple Jawoyn en identifiant la nature des matières premières utilisées, leur origine géographique et leur mode de préparation.

L'analyse des constituants des matières premières utilisées pour la fabrication des matières picturales ne se limite pas à la seule caractérisation physico-chimique. Elle permet de s'interroger sur les « enveloppes territoriales » du site d'étude. L'utilisation des matières premières était-elle liée à un approvisionnement local et opportun, à un approvisionnement plus éloigné auprès d'une source particulière ou encore à des systèmes d'échange ? Le choix de ces matières était-il dicté par leur couleur, leur brillance, leur facilité de mise en œuvre ou leur valeur symbolique ? Comment se déroulaient les étapes de préparation des matières picturales ? L'extraction de poudre colorante se faisait-elle par abrasion, broyage ou raclage ? Avec quels outils : de type osseux, lithique, par abrasion sur des meules ? La poudre colorante était-elle mélangée par la suite avec des charges minérales et/ou des liants ou simplement avec de l'eau ? La question du traitement thermique se pose aussi puisqu'il permet de modifier les propriétés mécaniques des matériaux mais aussi d'en changer la couleur. Enfin, la matière picturale était-elle appliquée avec les doigts, un pinceau, par soufflage ou autre technique ?

À Nawarla Gabarnmang, les études archéologique et pariétale ont permis de préciser l'enveloppe temporelle de l'occupation du site, depuis environ 50 000 ans au début du XX^{ème}. Sur ce large spectre temporel, il est intéressant de s'interroger sur les changements de provenance et de modes de préparation des matières premières et de les confronter aux changements de pratiques artistiques, culturelles et/ou de changement de source d'approvisionnement. Ces problématiques temporelles, voire spatio-temporelles, seront développées dans le dernier chapitre (cf. § VI.2).

Les résultats analytiques obtenus suite à la mise en place de la stratégie méthodologique sont présentés par grande classe de vestiges. Dans la **première partie** de ce chapitre, sont décrits les résultats obtenus à partir de l'étude des **vestiges dédiés à la préparation de la matière picturale**. Dans la **deuxième partie**, les résultats acquis suite à l'étude des « **vestiges déchets** » **produits lors de la fabrication de la matière picturale** sont exposés. Les résultats des analyses menées sur les **vestiges liés à l'application de la matière picturale** sont présentés dans la **troisième partie**. En conclusion du chapitre, les limites analytiques rencontrées au cours des expériences sont exposées ainsi que les solutions techniques et les perspectives analytiques pour répondre aux questions laissées en suspens. Enfin, le caractère culturel ou naturel des classes des vestiges archéologiques de Nawarla Gabarnmang sera prononcé.

1. Les vestiges au service de la préparation de la matière picturale¹

1.1. Les blocs rocheux avec résidus colorés

La seule présence de résidus colorés sur les blocs rocheux exhumés du Carré B n'est pas suffisante pour désigner ces derniers comme des outils ayant permis d'exploiter la poudre colorante. En effet, les résidus observés peuvent avoir des origines autres que la production de poudre colorante. Des matières colorantes ont pu être mobilisées aux côtés de ces blocs au cours de diverses activités, en tant qu'agent colorant, abrasif, asséchant ou adhésif. L'utilisation des matières colorantes est reconnue par exemple pour le travail des matières osseuses et des matières animales, notamment lors du tannage de peaux animales comme en Afrique (Rifkin, 2011 ; Dayet, 2012) ou encore d'objets lithiques lors de l'emmanchement de haches en pierre polie (Hodgskiss, 2005 ; Wadley, 2005 ; Wadley *et al.*, 2009). Ces résidus colorés peuvent également être le résultat d'une altération naturelle qui a pu se produire avant ou après enfouissement des blocs dans le sol archéologique. Pour aider à déterminer le rôle de ces blocs rocheux, des observations morphologiques fines combinées à des analyses physico-chimiques sont mises en œuvre.

1.1.1. Protocole d'étude des blocs rocheux avec résidus colorés

Les observations réalisées sont macroscopiques et mésoscopiques. Les blocs rocheux étant lourds et volumineux, leur observation a été faite non pas sous loupe binoculaire mais à l'aide d'une caméra microscope numérique (Dino-Lite AM4815ZT).

Ayant choisi de privilégier les études non-invasives, aucun prélèvement n'a été pratiqué sur ces objets. Des analyses par pXRF ont été mises en œuvre, non pas en configuration dite de laboratoire, mais en maintenant le pistolet XRF en main. Nous soulignerons qu'en plus des limites de cette technique listées dans le chapitre précédent (cf. § IV.1.2.1.), la difficulté a ici été de stabiliser l'appareil en s'efforçant de ne pas prendre appui sur le bloc rocheux analysé, afin de n'y laisser aucune marque. Le bloc A74BXU6 a été soumis à des analyses ponctuelles par μ XRF au laboratoire ISTERre (Fig. V-1). Seul ce bloc rocheux a pu être analysé en raison des contraintes de taille imposées par la configuration de la chambre d'analyse de l'appareil (cf. Annexe 3).

Par ailleurs, des analyses structurales ont également été réalisées à l'aide d'un spectromètre Raman portable ainsi que par DRX sur les blocs rocheux. Malheureusement, les informations issues de ces analyses ne sont pas exploitables et ne seront donc pas présentées.

¹ La couleur des titres des parties et des sous-parties rappelle celles des classes de vestiges établies en fin du quatrième chapitre (cf. Fig. IV-26)

Blocs rocheux avec résidus colorés		
μXRF	∅	
pRaman	∅	×
DRX	∅	×

Figure V-1 : Techniques d'analyses appliquées à l'étude des blocs rocheux avec résidus colorés (cf. Fig IV-18 ; ∅ : aucune préparation ; × : échec « manip »)

1.1.2. Description macroscopique et résultats chimiques

Blocs rocheux issus du niveau élémentaire XU7

Les deux blocs retrouvés dans le niveau XU7 révèlent la présence de résidus de couleur rouge sous forme de taches ponctuelles ainsi que des traces sinueuses de couleur noire et brun clair. Ces traces sinueuses sont les restes d'anciennes galeries-tunnels ou anciens tubes, constituant généralement un véritable réseau souterrain, par lesquels se déplacent les termites dans le sol.

❖ Bloc rocheux A74BXU7(9)

Description macroscopique du bloc A74BXU7(9)

Le bloc inventorié A74BXU7(9), de forme rectangulaire (Fig. V-2), est le vestige le plus imposant avec un volume de 5430,5 cm³ et également le plus lourd avec une masse de 9 kg (Tableau V-1). Sur sa surface aplanie figure une unique tache colorée de forme irrégulière et couvrant une zone restreinte de 30 cm² environ. Un poli métallique est perçu au niveau de ce résidu coloré (Fig. V-3), traduisant le travail d'une matière dure tel un minéral riche en oxyde de fer.



Figure V-2 : Photographie de la meule A74BXU7(9)

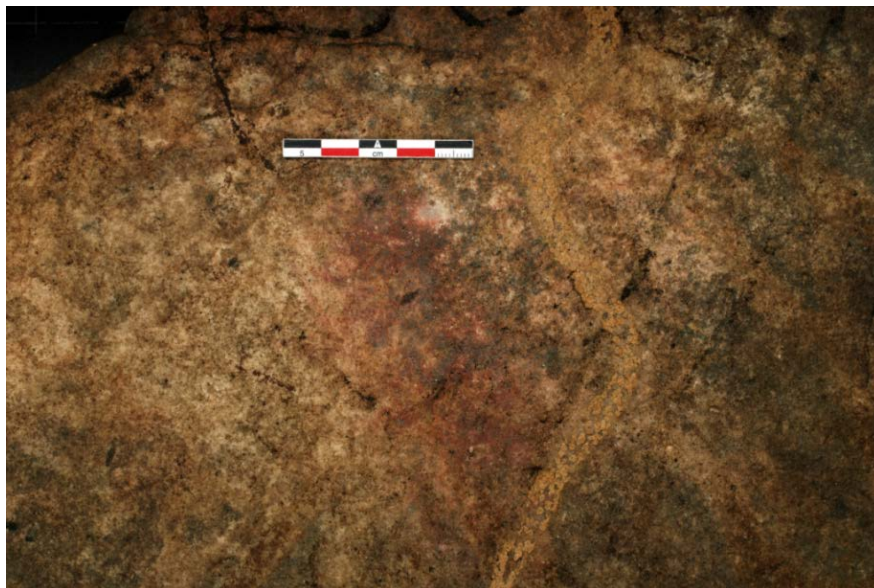


Figure V-3 : Résidu coloré présent sur la surface de la meule A74BXU7(9)

	Blocs rocheux				Résidus colorés				Fonction	
	Forme	Dimensions (mm)	Masse (kg)	Couleur	Végétal	Animal	Minéral	Traces d'utilisation		Autres
A74BXU6	triangulaire	hyp. : 167 c.a. : 115 c.o. : 127 h. moy. : 60	0,9	brune	nd	nd	oui	surface active abrasée	petites taches noires	molette
A74BXU7(9)	rectangulaire	L : 408 l : 242 h. moy. : 55	9	brune	nd	nd	oui	surface active abrasée + poli métallique	traces d'une activité passée de termites	meule
A74BXU7(15)	indéterminée	L : 160-217 l : 250 h. moy. : 90	8	brun foncé	nd	nd	oui	surface active abrasée ; bord de préhension	traces d'une activité passée de termites	meule
A74BXU8(12)	indéterminée	L : 233 l : 189 h. moy. : 90	5,9	brune	nd	nd	oui	surface active abrasée	traces sinueuses noires	meule

Tableau V-1 : Description macroscopique des blocs rocheux et détermination de leur fonction

(nd : non déterminé ; L : longueur ; l : largeur ; h. moy. : hauteur moyenne ; hyp. : hypoténuse ; c.a. : côté adjacent ; c.o. : côté opposé)

L'abrasion présente trois orientations différentes (Fig. IV-4). Il semblerait que cette **meule** ait connu d'autres usages outre la préparation de matière picturale, comme par exemple la préparation de céréales.

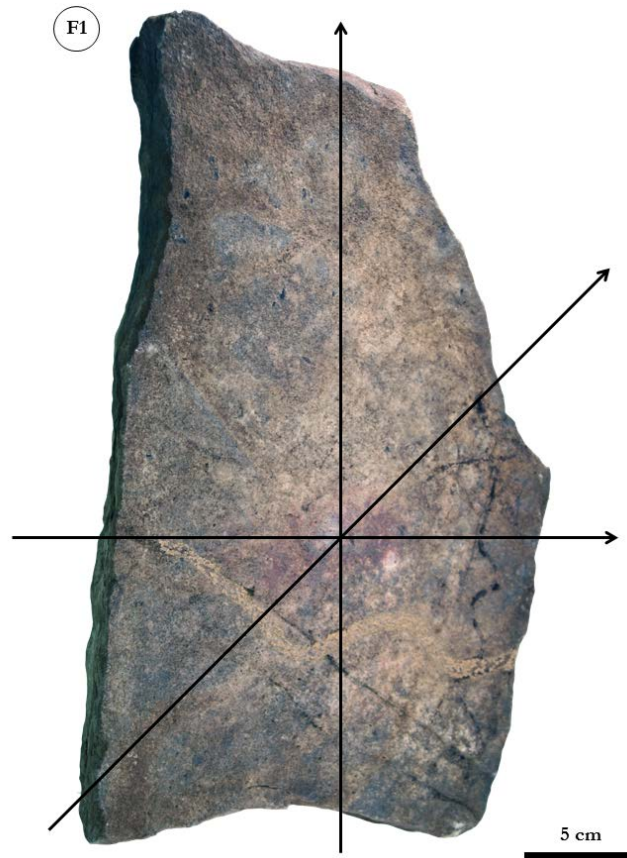


Figure V-4 : Orientations préférentielles d'abrasion distinguées sur la meule A74BXU(9)

Caractérisation de la meule A74BXU(9)

Le substrat rocheux est majoritairement composé des éléments silicium (Si), aluminium (Al) et phosphore (P) (Tableau V-2 et Fig. V-5). Les teneurs des autres éléments détectés sont variables d'un point de mesure à l'autre. Par ailleurs, un point de mesure a été pris sur le bord de la meule découvrant le quartzite à nu (cf. Fig. V-2, F2, bas gauche). On peut constater que le quartzite à nu est presque pur car les autres éléments détectés sont très proches des limites de détection. Cette information montre que le « substrat rocheux » sur lequel est présent le résidu rouge correspond à une phase altérée du quartzite, ce qui explique la multitude d'éléments chimiques détectés. En particulier, les concentrations en P peuvent être attribuées à une altération chimique du quartzite (cf. Chalmin *et al.*, 2017a). Les points de mesure enregistrés au niveau du résidu rouge montrent un enrichissement en fer (Fe) par rapport au substrat rocheux. Enfin, les traces noires et brunes, vestiges d'une ancienne activité de termites, présentes sur la surface active (F1) montrent un enrichissement en calcium (Ca) par rapport au substrat rocheux.

Regard critique sur les résultats obtenus par pXRF

La difficulté pour l'étude des blocs rocheux a ici été de stabiliser l'appareil en s'efforçant de ne pas prendre appui pour ne laisser aucune marque. Ainsi, en raison de l'atténuation par l'air causée par le maintien du pistolet à la surface de la surface des blocs rocheux et de la microtopographie de ceux-ci, les résultats obtenus doivent être considérés avec précaution. Les données acquises ont été exploitées de sorte de déterminer la présence ou l'absence d'éléments chimiques ainsi que leur quantité de manière relative.

	Élts chimiques	Al ₂ O ₃	SiO ₂	P ₂ O ₅	S	K ₂ O	CaO	TiO ₂	Fe ₂ O ₃
	Zones analysées								
A74BXU7(9)	F1 substrat (1)	++	++++	++	+	+	++	+	+
	F1 substrat (2)	++	++++	++	<LOD	+	++	+	+
	F1 substrat (8)	++	++++	+	+	+	+	+	+
	F1 rouge (3)	++	++++	+	<LOD	+	+	+	++
	F1 rouge (4)	++	++++	+	<LOD	+	+	+	++
	F1 rouge (5)	++	++++	+	<LOD	+	+	+	++
	F1 rouge (9)	++	++++	+	<LOD	+	+	+	++
	F1 trace noire (6)	++	++++	+	+	+	++	+	+
	F1 « termite » (7)	+	+++	<LOD	+	+	++	+	+
	F2 substrat	++	++++	++	+	+	+	+	+
	F2 substrat	++	++++	++	<LOD	+	+	+	+
	F2 quartzite à nu	<LOD	+++	+	<LOD	+	+	+	+

Tableau V-2 : Éléments majeurs et mineurs composant la meule A74BXU7(9), identifiés par pXRF (résultats en % d'oxyde) (F1 : Face 1 ; F2 : Face 2 ; (1) : point d'analyse ; <LOD : sous la limite de détection)

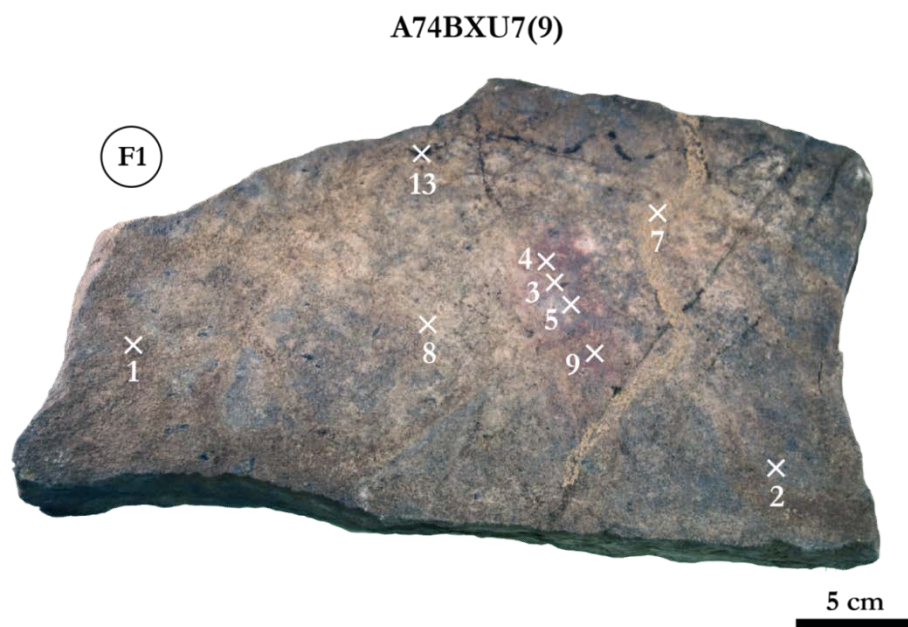


Figure V-5 : Localisation des points de mesure sur la surface active (F1) de la meule A74BXU7(9)

❖ **Bloc rocheux A74BXU7(15)**

Description macroscopique du bloc A74BXU7(15)

Plusieurs petites taches rouges plus ou moins concentriques sont observées sur la surface active F1 du bloc A74BXU7(15). Ce bloc pèse 8 kg pour un volume moyen de 4240 cm³ (cf. Tableau V-1). Une tache de couleur rouge est également observée sur la face F2 ainsi qu'un ancien tube de termites (Fig. V-6).



Figure V-6 : Photographie de la meule A74BXU7(15)

Toute la surface de cette **meule** a été abrasée ; certaines plages apparaissent bien plus usées que d'autres et seules quelques traces de résidus colorés sont encore perceptibles avec une taille inférieure au centimètre. Aucune orientation préférentielle n'est discernée pour la préparation de la matière picturale. La tache de couleur rouge allongée sur le bord droit (Fig. V-7) correspond à un « émoussé de préhension », due à une action de saisie. Il semblerait que cette meule ait connu plusieurs temps d'utilisation, peut-être pour différentes activités.

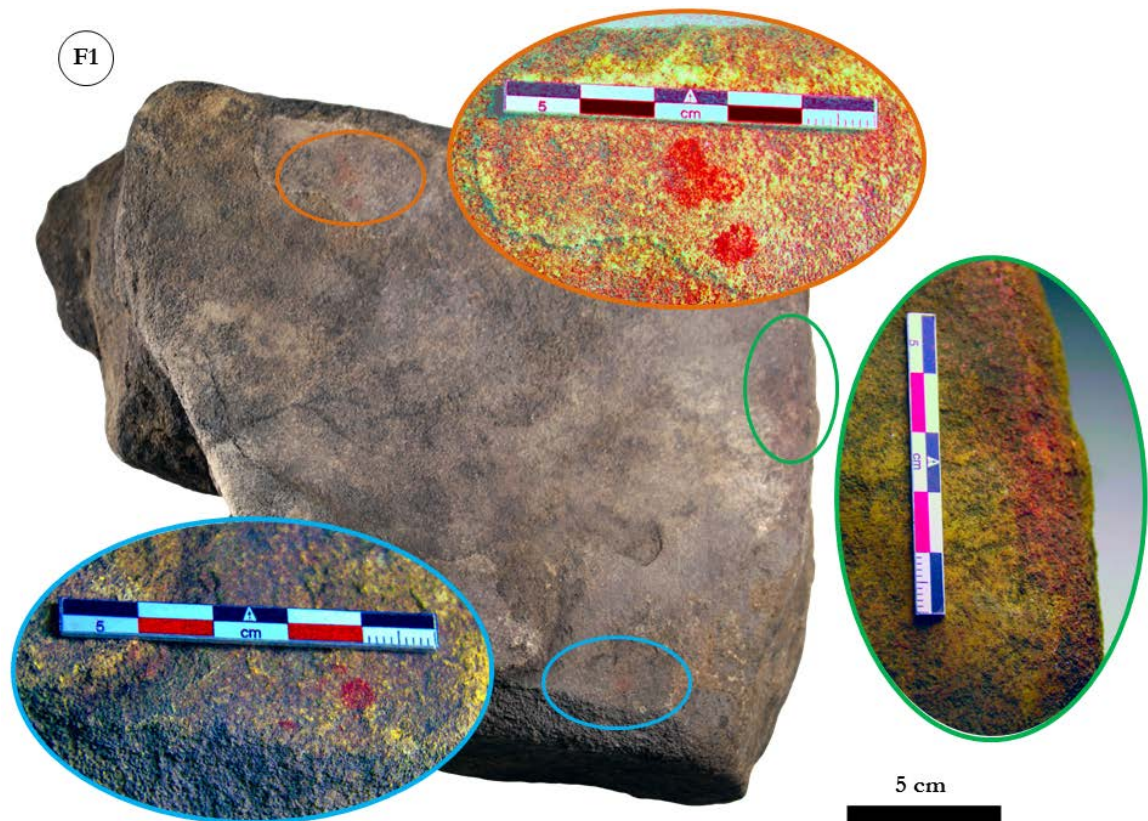


Figure V-7 : Localisation des résidus colorés sur la face F1 de la meule A74BXU7(15)

Caractérisation de la meule A74BXU7(15)

La composition du substrat rocheux sur les deux faces est principalement riche en Si et Al, avec des teneurs moindres en potassium (K), titane (Ti) et Fe. La composition de la surface fortement abrasée F1 est enrichie en P, Ca et soufre (S) par rapport à la surface F2. L'origine des éléments P, Ca et S est compliquée à évaluer. Des corrélations chimiques entre ces trois éléments sont envisageables : (1) entre les éléments Ca et S, traduisant la présence d'un sulfate de calcium, (2) entre les éléments Ca et P, reflétant la présence d'apatite. La présence du P peut également constituer un indice de préparation de substances végétales et dans le cas d'une association avec Ca, un indice de préparation de substances osseuses. La présence de sulfate de calcium (type gypse) peut être liée à une altération *ante* ou *post* enfouissement.

L'abrasion intense exercée sur cette meule n'a laissé que quelques résidus colorés de forme plus ou moins concentriques. La concentration en Fe augmente sensiblement au niveau des résidus de couleur rouge sur la surface abrasée F1. De même, des teneurs significatives en P, Ca et S sont observées au niveau des résidus rouges. Néanmoins, au vu de la précision de la technique, il est difficile de déterminer si la présence de ces éléments est liée à une altération du substrat rocheux ou à la nature des matières préparées sur la surface abrasée.

Les résidus de couleur rouge observés sur la surface abrasée (F1) sont des traces laissées suite à l'abrasion d'un ou plusieurs minéraux riches en Fe. L'origine de l'unique tache rouge présente sur la face F2 semble au contraire plus naturelle. Observée au dos de la surface active, sa forme irrégulière ainsi que son extrême finesse comparée aux taches rouges sur la face F1 (Fig. V-8) semblent indiquer une origine résultant de phénomènes d'altération ou de re-précipitation avant ou après enfouissement.

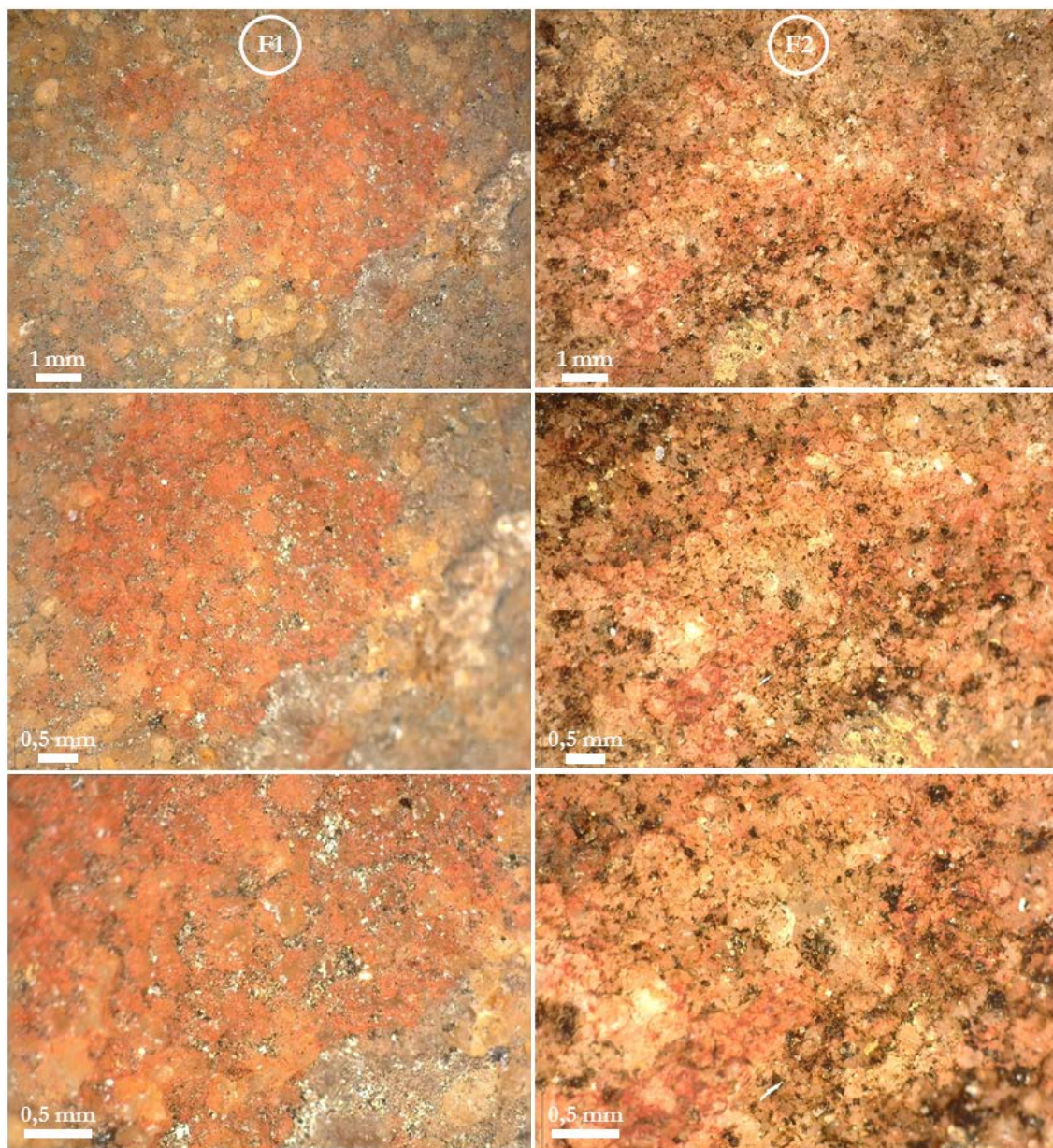


Figure V-8 : Macrophotographies des résidus colorés sur les faces F1 et F2 de la meule A74BXU7(15)

❖ **Bloc rocheux A74BXU8(12)**

Description macroscopique du bloc A74BXU8(12)

Le bloc A74BXU8(12) pèse 5,9 kg pour un volume de 3963 cm³ (cf. Tableau V-1). Il présente une surface active F1 abrasée, relativement plane, presque entièrement maculée de résidu de couleur rouge, parsemée de traces sinueuses noires (Fig. V-9).



Figure V-9 : Photographie de la meule A74BXU8(12)

Caractérisation de la meule A74BXU8(12)

Le substrat rocheux présente une composition chimique cohérente avec les blocs précédents. Des teneurs élevées en Ca sont également mesurées. Ici, les éléments Ca et S ne semblent pas corrélés.

Le Fe caractéristique de la composition chimique des résidus colorés ne semble pas associé à d'autres éléments mineurs caractéristiques car présent en trop faible quantité, peu significative par rapport au substrat rocheux.

❖ **Bloc rocheux A74BXU6**

Description macroscopique du bloc A74BXU6

Le bloc rocheux issu du sixième niveau élémentaire, A74BXU6, se présente sous forme triangulaire (Fig. V-10), avec une masse inférieure au kilogramme (0,9 kg) et un volume de 146 cm³ (cf. Tableau IV-1). Sa surface est presque entièrement maculée d'un aplat de couleur rouge, recouvert ponctuellement de sédiments sableux et de traces cendreuses (Fig. V-11). Elle est abrasée selon un grand axe ; les sommets des grains de quartz sont très émoussés et les creux remplis de résidus de couleur rouge. Ces observations montrent que le bloc A74BXU6 est une **molette**, dont la surface active a servi à la préparation de la matière picturale.



Figure V-10 : Photographie de la molette A74BXU6

Caractérisation de la molette A74BXU6

Les analyses pXRF montrent des différences de composition chimique entre le substrat rocheux de la surface active abrasée (F1) et celui de la face non travaillée (F2). Si les teneurs en Al, Si, P, K et Ti varient peu d'une face à l'autre, en revanche, une augmentation des teneurs en Ca, S et de manière moins importante en Fe est observée sur la surface active F1. Des teneurs significatives en Fe sont détectées au niveau des différents points de mesure réalisés sur l'aplat rouge. La présence de P peut s'expliquer par l'altération du quartzite, ou être un indice de préparation de substances végétales et/ou animales. Une association entre les éléments Ca et S peut une nouvelle fois traduire la présence d'un sulfate de calcium liée à une altération *ante* ou *post* enfouissement.

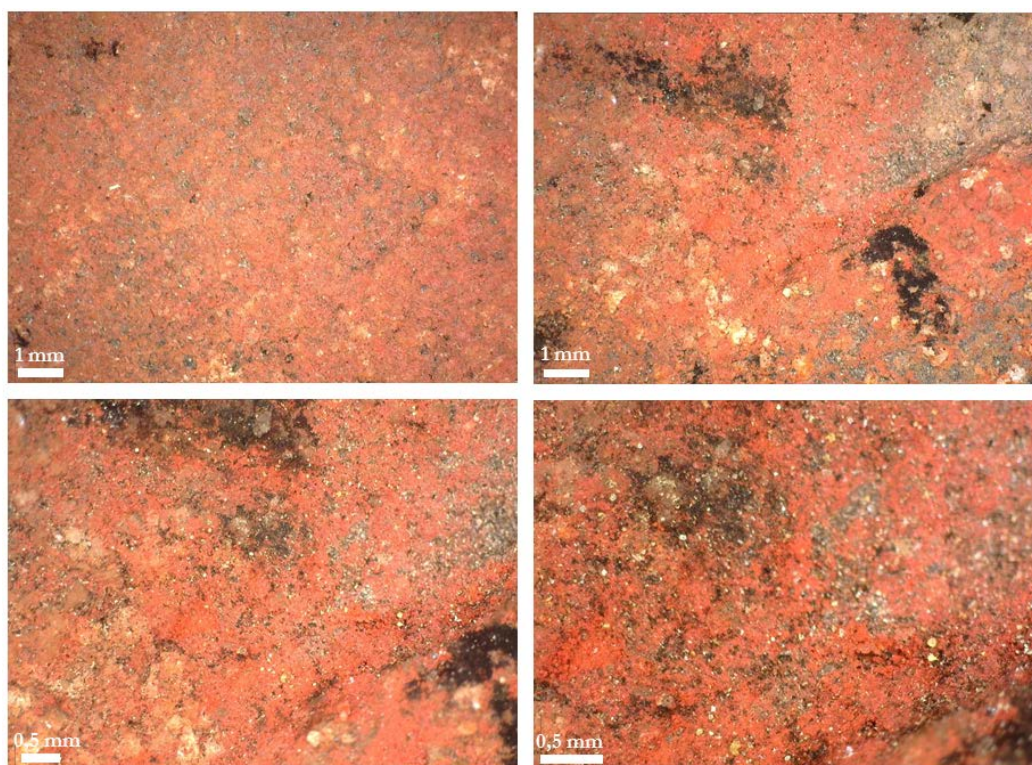


Figure V-11 : Macrophotographies de l'aplat coloré sur la molette A74BXU6

La molette A74BXU6 a également été analysée par μ XRF. Au total, dix-neuf points de mesure ont été enregistrés sur différentes zones situées sur la surface abrasée et colorée F1 (Tableau V-3). Ces zones sont caractérisées par différentes couleurs et textures. Les zones dépourvues de résidu coloré affichent des tons bruns plus ou moins sombres (Fig. V-12a) avec une texture granuleuse. Quelques zones de couleur blanche sont visibles par endroits (Fig. V-12b). Les zones de couleur rouge présentent deux textures différentes, l'une compacte (Fig. V-12c) et l'autre granuleuse (Fig. V-12d). De petites plaquettes (Fig. V-12e) ou d'amas de couleur rouge sont également observés. De petites zones noires (Fig. V-12f) présentant une texture granuleuse sont réparties sur l'ensemble de la zone colorée.

De grandes tendances se dessinent entre les différentes zones observées et les compositions chimiques obtenues. On note que Si est majoritaire sur l'ensemble des zones analysées, à l'exception de deux zones présentant des teneurs plus élevées en Fe, au niveau du résidu rouge. Ces deux zones sont caractérisées par la présence de résidus rouges sous la forme d'une petite plaquette (0,5 mm de diamètre) et d'une zone rouge granuleuse. Les teneurs en Ti sont faibles ne dépassant qu'une seule fois le pourcentage atomique et celles en K restent constantes aux alentours de 2 % en moyenne. Les zones aux tons bruns associées au substrat ont des compositions chimiques dominées par Si. Les éléments Al, P, S et Ca présentent des teneurs variant de 5 à 10 % en moyenne, tandis que les concentrations en magnésium (Mg), K et Fe tournent autour de 2 – 3 %. Les points de mesure enregistrés sur les deux zones blanches présentent des compositions distinctes comme illustrées dans le tableau V-3. Ceci ne permet pas d'associer une composition chimique particulière à ces zones. Les zones rouges montrent des teneurs élevées en Fe avec une moyenne de 22 %, à l'exception des deux

zones rouges à texture compacte dont les teneurs en Fe sont de 3 – 4 %. Les concentrations moyennes en Mg, Al et K sont similaires à celles du substrat, tandis que celles en P, S et Ca sont légèrement plus faibles. Les mesures effectuées sur les zones noires granuleuses indiquent quant à elles, outre de fortes teneurs en Si (70 % en moyenne), des teneurs moindres en Mg, Al, P, S et Ca par rapport aux zones précédemment décrites. Les teneurs en Fe sont plus élevées que celles mesurées sur le substrat mais restent inférieures à celles relevées sur les zones colorées.

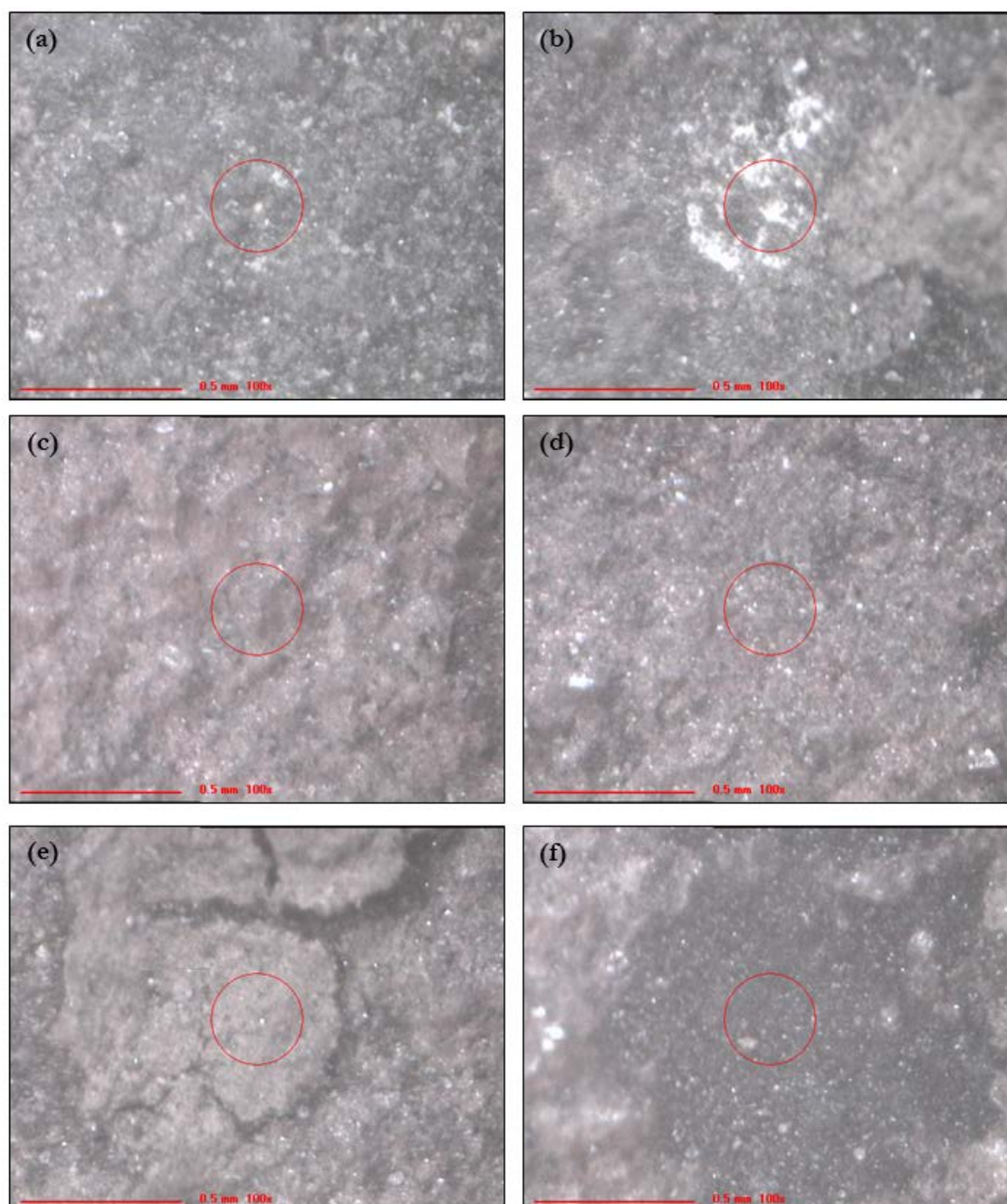


Figure V-12 : Types de zones observées lors des analyses μ XRF sur la surface active de la molette A74BXU6 (○ : zone analysée)

(a : zone brune ; b : zone blanche ; c : zone rouge compacte ; d : zone rouge granuleuse ; e : plaquette de couleur rouge ; f : zone noire)

Élts chimiques	Mg	Al	Si	P	S	K	Ca	Ti	Fe
Zones analysées									
substrat	3,75	9,00	51,05	13,65	4,26	2,71	11,02	0,68	3,71
substrat	4,00	7,04	55,74	9,71	8,36	2,73	9,65	0,57	2,19
substrat	3,01	7,37	61,57	11,92	4,26	2,02	7,32	0,48	1,96
substrat	2,47	6,73	70,48	8,64	2,71	1,91	4,40	0,98	1,65
substrat	4,14	6,80	55,83	7,63	7,38	3,13	10,85	0,91	3,22
substrat	2,39	5,48	72,35	3,78	7,42	1,77	5,63	0,28	0,85
blanche	4,93	9,21	42,69	11,65	4,87	4,03	13,19	0,67	8,63
blanche	1,38	4,17	77,95	2,56	7,88	1,56	3,26	0,09	1,10
rouge (compacte)	1,61	7,29	74,57	5,45	1,64	2,14	3,44	0,82	3,01
rouge (compacte)	1,36	4,76	79,49	3,82	1,03	1,14	2,58	1,47	4,34
rouge (granuleuse)	6,44	7,26	32,96	3,70	5,55	2,34	16,38	0,52	24,69
rouge (granuleuse)	1,99	5,27	51,1	2,21	5,26	1,17	5,49	0,15	27,59
rouge (granuleuse)	2,30	7,60	34,05	3,92	2,67	1,03	5,44	0,30	42,61
rouge (granuleuse)	2,82	7,46	62,06	5,91	3,15	1,55	3,47	0,27	13,24
rouge (granuleuse)	1,99	8,09	64,47	5,85	1,72	1,93	4,14	0,30	11,37
rouge (granuleuse)	2,21	6,34	49,35	2,68	1,34	0,94	3,69	0,35	33,07
plaquette sur zone rouge	6,73	6,35	29,18	3,30	3,76	1,68	9,00	0,46	39,46
noire	1,47	4,65	68,36	4,76	3,10	2,34	5,38	0,41	9,46
noire	1,70	5,05	73,51	5,69	1,92	2,31	4,57	0,34	4,85
moyenne	2,98	6,63	58,25	6,15	4,12	2,02	6,78	0,53	12,46

Tableau V-3 : Éléments majeurs et mineurs composant la molette A74BXU6 identifiés par μ XRF (résultats en % atomique)

1.1.3. Synthèse et interprétations

Les quatre blocs étudiés présentent des résidus de type minéral. Seule une étude plus adaptée, type micro-FTIR ou chromatographie (nécessitant un prélèvement), pourrait permettre de confirmer ou non la présence de résidus végétaux et/ou animaux. Les surfaces aplanies et abrasées, ainsi que la répartition des résidus colorés à la surface des blocs, suggèrent une fonction commune pour trois d'entre eux, celle de **meule** dont la surface active a été utilisée pour extraire de la poudre colorante et *in fine* préparer la matière picturale, et celle de molette pour le vestige A74BXU6.

Afin d'identifier la nature des résidus colorés observés sur les meules et la molette, des analyses par fluorescence X (pXRF et μ XRF) ont été réalisées. L'analyse des taches colorées intègre celle du substrat sous-jacent. La difficulté est de « soustraire » ce dernier signal pour faire ressortir la spécificité de l'analyse de la matière colorée.

La caractérisation des blocs rocheux a mis en évidence une chimie cohérente au niveau du substrat de nature quartzitique présentant d'autres éléments mineurs (Al, P, S, K, Ca, Ti, Fe). Ce résultat montre que les surfaces sur lesquelles ont été abrasées les matières minérales ont subi des altérations chimiques. L'élément Al est constant d'un vestige à l'autre, de même que les éléments K, Ti et Fe dont les concentrations n'excèdent que très rarement le pourcentage atomique. Seules les teneurs des éléments P, S et Ca montrent des variations d'un vestige à l'autre : les teneurs en S sont inférieures à celles de P et de Ca sur les meules et la molette. Pour résoudre les problèmes de corrélation entre ces éléments chimiques, les analyses en μ XRF apparaissent nécessaires. Les mesures effectuées en μ XRF sur la molette A74BXU6 montrent une certaine corrélation entre Ca et S (Fig. V-

13). On peut donc supposer qu'un dépôt naturel de sulfate de calcium, tel que du gypse ou des oxalates de calcium, se soit formé sur la surface active de la molette avant ou après son enfouissement. Il est impossible de déterminer à quand remonte la première utilisation de la molette. De même, il est également hors de portée de savoir si ce dépôt s'est formé avant le premier usage du bloc rocheux en tant que molette, pendant son utilisation ou après son abandon. Les meules et la molette ayant été retrouvées dans trois niveaux élémentaires consécutifs au sein du même carré de fouille, il est tentant d'étendre cette supposition aux trois meules, qui montrent également des teneurs plus ou moins importantes en Ca et S. La présence de l'élément P est, quant à elle, liée à l'altération chimique du quartzite. Ainsi, en faisant abstraction du signal lié à la nature quartzitique du substrat rocheux, les résultats montrent des résidus de couleur rouge enrichis en Fe. Ceci indique qu'un ou plusieurs minéraux durs et riches en Fe ont été abrasés sur les meules et avec la molette.

Il est commun de penser que la présence de résidus colorés en surface de macro-outils puisse apporter un premier indice indiquant une activité à la préparation de la matière picturale, notamment de pulvérisation avérée sur le site que ce soit par concassage, broyage, raclage, abrasion ou frottement. Les analyses chimiques effectuées permettent de conclure que les différents résidus de couleur rouge présents sur les blocs rocheux ont une composition chimique enrichie en Fe par rapport à celle des blocs rocheux. La présence commune du fer à tous ces dépôts colorés est cohérente avec la présence d'hématite associée avec différentes phases minérales argileuses, siliceuses ou carbonatées. Cette information, croisée avec l'observation de traces d'abrasion intense sur les surfaces des blocs rocheux, suggèrent l'extraction de poudre colorante rouge à partir de minéraux durs et riches en fer (telle l'hématite) pour, au vu du contexte archéologique et rupestre, produire de la matière picturale. Les analyses structurales réalisées sur les meules et la molette par spectrométrie Raman portable et par DRX n'ont pas abouti à des résultats exploitables.

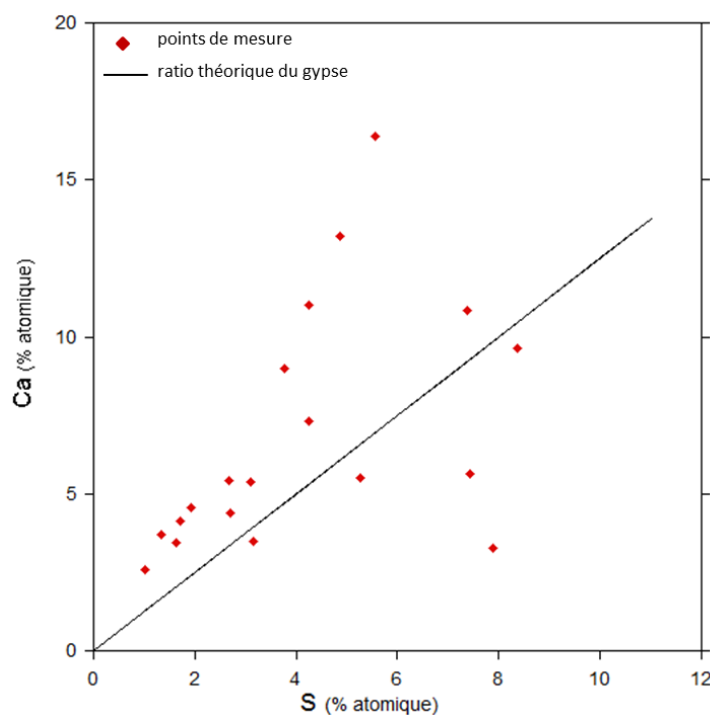


Figure V-13 : Ratio Ca/S mesuré (et théorique) sur la molette A74BXU6 lors des analyses par μ XRF

De nouvelles mesures sont à envisager afin de parvenir à identifier la nature des phases minérales composant les résidus de couleur rouge observés. Pour ce faire, les conditions expérimentales d'acquisition sont néanmoins à reconsidérer ; le besoin de recourir à des méthodes invasives nécessitant un micro-prélèvement est en effet à prendre en considération. Par ailleurs, ces analyses pourront également apporter un début d'éléments de réponse quant à la question de la présence ou non de résidus liés à la préparation d'autres matières autres que minérales, telles des matières animales et/ou végétales. Ce n'est qu'une fois la présence de phases mal cristallisées ou amorphes mises en évidence que de nouvelles observations microscopiques associées à des techniques d'analyses spécialisées dans l'étude des résidus organiques, telle la spectrométrie de masse couplée à la chromatographie en phase gazeuse, pourront alors être mises en œuvre afin de préciser leur nature.

Une comparaison entre les traces d'abrasion observées sur la surface active des meules et les stigmates enregistrés sur les pièces facettées et striées est une piste à poursuivre afin de voir si des correspondances peuvent être mises en évidence entre les types de trace d'utilisation et ainsi reconstituer au mieux l'histoire technologique de ces macro-outils mais aussi celle des pièces facettées et striées.

1.2. Les pièces facettées et striées

1.2.1. Protocole d'étude des pièces facettées et striées

Les dix-huit pièces présentant des marques de striation et des facettes d'usure ont été analysées par pXRF, en configuration dite de laboratoire. Selon la taille de ces pièces facettées et striées, plusieurs points de mesure ont pu être enregistrés. En raison de la présence de stries d'utilisation, aucun prélèvement n'a été effectué sur ces pièces, d'où la mise en œuvre de la technique PIXE qui a permis d'évaluer quantitativement les teneurs en éléments chimiques majeurs, mineurs et traces de douze pièces facettées et striées, ainsi que d'obtenir des cartographies chimiques. La nature des phases cristallines a été étudiée par analyse par rayonnement synchrotron couplant à la fois les techniques par SR- μ DRX et SR- μ XRF (Fig. V-14) sur ces pièces sur la ligne de lumière DIFFABS, au sein du centre de rayonnement synchrotron SOLEIL (Paris, France). Les données acquises sont actuellement en cours de traitement.

Pièces facettées et striées		
PIXE	Ø	
μ -Raman, pRaman	Ø	×
DRX	Ø	×
SR- μ DRX/ μ XRF	Ø	

Figure V-14 : Techniques d'analyse appliquées à l'étude des pièces facettées et striées
(Ø : aucune préparation ; × : échec « manip »)

1.2.2. Description macroscopique et mésoscopique

Les dix-huit pièces facettées et striées retrouvées à Nawarla Gabarnmang présentent des couleurs, des dimensions et des configurations diverses, synthétisées dans la figure V-15. L'état de conservation de certaines d'entre elles ne laisse que quelques stries discernables sur des zones très localisées, voire quelques reliques de stries nécessitant un examen tracéologique approfondi.

Un premier enregistrement des caractéristiques principales des pièces a été réalisé en s'appuyant sur la littérature (Hodgskiss, 2010 ; Rifkin, 2012), leur étude tracéologique étant en cours de réalisation. Toutefois, il n'est pas possible d'appliquer exactement leurs critères de classification aux objets de Nawarla Gabarnmang. Dans leurs travaux respectifs, les auteurs cherchent, au travers de l'archéologie expérimentale, à créer une aide pour la classification des traces d'utilisation visibles sur les « *ocres* » archéologiques en fonction des procédés technologiques employés tels que l'abrasion, le raclage, l'entaillage ou encore le frottement pour en citer quelques-uns. Par exemple, d'après Tammy Hodgskiss (2010), les stries en forme de U sont associées typiquement à l'action d'abrasion. Bien qu'elle précise l'utilisation de deux supports rocheux différents, l'un en grès pour son grain grossier et l'autre en dolérite pour son grain plus fin, l'influence de la topographie de la surface active sur laquelle la matière est travaillée reste très peu exploitée (Hodgskiss, 2010:3349). Cependant, si la matière est abrasée sur une surface rocheuse présentant des grains anguleux ou arrondis, ou du moins plus émoussés, la forme des stries résultant de cette action sera forcément liée à la morphologie des grains, une abrasion sur des grains anguleux créant des stries en forme de V tandis qu'une abrasion sur des grains arrondis produira des stries en forme de U. De plus, la nature des matières ferrugineuses exploitées lors des différentes expérimentations peuvent avoir une histoire géologique différente de celle des pièces archéologiques de notre étude, conduisant à un comportement mécanique différent selon les procédés technologiques mis en œuvre.

Les critères retenus pour décrire les pièces facettées et striées de Nawarla Gabarnmang sont résumés dans le tableau V-4. Le tableau V-5 présente, quant à lui, les principales caractéristiques morphologiques de ces pièces.



A74AXU2-1



A74AXU10-4



A74AXU3



A74DXU3



A74AXU26



A74DXU16-1



A74FXU30(4)



A74NXU27T2



A74KXU9A(2)



A74NXU28-1 et A74NXU28-2



A74MXU5(1)



Figure V-15 : Planche photographique des pièces facettées et striées retrouvées à Nawarla Gabarnmang (échelle bleue à 1 cm ; échelle verte à 2 mm)

Caractéristiques	Appréciations	Valeurs
Couleur (en surface)	Observations macro et mésoscopiques	Noir Mauve Brun Rouge Orange Rose Jaune
Texture	Observations macro et mésoscopiques	Massive Compacte Granuleuse Caverneuse Poreuse
Masse	Balance de précision	Mesure à 0,0001 g près
Magnétisme	Test aimant	Oui/non
Forme et dimension de l'objet	Observations macroscopiques	Irrégulière Tabulaire Prismatique Pyramidal L., l. et h.
Forme des transformations mécaniques	Observations mésoscopiques	Abrasion Raclage Entaillage Frottement Combinaison
Facettes et profil	Observations mésoscopiques	Nb. de facettes Profil : plan, concave, convexe, combinaison
Forme des arêtes	Observations mésoscopiques	Émoussée Arrondie
Profondeur des stries	Observations mésoscopiques	Superficielle Profonde Combinaison
Orientation des stries	Observations mésoscopiques	Parallèle Désorientée Longitudinale Transversale Oblique Combinaison
Inclusions	Observations mésoscopiques	Quartz Gypse Hématite spéculaire Etc.

Tableau V-4 : Grille de description des pièces facettées et striées de Nawarla Gabarnmang

	Couleur	Pouvoir colorant	Texture	Mag.	Inclusions	Dimensions (cm) (L × l × h)	Masse (g)	Forme
A74AXU2-1	Noir-rougâtre	Nul	Compacte, caverneuse	non	Quartz + sédiments sablo-cendreaux	2,7 × 1,8 × 1,3	8,32	Irrégulière
A74AXU3	Noir-rougâtre	Nul	Compacte, caverneuse	oui	Quartz + sédiments sablo-cendreaux	2,1 × 1,8 × 1	3,02	Pseudo tabulaire à base triangulaire plano-convexe
A74AXU10-4	Rouge vif	Fort	Poudreuse, non poreuse	oui	Quartz + sédiments sablo-cendreaux	0,9 × 0,4 × 0,4	0,12	Pseudo tabulaire à base rectangulaire plano-convexe
A74AXU26	Rouge	Nul	Compacte, poreuse	non	Quartz + sédiments sablo-cendreaux	2,6 × 1,7 × 0,8	6,73	Tabulaire à base semi-ovoïde
A74DXU3	Gris sombre rougeâtre	Nul	Compacte, non poreuse	oui	Quartz	1,5 × 1 × 0,8	1,28	Tabulaire à base rectangulaire plano-convexe
A74DXU16-1	Rouge	Nul	Compacte, non poreuse	oui	Quartz + sédiments sablo-cendreaux	4,1 × 2 × 1,6	34,09	Fusifforme plano-convexe
A74FXU30(4)	Rouge	Faible	Compacte, poreuse à caverneuse	non	Quartz + sédiments sablo-cendreaux	1,8 × 0,9 × 0,8	1,09	Pyramidale à base triangulaire plano-convexe
A74KXU9A(2)	Rouge brique et rose	Faible	Granuleuse, non poreuse	non	Quartz + sels ?	2,2 × 1,6 × 0,9	3,10	Pyramidale à base triangulaire plano-convexe
A74MXU5(1)	Gris argenté + violet	Nul	Compacte, non poreuse	non	Quartz + sédiments sablo-cendreaux	2,2 × 1,2 × 1	9,85	Tabulaire à base rectangulaire concave

Tableau V-5 : Résumé des caractéristiques morphologiques des pièces facettées et striées (Mag. : magnétisme) (1^{ère} partie)

	Couleur	Pouvoir colorant	Texture	Mag.	Inclusions	Dimensions (cm) (L x l x h)	Masse (g)	Forme
A74NXU27T2	Rouge	Nul	Compacte, poreuse à caverneuse	non	Quartz + sédiments sablo-cendreux	2,5 x 1,5 x 0,6	6,28	Tabulaire à base irrégulière
A74NXU28-1	Rouge vif	Fort	Poudreuse, non poreuse	oui	-	0,8 x 0,6 x 0,4	0,23	Tabulaire à base rectangulaire plane
A74NXU28-2	Rouge vif	Fort	Poudreuse, non poreuse	oui	-	0,8 x 0,5 x 0,4	0,16	Tabulaire à base rectangulaire plane
A74RXU11	Rouge	Nul	Compacte, poreuse à caverneuse	oui	Quartz + sédiments sablo-cendreux Végétaux	1,1 x 0,7 x 0,6	0,36	Pyramidale à base triangulaire plano-concave
A74RXU18(4)	Jaune rougeâtre	Faible	Granuleuse, non poreuse	non	Quartz + sédiments sablo-cendreux	3 x 1,6 x 1,3	3,46	« Toiture à deux versants plans »
A74RXU21T1	Rouge	Nul	Compacte, non poreuse	non	Quartz + sédiments sablo-cendreux	2,5 x 1,5 x 0,6	3,23	Tabulaire à base rectangulaire plano-convexe
A74RXU23-1	Rouge	Faible	Compacte, caverneuse	non	Quartz + sédiments sablo-cendreux	2,5 x 2,5 x 1,1	20,29	Irrégulière
A74RXU34N1	Gris sombre rougeâtre	Nul	Compacte, poreuse à caverneuse	non	Quartz + sédiments sablo-cendreux	3 x 1,8 x 1,9	28,87	Irrégulière
A74RXU35N1	Rouge	Nul	Compacte, non poreuse	non	Quartz + sédiments sablo-cendreux	1,1 x 0,7 x 0,5	1,34	Tabulaire à base rectangulaire plane

Tableau V-5 : Résumé des caractéristiques morphologiques des pièces facettées et striées (Mag. : magnétisme) (2nde partie)

Observations macroscopiques et mésoscopiques

Couleur et pouvoir colorant

Les pièces facettées et striées arborent des couleurs tirant plus ou moins sur le rouge selon les facettes examinées. Trois pièces facettées et striées se caractérisent par une bichromie :

- Un mélange hétérogène de rouge et de rose pour la pièce A74KXU9A(2) ;
- Une couche de couleur mauve à éclat lustré recouvre partiellement la masse de couleur argentée montrant des reflets métalliques intenses de la pièce A74MXU5(1) ;
- Une couleur jaune domine sur la pièce A74RXU18(4), avec du rouge sur les extrémités des plages usées. Cette association de couleurs soulève quant à elle la question du traitement thermique, qu'il soit accidentel ou volontaire.

Le pouvoir colorant est, d'après la grille établie (cf. Tableau V-4), nul pour onze pièces. Il est faible, colorant la peau ou le sachet plastique dans lequel la pièce était conservée pour quatre d'entre elles. Seules les pièces A74AXU10-4, A74NXU28-1 et A74NXU28-2, possèdent un pouvoir colorant fort, c'est-à-dire que la peau colorée colore à son tour par simple contact (Fig. V-16).

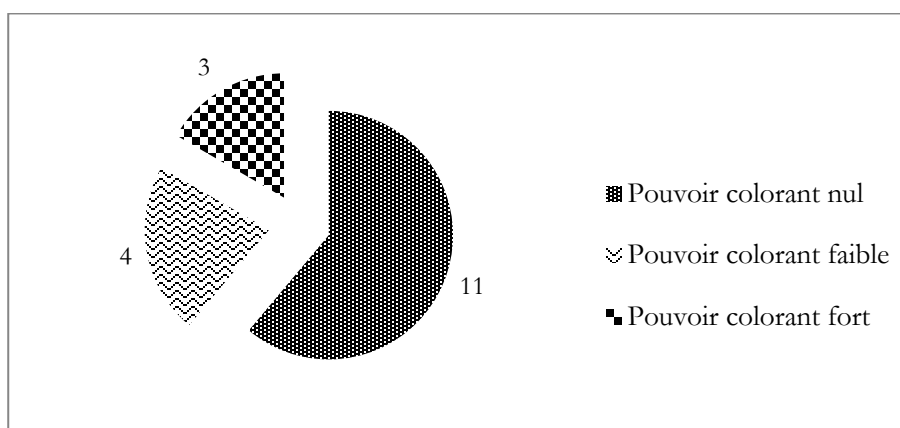


Figure V-16 : Proportion du degré du pouvoir colorant des pièces facettées et striées

Texture, inclusions minérales et magnétisme

La moitié des pièces sont poreuses, voire cavernueuses avec un réseau poreux plus étendu au sein même de la matière. Du sédiment sablo-cendreuse est quasi omniprésent sur les pièces. Des amas sous forme de plaquettes d'hématite ont été observés sur six pièces. Un rapide test effectué avec un simple aimant s'est révélé positif pour sept pièces, mettant en évidence une aimantation spontanée. Les pièces sur lesquelles la présence de plaquettes d'hématite a été relevée ne possèdent pas d'aimantation spontanée, ce qui est en accord avec les propriétés paramagnétiques de l'hématite.

Dimensions et masse

La représentation de la masse des pièces facettées et striées en fonction de la taille du plus grand axe révèle une partition des objets facettés en trois groupes (Fig. V-17). Trois objets sont de très petite taille, inférieure au centimètre. Les objets de taille moyenne présentent une longueur du plus grand axe inférieure à 3 cm. Les trois grands objets présentent une longueur de plus grand axe approximativement égale ou supérieure à 3 cm. De même, on constate que plus de la majorité des pièces, soit un total de onze objets, ont une masse comprise entre 1 et 10 g, tandis que quatre objets ont une masse inférieure au gramme. Les trois pièces les plus lourdes ont une masse qui varie entre 20 et 30 g (A74DXU16-1, A74RXU23-1 et A74RXU35N1).

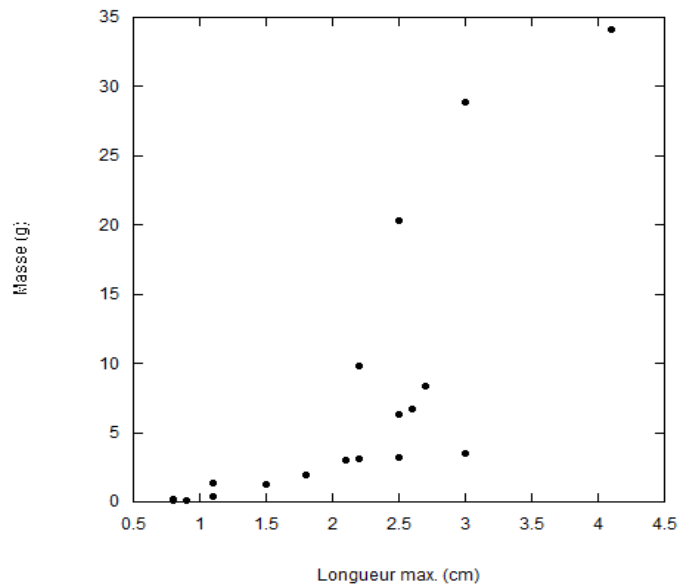


Figure V-17 : Relation de proportionnalité entre la longueur et la masse des pièces facettées et striées

Les dimensions des pièces facettées et striées sont variables, d'un peu moins d'un centimètre de long à 4 cm de long. Dans la majorité des cas, la longueur maximale est comprise entre 2 et 4 cm, ce qui en fait des objets idéaux pour la prise en main. Au-dessous de cette taille, les pièces peuvent avoir subies des fragmentations suite au travail d'extraction de poudre.

Morphologie

Il n'existe pas de morphologie typique des pièces facettées et striées retrouvées à Nawarla Gabarnmang. Alors que trois pièces ne présentent pas de forme particulière, pouvant même être qualifiée d'irrégulière, dix pièces apparaissent sous forme tabulaire, à base triangulaire, rectangulaire ou semi-ovoïde, et trois autres pièces se caractérisent par une forme pyramidale à base triangulaire. Deux pièces se distinguent de leurs pairs par leur forme unique, fusiforme pour la pièce A74DXU16-1, et en forme de « toiture à deux versants » pour A74RXU18(4).

Aucune des pièces facettées et striées a été mise en forme pour être utilisée comme un crayon², c'est-à-dire appliquée directement à même la surface rocheuse pour dessiner un motif pictural.

Technique d'extraction de poudre colorante

Toutes les pièces ont été travaillées directement sur des outils abrasifs relativement plans, présentant une certaine rugosité et une dureté pour accrocher la matière colorante. Suivant la morphologie du support abrasif employé, une ou plusieurs facettes à courbure plane, plano-convexe ou plano-concave peuvent se former. Les facettes ainsi formées portent des plages de stries dont la morphologie, le nombre et la répartition peuvent varier non seulement en fonction du geste, mais également du support, selon sa granulométrie, et de la nature de la matière première (Dayet, 2012 ; Pradeau, 2015). Lors de ses expérimentations sur des matières colorantes, Hodgskiss (2010) a montré que l'abrasion permet de produire une poudre homogène de granulométrie fine.

En plus d'avoir été abrasées, trois pièces, A74KXU9A(2), A74RXU18(4) et A74RXU35N1, ont également été raclées. Le raclage a nécessité un outil tranchant de dureté supérieure à celle de la matière première travaillée, ce qui rend cette technique parfaitement adaptée aux matières colorantes tendres (Salomon, 2009 ; Dayet, 2012 ; Pradeau, 2015). Le raclage a tendance à favoriser la formation de facettes plutôt concaves, striées et au relief irrégulier. Par ailleurs, il est plus précis et contrôlé que l'abrasion, bien que moins productif (Pradeau, 2015).

Ainsi, à l'exception de la pièce A74AXU26, les objets facettés et striés ont été travaillés de sorte d'extraire de la poudre colorante (comm. pers. H. Salomon, 2017), en des quantités plus ou moins importantes.

Stigmates d'utilisation

L'observation des différentes pièces montre une nette différence entre la surface naturelle de celles-ci, généralement irrégulière, et les surfaces travaillées, plus aplanies, parfois même polies. Par ailleurs, les facettes d'usure et les stries observées ressemblent à celles reportées sur des objets facettés et/ou striés retrouvés non seulement en Terre d'Arnhem (Davidson et Noble, 1992 ; David *et al.*, 2011, 2014, 2017b ; James *et al.*, 2017) mais également dans d'autres contextes préhistoriques, à la fois spatiaux et temporels (Vilhena-Vialou *et al.*, 1996 ; Henshilwood *et al.*, 2001 ; Barham, 2002 ; Chalmin *et al.*, 2004a ; Soressi et d'Errico, 2007 ; Salomon, 2009 ; d'Errico *et al.*, 2012 ; Hodgskiss, 2013 ; Dayet *et al.*, 2013b, 2014 ; Mathis *et al.*, 2014). De plus, la position et la morphologie des facettes d'usure ne semblent pas aléatoires, indices laissant supposer un ouvrage intentionnel de ces pièces.

² Une forme « crayon » se définit par la présence de séries de fines incisions parallèles sur des extrémités pointues ou à l'intersection entre des facettes.

Les facettes sont généralement situées sur les surfaces les plus grandes offertes par l'objet, aussi bien sur les faces supérieures et/ou inférieures, sur les bords, mais également en partie proximale et distale. Les bords de certaines pièces semblent avoir été utilisés de façon à produire des facettes planes à légèrement concaves ou convexes, plus ou moins allongées. Le nombre de plages usées varie d'une pièce à l'autre et semble dépendre plus de la nature de la matière travaillée que de sa taille. La morphologie des arêtes, arrondie ou émoussée, permet de mettre en évidence des cassures ayant pu se produire *ante* ou *post* formation des facettes. De plus, il est parfois possible de dire si ces cassures se sont faites de manière naturelle (*post* abandon) ou si elles ont été créées par la main de l'Homme.

Les différentes séries d'incisions plus ou moins régulières observées apparaissent d'origine anthropique, non formées suite à un phénomène naturel *post*-dépositionnel. De manière générale, les stries observées sont fines et recouvrent la quasi-totalité des surfaces usées. On retrouve des stries longitudinales, transversales ou obliques par rapport à un axe principal. De rares stries plus grossières et désorientées ont également pu être observées. Les changements d'orientation peuvent éventuellement traduire des changements de gestuelle voire également d'opérateur, lors d'événements différents, espacés ou non dans le temps.

L'état de conservation des stries varie d'une pièce à l'autre. Les stries peuvent être soit dans un excellent état de conservation, permettant leur visualisation à œil nu, soit dans un état plus altéré, rendant bien difficile leur lecture. En effet, si la présence de stries répondant à une disposition particulière, qui plus est, bien marquées, a tendance à appuyer l'idée de transformations anthropiques, le statut des stries plus désorientées ainsi que celui des stries plus effacées est, quant à lui, plus incertain. Enfin, dans l'état des recherches actuelles, il est également compliqué de déterminer si les stries ont été réalisées au cours d'une seule session ou de plusieurs, probablement séparées dans le temps.

Histoire technologique

Les pièces de matière colorante ainsi travaillées présentent une à plusieurs facettes, couvertes de striations plus ou moins fines, avec des orientations variables. La localisation des facettes sur la pièce ainsi que l'orientation des striations peuvent permettre de reconstituer la gestuelle des artistes pour travailler ces pièces (Tableau V-6). L'histoire technologique lue au travers des stigmates d'utilisation (facettes, stries et arêtes) enregistrés par les pièces facettées et striées peut permettre de remonter aux gestes techniques des artistes. Deux exemples détaillés de l'histoire technologique illustrent l'apport de l'étude des traces d'utilisation liées à des transformations mécaniques.

La pièce A74RXU11, à section triangulaire, présente trois facettes et l'ébauche d'une quatrième sur la face inférieure plane. Les facettes sur les bords gauche et droit ont été préalablement formées (Fig. V-18). Des stries longitudinales parcourent la facette du bord gauche tandis que des stries obliques sont observées sur la facette du bord droit. Dans un second temps, la facette de la partie distale a été réalisée, sur laquelle des stries transversales sont visibles. Pour terminer, la création d'une quatrième et dernière facette sur la face inférieure a été tentée, où quelques stries transversales se sont imprégnées. De manière générale, les stries sont bien marquées sur les trois premières facettes formées. La nature des cassures reste encore indéterminée.

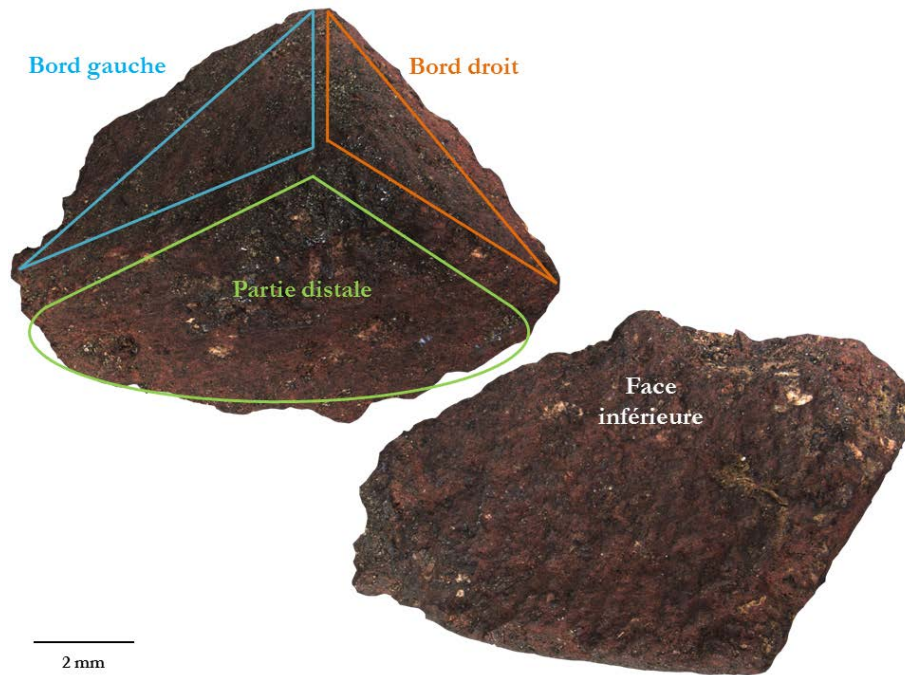
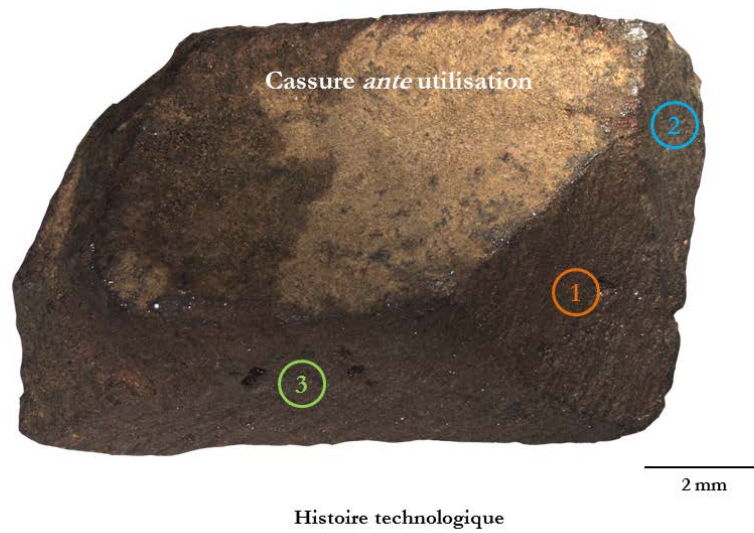


Figure V-18 : Illustration de l'histoire technologique de la pièce A74RXU11

La pièce A74RXU35N1 affiche une forme tabulaire à section rectangulaire (Fig. V-19). Ses surfaces sont planes, avec des facettes polygonales et des arêtes bien marquées. À l'origine, il s'agissait d'un petit bloc deux fois plus volumineux qui a été cassé avant la toute première utilisation, au niveau de la face supérieure. La pièce a tout d'abord été raclée avant d'être abrasée sur quatre plages. Une première facette de forme triangulaire, parcourue de stries obliques, a été formée. Une deuxième facette, plus petite et de forme triangulaire, a été créée. Des stries transversales y sont visibles. On note aussi des stries sommitales plus profondes et la présence de micro-stries. Une action d'abrasion a également été entreprise sur la face inférieure, mais cette dernière a été assez rapidement abandonnée comme le prouve le faible nombre de stries très peu marquées. Enfin, le large bord droit a lui aussi été bien abrasé sur toute sa surface et exhibe des stries transversales. Au milieu de cette surface, une zone écrasée à l'intérieur d'une strie est visible ; cette zone correspond à un point d'impact qui a résulté en une cassure *post* abrasion de la pièce (Fig. V-20).



- 1 Surface triangulaire avec stries obliques
- 2 Surface triangulaire avec stries transversales
- 3 Bord droit avec stries transversales + stries sommitales et micro-stries
Point d'impact

Figure V-19 : Illustration de l'histoire technologique de la pièce A74RXU35N1

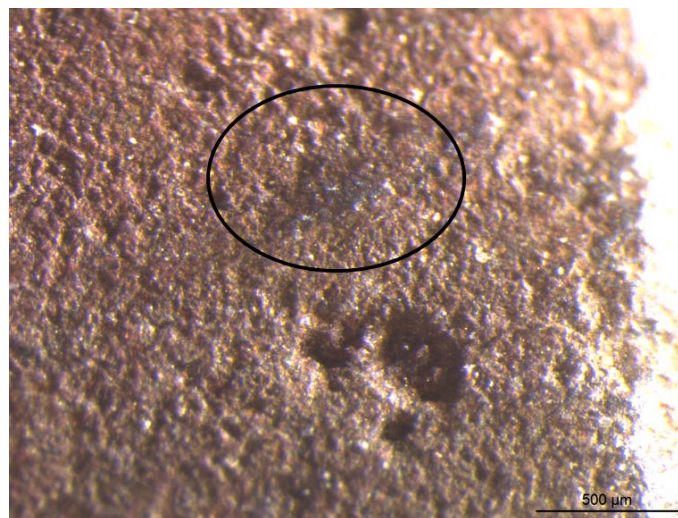


Figure V-20 : Localisation du point d'impact dans une strie sur le bord droit de la pièce A74RXU35N1

	Technique d'extraction	Traces d'utilisation	Histoire technologique
A74AXU2-1	Abrasion	1 facette, plane, polie Stries peu marquées	Abandon rapide de l'objet en raison de sa nature non appropriée à l'extraction de poudre colorante
A74AXU3	Abrasion	2 facettes sur un bord, avec stries longitudinales 1 facette sur la face plane, avec stries transversales Cassure <i>post</i> facettes	–
A74AXU10-4	?	État de surface tendre et altéré Facettes naturelles ou d'origine anthropique ? Vestiges de stries usées ? Pas d'organisation visible	–
A74AXU26	Abrasion	Stries peu marquées sur la face convexe colorée Stries visibles en partie proximale sur la face convexe	(1) Abrasion à plat de la face supérieure (2) Abrasion en arc de cercle sur toute la tranche d'un bord Non abrasée pour extraire de la poudre colorante
A74DXU3	Abrasion	Face inférieure naturelle Faisceau de fines stries obliques + quelques stries plus grossières et désorientées (récentes) sur face supérieure Série de petites facettes et stries transversales sur la partie distale Cassure <i>post</i> facettes	(1) Formation de la facette plane (2) Partie distale arrondie (3) Cassure <i>post</i> facettes
A74DXU16-1	Abrasion	Groupes de stries prononcées : transversales et obliques + 2 stries désorientées et isolées (rotation du poignet ?) Micro-facettes striées sur un bord et sur extrémité « pointue » Traces de desquamation naturelle <i>post</i> facettes	(1) Extrémité « pointue », proximale, utilisée en premier (2) Abrasion face et bord (3) Cassure <i>post</i> facettes
A74FXU30(4)	Abrasion	1 facette porteuse de stries marquées et longitudinales	(1) Abrasion sur une seule plage usée longitudinalement (2) Cassure <i>post</i> facettes
A74KXU9A(2)	Abrasion + racleage	1 bord avec arêtes émoussées et stries longitudinales, profondes causées par racleage 1 deuxième bord avec arêtes émoussées et stries mal conservées, transversales Stries transversales sur face concave Perte naturelle (?) de deux extrémités	–

	Technique d'extraction	Traces d'utilisation	Histoire technologique
A74MXU5(1)	Abrasion	À peine facetée, stries émoussées 3 plages usées	–
A74NXU27T2	Abrasion	Stries transversales-obliques et longitudinales sur une cassure <i>post</i> facettes	Abrasion puis cassure <i>post</i> facettes
A74NXU28-1	Abrasion	État de surface tendre et altéré 2 facettes d'origine anthropique, reliques de stries ?	–
A74NXU28-2	Abrasion	État de surface tendre et altéré 2 plages usées avec une série de 3 facettes porteuses de stries transversales et longitudinales Stries longitudinales sur un bord long	–
A74RXU11	Abrasion	3 facettes, tentative de facette sur la quatrième face Stries longitudinales, obliques et transversales	(1) Formation de 2 facettes sur deux faces (2) Formation de la troisième facette en partie distale (3) Tentative de facette sur la face inférieure
A74RXU18(4)	Abrasion + raclage	3 facettes porteuses de stries à plusieurs orientations : transversales et obliques	(1) Abrasion sur 3 faces (2 bords + partie distale) (2) Réutilisation des facettes par raclage (stries + micro-stries) avec un outil tranchant (3) Percussion (stries coupées par une cassure)
A74RXU21T1	Abrasion	1 facette convexe et stries longitudinales sur un bord Poli sur partie métallique	Abrasion sur le bord puis tentative d'abrasion sur la partie noire métallique qui a été polie par abrasion. Abandon de la tentative
A74RXU23-1	Abrasion	Stries sur facettes en partie proximale et distale Stries plus ou moins bien conservées, longitudinales, obliques Cassure <i>post</i> facettes en partie proximale	Abrasion puis cassure <i>post</i> facettes
A74RXU34N1	Abrasion	1 facette sur face supérieure avec de fines stries longitudinales 1 facette sur un bord avec des stries longitudinales et obliques	Cassure antérieure à l'abrasion
A74RXU35N1	Abrasion + raclage	3 facettes + une tentative sur une quatrième face Stries obliques, transversales Point d'impact	(1) Raclage (2) Abrasion sur 3 faces (tentative sur une quatrième) (3) Cassure <i>post</i> facettes

Tableau V-6 : Résumé des traces des transformations mécaniques subies par les pièces facetées et striées

Les observations conduites sur l'ensemble des pièces facettées et striées n'ont pas permis d'établir de relation entre le nombre de facettes et les dimensions, la masse, la couleur ou la morphologie des objets facettés. De même, aucun lien n'a pu être mis en évidence entre l'orientation, le nombre des stries et les caractéristiques des objets facettés. Aucune tendance ne se dégage, toutes les configurations possibles étant représentées.

À partir des divers éléments exposés précédemment, nous nous autorisons à conclure que les pièces présentant des facettes et des stries sont des vestiges archéologiques culturels, qui ont été utilisés par l'Homme. Les arguments retenus pour appuyer une telle affirmation sont : (i) les différences morphologiques entre le substrat non usité et les surfaces travaillées, (ii) la configuration non naturelle des facettes, et (iii) la finesse et la régularité des stries observées.

Toutefois, le statut culturel de deux pièces, A74**AXU**10-4 et A74**NXU**28-1, reste discutable faute de véritable étude tracéologique. Leur état de surface n'a effectivement pas permis de confirmer la présence de stries. La pièce A74**AXU**10-4 montre bien des facettes mais dont l'origine anthropique ou naturelle reste incertaine. Il semblerait que des vestiges de stries usées soient présents sur les facettes ; cependant, en l'absence d'organisation particulière, il est difficile de se prononcer plus. La pièce A74**NXU**28-1 présente quant à elle deux facettes planes, d'origine anthropique, dont l'état de surface est également très altéré et qui pourrait éventuellement contenir quelques reliques de stries.

1.2.3. Résultats des analyses chimiques

L'ensemble des pièces facettées et striées a été analysé par **pXRF** et plusieurs points de mesures ont été enregistrés. Le Fe est l'élément chimique prédominant mis à part pour la pièce A74**AXU**3 où Si est l'élément majoritaire. Les éléments Al, P, K, Ca et Ti sont détectés quasi systématiquement sur l'ensemble des pièces étudiées.

Quelques objets se distinguent par la présence d'un ou de plusieurs éléments chimiques peu détectés parmi l'ensemble des vestiges de l'assemblage archéologique :

- Seule la pièce A74**DXU**3 révèle la présence de manganèse (Mn) ;
- A74**KXU**9A(2) présente un enrichissement en baryum (Ba) et des spécificités selon la coloration. La zone de couleur rose révèle une composition riche en Fe (75 %) alors que la zone de couleur rouge est enrichie en Si et Ba ; on note également des teneurs plus élevées en P, K, Mn et S, tandis que celle en Fe est inférieure à 25 % ;
- Proche de la limite de détection, l'élément tungstène (W) est identifié sur trois objets, deux provenant du Carré R, A74**RXU**23-1 et A74**RXU**34N1, le troisième issu du Carré ILM, A74**MXU**5(1) ;
- L'élément Ti présente des teneurs significatives (>1 % d'oxyde) sur les pièces A74**RXU**11, A74**AXU**2-1 et A74**AXU**3.

Douze pièces présentant des facettes et des marques de striations ont été étudiées par **PIXE**. Les principaux résultats quantitatifs reportés dans les tableaux V-7 et V-8 indiquent une composition majeure riche en éléments Fe, Si et Al, sur l'ensemble de ces pièces, l'élément Si pouvant se trouver seul, sous forme de grains de quartz, et/ou associé avec l'élément Al sous forme d'aluminosilicate. Toutefois, ces résultats mettent aussi en évidence l'existence d'une signature physico-chimique unique associée à chacune des pièces étudiées, signature marquée par la présence d'un ou plusieurs éléments chimiques discriminants.

Les pièces facettées et striées du Carré A

❖ A74**AXU**2-1

Des teneurs élevées en P et Ti sont mesurées (environ 1 et 2,5 %). Les éléments traces zinc (Zn), gallium (Ga) et arsenic (As) sont détectés et distribués de manière homogène sur l'ensemble de l'objet. Les cartographies chimiques montrent la présence d'inclusions riches en zirconium (Zr) et niobium (Nb) associés au Ti (Fig. V-21) et une anti-corrélation entre Fe et Ti. Une phase d'aluminosilicates de potassium ainsi qu'une inclusion riche en Ca sont également identifiés.

❖ A74**AXU**3

La pièce se distingue par sa concentration en Si plus élevée que celle en Fe. Des teneurs significatives en P, K, Ca et Ti sont mesurées (de 2000 à 7500 ppm). Les éléments chimiques cuivre (Cu), rubidium (Rb) et strontium (Sr) sont détectés à hauteur de plusieurs dizaines de ppm et sont distribués de manière homogène sur la zone cartographiée. Mis à part Ti présent sous forme de grains, les autres éléments chimiques sont répartis plus uniformément. Tout comme pour la pièce A74**AXU**2-1, les éléments Zn, Ga et As sont détectés ; néanmoins, une association entre ces trois éléments semble se dessiner ainsi qu'une étroite relation avec le Fe, comme souligné par les cartographies chimiques correspondantes à ces éléments illustrées en figure V-22.

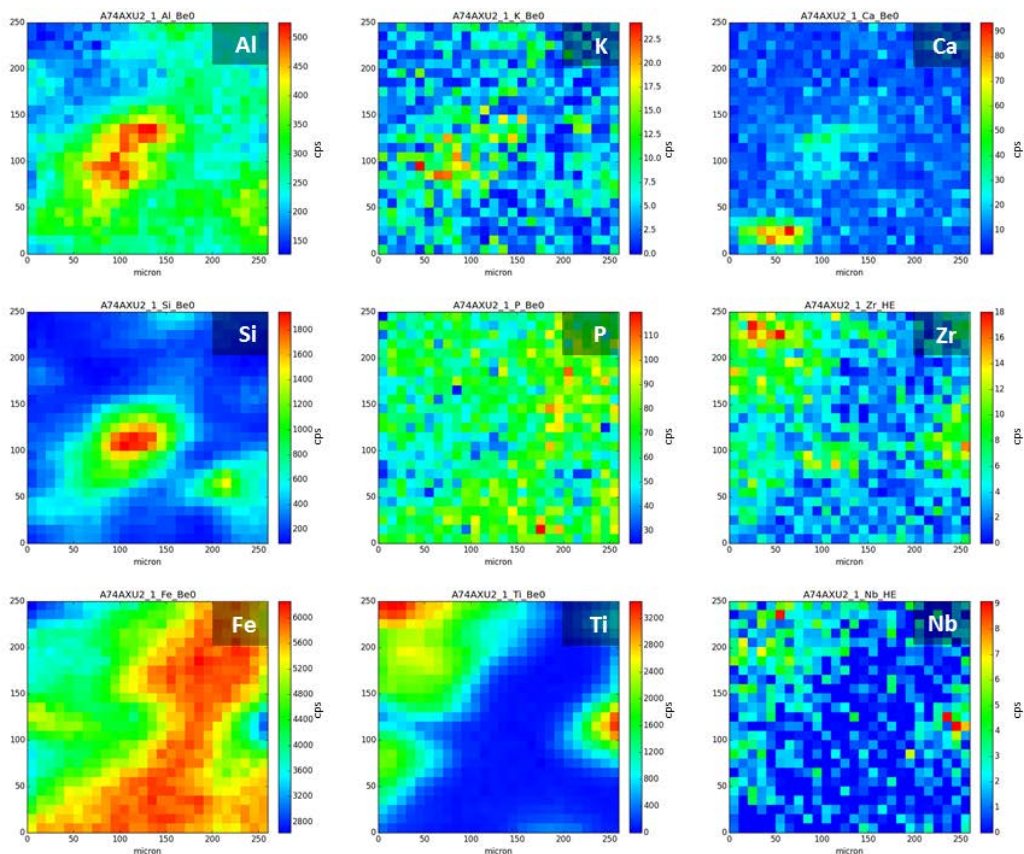


Figure V-21 : Cartographies chimiques de la pièce A74AXU2-1

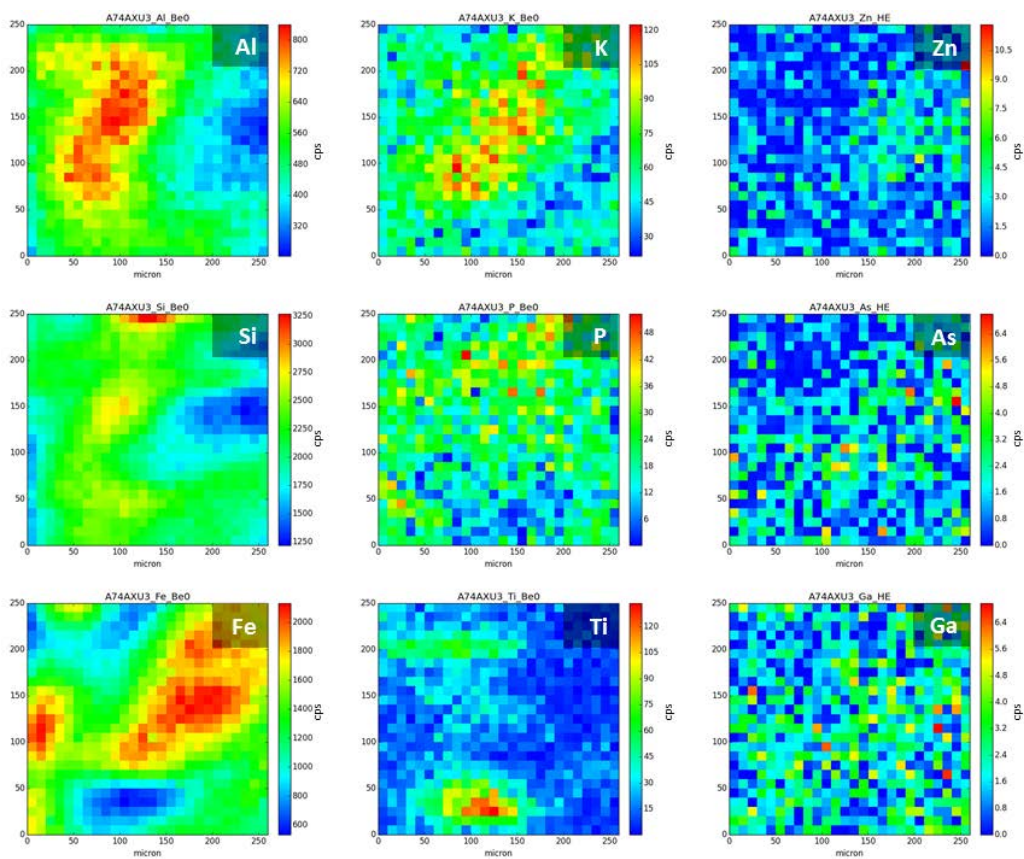


Figure V-22 : Cartographies chimiques de la pièce A74AXU3

	Na	Mg	Al (%)	Si (%)	P	S	Cl	K	Ca	Ti	V	Cr
AXU2-1	1605	917	4,95	4,38	9361	356	326	279	673	25495	759	39
AXU3	790	1253	8,29	25,87	7526	440	187	6442	2036	2609	244	44
AXU26	419	1609	4,86	13,87	1879	266	133	1271	331	630	194	<LOD
FXU30(4)	349	2114	7,58	10,95	2492	295	9	3340	239	1376	101	<LOD
NXU27I2	130	1446	5,58	10,05	1943	240	73	1141	56	986	147	<LOD
RXU18(4)	106	946	10,14	9,96	2416	454	92	706	272	2862	889	166
RXU21I1	368	872	12,87	26,32	2169	154	48	1085	145	3342	135	31
RXU23-1	283	468	2,07	2,70	891	163	82	367	71	674	370	<LOD
RXU34N1	208	1522	6,56	6,20	2223	361	73	757	91	1028	170	42
RXU35N1	<LOD	1078	4,52	4,49	1294	125	81	754	132	643	44	7

	Mn	Fe (%)	Cu	Zn	Ga	As	Rb	Sr	Zr	Ba	W	Pb
AXU2-1	230	51,76	<LOD	32	14	31	2	<LOD	90	31	8	<LOD
AXU3	135	17,65	35	24	21	9	40	57	68	252	<LOD	19
AXU26	523	41,81	18	13	5	6	7	10	28	76	11	40
FXU30(4)	271	42,23	5	16	6	6	11	17	38	82	7	<LOD
NXU27I2	218	46,75	<LOD	8	4	3	<LOD	15	95	<LOD	<LOD	22
RXU18(4)	189	40,44	11	40	37	43	5	11	259	<LOD	9	15
RXU21I1	184	12,39	103	24	20	5	4	90	852	<LOD	11	40
RXU23-1	268	62,72	26	13	<LOD	11	<LOD	3	14	78	216	<LOD
RXU34N1	223	51,03	5	4	5	2	<LOD	5	50	51	224	<LOD
RXU35N1	245	56,69	1	3	3	4	2	1	30	136	33	4

Tableau V-7 : Éléments majeurs, mineurs et traces composant dix pièces facettrées et striées analysées par PIXE.
(résultats exprimés en ppm sauf contre-indication ; **X** : près de la limite de détection ; <LOD : sous la limite de détection)

❖ A74AXU26

Cet objet se caractérise par un taux important en Mn, qui ne semble associé à aucun autre élément chimique, localisé entre une phase riche en Si et une phase riche en Fe, qui apparaissent clairement anti-corrélées. Au contraire, une corrélation se dessine entre les éléments Si, Al, K et Ti. Une inclusion riche en plomb (Pb), Cu, Zn et As (Fig.IV-23) est également détectée. Les cartographies chimiques mettent aussi en avant une étroite relation entre les éléments Ca et S, suggérant la présence d'un sulfate de calcium, associée avec l'inclusion précédente, ainsi que la présence de Zr.

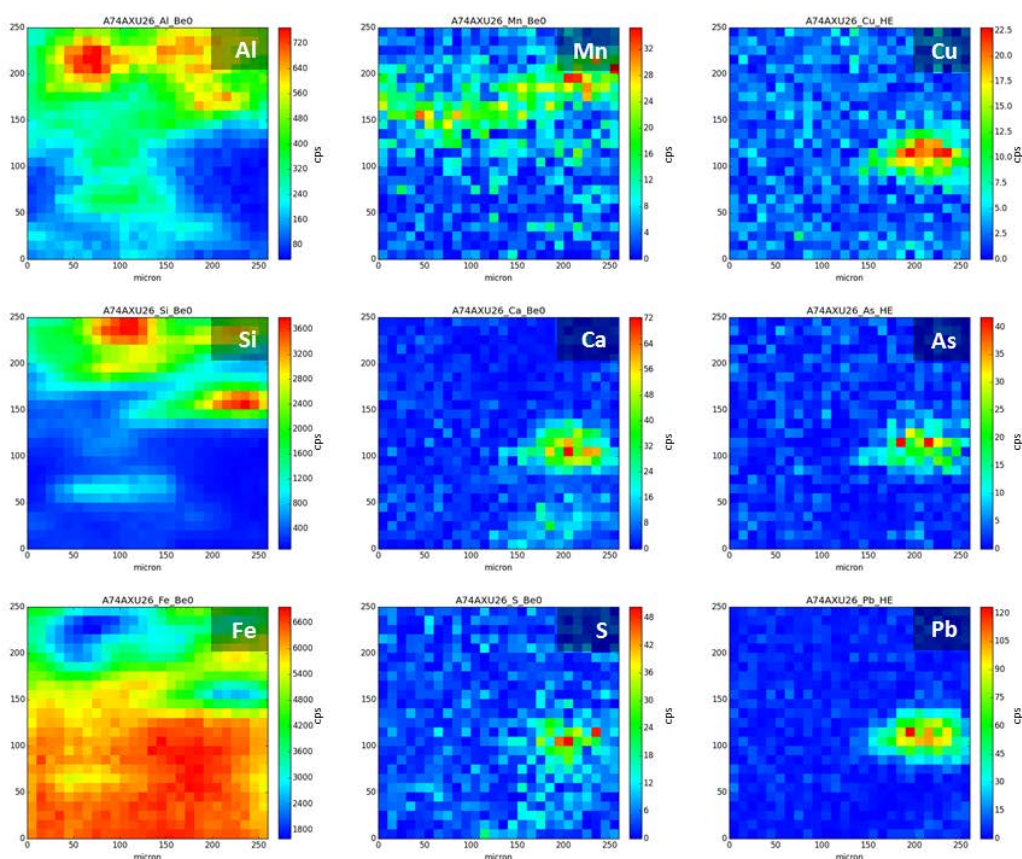


Figure V-23 : Cartographies chimiques de la pièce A74AXU26

Les pièces facettées et striées du Carré F+ILM

❖ A74FXU30(4)

Les cartographies chimiques mettent en évidence la présence d'aluminosilicates riches en K et en Mg dont les teneurs sont plus élevées que dans les autres objets (respectivement >3000 et >2000 ppm). Seul l'élément Ti apparaît sous forme de grain ; les autres éléments chimiques sont uniformément distribués au niveau des deux zones cartographiées.

❖ A74MXU5(1)

Deux points de mesure ont été pris à la fois sur la masse argentée porteuse de stries et sur le dépôt violet de l'objet A74MXU5(1), mettant en évidence des différences de composition chimique (Tableau V-8). Les deux seuls éléments présents en des teneurs similaires dans tout l'objet sont Si et S. Sinon, deux compositions se distinguent :

- La masse argentée enrichie en Fe (>50 %) et W (60 ppm) ;
- La zone mauve caractérisée par la présence de chrome (Cr), nickel (Ni), Cu, Rb, Pb et un enrichissement des éléments majeurs et mineurs.

Quelle que soit la zone cartographiée, les cartographies chimiques révèlent une distribution relativement homogène des éléments chimiques (Fig. V-24).

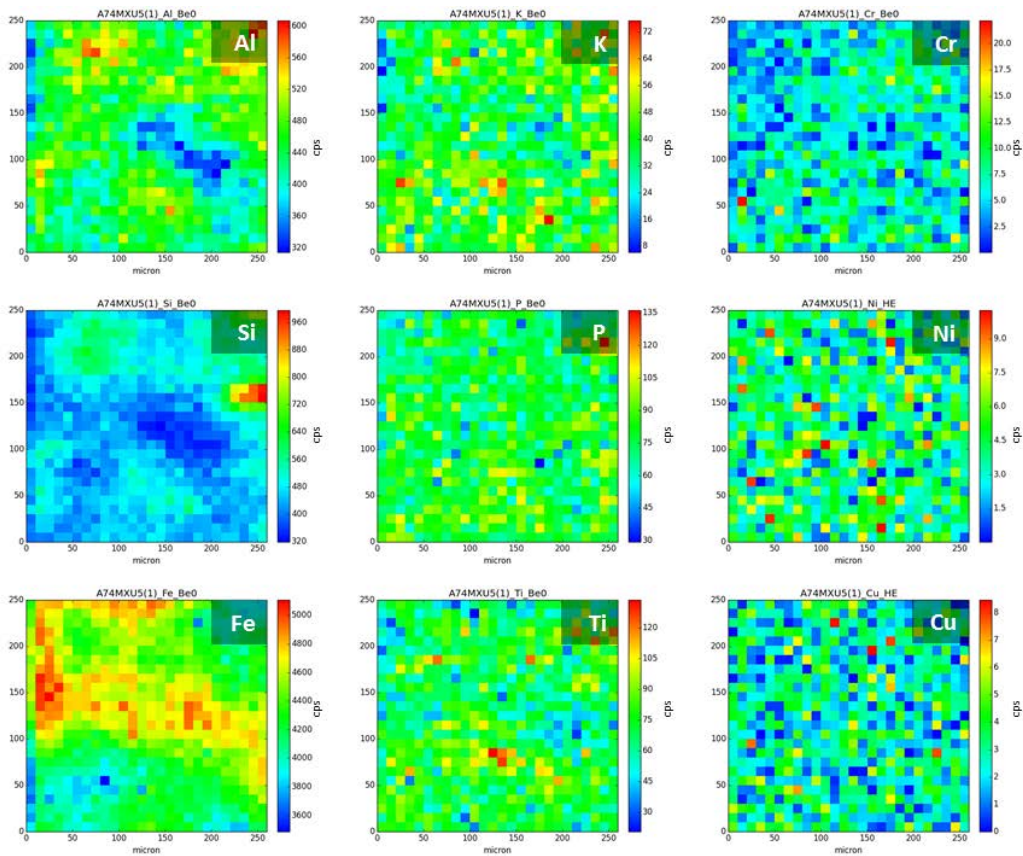


Figure V-24 : Cartographies chimiques du dépôt de couleur mauve de la pièce A74MXU5(1)

	Na	Mg	Al (%)	Si (%)	P	S	Cl	K	Ca	Ti	V	Cr	Mn
KXU9A(2)	2101	1461	0,74	9,23	612	424	470	525	16850	404	<LOD	<LOD	236
KXU9A(2)	<LOD	2667	1,58	36,70	589	299	47	1321	279	613	49	<LOD	199
MXU5(1)	140	2997	8,80	7,15	13258	277	70	3336	706	5019	363	483	266
MXU5(1)	263	3804	10,59	9,16	17858	304	72	4408	716	6582	412	658	281
MXU5(1)	178	1041	5,75	7,10	1596	247	59	694	260	760	<LOD	<LOD	218
MXU5(1)	456	426	2,59	5,36	913	201	74	330	339	467	17	<LOD	230

	Fe (%)	Ni	Cu	Zn	Ga	As	Rb	Sr	Y	Zr	Ba	W	Pb
KXU9A(2)	52,71	<LOD	21	84	8	43	6	18	<LOD	46	1099	20	<LOD
KXU9A(2)	11,94	<LOD	52	7	3	7	10	97	<LOD	20	7400	<LOD	4
MXU5(1)	43,86	107	18	49	54	37	29	112	17	142	86	60	44
MXU5(1)	37,36	70	14	41	68	45	38	168	23	224	305	32	58
MXU5(1)	51,88	<LOD	<LOD	6	3	5	6	7	2	18	<LOD	61	<LOD
MXU5(1)	57,96	<LOD	<LOD	8	6	4	<LOD	5	4	14	<LOD	67	<LOD

Tableau V-8 : Éléments majeurs, mineurs et traces composant les pièces A74KXU9A(2) et A74MXU5(1) analysées par PIXE (résultats exprimés en ppm sauf contre-indication ; X : près de la limite de détection ; <LOD : sous la limite de détection ; KXU9A(2) : analyse de la zone rose ; KXU9A(2) : zone rouge ; MXU5(1) : zone mauve ; MXU5(1) : zone grise)

Les pièces facettées et striées du Carré K et du Carré N

❖ A74KXU9A(2)

L'étude par PIXE de la pièce A74KXU9A(2), qui présente deux couleurs bien contrastées, confirme les analyses pXRF en montrant des teneurs exceptionnelles en Ba (entre 1000 et 7000 ppm) et une composition chimique spécifique à chaque couleur. La zone rose se caractérise par des concentrations élevées en Fe, Ca, Zn, As et Ba (à 1000 ppm). La zone rouge se caractérise par des concentrations élevées en Si, Ba (à 7400 ppm), Mg, K, Cu et Sr (Tableau V-8). La cartographie chimique réalisée sur la zone de couleur rouge dévoile une distribution relativement uniforme des éléments, la présence d'aluminosilicates potassiques et une anti-corrélation entre les éléments Si et Fe.

❖ A74NXU27T2

L'analyse de cet objet n'a pas révélé d'élément discriminant particulier. L'observation des cartographies chimiques ne révèle pas plus d'information pertinente sur d'éventuelles associations de phases. Une nette anti-corrélation entre les éléments Si et Fe, une apparente association entre Al et K, et la présence d'inclusions riches en Zr sont néanmoins notées (Fig. V-25). Les autres éléments chimiques détectés sont répartis de façon homogène sur l'ensemble de la zone cartographiée.

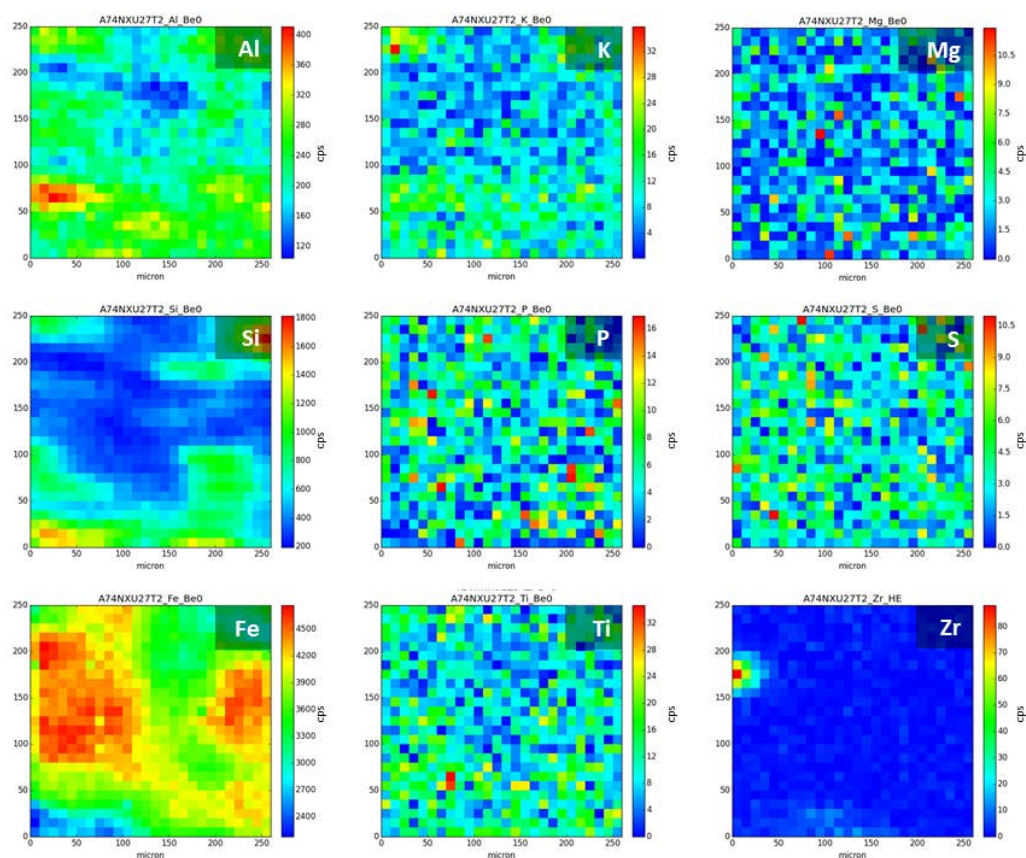


Figure V-25 : Cartographies chimiques de la pièce A74NXU27T2

Les pièces facettées et striées du Carré R

❖ A74RXU18(4)

Cette pièce se distingue des autres pièces par sa couleur dominante jaune avec des zones rouges et par des teneurs remarquables pour les éléments traces Cr et Zr de plusieurs centaines de ppm, répartis uniformément sur la zone cartographiée. Le Ti et le vanadium (V) présentent également des teneurs significatives (respectivement 2800 et 890 ppm). Une fois de plus, la présence des éléments Zn, Ga et As est décelée ; il est difficile néanmoins d'affirmer qu'une relation de corrélation existe entre ces trois éléments étant donné leur relative distribution homogène. Il est également impossible de faire de corrélation directe avec le Fe (Fig. V-26).

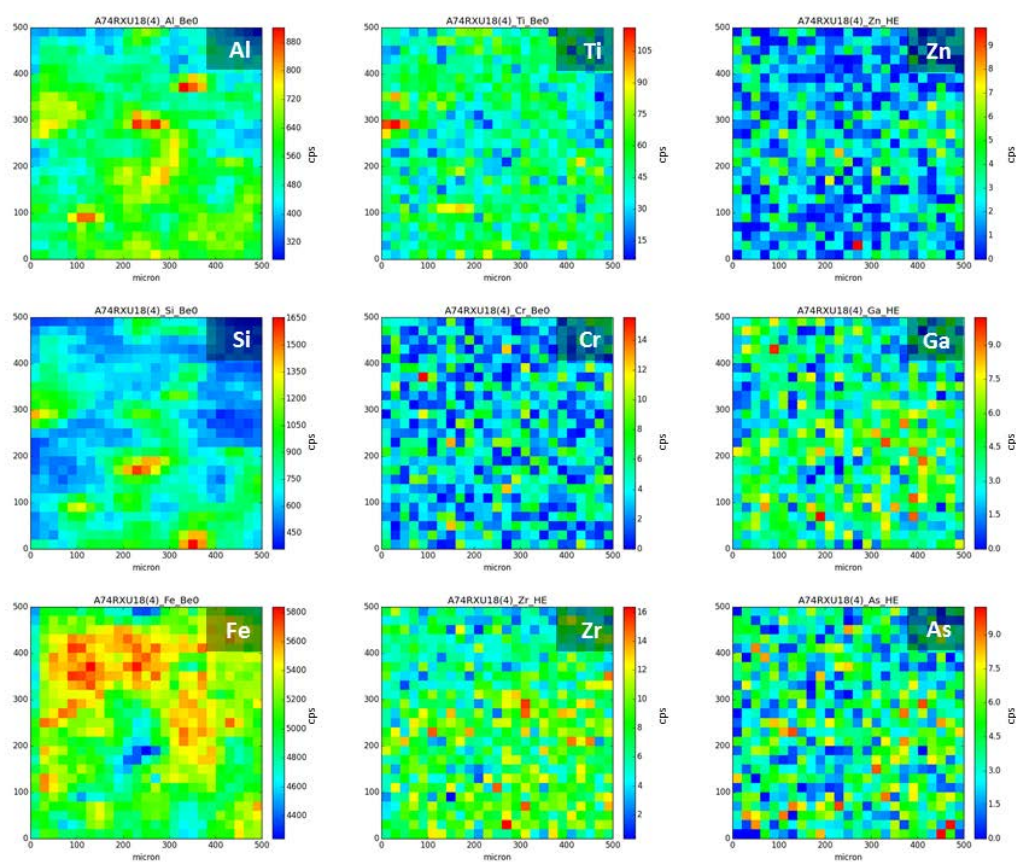


Figure V-26 : Cartographies chimiques de la pièce A74RXU18(4)

❖ A74RXU21T1

L'analyse PIXE a été réalisée uniquement sur une zone rouge de la surface supérieure ne présentant pas de stries. Elle révèle une faible teneur en Fe (de 12 %) par rapport à l'ensemble des autres pièces. Par contre, les teneurs en Ti, Cu, Sr, Zr et Pb sont nettement plus élevées que celles détectées sur la majorité des autres pièces. De nouveau, une phase riche en Zn et Ga (As détecté en limite de détection) est présente et semble associée à Al.

Les cartographies chimiques enregistrées montrent une anti-corrélation entre l'élément Si et la plupart des autres éléments chimiques identifiés, dont la distribution spatiale est homogène. De plus, on observe la présence d'une inclusion riche en Zr et en yttrium (Y) (Fig. V-27).

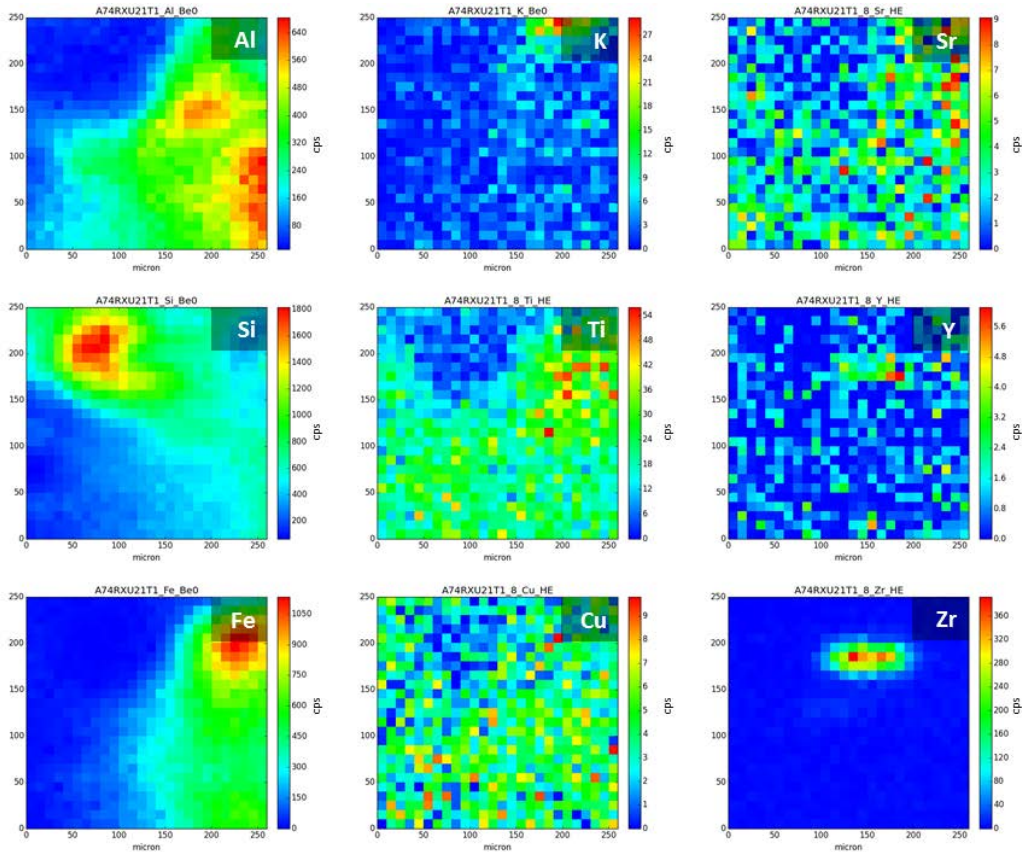


Figure V-27 : Cartographies chimiques de la pièce A74RXU21T1

❖ Les pièces A74RXU23-1, A74RXU34N1 et A74RXU35N1

Ces trois objets présentent une forte teneur en Fe (>50 %), des aluminosilicates potassiques associés au Ti présent entre 600 et 1000 ppm. Ils se différencient de l'ensemble des autres pièces par la présence de tungstène (W), de 30 ppm pour l'objet A74RXU35N1 à 200 ppm pour les objets A74RXU23-1 et A74RXU34N1. L'objet A74RXU34N1 se distingue quant à lui de l'objet A74RXU23-1 des teneurs élevées en Mg (>1500 ppm), P (>2200 ppm) et Ti (>1000 ppm). Les cartographies montrent une distribution spatiale uniforme des éléments chimiques, dont celle du W (Fig. V-28), ainsi que des grains de Ti au niveau de la zone cartographiée.

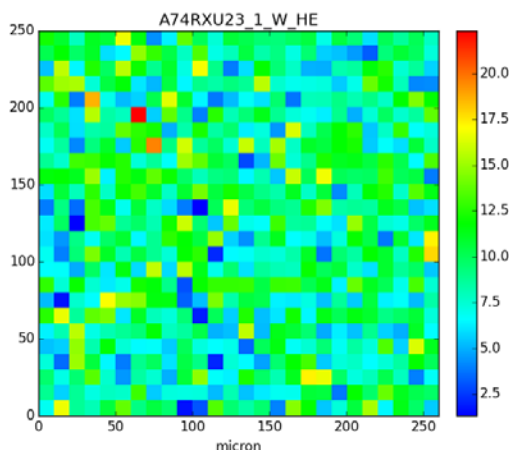


Figure V-28 : Cartographie chimique du tungstène sur la pièce A74RXU23-1

1.2.4. Sériation des pièces facettées et striées par analyse statistique

Les informations chimiques acquises par PIXE pour les douze pièces facettées et striées ont été traitées par analyse multivariée afin de concentrer les données. L'objectif est de réaliser des sériations par rapport à des éléments discriminants, les concentrations en éléments traces permettant d'observer des tendances selon certaines sources géologiques. La sériation vise à constater si chaque objet se distingue chimiquement ou si des groupes chimiques s'individualisent mettant en évidence des relations entre les données selon certaines combinaisons de variables.

La première méthode suivie s'appuie sur les travaux de Rachel Popelka-Filcoff (2006). Elle y développe une méthode basée sur l'analyse des éléments majeurs et traces par INAA (*Instrumental Neutron Activation Analysis*) et un traitement statistique des données. Le protocole mis en jeu a été appliqué à des sources de matières colorantes aux États-Unis (Popelka-Filcoff *et al.*, 2007, 2008 ; Eiselt *et al.*, 2011 ; Bu *et al.*, 2013), en Colombie Britannique (MacDonald *et al.*, 2011, 2013), en Afrique du Sud (Dayet, 2012 ; Dayet *et al.*, 2015) et en Australie (Popelka-Filcoff *et al.*, 2011, 2012). La méthode proposée vérifie bien le postulat de provenance (Neff et Glascock, 1995 ; Glascock et Neff, 2003).

Les données ont été dans un premier temps normalisées par rapport à l'élément fer. Les corrélations, par test de Pearson, ont ensuite été calculées entre les éléments traces et le fer pour déterminer quels sont les éléments associés positivement au fer. Ces éléments sont la signature des oxydes de fer alors que les éléments anti-corrélés sont associés au quartz ou aux argiles qui comptent moins dans la composition chimique ou qui peuvent provenir du sédiment d'enfouissement. Les logarithmes des rapports entre ces éléments et le fer ont été traités par analyses en composantes principales (ACP). La méthode permet ainsi de s'affranchir de la variabilité de la teneur en fer, dépendante de la source géologique.

Parmi les 43 éléments identifiés sur les douze pièces facettées et striées étudiées par PIXE, 29 sont des éléments traces. Suite aux tests de Pearson, une liste rassemblant les 15 éléments corrélés positivement au fer est établie. Cette liste comprend quatre éléments (Ag, Nb, Ti, V) également corrélés positivement à l'aluminium et donc susceptibles d'être associés au sédiment d'enfouissement, aussi ils n'ont pas été conservés. Il est à noter que les éléments listés ne sont pas présents pour tous

les échantillons et que les teneurs calculées sont généralement près de la limite de détection. Les traitements statistiques ont été réalisés sous l'environnement de travail R, en utilisant le paquet FactoMineR. L'ACP a été effectuée à partir des 11 éléments restants, Au, Br, Co, Ge, Hg, Ir, Mn, Mo, Se, Sn et Tb : les éléments Hg, Ir et Se, non présents sur la majorité des échantillons analysés, n'ont pas été considérés comme des variables pertinentes par le logiciel R et n'apparaissent donc pas en tant que variables.

La somme des pourcentages de variance expliquée par les axes factoriels des représentations indique la part de l'information restituée par l'ACP. Plus cette valeur est proche de 100 %, meilleure est l'analyse. Une représentation qui restitue au moins 50 % de la variance, soit la moitié de l'information, est souvent recherchée. Or ici, moins de la moitié de l'information est restituée, la variance calculée pour l'ACP étant de 47 %. De plus, l'ACP ne révèle pas de groupes mettant en avant des relations chimiques entre les échantillons (Fig. V-29).

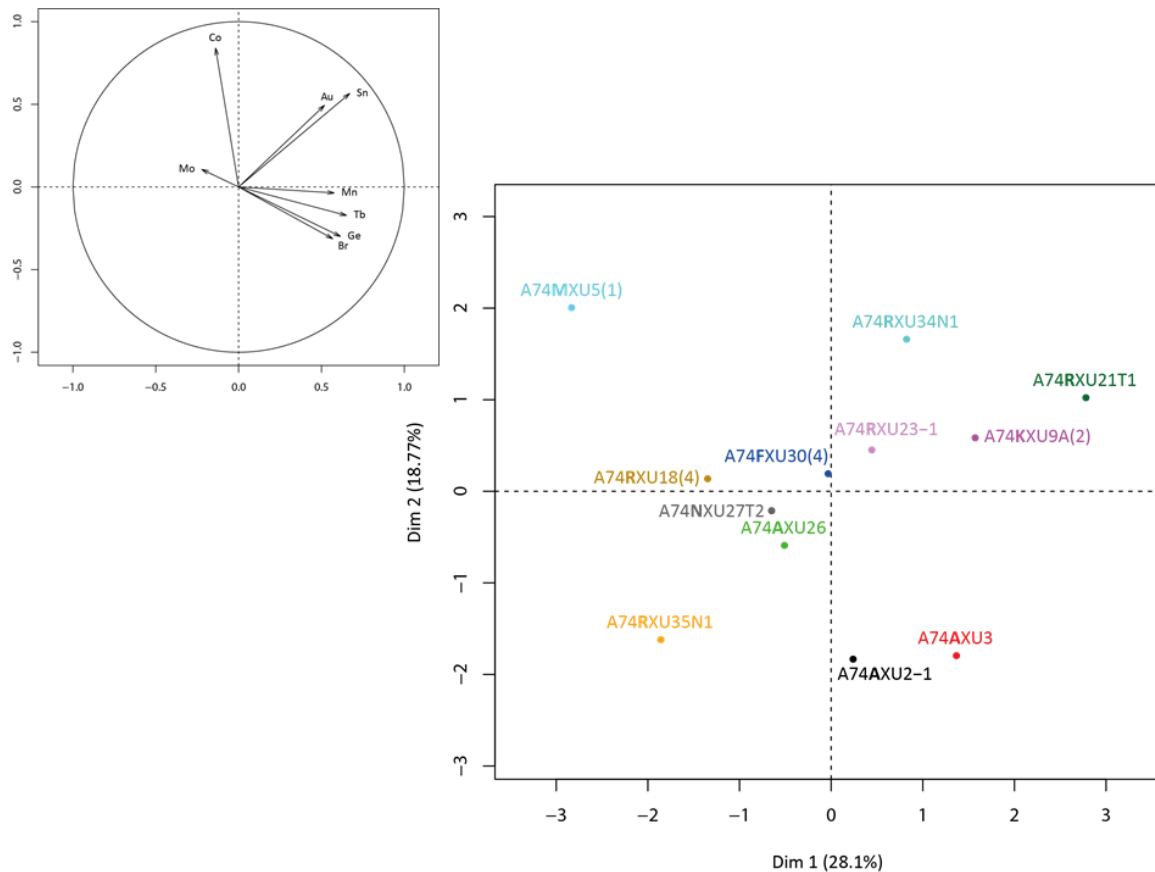


Figure V-29 : Cercle de corrélation et ACP des éléments traces corrélés à Fe

La seconde méthode repose sur les travaux de Zipkin *et al.* (2015) qui, contrairement à R. Popelka-Filcoff, utilise tous les éléments traces identifiés par les techniques d'analyse INAA et LA-ICP-MS pour caractériser géochimiquement trois sources de matières colorantes dans le nord du Malawi. Scadding *et al.* (2015) utilise la même méthode pour la caractérisation par LA-ICP-MS de deux sources de matières colorantes en Australie, excluant uniquement les éléments en limite de détection et rencontrant des interférences isobariques.

Les éléments ont été normalisés au fer et les logarithmes des rapports entre ces éléments et le fer ont été traités par ACP. Comme précédemment, du fait de l'absence de certains éléments sur plusieurs échantillons analysés, huit éléments (Ni, Se, Ag, La, Ce, Ir, Hg, Bi) n'ont pas été considérés comme des variables pertinentes par le logiciel de traitement statistique R (Fig. V-30).

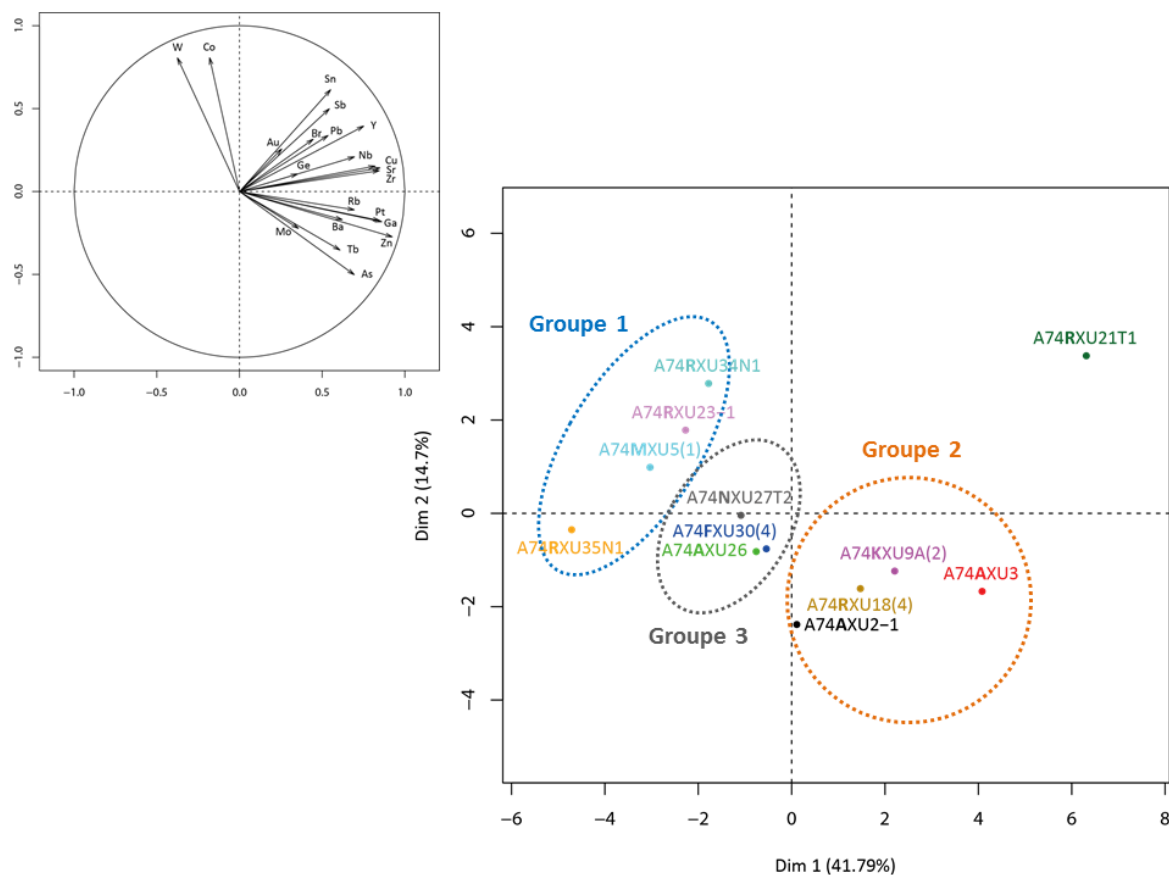


Figure V-30 : Cercle de corrélation et ACP de tous les éléments traces

La variance calculée est d'environ 56 %. Elle est plus élevée que la variance calculée pour l'ACP considérant uniquement les éléments traces corrélés au fer. Trois groupes sont ainsi distingués. Le Groupe 1 comprend quatre pièces qui ont pour point commun la présence de tungstène (W) comme élément trace. Le Groupe 2 rassemble quatre pièces et est caractérisé par la présence d'éléments traces corrélés positivement au silicium et/ou à l'aluminium (sauf Mo et Tb). Le Groupe 3 réunit trois pièces. La pièce A74RXU21T1 ne se rattache à aucun groupe et est caractérisée par la présence des éléments traces Cu, Sb, Sr, Y et Zr dont les axes portés par les logarithmes des rapports au fer sur le cercle de corrélation expliquent son isolement.

Afin d'augmenter la valeur de la variance, diverses combinaisons de variables ont été testées. L'une des ACP présentant le maximum de variance (67 %) a été obtenue suite au traitement des logarithmes de certains rapports. Les éléments chimiques utilisés pour réaliser l'ACP sont les suivants : Na, Mg, Al, Si, P, Ca, Ti, V, Cr, Mn, Co, Cu, Zn, Ga, As, Zr, Ba, W et Pb. Le retrait de certaines variables permet d'augmenter la variance de près de 2 % mais n'a aucune influence sur la distribution des échantillons lors de la réalisation de l'ACP.

Les logarithmes des rapports sélectionnés correspondent aux éléments considérés comme spécifiques de chacune des pièces facettées et striées. Deux grands groupes se distinguent (Fig. V-31). Le premier regroupe les quatre échantillons dont la composition est enrichie en W ainsi que la pièce A74NXU27T2. Le second groupe réunit également cinq échantillons dont la composition chimique est appauvrie en W expliquant cette dichotomie. Deux pièces ne se retrouvent dans aucun des groupes : la pièce A74FXU30(4) et la pièce A74KXU9A(2) qui est caractérisée par la coprésence des éléments Ca et Ba.

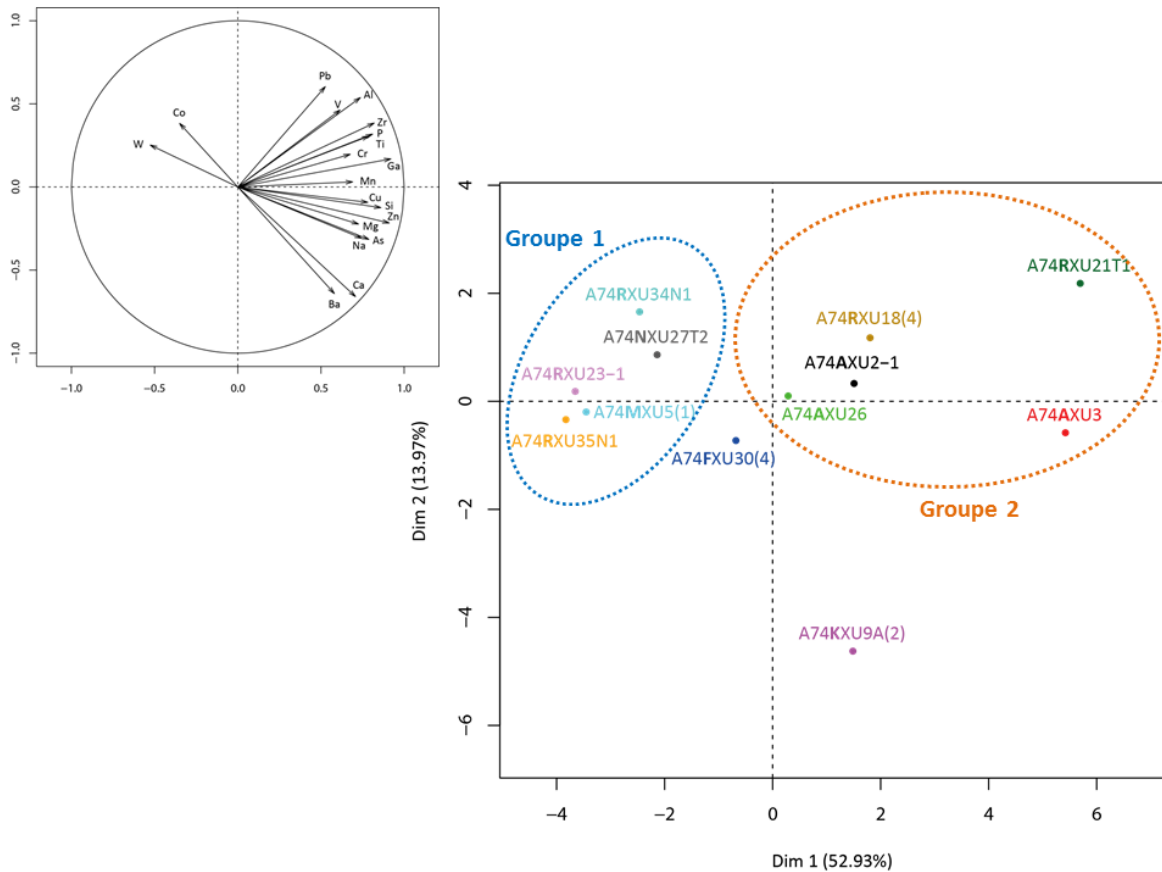


Figure V-31 : Cercle de corrélation et ACP réalisée sur une sélection de 19 éléments chimiques

L'ACP réalisée à partir de l'ensemble des logarithmes des rapports des éléments traces, non corrélés au fer, a montré l'existence de trois groupes chimiquement distincts (cf. Fig. V-30). La troisième ACP opérée à partir des logarithmes des rapports d'éléments choisis de façon subjective a, quant à elle, souligné la présence de deux grands groupes chimiques (cf. Fig. V-31). Les observations mettent principalement en évidence une dichotomie entre les pièces composées de tungstène et celles dont les teneurs sont moindres. Cette dichotomie est toutefois nuancée par la présence de pièces n'appartenant à aucun des groupes et par des subdivisions qui peuvent être faites intragroupe.

Les analyses multivariées n'ont été appliquées qu'aux douze pièces facettées et striées analysées par PIXE. Ce nombre peu élevé d'échantillons explique la faible variance calculée donc la faible restitution de l'information par ACP. Par ailleurs, les regroupements et les divergences observés à l'issue de la réalisation des ACP ont également été relevés à partir du traitement des tableaux des résultats (cf. Tableaux V-7 et V-8). Ce constat montre qu'une telle approche statistique dans le cas présent peut paraître superflue. Il valide néanmoins les résultats obtenus à partir de la méthode proposée par Zipkin *et al.* (2015) et démontre aussi le potentiel de l'approche statistique en justifiant son application sur un plus grand nombre d'informations chimiques qui seraient obtenues par l'agrandissement du corpus d'étude.

1.2.5. Synthèse et interprétations

L'approche analytique élémentaire mise en œuvre sur les pièces facettées et striées, considérées comme des vestiges culturels, et retrouvées au sein de plusieurs carrés de fouille, a permis d'identifier précisément la nature et les teneurs en éléments chimiques, jusqu'à l'état de trace grâce à l'utilisation de la technique d'analyse par PIXE. Les vestiges étudiés sont des roches ferrugineuses, riches en aluminosilicates, généralement de potassium. Presque chacun de ces vestiges se signe d'une identité chimique spécifique. Outre cette signature unique, des éléments traces fréquemment rencontrés (phase Zn-Ga-As, W) ont permis de séparer les pièces facettées et striées en deux grands groupes (Tableau V-9), qui correspond à une pièce près (A74**N**XU27T2) aux groupes créés lors du traitement statistique à partir des logarithmes des rapports d'éléments choisis de façon subjective (cf. Fig. V-31).

Une phase riche en Zn, Ga et As est détectée sur cinq objets. Les teneurs en Zn, Ga et As varient d'un objet à l'autre mais aucune relation stœchiométrique n'a pu être mise en évidence pour aider à identifier la phase minérale associée à ces éléments chimiques, ni à l'aide de la distribution spatiale relativement homogène. Néanmoins, une association entre cette phase Zn-Ga-As et une phase enrichie en Fe et/ou en Al semble se dessiner pour trois échantillons (A74**A**XU3-1, A74**M**XU5(1) et A74**R**XU21T1). Par ailleurs, il est à noter que la présence de cette phase particulière est cohérente avec les regroupements effectués lors du traitement statistique à partir des logarithmes des rapports d'éléments choisis de façon subjective (cf. Fig. V-31, **Groupe 2**). Du tungstène est détecté en des teneurs significatives sur trois objets. Un objet, A74**M**XU5(1), présente à la fois la phase Zn-Ga-As et l'élément W. Au final, les objets restants A74**N**XU27T2, A74**F**XU30(4) et A74**K**XU9A(2) n'entrent dans aucun des deux groupes (Tableau V-9). Les objets réunis dans les deux groupes ne présentent pas de ressemblance morphologique.

Enfin, le titane est souvent retrouvé dans ces objets sous la forme de grains. L'absence d'association avec un autre élément chimique suggère la présence de grains de dioxydes de titane (anatase ou de rutile).

Pièces	Spécificités chimiques	Élts. communs
A74NXU27T2	Aucun élément discriminant particulier	
A74FXU30(4)	Teneurs élevées en Mg et K Ce : élément discriminant ? (près de la LOD)	
A74KXU9A(2)	2 compositions chimiques différentes : Zone rose : Ca, Fe, Zn, As et Ba Zone rouge : Si, Ba , Mg, Cu, Sr (peu de Fe)	
A74AXU2-1	Teneurs élevées en Ti et P Phase de Zn-Ga-As	Zn-Ga-As
A74AXU3	Si > Fe Teneurs élevées en P, Ca, K, Cu, Rb et Sr Phase de Zn-Ga-As associée au Fe ?	
A74AXU26	Teneur élevée en Mn Inclusions Pb + Cu, Zn et As, possiblement Ga mais en plus faible quantité Présence d'un sulfate de calcium	
A74RXU18(4)	Teneurs élevées en Zr, Cr et Ti Phase de Zn-Ga-As	
A74RXU21T1	Faible teneur en Fe Teneurs élevées en Ti, Cu, Sr, Zr et Pb Phase de Zn-Ga associée au Fe et/ou Al ?	
A74MXU5(1)	2 compositions chimiques différentes : Zone mauve : Cr, Ni, Cu, Zn, Ga, As Zone grise (usée) : Fe et W	
A74RXU23-1	Teneur élevée en W	W
A74RXU34N1	Teneur élevée en W, Ti et P	
A74RXU35N1	Teneur relativement élevée en W (près de la LOD)	

Tableau V-9 : Synthèse des spécificités chimiques propres à chaque pièce facettée et striée

Les analyses élémentaires ont permis de révéler une signature chimique propre à chaque pièce facettée et striée. Au vu des résultats obtenus, aucune corrélation ne s'esquisse entre les compositions chimiques et les couleurs des objets. La présence majeure et commune du fer à toutes les pièces facettées et striées est cohérente avec la présence d'oxydes de fer, plus ou moins bien cristallisés, associés avec différentes phases minérales, plutôt argileuses que carbonatées dans le cas présent, voire des phases minérales plus spécifiques, telle la phase riche en Zn-Ga-As, pouvant être caractéristique d'une source d'approvisionnement.

Il serait intéressant de poursuivre l'étude des pièces facettées et striées en complétant par de nouvelles analyses PIXE sur les six objets non étudiés précédemment au moyen de cette technique. L'identification des éléments traces servira, soit à les distinguer individuellement, soit à les rapprocher

chimiquement des autres pièces facettées et striées. Par ailleurs, l'agrandissement du nombre des pièces étudiées permettra d'accéder à une meilleure statistique lors de la réalisation d'analyses par composantes principales.

Afin d'identifier sans ambiguïté la nature des oxydes de fer et des différentes phases minérales majeures et mineures associées, des analyses structurales, bénéficiant du rayonnement synchrotron (SR- μ DRX), ont été mises en œuvre. La présence éventuelle de phases mineures, sous forme d'inclusions, dans ces pièces riches en fer, est une information importante car ces phases peuvent en effet être les indices d'une origine géologique, d'une transformation anthropique ou encore d'un processus d'altération. Par ailleurs, ces analyses cherchent également à montrer si les spécificités chimiques observées sur les pièces se retrouvent au niveau cristallographique. Les résultats issus de ces expériences, l'identification des phases minérales majeures et mineures ainsi que leur portée en tant que marqueur spatial-temporel, feront l'objet d'une prochaine publication.

Ainsi, sous réserve de parvenir à constituer un solide comparatif chimique, reposant sur l'identification de phases minérales mineures et d'éléments traces associés entre ces objets facettés et/ou striés et les autres vestiges impliqués dans la préparation de la matière picturale, il sera possible de réaliser des intercomparaisons nous permettant par la suite de reconstruire les différentes étapes de la chaîne opératoire.

Finalement, les spécificités chimiques font de ces vestiges des candidats idéaux en tant que **marqueurs temporels**, marqueurs potentiels sur lesquels nous reviendrons dans le prochain chapitre.

2. Les « vestiges déchets » issus de la fabrication de la matière picturale

2.1. Les résidus de matière colorante

2.1.1. Description macroscopique et mésoscopique

Les résidus de matière colorante retrouvés à Nawarla Gabarnmang sont souvent imprégnés de sédiment sablo-cendreuse de couleur brun foncé (Fig. V-32). Au sein des 161 résidus répartis entre neuf carrés de fouille (Tableau V-10), quatre couleurs sont représentées : rouge (120), jaune (32), mauve (4) et brune (5) (Fig. V-33). Le rouge peut être vif, pâle, voire rouge orangé (88 résidus). Au sein des résidus de couleur jaune, quatorze sont bicolores : cinq résidus sont caractérisés par un mélange des couleurs jaune (teinte dominante) et de rouge, tandis que les neuf restants présentent quelques zones ponctuelles de couleur rouge. À l’instar des pièces facettées et striées étudiées précédemment, ces résidus se caractérisent par un faible pouvoir colorant, c’est-à-dire qu’ils laissent une traînée poudreuse qui colore au minimum les doigts : cette trace colorée peut être rouge-orangé, jaune ou violette (Fig. V-34).

	Rouge	Jaune	Jaune + rouge	Mauve	Brune	Total
P	71	10	11	1	5	98
F+ILM	5 + 11					16
N	7			1		8
K		1				1
G	1					1
R	9	7	3			19
Q	1					1
B						
A	13			1		14
D	2			1		3
Total	120	18	14	4	5	161

Tableau V-10 : Répartition des résidus de matière colorante par couleur et par carré de fouille



Figure V-32 : Planche photographique illustrant la diversité des résidus de matière colorante (échelle bleue à 1 cm ; échelle violette à 0,5 cm ; échelle noire à 1 mm)

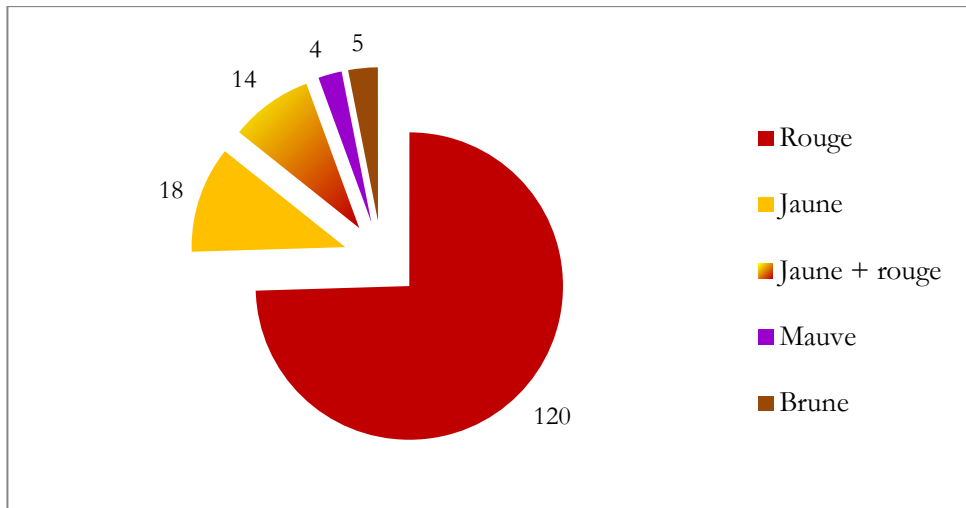


Figure V-33 : Proportion des couleurs des résidus de matière colorante

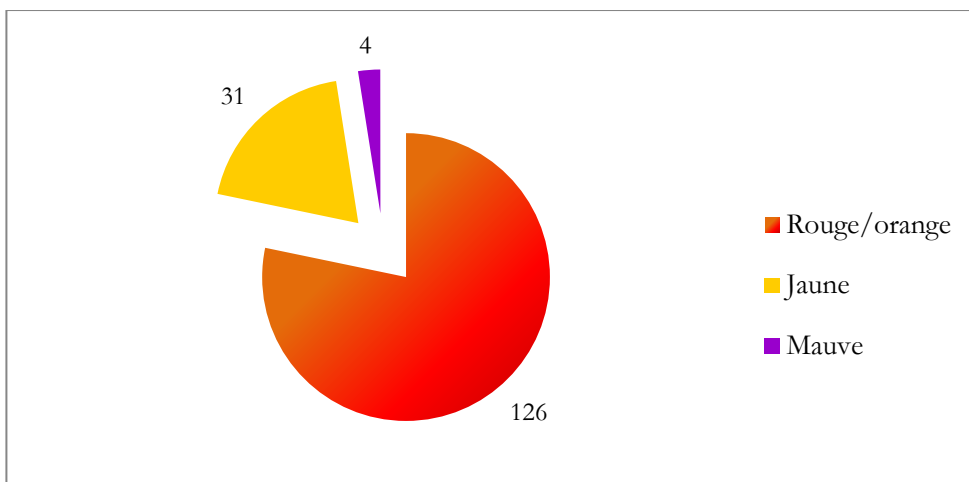


Figure V-34 : Proportion des traces colorées produites par les résidus de matière colorante

Les résidus de matière colorante se caractérisent par un éclat gras associé à une texture non pulvérulente (74,5 %), terreux lié à une texture pulvérulente à légèrement poudreuse (23 %) et un éclat brillant (2,5 %) (Fig. V-35) et une taille qui n'excède que très rarement le centimètre (Fig. V-36).

Les résidus de matière colorante exhumés des carrés de fouille se présentent sous forme irrégulière, plus ou moins arrondies (56 %), plus ou moins émoussées (44 %) avec parfois des arêtes qui ne sont associées à aucune strie.

Un grand nombre de résidus de matière colorante présente des propriétés magnétiques (Fig. V-37), qui seront discutées ultérieurement (cf. § V.2.1.4.). Parmi les quatre résidus de couleur mauve, un seul présente une aimantation. Aucun résidu de couleur jaune ne présente d'aimantation.

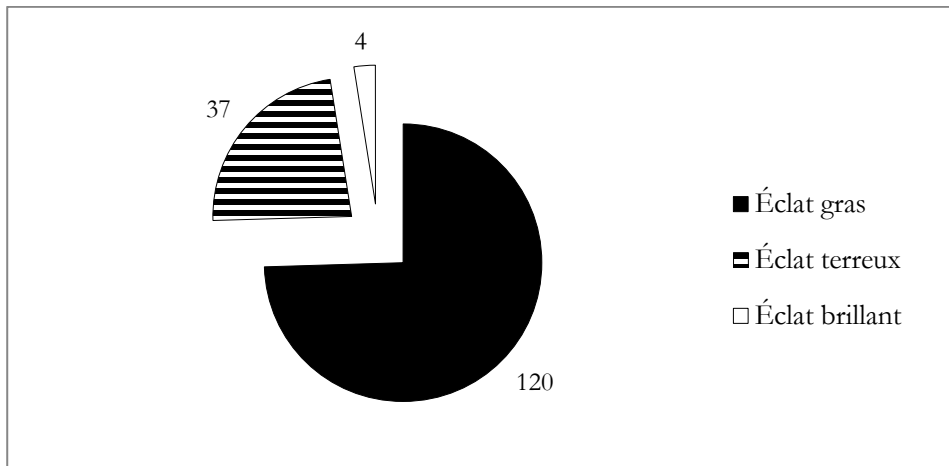


Figure V-35 : Proportion des éclats des résidus de matière colorante

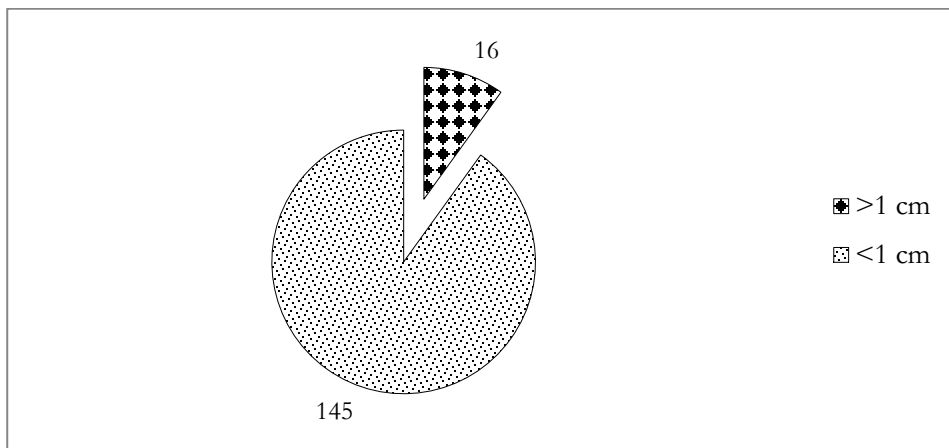


Figure V-36 : Proportion des tailles des résidus de matière colorante

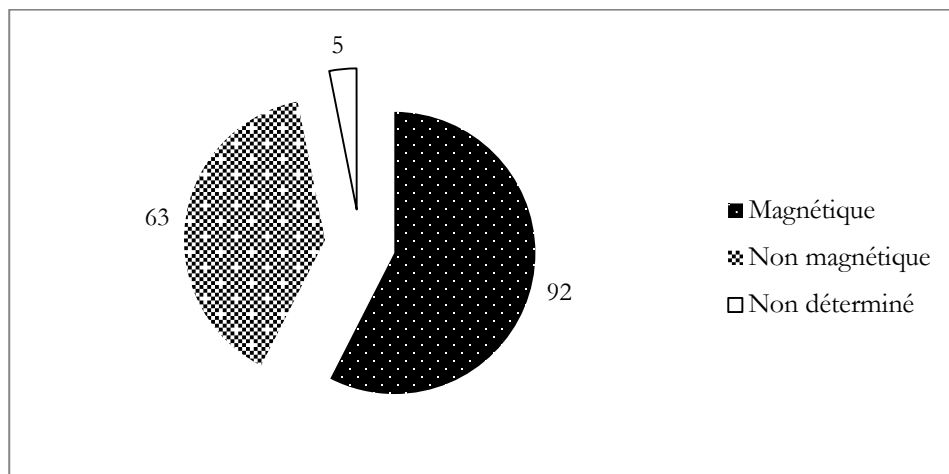


Figure V-37 : Proportion des résidus de matière colorante possédant des propriétés magnétiques

2.1.2. Préparation et protocole d'étude

150 résidus de matière colorante ont été analysés dans un premier temps par pXRF ; seuls onze résidus de taille trop petite n'ont pas pu être analysés. Dans un second temps, plusieurs échantillons représentatifs ont été sélectionnés et ont été soumis à des analyses élémentaires et structurales afin de déterminer si leur composition chimique et cristallographique est spécifique ou non à une couleur, une texture et/ou des propriétés magnétiques. Le choix des techniques a été réfléchi en fonction des conditions de préparation des résidus représentatifs sélectionnés. Les analyses opérées sur chacun des résidus est résumé en tableau V-11.

Trois résidus de matière colorante différente, rouge, orange et jaune ont été préparés en coupe polie afin d'avoir accès au cœur de la matière. Ils ont été étudiés par μ XRF et μ -Raman. Les résidus n'ayant subi aucune étape de préparation ont été étudiés à la fois par PIXE, μ -Raman, DRX et μ -DS-CT. Quant aux poudres colorantes obtenues après broyage de plusieurs résidus, elles ont été étudiés par MEB-EDS puis confiées à Pauline Martinetto et Pierre Bordet afin d'être analysés par SR- μ DRX sur la ligne 28-ID-2 au sein du centre de rayonnement synchrotron NSLS-II (*National Synchrotron Light Source II*, New York, États-Unis) (Fig. V-38).

Résidus de matière colorante			
μ XRF	(cp.)	DRX	\emptyset \times
MEB-EDS	(met.)	μ -DS-CT	\emptyset
PIXE	\emptyset	SR- μ DRX	(p.)
		μ -Raman	\emptyset

Figure V-38 : Techniques d'analyse appliquées à l'étude des résidus de matière colorante
 (\emptyset : aucune préparation ; cp. : préparation en coupe polie ; mét. : métallisation par dépôt au carbone ;
 p. : préparation en poudre ; \times : échec « manip »)

	Préparations	pXRF	μXRF	MEB-EDS	PIXE	μ-Raman	DRX	SR-μDRX	μ-DS-CT
A74PXU18R	coupe polie	x	✓	x	x	✓	x	x	x
A74PXU14-13	Ø	x	x	x	x	x	x	x	✓
A74GXU17	Ø	✓	x	x	✓	✓	x	x	x
A74NXU27T1-4	poudre	✓	x	✓	x	x	x	✓	x
A74MXU10T4-1	Ø	✓	x	x	✓	x	x	x	x
A74NXU27T1-8	Ø	✓	x	x	✓	x	x	x	x
A74PXU14R	coupe polie	x	✓	x	x	✓	x	x	x
A74FXU4BT3	poudre	✓	x	✓	x	x	x	✓	x
A74FXU2T2	poudre	✓	x	✓	x	x	✓	x	x
A74PXU10-27	poudre	✓	x	✓	x	x	x	✓	x
A74PXU13R2	coupe polie	x	✓	x	x	✓	x	x	x
A74PXU7-19	Ø	✓	x	x	x	x	x	x	✓
A74KXU3	Ø	✓	x	x	✓	x	x	x	x
A74RXU2T1-2	poudre	✓	x	✓	x	x	x	✓	x
A74AXU28	Ø	✓	x	x	✓	x	✓	x	x
A74DXU2	poudre	✓	x	✓	✓	✓	✓	x	x

Tableau V-11 : Synthèse des techniques élémentaires et structurales mises en œuvre sur la sélection de résidus de matière colorante
(✓ : analyse réalisée ; x : analyse non réalisée)

2.1.3. Résultats des analyses physico-chimiques

Indépendamment de la couleur des résidus de matière colorante, les analyses pXRF ont révélé une composition chimique riche en Fe, Si et Al (Fig. V-39). L'omniprésence du Si, élément constitutif du quartz, est liée à la nature sablo-cendreuse du sédiment d'enfouissement qui s'est imprégné avec les résidus de matière colorante. Les analyses PIXE réalisées sur six résidus de matière colorante confirment cette composition chimique majeure et soulignent la présence de divers éléments mineurs et traces, discutés ultérieurement dans cette sous-partie.

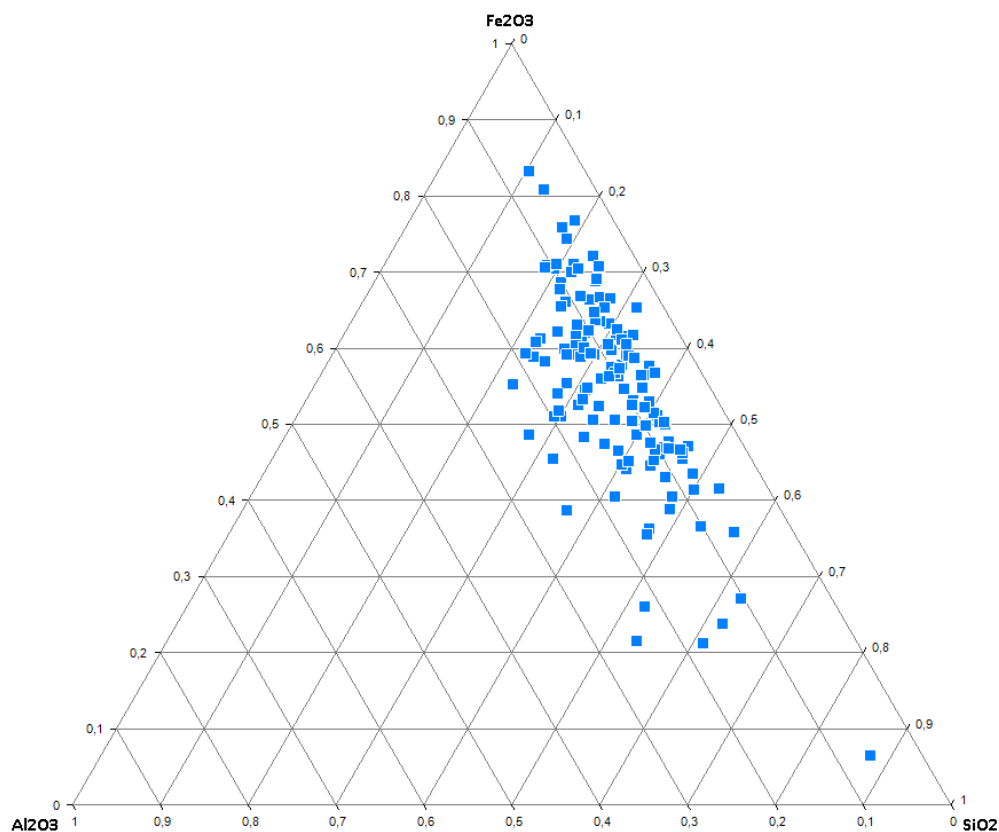


Figure V-39 : Diagramme ternaire présentant les concentrations des éléments majeurs constituant les résidus de matière colorante

Les résidus de matière colorante rouge

Description macroscopique

Les cinq résidus de matière colorante rouge sélectionnés pour des études plus approfondies présentent différentes formes (Fig. V-40), textures et propriétés magnétiques.

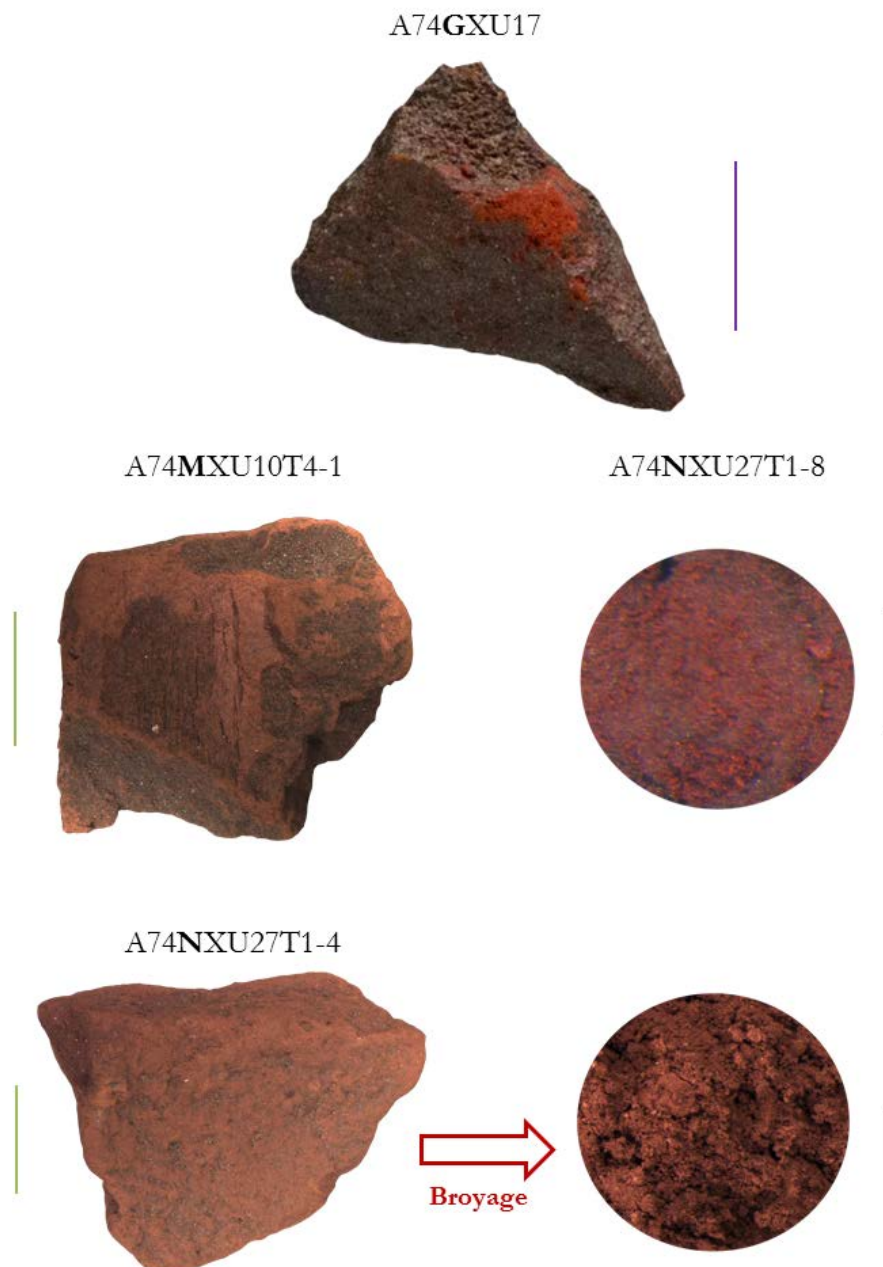


Figure V-40 : Planche photographique des résidus de matière colorante rouge analysés (échelle violette à 0,5 cm ; échelle verte à 2 mm ; échelle grise à 200 μ m)

Tandis que l'ensemble des résidus possède une texture tendre et pulvérulente, le résidu A74GXU17, qui se présente sous la forme d'une petite pyramide à section triangulaire avec des arêtes émoussées, révèle une matrice pulvérulente de couleur rouge vive entourée par une croûte plus compacte de couleur brun-rouge. Des porosités tabulaires sont également observées au niveau de cette matrice. De plus, il possède une faible aimantation au contraire des résidus A74MXU10T4-1 et A74NXU27T1-4 qui présentent une forte aimantation.

Caractéristiques chimiques

Pour l'ensemble des résidus de matière colorante rouge, le Fe est l'élément majeur constitutif avec les éléments mineurs Al, Si, P et Ti. L'analyse par μ XRF du résidu A74PXU18R préparé en coupe polie a permis d'identifier le Si sous forme de grains de quartz (entre 60 et 365 μ m de diamètre) et le Ti sous forme de micro-grains. On distingue également sur ce résidu deux zones au sein de la matrice ferrugineuse : une zone très enrichie en Fe et une zone plus enrichie en Al, Si, P et Ti (Fig. V-41).

Les analyses PIXE confirment la présence de nombreux éléments mineurs tels que P (5000 à 7790 ppm), K, Ca, Ti (3770 à 20 000 ppm pour A74MXU10T4-1) et Cr (>100 ppm). Les éléments Ga, As, Sr, Y, Zr et Pb sont détectés à l'état de trace sur les résidus A74GXU17 et A74MXU10T4-1 tandis que le résidu A74NXU27T1-8 présente des teneurs en brome (Br) au-delà de la trentaine de ppm (Tableau V-12).

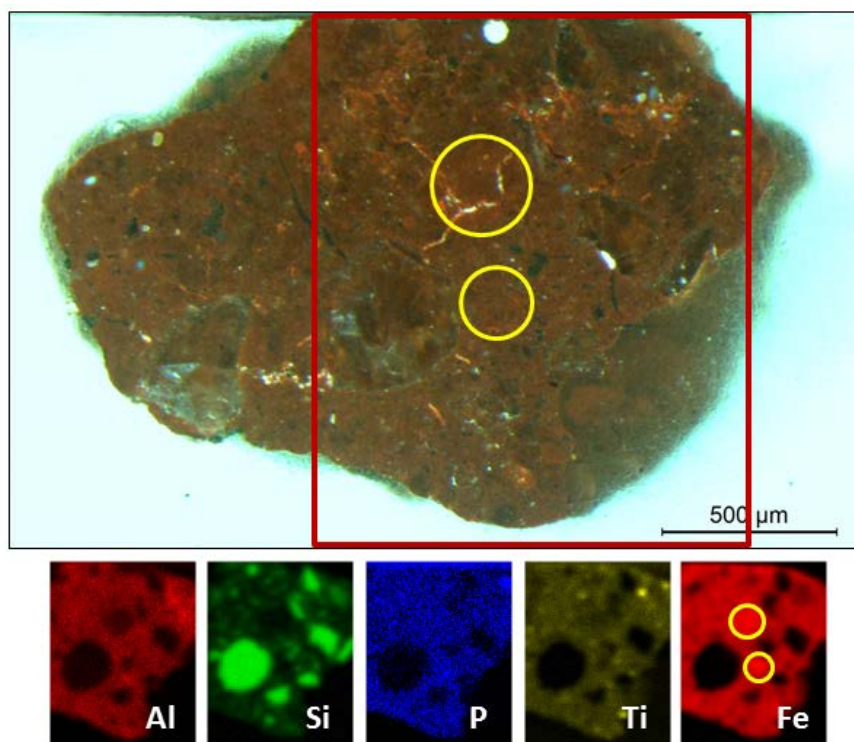


Figure V-41 : Cartographies chimiques des éléments majeurs identifiés sur le résidu rouge A74PXU18R (le cadre indique la zone cartographiée ; \circ : zone très enrichie en Fe)

La cartographie chimique du résidu A74GXU17 montre que Si est clairement anti-corrélé aux autres éléments chimiques identifiés et correspond uniquement aux grains de quartz. Fe est quant à lui fortement corrélé avec Ti et Zr ainsi que dans une moindre mesure avec les éléments Al, P et Ca. Une phase composée des éléments Ga et As apparaît également associée à Fe (Fig. V-42). Les cartographies des résidus A74MXU10T4-1 et A74NXU27T1-8 révèlent quant à elles une association entre Fe et P, la présence d'aluminosilicates potassiques, de grains de quartz, de grains de titane ainsi que des inclusions riches en zirconium.

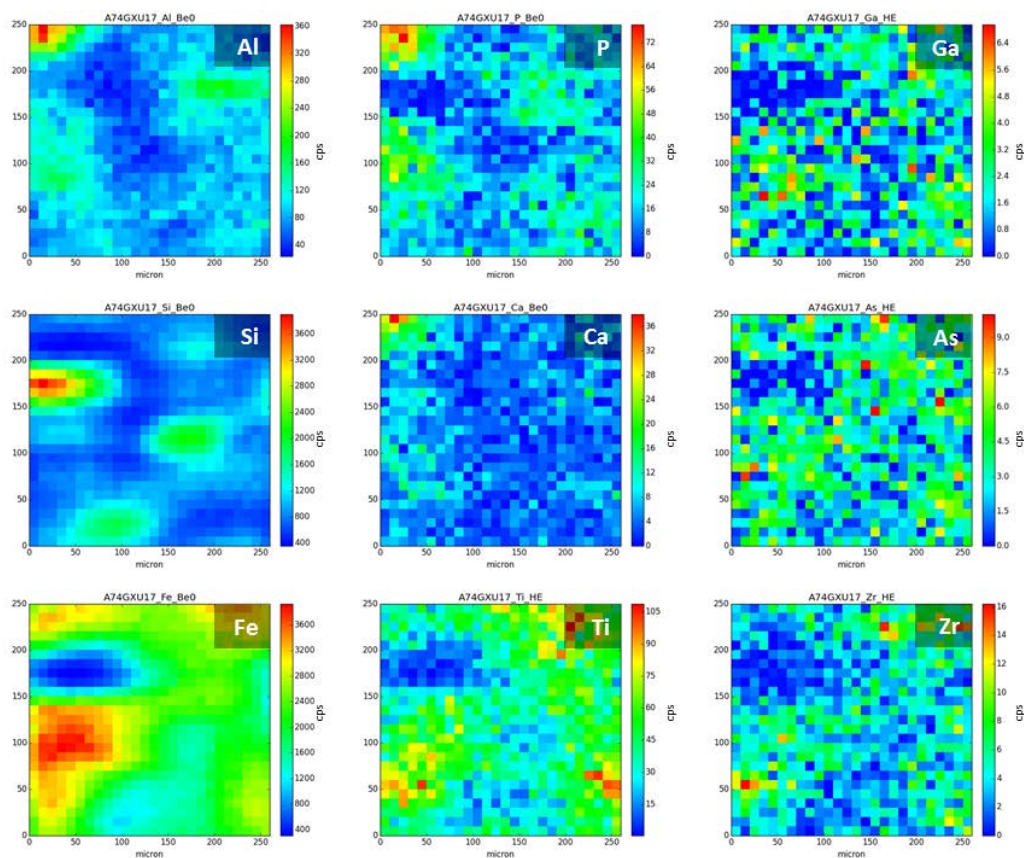


Figure V-42 : Cartographies chimiques du résidu rouge A74GXU17

	Na	Mg	Al (%)	Si (%)	P	S	Cl	K	Ca	Ti	V	Cr	Mn
GXU17	264	348	2,73	18,90	7116	115	372	548	611	6485	594	193	191
MXU10T1-1	491	947	6,78	6,51	5028	302	220	648	265	19994	848	146	338
NXU27T1-8	428	561	6,36	11,26	7790	212	<LOD	1042	118	3768	487	109	188
KXU3	259	749	6,28	13,02	1986	274	60	1184	354	6561	274	62	187
AXU28	1328	<LOD	0,79	1,22	616	94	133	322	126	435	71	20	548
DXU2 (pt. 1)	975	4916	2,69	7,23	714	221	<LOD	3148	1090	734	547	24	251
DXU2 (pt. 2)	1609	9447	2,51	9,01	4629	816	312	1851	2982	301	1210	18	284

	Fe (%)	Cu	Zn	Ga	As	Br	Rb	Sr	Y	Zr	Nb	W	Pb
GXU17	35,80	<LOD	4	20	28	11	8	154	20	252	13	<LOD	82
MXU10T1-1	47,50	9	11	74	19	32	6	86	40	748	50	34	50
NXU27T1-8	42,64	6	19	7	22	34	8	12	9	118	<LOD	<LOD	14
KXU3	40,63	24	48	17	32	<LOD	8	84	7	211	9	<LOD	12
AXU28	66,66	<LOD	6	7	6	10	<LOD	5	4	41	4	<LOD	<LOD
DXU2 (pt. 1)	54,12	<LOD	8	7	2	4	50	7	<LOD	42	<LOD	66	<LOD
DXU2 (pt. 2)	50,28	81	59	6	6	3	20	11	5	9	<LOD	87	16

Tableau V-12 : Éléments majeurs, mineurs et traces composant six résidus de matière colorante analysés par PIXE. (résultats en ppm sauf contre-indication ; **X** : près de la limite de détection ; <LOD : sous la limite de détection)

Caractéristiques micromorphologiques

La poudre obtenue par broyage du résidu A74NXU27T1-4 est homogène, composée d'amas de grains de quelques dizaines de micromètres. Les amas de grains composant la poudre ont une taille de l'ordre du micron jusqu'à 10 μm pour les plus gros. Les observations réalisées par MEB-EDS révèlent un mélange intime entre de petits cristaux de fer (de l'ordre du micromètre) et des grains de quartz de taille plus importante (entre 4 et 8 μm) (Fig. V-43).

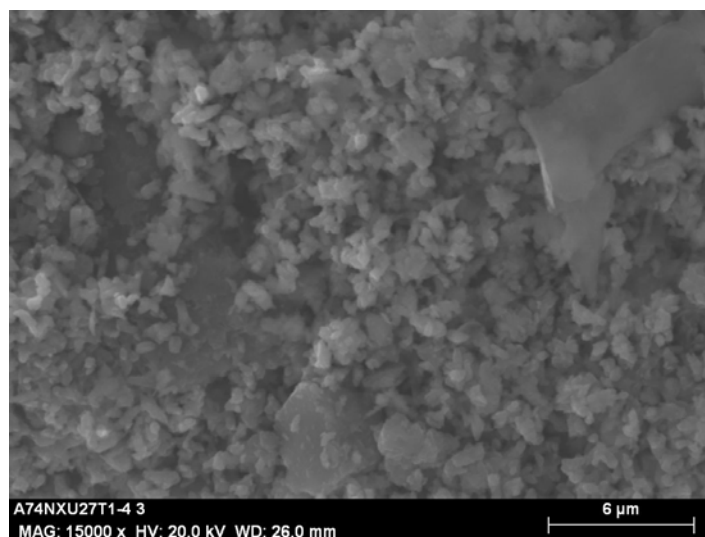


Figure V-43 : Micromorphologie des constituants du résidu rouge A74NXU27T1-4 (mode SE)

Caractéristiques cristallographiques

Plusieurs phases minérales ont été identifiées par μ -Raman sur le résidu rouge A74GXU17 (Fig. V-44) :

- l'hématite, par la présence des bandes Raman vers 200, 220, 295, 405, 620, 820 et 1300 cm^{-1} . La bande relevée à 670 cm^{-1} peut être attribuée soit à la magnétite soit à la maghémite (Cornell et Schwertmann, 2003 ; Legodi et de Waal, 2007 ; Froment *et al.*, 2008 ; Hanesch, 2009). Toutefois, les autres bandes caractéristiques de la maghémite, notamment le doublet à 670-720 cm^{-1} , ne sont pas observées (Legodi et de Waal, 2007 ; Froment *et al.*, 2008 ; Hanesch, 2009 ; Gomes *et al.*, 2013). La présence de magnétite peut s'expliquer par la transformation de l'hématite sous l'effet du laser. Il est également possible que le doublet observé à 620-670 cm^{-1} corresponde au doublet caractéristique de la maghémite mais qu'en raison de la faible cristallinité de la maghémite, celui-ci soit décalé par rapport aux valeurs théoriques ;
- le quartz avec des bandes à 360, 405 et 460 cm^{-1} ;
- le carbone amorphe, provenant du sédiment sablo-cendreux, avec les bandes à 1615 et 1760 cm^{-1} .

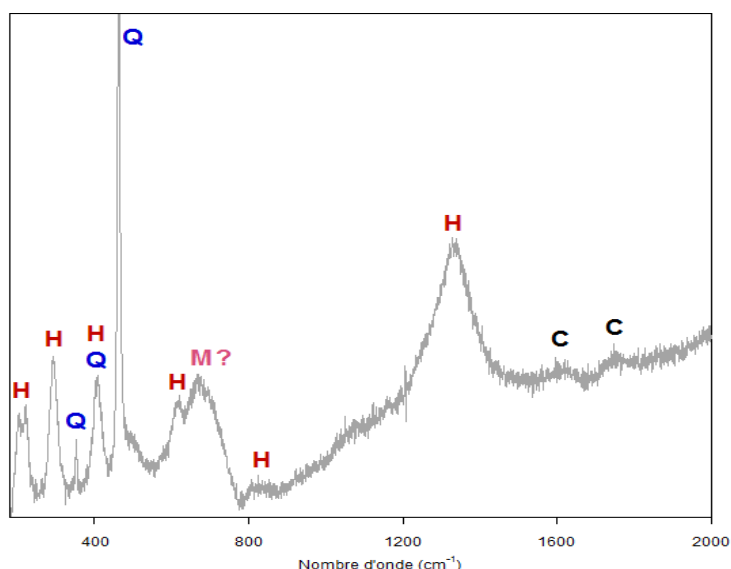


Figure V-44 : Identification des phases majeures et mineures composant le résidu rouge A74GXU17 (H : hématite ; M ? : magnétite/maghémite ; Q : quartz ; C : carbone amorphe)

En outre, les grains de titane observés sur les cartographies chimiques acquises par μ XRF sur le résidu A74PXU10R sont identifiés par μ -Raman comme du rutil (dioxyde de titane de formule TiO_2).

Les analyses réalisées par SR- μ DX confirment la présence d'hématite, de quartz et identifient également la maghémite, l'anatase (autre forme du dioxyde de titane) ainsi que la kaolinite sur le résidu A74NXU27T1-4 (Fig. V-45).

Bilan sur les résidus de matière colorante rouge

Les résidus de couleur rouge présentent généralement des surfaces tendres et pulvérulentes qui en font des matériaux idéaux pour produire de la poudre colorante. La composition chimique des différents résidus est similaire en éléments majeurs (Fe, Si) et mineurs (Al, Ti, P). Différents éléments traces ont été identifiés au sein des résidus ainsi qu'une association chimique entre les éléments Ga et As (Zn étant toujours en limite de détection) comme sur les pièces facettées et striées (cf. § V.1.2.5), pouvant constituer des indices révélateurs de différentes sources d'approvisionnement. Les phases minérales déterminées – hématite, kaolinite, anatase/rutil et quartz – sont cohérentes avec la chimie des résidus. De la maghémite a également été identifiée sur un, voire deux résidus expliquant leurs propriétés magnétiques (Tableau V-13).

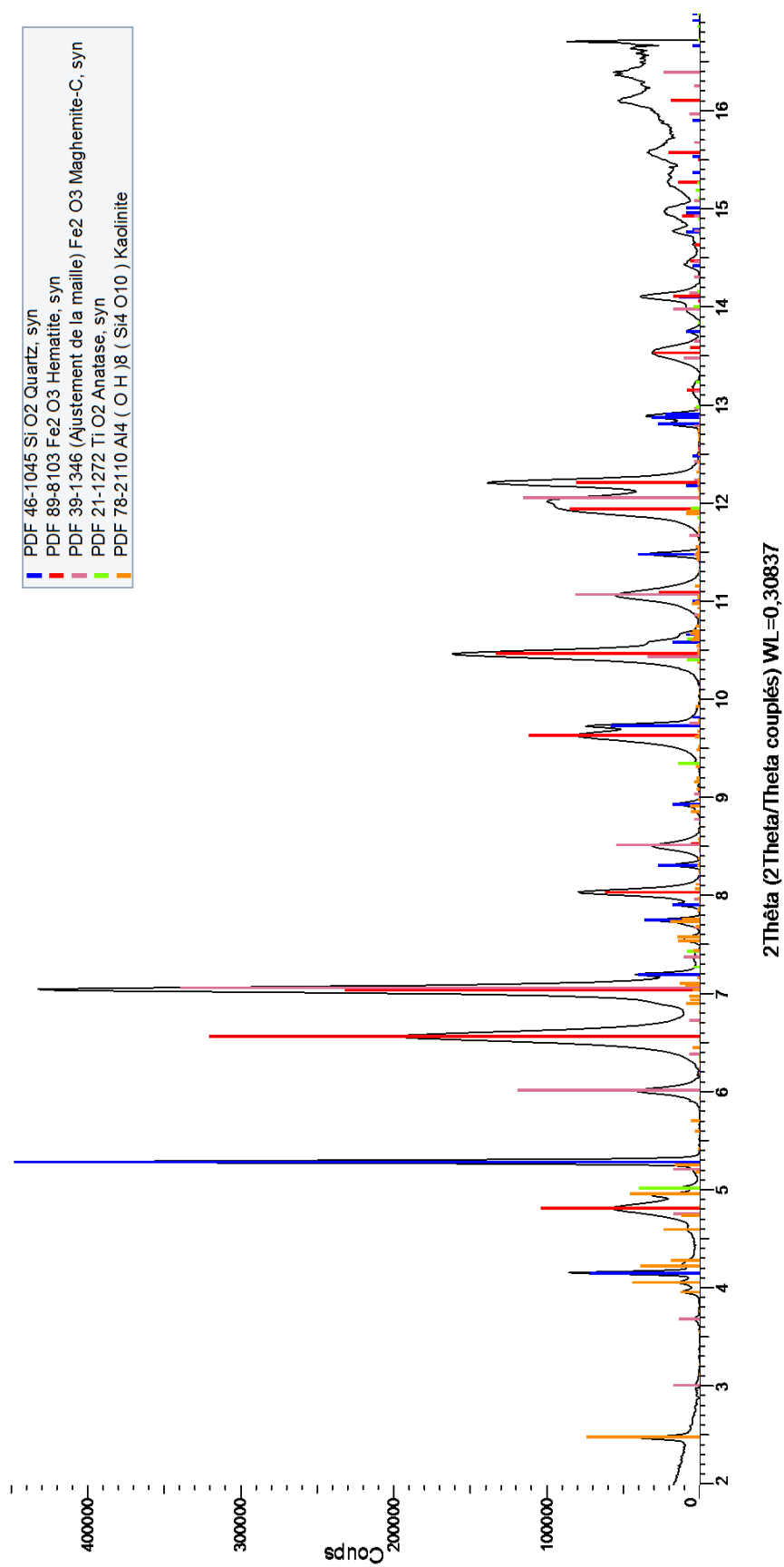


Figure V-45 : Identification des phases minérales majeures et mineures composant le résidu rouge A74NXU27T1-4 (SR- μ DRX, NSLS-II)

Résidus de matière colorante rouge	Observations mésoscopiques et <i>microscopiques</i>	Compositions chimiques	Phases minérales
A74PXU18R	Forme arrondie Texture tendre et pulvérulente Grains de quartz Micro-grains de Ti	Fe, Si, Ti, Al, P, S, K	Quartz Hématite Rutile
A74GXU17	Forme pyramidale à base triangulaire, arêtes émoussées Matrice pulvérulente rouge entourée d'une croûte plus compacte de couleur brun-rouge, porosités tabulaires Faible aimantation	Fe, Si, Al, P, Ti <i>Cl, Ca, C, Cr, Ga, As, Sr, Y, Zr, Pb</i>	Quartz Hématite Carbone amorphe Maghénite ?
A74MXU10T4-1	Forme indéterminée, arêtes émoussées Texture tendre et pulvérulente, petites porosités Forte aimantation	Fe, Si, Al, Ti P <i>Mg, S, Cl, K, Ca, V, Cr, Mn, Ga, As, Br, Sr, Y, Zr, Nb, Pb</i>	
A74NXU27T1-4	Forme tabulaire à base triangulaire, arêtes émoussées Texture tendre et pulvérulente Forte aimantation <i>Mélange de microcristaux de fer et de grains de quartz</i>	Fe Si, Al, Na, Mg <i>P, S, Ti</i>	Quartz Hématite Maghémite Anatase Kaolinite
A74NXU27T1-8	Forme tabulaire à base rectangulaire, arêtes émoussées Texture tendre et pulvérulente	Fe, Si, Al P, K, Ti <i>V, Br, Zr</i>	

Tableau V-13 : Résumé des analyses élémentaires et structurales pour les **résidus de matière colorante rouge** (Élément : majeur ; élt. : mineur ; élt. : trace ; **Ph.** : phase majeure ; Ph. : phase mineure)

Les résidus de matière colorante orange

Description macroscopique

Les résidus de matière colorante orange font partie des résidus présentant plus précisément une teinte rouge-orangé. Les cinq résidus sélectionnés pour une caractérisation physico-chimique affinée présentent une texture tendre et pulvérulente. Deux résidus, A74FXU4BT3 et A74PXU10-27, sont caractérisés par un cœur de couleur mauve qui contraste avec leur surface de couleur orange ainsi que par une forte aimantation. Le cœur mauve du résidu A74FXU4BT3 est parcouru de quelques fractures ainsi que des micropores et contient des grains de quartz de près de 0,1 mm de diamètre. De nombreux micropores sont observés au sein du cœur mauve du résidu A74PXU10-27, apparaissant comme organisés selon une direction linéaire (Fig. V-46). Des grains de quartz d'une trentaine de microns de diamètre sont parsemés au sein de la poudre colorante orange obtenue après broyage. Le cœur du résidu A74PXU14-13 contient également des zones de couleur légèrement mauve et est caractérisé par une faible aimantation.

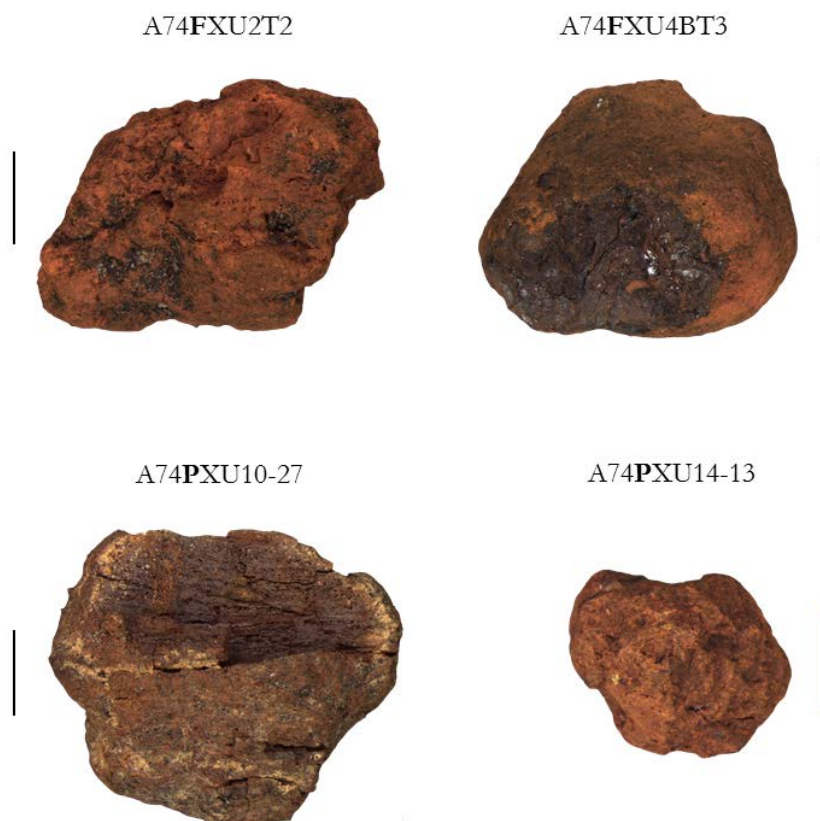


Figure V-46 : Planche photographique des résidus de matière colorante orange analysés (échelle noire à 1 mm ; échelle jaune à 0,5 mm)

Le résidu A74FXU2T2, imprégné de sédiment sablo-cendreux, est caractérisé par une texture pulvérulente et poreuse ainsi que par une très faible aimantation. La coupe transversale polie réalisée sur le résidu A74PXU14-13R révèle deux zones de couleur et de texture différentes : la première, majoritaire au cœur du résidu, apparaît fortement poreuse, liée à l'arrachement des grains de quartz par polissage, et de couleur orange soutenu tandis que la seconde zone, se limitant au bord inférieur, montre une porosité moindre et une couleur orange clair (Fig. V-47).

Caractéristiques chimiques

Les résidus de matière colorante orange se composent essentiellement de Fe (20 à 40 % en pourcentage d'oxyde), de Al et Si (<10 %) et des éléments P, K, Ti, Na et Mg, détectés en des concentrations inférieures au pourcentage d'oxyde d'après les analyses réalisées en MEB-EDS.

Caractéristiques micromorphologiques

Les cartographies chimiques enregistrées lors des analyses par μ XRF ont permis d'identifier le titane sous forme de micro-grains à l'intérieur du résidu A74PXU14R (Fig. V-47).

Les micrographies acquises au MEB sur le résidu A74PXU10-27 révèlent la présence de grains dont la taille varie entre 1 et 200 μ m (Fig. V-48) et des composants riches en fer se présentant sous une micromorphologie globuleuse. Les observations microscopiques faites sur le résidu A74FXU4BT3 permettent d'observer une micromorphologie particulière, une couche ferrugineuse caractérisée par une texture lisse ou présentant des formes globuleuses recouvrant en partie les grains de quartz (Fig. V-49). Enfin, les micrographies du résidu A74FXU2T2 montrent des agglomérats de microcristaux de taille inférieure au micromètre riches en Fe, Si et Al (Fig. V-50), différant complètement de la morphologie observée sur les résidus précédents.

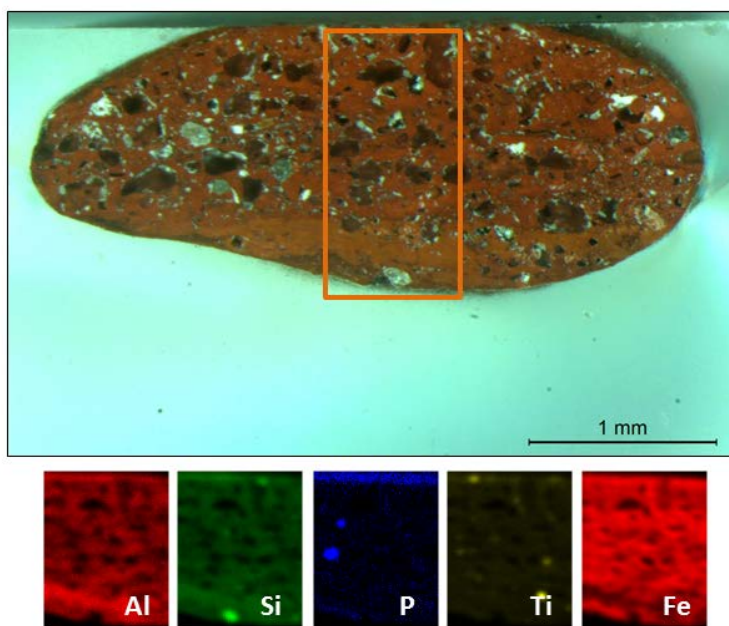


Figure V-47 : Cartographies chimiques des éléments majeurs identifiés sur le résidu orange A74PXU14R (le cadre indique la zone cartographiée)

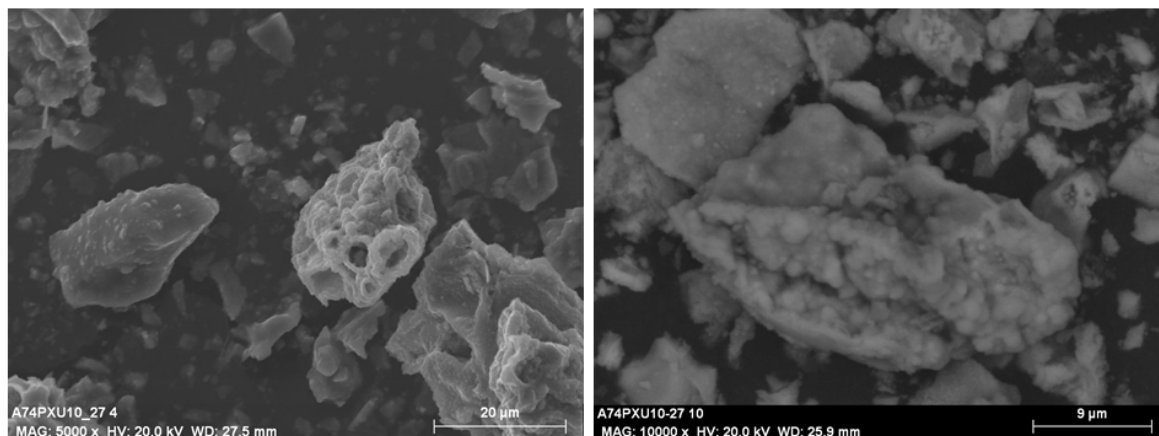


Figure V-48 : Micromorphologies des constituants du résidu orange A74PXU10-27 (mode SE)

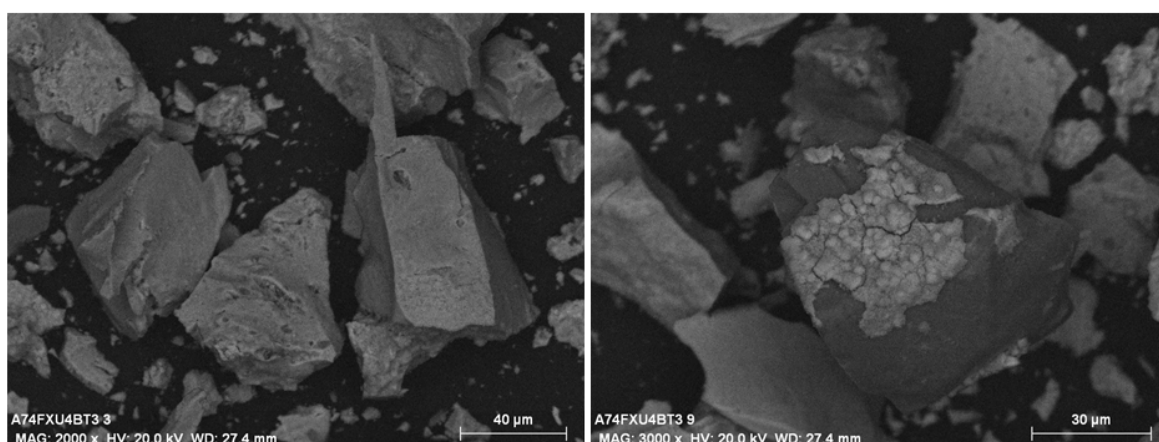


Figure V-49 : Micromorphologie des constituants du résidu orange A74FXU4BT3 (mode BSE)

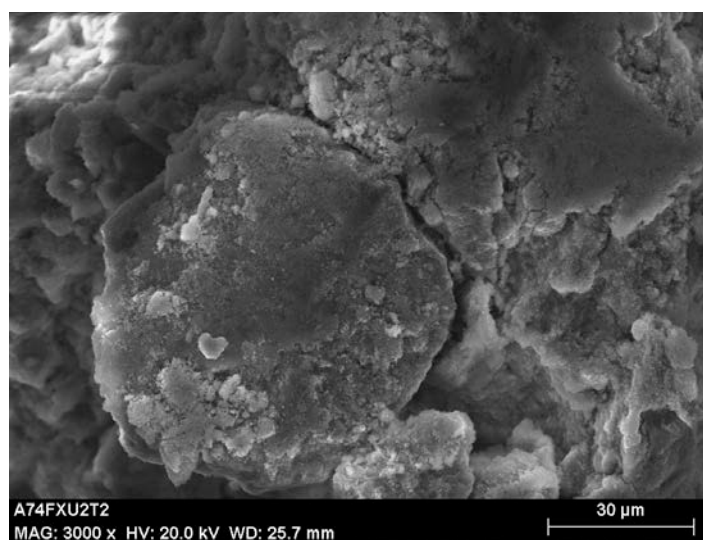


Figure V-50 : Micrographie des constituants du résidu orange A74FXU2T2 (mode SE)

Caractéristiques cristallographiques

Les analyses par μ -Raman du résidu A74PXU14R témoignent de la présence de quartz et d'hématite avec les bandes observées vers 210, 230, 280, 395, 485, 600 et 1310 cm^{-1} . Comme pour le cas du résidu de matière colorante rouge A74GXU17, la bande relevée à 670 cm^{-1} peut être attribuée soit à la magnétite soit à la maghémite bien que les autres bandes caractéristiques de la maghémite ne soient pas observées, pour les mêmes raisons que citées précédemment. De nouveau, le rutile, correspondant aux grains de Ti observés sur les cartographies chimiques, est identifié par les bandes Raman relevées à 430 et 605 cm^{-1} (Fig. V-51).

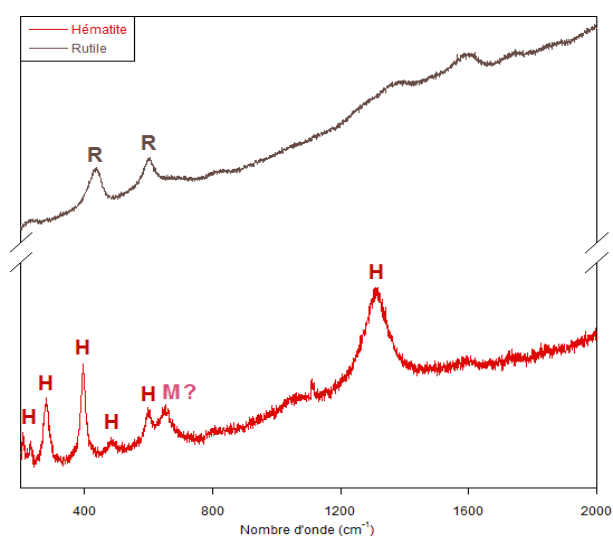


Figure V-51 : Identification des phases majeures et mineures du résidu orange A74PXU14R
(**H** : hématite ; **M ?** : magnétite/maghémite ; **R** : rutile)

Les mesures réalisées par μ -DS-CT indiquent que le résidu A74PXU14-13 est constitué d'hématite, de maghémite, de kaolinite et de quartz (Fig. V-52). Les phases minérales identifiées par SR- μ DRX sur le résidu A74FXU4BT3 sont l'hématite, la maghémite, la kaolinite, le rutile et le quartz (Fig. V-53). Seuls la maghémite et un peu de quartz ont été identifiés par SR- μ DRX sur le résidu A74PXU10-27 (Fig. V-54). Enfin, l'analyse par DRX du résidu A74FXU2T2 indique qu'il est constitué de quartz, d'hématite désordonnée (pics élargis) et de kaolinite. La présence de maghémite sur les différents résidus de matière colorante orange explique leurs propriétés magnétiques.

Bilan sur les résidus de matière colorante orange

À la suite des observations et des analyses menées, les résidus de couleur orange étudiés peuvent être séparés en deux groupes à la fois macroscopiques et cristallographiques :

- Le premier groupe comprend ainsi les résidus présentant une surface pulvérulente de couleur orange, un cœur de couleur mauve poreux voire fracturé ainsi qu'une forte aimantation : A74FXU4BT3, A74PXU10-27 et A74PXU14-13. Ces résidus sont composés de constituants

riches en fer présentant une micromorphologie globuleuse et identifiés comme de la maghémite, expliquant leurs propriétés magnétiques ;

- Le second groupe réunit les résidus à surface et cœur de couleur orange, caractérisés par une texture pulvérulente et une très faible aimantation, tel le résidu A74**FXU2T2**. Sa micromorphologie diffère de celle des résidus du premier groupe et la maghémite n'est pas identifiée sur le résidu.

L'étude structurale indique que la maghémite est identifiée sur les résidus de couleur orange constitués d'un cœur de couleur mauve et possédant des propriétés magnétiques. Cet oxyde de fer se présente sous forme de petits cristaux de fer à micromorphologie globuleuse. La maghémite est aussi identifiée sur le résidu de couleur rouge A74**NXU27T1-4** caractérisé par une forte aimantation. Toutefois, ce résidu ne présente pas de cœur de couleur mauve ni une micromorphologie globuleuse. Ces différences au niveau macro- et micromorphologique peuvent s'expliquer par le degré de cristallinité de la maghémite, voire du temps de chauffage.

Enfin, malgré des différences cristallographiques apparentes avec la présence ou non de maghémite, il n'y a pas de distinction chimique en termes d'éléments majeurs et mineurs entre les résidus répartis dans les deux groupes (Tableau V-14). Il serait nécessaire de poursuivre des analyses permettant d'identifier les éléments traces et d'observer les associations chimiques.

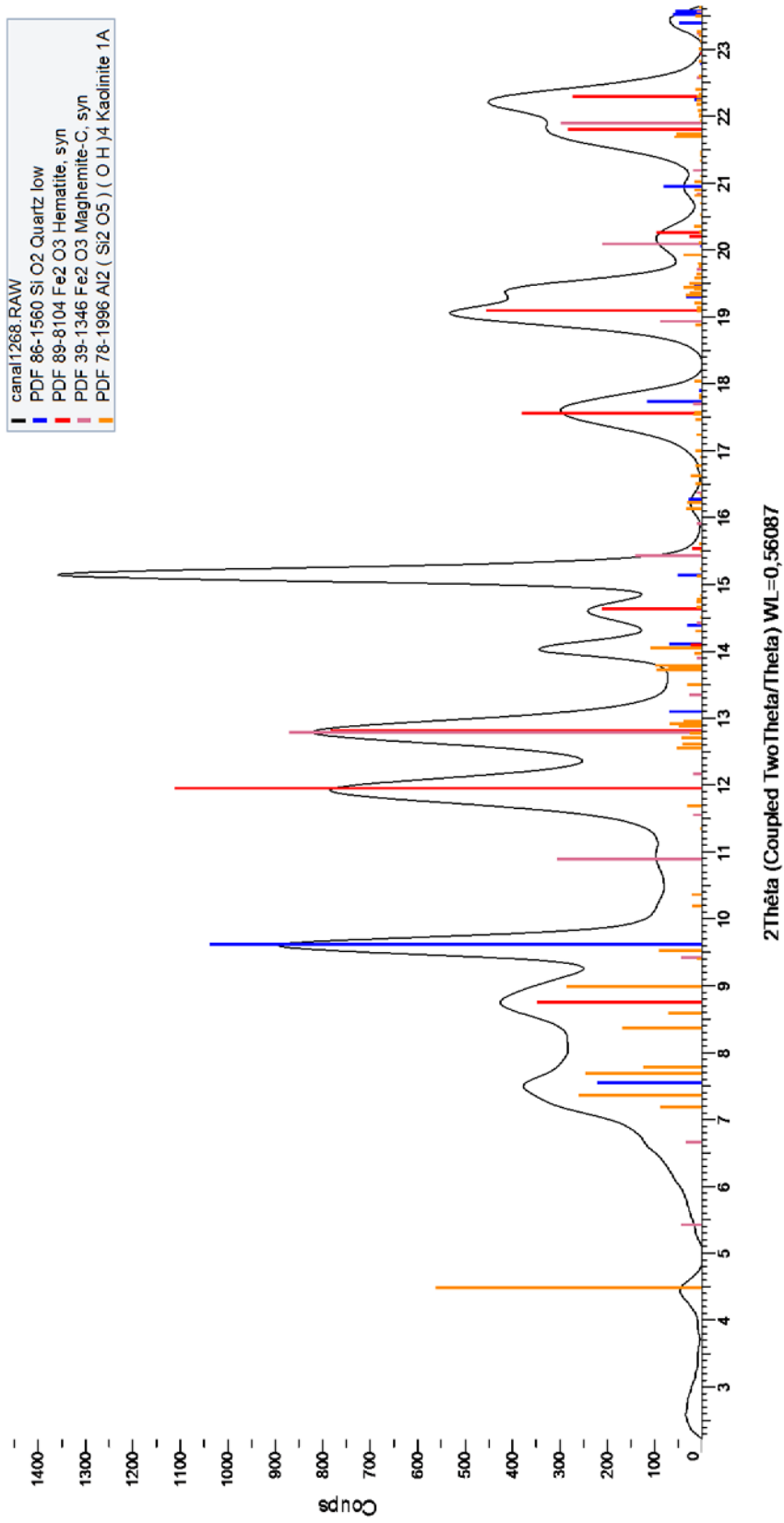


Figure V-52 : Identification des phases minérales majeures et mineures composant le résidu orange A74PXU14-13 (μ -DS-CT, Institut Néel)

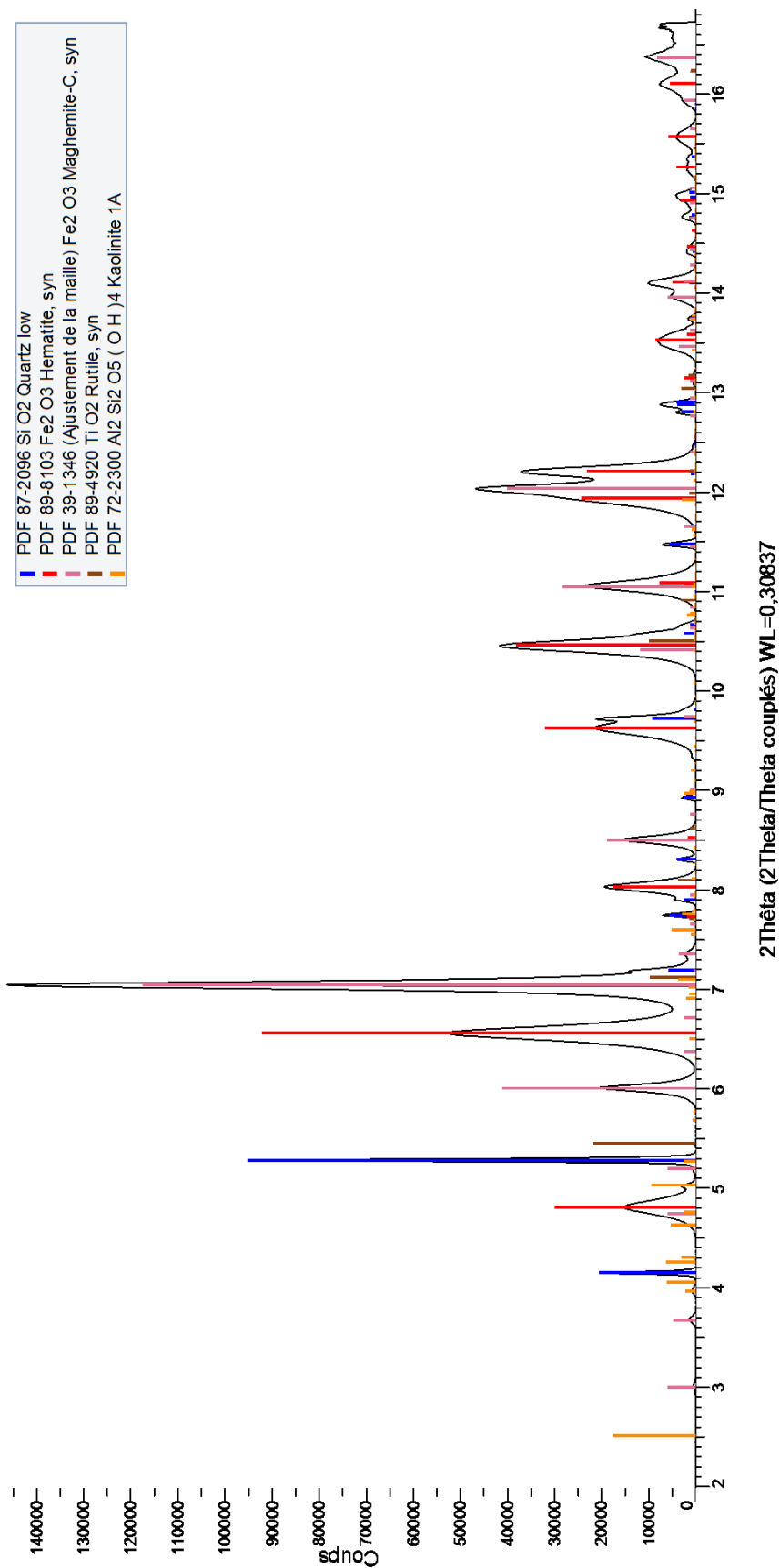


Figure V-53 : Identification des phases minérales majeures et mineures composant le résidu orange A74FXU4BT3 (SR-μDRX, NLSL-II)

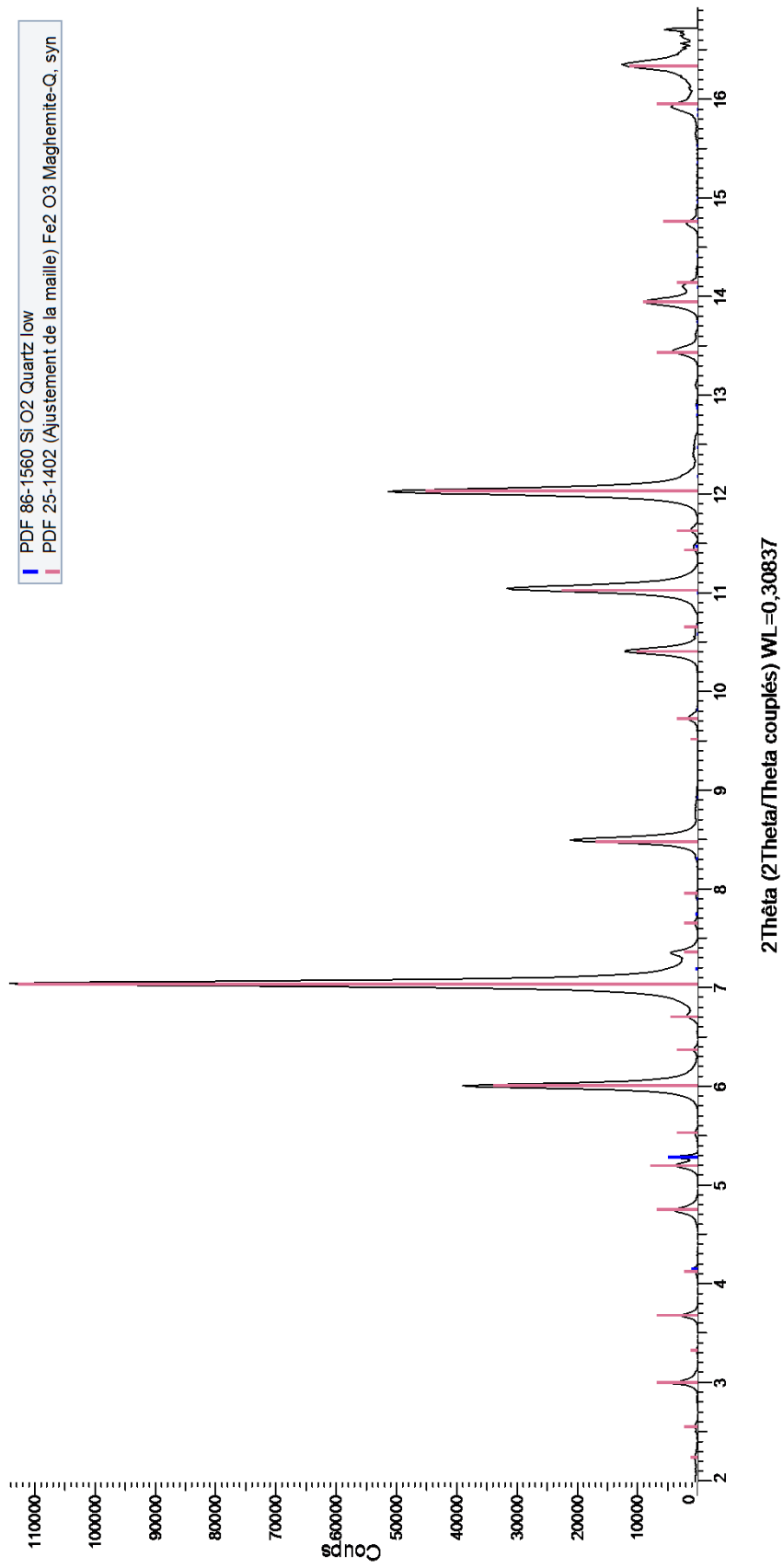


Figure V-54 : Identification des phases minérales majeures et mineures composant le résidu orange A74PXU10-27 (SR-μDRX, NLSL-II)

Résidu de matière colorante orange	Observations mésoscopiques et <i>microscopiques</i>	Compositions chimiques	Phases minérales
A74PXU14-13	Forme arrondie, texture tendre et pulvérulente Grains de quartz et inclusions de couleur jaune Faible aimantation		Quartz Hématite Maghémite Kaolinite
A74PXU14R	Forme arrondie, texture tendre et pulvérulente Grains de quartz et micro-grains de Ti Deux couleurs au cœur du résidu	Fe, Si, Al, Ti, K, P, S	Quartz Hématite Rutile <i>Maghémite ?</i>
A74FXU4BT3	Forme arrondie, surface orange à texture pulvérulente Intérieur mauve compact, craquelé, et grains de quartz Forte aimantation <i>Couche ferrugineuse lisse/globuleuse recouvrant partiellement les grains de quartz.</i>	Fe, Si Al, Na <i>Mg, P, Ti</i>	Quartz Hématite Maghémite Anatase Kaolinite
A74FXU2T2	Forme arrondie, texture pulvérulente et poreuse Faible aimantation <i>Agglomérats de microcristaux ferrugineux</i>	Fe Si, Al <i>Na, Mg, P, Ti</i>	Quartz Hématite Kaolinite
A74PXU10-27	Forme indéterminée Surface orange à texture tendre et pulvérulente Intérieur mauve, avec micropores Forte aimantation <i>Microcristaux riches en fer sous forme globuleuse</i>	Fe Si, Al, Ti, Mg <i>P</i>	Quartz Maghémite

Tableau V-14 : Résumé des analyses élémentaires et structurales pour les **résidus de matière colorante orange**
(**Élément** : majeur ; élt. : mineur ; élt. : trace ; **Ph.** : phase majeure ; **Ph.** : phase mineure)

Les résidus de matière colorante jaune

Description macroscopique

Les quatre résidus de matière colorante jaune caractérisés de manière affinée présentent une surface tendre et pulvérulente, sur laquelle le sédiment sablo-cendreuse provenant du milieu d'enfouissement s'est imprégnée. Les résidus sont de forme plus ou moins arrondie, excepté le résidu A74RXU2T1-2 qui se présente sous forme tabulaire, avec une zone de couleur rouge sur son extrémité droite (Fig. V-55). Pour rappel, aucun des résidus de couleur jaune ne possède d'aimantation.

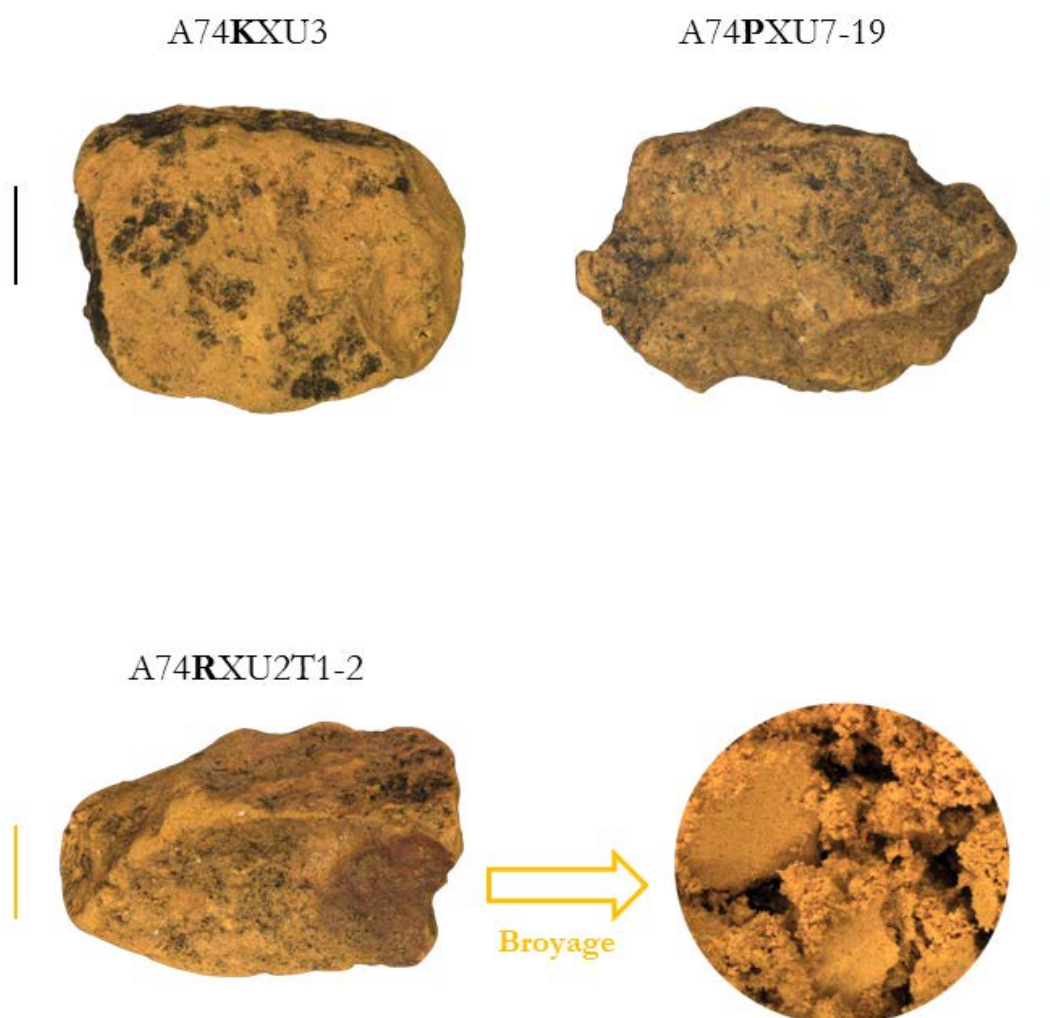


Figure V-55 : Planche photographique des résidus de matière colorante jaune analysés (échelle noire à 1 mm ; échelle jaune à 0,5 mm ; échelle grise à 200 μ m)

Caractéristiques chimiques

Les analyses chimiques des résidus de matière colorante jaune dévoilent une composition chimique riche en Fe et Si ainsi que la présence en moindre quantité des éléments Na, Mg, P, K et Ti.

D'après les mesures (cf. Tableau V-12) et les cartographies chimiques (Fig. V-56) réalisées par PIXE sur le résidu A74KXU3, le Fe est le principal constituant (40 %), avec les éléments Si et Al (13 et 6 % respectivement) clairement associés avec le P et K présents en des concentrations mineures. Ti et Zr sont présents sous forme d'inclusions distinctes, sans doute de dioxyde de titane pour le premier et de zircon pour le second. Les éléments Mg, Ca et Sr sont quant à eux présents à l'état de trace et distribués de manière plutôt homogène sur l'ensemble de la zone cartographiée. Enfin, une phase composée des éléments Zn, Ga et As, comme celle détectée sur plusieurs pièces facettées et striées, a été identifiée.

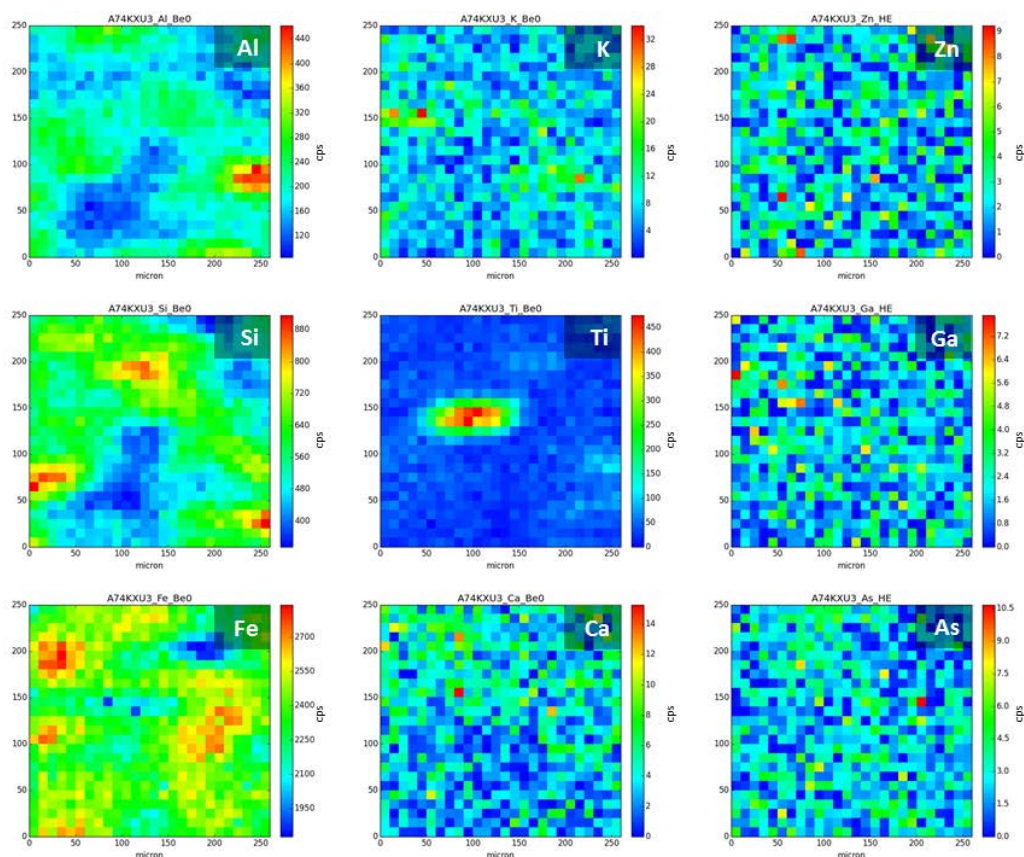


Figure V-56 : Cartographies chimiques du résidu jaune A74KXU3

Caractéristiques micromorphologiques

L'ensemble des éléments identifiés sur le résidu A74PXU13R2 sont distribués uniformément sur la zone cartographiée, excepté le Ti présent sous forme de micro-grains (Fig. V-57). La micromorphologie du résidu de couleur jaune, A74RXU2T1-2, révèle un mélange entre des de petits cristaux de Fe et des grains de quartz (Fig. V-58).

Caractéristiques cristallographiques

Alors que seule la présence de quartz a pu être mise en évidence au cours des analyses menées par μ -Raman sur le résidu préparé en coupe polie A74PXU13R2, les bandes Raman relevées sur le résidu A74KXU3 dévoilent un mélange de trois phases dont le quartz (190 et 790 cm^{-1}), la goéthite (320 , 385 , 505 et 630 cm^{-1}) et le carbone amorphe (1340 et 1590 cm^{-1}) (Fig. V-59). L'origine du carbone amorphe reste indéterminée, n'étant pas liée au sédiment sablo-cendreux. Quant au quartz identifié, au vu de sa répartition au sein du résidu il s'agit certainement d'une phase constitutive à part entière du résidu et non d'une contamination du sédiment sablo-cendreux.

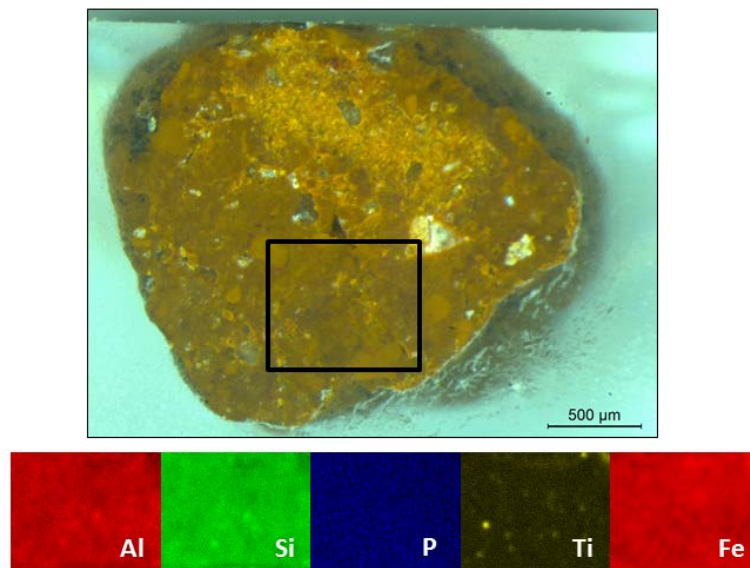


Figure V-57 : Cartographies chimiques des éléments majeurs identifiés sur le résidu jaune A74PXU13R2 (le cadre indique la zone cartographiée)

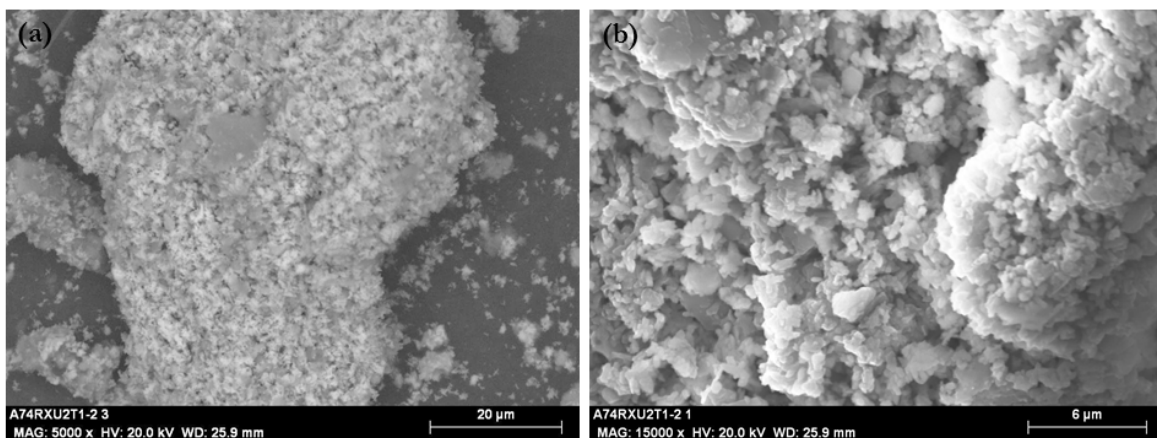


Figure V-58 : Micrographies des constituants du résidu jaune A74RXU2T1-2 : (a) à grossissement $\times 5000$ en mode BSE et (b) à grossissement $\times 15\ 000$ en mode SE

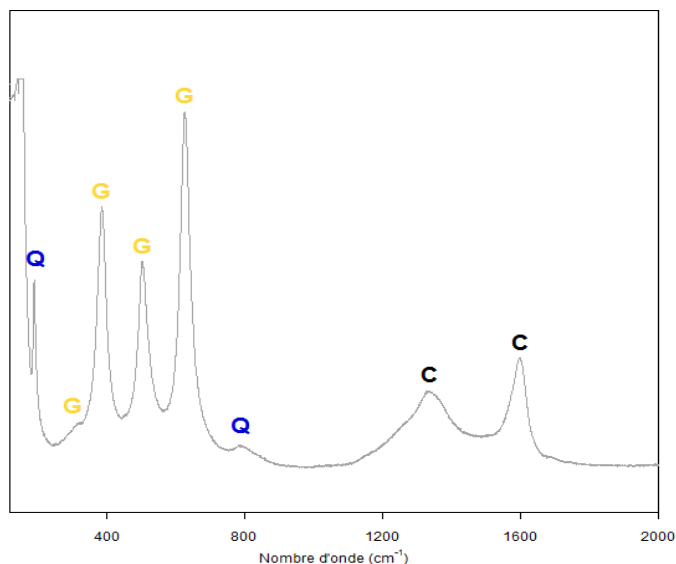


Figure V-59 : Identification des phases majeures et mineures composant le résidu jaune A74KXU3 (Q : quartz ; G : goethite ; C : carbone amorphe)

La composition chimique des résidus de matière colorante jaune est cohérente avec les mesures réalisées par SR- μ DRX et μ -DS-CT qui mettent en évidence la présence de goethite, de kaolinite, d'anatase et de quartz (Fig. V-60). Il est possible que le rutile ou l'anatase n'ait pas pu être identifié par μ -DS-CT sur le résidu A74PXU7-19 soit en raison de faible teneur en Ti soit en raison des limites de détection de l'appareil de mesure (Fig. V-61).

Bilan sur les résidus de matière colorante jaune

Les résidus de couleur jaune se caractérisent par une texture tendre et pulvérulente idéale pour produire de la poudre colorante comme les résidus de couleur rouge et orange. Les phases minérales identifiées sont cohérentes avec la composition chimique déterminée : goethite, kaolinite, anatase et quartz (Tableau V-15). La présence d'une petite zone de couleur rouge sur le résidu A74RXU2T1-2, observée également sur d'autres résidus jaunes, peut constituer un indice de chauffage accidentel même si ni l'hématite ni la maghémite n'ont été identifiées, peut-être en raison d'une faible cristallinité voire aussi de concentrations vraiment trop faibles pour être détectées. Enfin, une phase riche en Zn-Ga-As a été détectée sur le résidu A74KXU3 comme sur certaines pièces facettées et striées (cf. § V.1.2.5.), pouvant constituer un traceur d'une source d'approvisionnement.

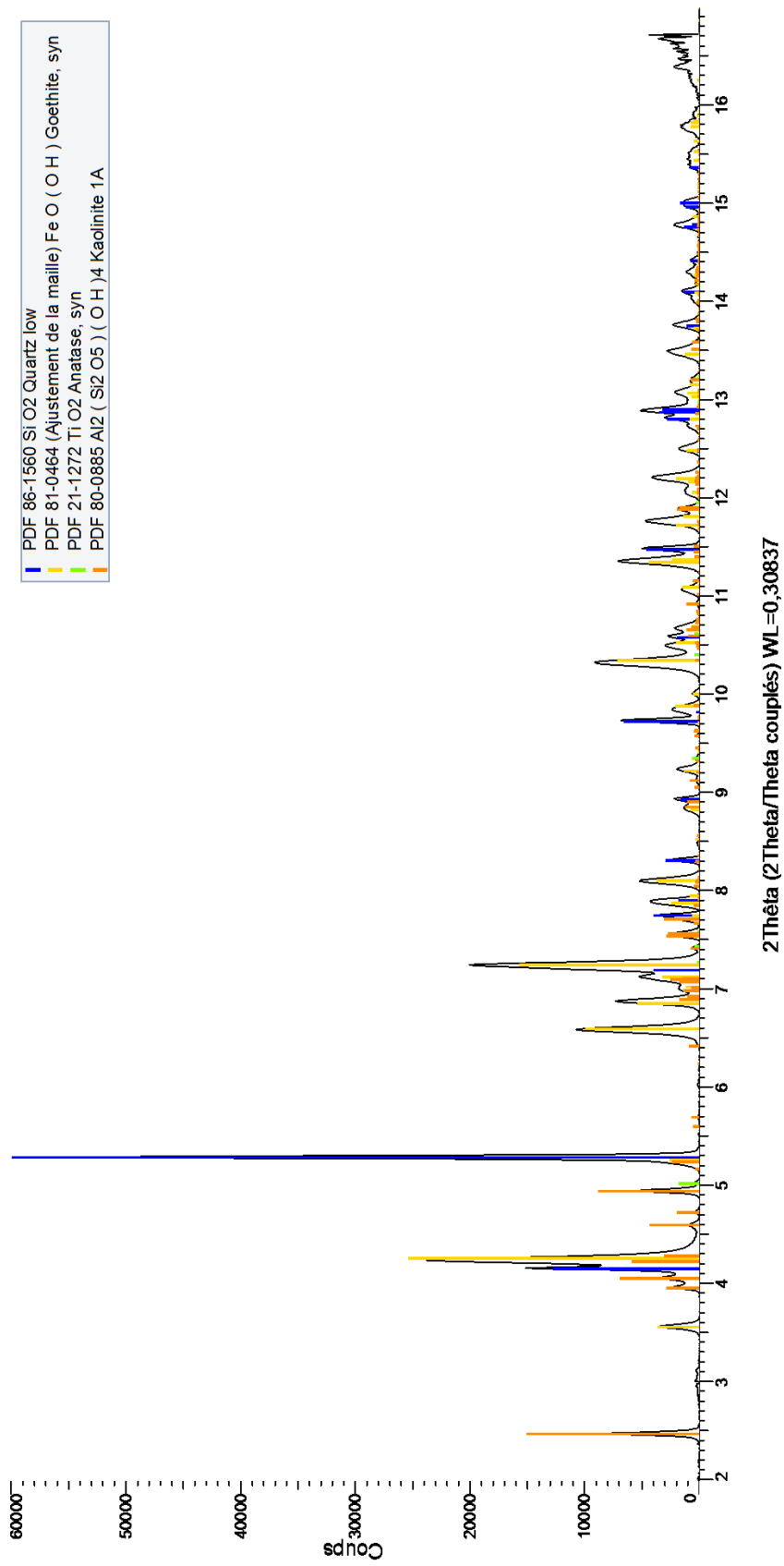


Figure V-60 : Identification des phases majeures et mineures composant le résidu jaune A74RXU2T1-1 (SR-μDRX, NLSL-II)

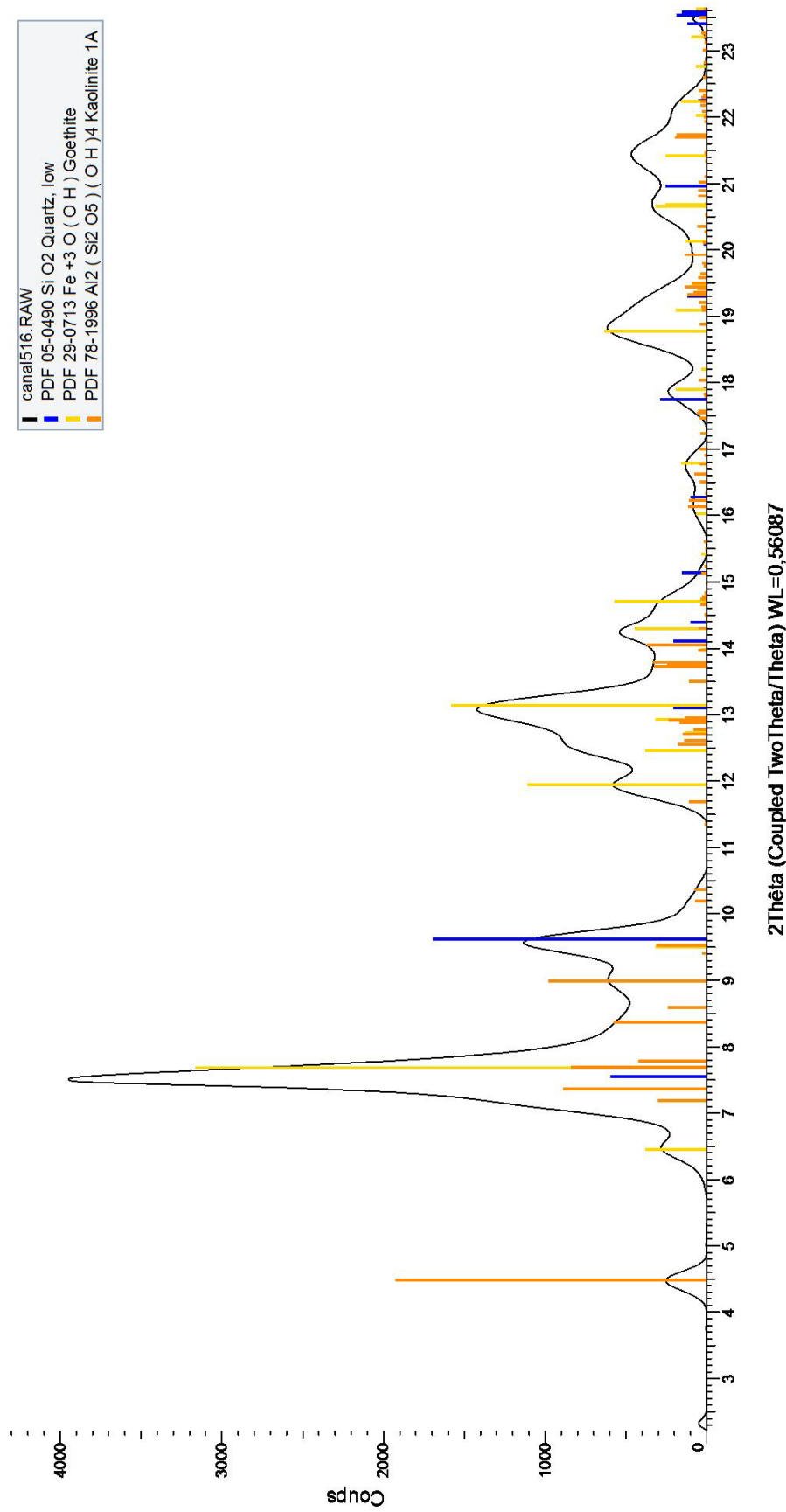


Figure V-61 : Identification des phases minérales majeures et mineures composant le résidu jaune A74PXU7-19 (μ-DS-CT, Institut Néel)

Résidus de matière colorante jaune	Observations mésoscopiques et <i>microscopiques</i>	Compositions chimiques	Phases minérales
A74PXU13R2	Forme arrondie Texture tendre et pulvérulente Grains de quartz Micro-grains de Ti	Fe, Si, Al, Ti, P, S, K	Quartz
A74PXU7-19	Forme indéterminée Texture tendre et pulvérulente	Fe, Si Al, K, Ti	Quartz Goethite Kaolinite
A74KXU3	Forme arrondie Texture tendre et pulvérulente Sédiment sablo-cendreuse imprégné à la surface	Fe, Si, Al P, K, Ti Mg, S, Ca, Zn, Ga, As, Sr, Y, Zr	Quartz Goethite Carbone amorphe
A74RXU2T1-2	Forme tabulaire Texture tendre et pulvérulente Zone de couleur rouge <i>Mélange de microcristaux de fer et de grains de quartz</i>	Fe, Si Al, Na Mg, P, S, Ti	Quartz Goethite Anatase Kaolinite

Tableau V-15 : Résumé des analyses élémentaires et structurales pour les résidus de matière colorante jaune
(Élément : majeur ; élt. : mineur ; élt : trace ; Ph. : phase majeure ; Ph. : phase mineure)

Les résidus de matière colorante mauve

Description macroscopique

Sous le sédiment brun, le résidu A74AXU28 de couleur mauve, mesurant un peu plus de 1 cm, présente un éclat brillant et une texture grasse. Le résidu A74DXU2 se présente sous forme de boulette « pailletée » de couleur violette avec des inclusions de couleur jaune (Fig. V-62). Il est extrêmement friable et « gras » au toucher. Les observations sous loupe binoculaire ont révélé la présence d'inclusions jaunes de goethite ainsi que celle de muscovite.



Figure V-62 : Planche photographique des résidus de matière colorante mauve analysés (échelle violette à 0,5 cm)

Caractéristiques chimiques

La composition chimique du résidu A74AXU28 est dominée par la présence de Fe (67 %), avec seulement 1 % de Si (cf. Tableau V-12). Excepté Ti présent sous forme d'inclusions, tous les éléments identifiés par PIXE sont distribués de façon uniforme sur la zone cartographiée, sans qu'aucune corrélation distincte ne puisse être faite entre les différents éléments chimiques.

Un premier point de mesure par PIXE a été réalisé sur la zone de couleur mauve du résidu A74DXU2 et un second au niveau d'une inclusion de couleur jaune. La nature et les teneurs des constituants chimiques en éléments majeurs sont similaires (Fe entre 50 et 54 %, Si entre 7 et 9 %, Al à 2,5 %). Seules des variations de concentration sont observées, notamment une augmentation significative des teneurs en Na, Mg, P, S, Cl, Ca et V au niveau de l'inclusion de couleur jaune (cf. Tableau V-12). Les cartographies chimiques enregistrées au niveau de la zone de couleur mauve montrent une distribution homogène pour la majorité des éléments identifiés. Des inclusions riches uniquement de Si d'une part et de Ca d'autre part traduisent la présence respective de quartz et de carbonates ou d'oxalates de calcium. Les éléments Al, K et Si sont corrélés, indice de la présence d'un aluminosilicate de potassium, telle la muscovite identifiée sous la loupe binoculaire. Les cartographies chimiques enregistrées au niveau de l'inclusion de couleur jaune révèlent diverses associations

d'éléments minéraux (Fig. V-63), traduisant la présence de plusieurs phases : une phase majeure avec Fe (certainement de la goéthite) corrélé à P et V, une phase associant Si, Al et K (aluminosilicate de potassium), un sulfate de calcium et une inclusion riche en Cu, Zn et Pb. Quant aux éléments identifiés à l'état de trace, Na, Mg, Cl, Mn et W, leur répartition sur la zone cartographiée est homogène.

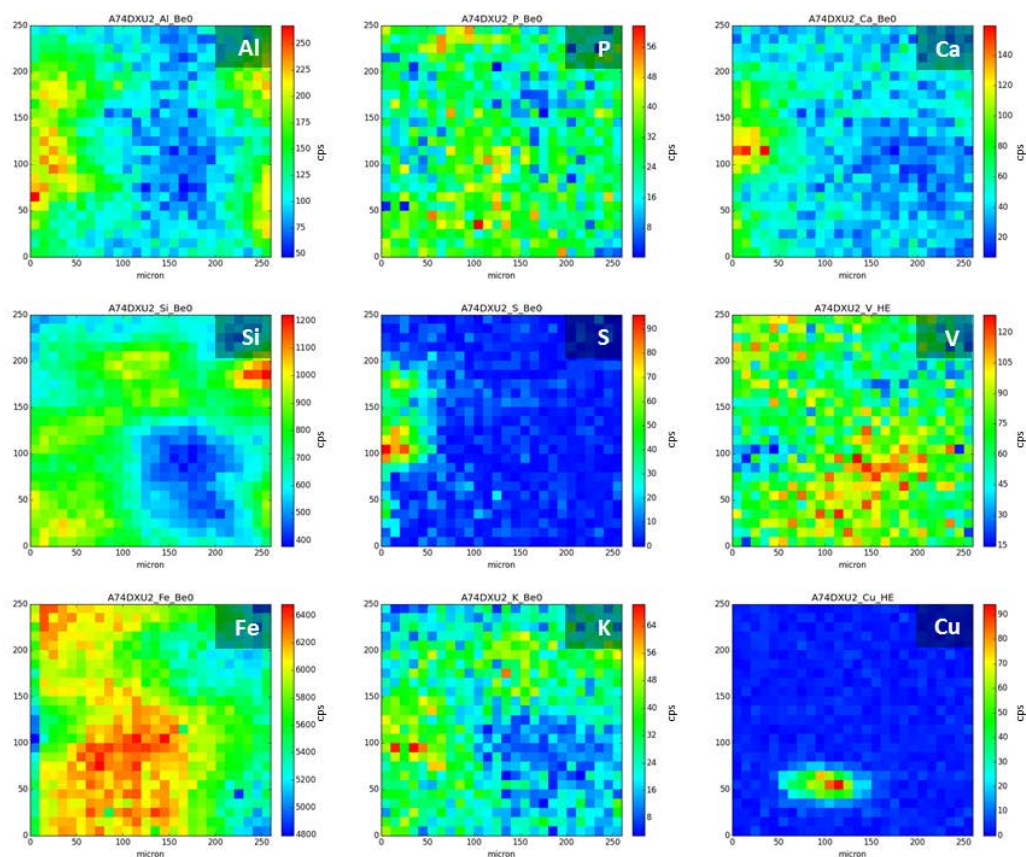


Figure V-63 : Cartographie de l'inclusion jaune au sein du résidu A74DXU2

Caractéristiques micromorphologiques

Le résidu A74DXU2 est constitué par une matrice argileuse mélangée avec de petites plaquettes de fer (Fig. V-64a), caractéristiques de l'hématite très bien cristallisée, avec une épaisseur moyenne de 0,5 μm (Fig. V-64b).

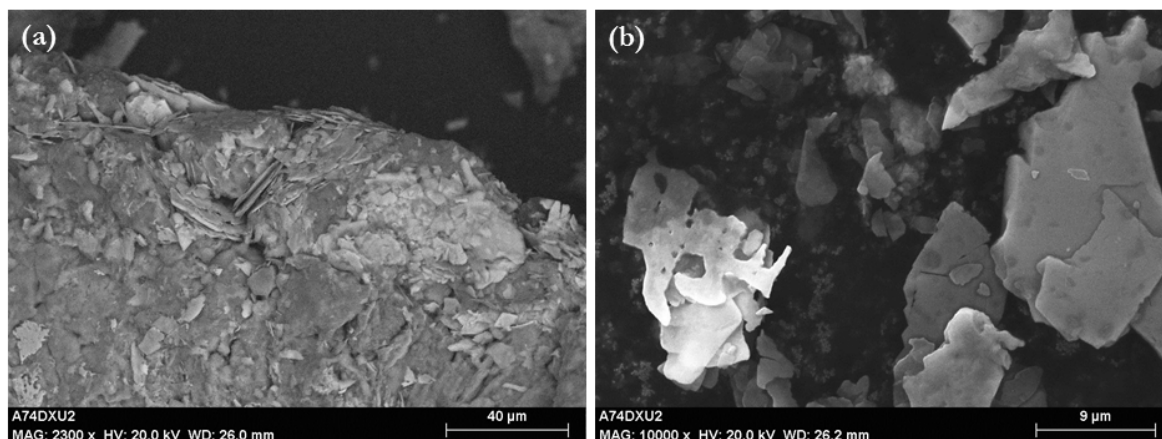


Figure V-64 : Micrographies (a) des constituants argileux et ferrugineux (mode BSE) et (b) des plaquettes de fer du résidu mauve A74DXU2 (mode SE)

Caractéristiques cristallographiques

L'hématite et le quartz sont les seules phases minérales identifiées par DRX au sein du résidu A74AXU28. Quant aux mesures réalisées sur le résidu A74DXU2 par DRX, elles révèlent la présence d'hématite, de quartz et de kaolinite (Fig. V-65). La goethite et la muscovite observées sous la loupe binoculaire ne sont pas détectées en raison de leur faible quantité et/ou des limites de détection de l'appareil.

Bilan sur les résidus de couleur mauve

Macroscopiquement, les deux résidus de couleur mauve étudiés diffèrent principalement par la présence d'inclusions jaunes de goethite et de muscovite sur le résidu A74DXU2. Leur composition chimique en éléments majeurs est identique (Fe, Si et Al) mais diffère au niveau des éléments traces, indiquant des origines différentes. Ils sont constitués majoritairement d'un mélange d'oxyde de fer présent sous forme d'hématite et d'argiles (telle la kaolinite dans le résidu A74DXU2) (Tableau V-16).

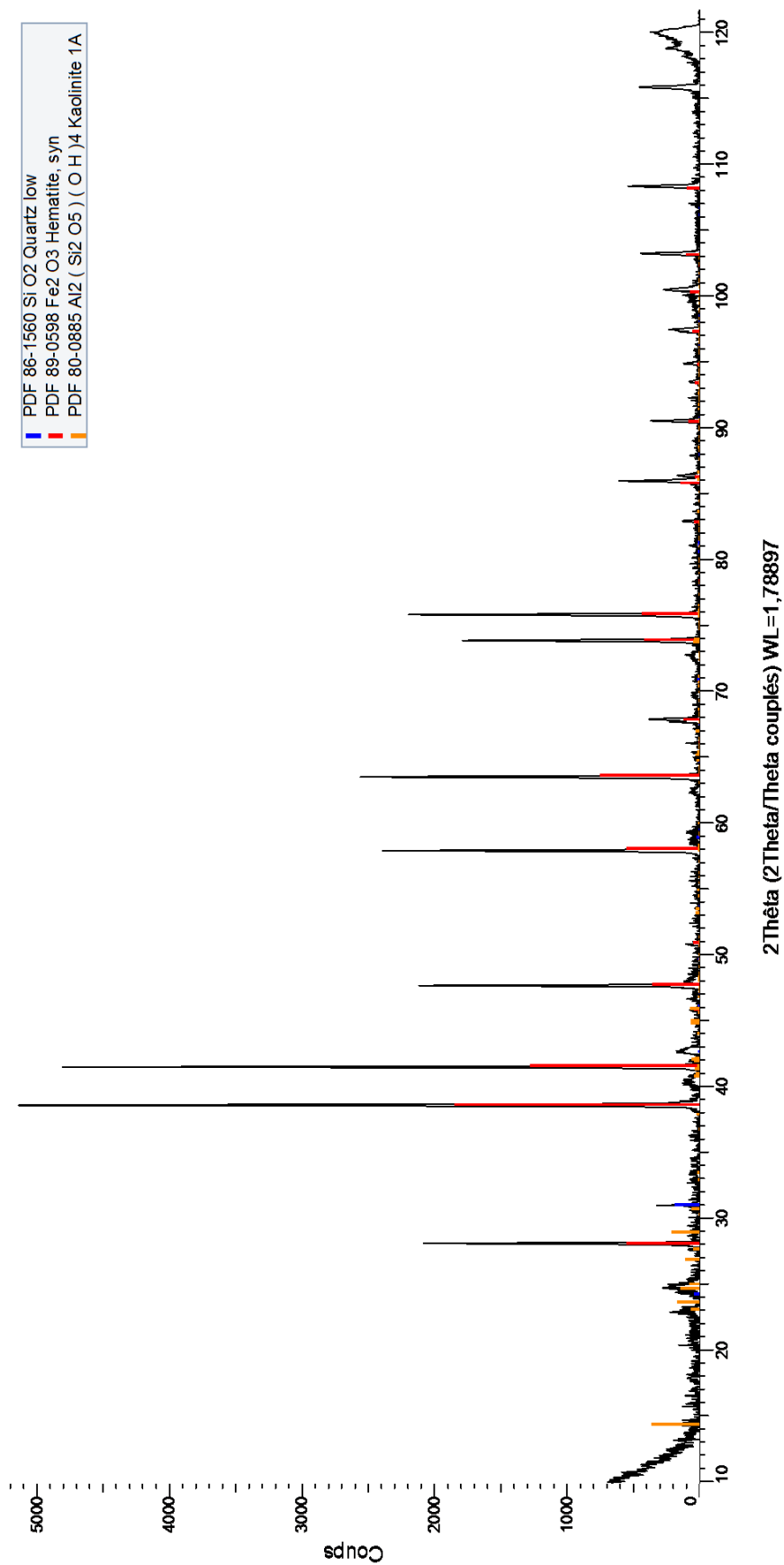


Figure V-65 : Identification des phases minérales majeures et mineures composant le résidu mauve A74DXU2 (DRX, plateforme ASTRE)

Résidus de matière colorante mauve	Observations mésoscopiques et <i>microscopiques</i>	Compositions chimiques	Phases minérales
A74AXU28	Forme tabulaire Texture granuleuse Éclat gras et brillant Non magnétique	Fe, Si Al P, K, Ti, Mn, Zr	Quartz Hématite
A74DXU2	Forme arrondie Texture pulvérulente et friable, éclat brillant Inclusions de couleur jaune et de muscovite Non magnétique <i>Fines plaquettes d'hématite</i>	Fe, Si, Al Mg, K, Ca Na, P, S, Cl, Ti, V, Mn, Cu, Zn, Rb, Zr, W	Quartz Hématite Kaolinite

Tableau V-16 : Résumé des analyses élémentaires et structurales pour les résidus de matière colorante mauve
(**Élément** : majeur ; élt. : mineur ; élt. : trace ; **Ph.** : phase majeure ; Ph. : phase mineure)

2.1.4. Synthèse et interprétations

La combinaison des observations associées aux résultats des analyses physico-chimiques a permis de souligner la diversité macro- et micromorphologique, chimique et cristallographique offerte par les différents résidus de matière colorante (Tableau V-13 à V-16).

Les résidus de matière colorante rouge, orange et jaune sont des résidus de roches argileuses, généralement des aluminosilicates potassiques, contenant du Ti essentiellement sous forme d'inclusion riches en fer. Les résidus de matière colorante mauve proviennent de roches ferrugineuses et se distinguent des autres résidus de matière colorante par des concentrations en Fe supérieures et des fractions argileuse moindres. Une phase composée des éléments Zn-Ga-As, déjà identifiée sur plusieurs pièces facettées et striées (cf. § V.1.2.5.), a été détectée sur plusieurs résidus de matière colorante quelle que soit leur couleur. Sa présence peut constituer un indice afin de remonter à une source d'approvisionnement et également permettre de faire le lien entre les matières colorantes retrouvées en fouille et les peintures du site.

Toutefois, la chimie seule n'est pas suffisamment discriminante pour comprendre la diversité des couleurs et les propriétés magnétiques des résidus de matière colorante. L'identification structurale ainsi que l'observation des micromorphologies des composés cristallographiques sont indispensables pour construire les connaissances dans l'étude de ces vestiges.

Les études structurales ont permis d'identifier des phases cristallines cohérentes avec la chimie déterminée pour treize résidus de matière colorante (4 rouges, 3 orange, 4 jaunes et 2 mauves) (Tableau V-17). Celles-ci soulignent l'omniprésence du **quartz** provenant souvent, mais pas de manière systématique, du sédiment sablo-cendreuse d'enfouissement. Les résidus de couleur jaune sont composés de **goethite**, de quartz et de kaolinite. Les résidus de couleur rouge, orange et mauve sont majoritairement composés d'**hématite** parfois associée avec de la **kaolinite** et/ou des oxydes de titane, sous forme d'**anatase** ou de **rutile**. La **maghémite** est associée, ou non, avec l'hématite pour les résidus possédant des propriétés magnétiques. L'analyse structurale met ainsi en évidence qu'outre la nature de l'oxyde de fer responsable de la couleur, la distinction au sein des résidus de matière colorante repose essentiellement sur les méthodes de préparation utilisées sur ces vestiges (broyage, traitement thermique). Une subdivision par couleur ne correspond pas forcément à une subdivision par composition physico-chimique : les résidus de couleur rouge, orange et mauve présentent en effet une nature chimique et cristallographique similaire et ne se distinguent que par la présence de maghémite reliée à un chauffage accidentel ou intentionnel.

Le bilan analytique dressé permet, au-delà de la « simple » caractérisation physico-chimique des résidus de matière colorante, de répondre à des questions en lien avec une origine, une préparation, un usage. Si déterminer l'origine s'avère prématuré en l'absence de recherche de potentielles sources d'approvisionnement, la question du traitement thermique est soulevée pour aborder la diversité de la palette des couleurs. Les propriétés magnétiques mises en évidence sont-elles des indices d'un tel traitement ?

	Quartz	Hématite	Goethite	Maghémite	Rutile	Anatase	Kaolinite
Identification par DRX							
A74AXU28	+++	+++					
A74DXU2	++	+++					++
A74FXU2T2	+++	+++					++
Identification par μ-DS-CT							
A74PXU14-13	+++	+++		++			++
A74PXU7-19	+++		+++				++
Identification par SR-μDRX							
A74NXU27T1-4	+++	+++		+++		++	++
A74FXU4BT3	+++	+++		+++	+		++
A74PXU10-17	+			+++			
A74RXU2T1-2	+++		+++			++	++
Identification par μ-Raman							
A74PXU18R	✓	✓			✓		
A74GXU17	✓	✓					
A74PXU14R	✓	✓			✓		
A74PXU13R2	✓						
A74KXU3	✓		✓				

Tableau V-17 : Identification des phases cristallines au sein de quatorze résidus de matière colorante par DRX, μ-DS-CT, SR-μDRX et μ-Raman
 (+++ : phase minérale majeure ; ++ phase mineure ; + phase identifiée par un seul pic)

La question du traitement thermique des matières colorantes à Nawarla Gabarnmang

Le changement de couleur du jaune au rouge, à travers la transformation de la goethite en hématite à partir de températures comprises entre 230 – 250°C et 1000°C, est connue depuis l'Antiquité (Mastrotheodoros *et al.*, 2010) et a même été exploitée de manière intentionnelle par les hommes du Paléolithique supérieur (Salomon *et al.*, 2015). Plusieurs auteurs (Schwertmann et Cornell, 2000 ; Cornell et Schwertmann, 2003 ; Grogan *et al.*, 2003 ; Salomon *et al.*, 2015) ont montré que le chauffage de goethite et d'hématite en présence de matière organique à partir de 300°C peut conduire à la formation de maghémite. Cependant, Wadley (2010) a également démontré que pour une température allant de 300 à 400°C, les oxydes de fer, telle l'hématite, situés jusqu'à une profondeur de 5 à 10 cm sous un foyer de combustion, peuvent subir ces transformations minérales.

Si la **maghémite** peut exister naturellement dans les sols associés ou non à d'autres oxydes de fer (cf. § I.2.2.1.), sa présence peut également traduire une transformation thermique. En effet, la présence de maghémite identifiée dans plusieurs résidus de matière colorante, combinée à la forte proportion de résidus présentant des propriétés magnétiques (57 %), interroge ainsi quant à la question du traitement thermique. La mise au jour de fortes quantités de charbon dans le site laisse supposer l'ancienne présence de foyers de combustion. Or les températures des feux de camp peuvent varier entre 300 et 1000°C selon les espèces végétales utilisées. Des transformations thermiques peuvent alors se produire entre ces températures pour les différentes phases minérales identifiées au sein des résidus de matière colorante (Fig. V-66). La présence de maghémite peut soit (i) résulter d'un chauffage intentionnel ou accidentel de goethite en présence de matière organique à partir de 300°C, soit (ii) être la résultante d'une transformation sous un foyer de combustion de matières ferrugineuses présentes dans le milieu d'enfouissement riche en matière organique.

Les deux espèces minérales de formule TiO_2 , **rutile** et **anatase**, ont été identifiées sur plusieurs résidus de matière colorante. À pression atmosphérique, l'anatase existe à basse température tandis que le rutile apparaît à partir de 700°C (Fig. V-66). Ces deux formes de dioxyde de titane se retrouvent naturellement dans le quartz, généralement en tant qu'impureté, mais également dans les matières ferrugineuses. Néanmoins, sans pouvoir déterminer si le rutile est associé au quartz ou aux matières ferrugineuses, il est difficile de considérer la présence de rutile comme un indice d'un traitement thermique.

La **kaolinite** a pu être identifiée avec certitude sur plusieurs résidus de matière colorante, indépendamment de leur couleur. La kaolinite se transforme en une phase désordonnée, la métakaolinite ($Al_2O_3(SiO_2)_2(H_2O)_2$) aux alentours de 550°C en raison du départ des groupements hydroxyles. À partir de 980°C, la métakaolinite se décompose en un mélange de mullite ($(Al_2O_3)_3(SiO_2)_2$), d'une phase Al-Si spinelle et de silice amorphe, puis vers 1250°C, en mullite et cristobalite (Garcia-Diaz, 1995 ; Zhou *et al.*, 2013) (Fig. V-66). Alors que la présence de quartz et de muscovite influencent la vitesse de formation de la mullite (Zhou *et al.*, 2013), les oxydes de fer peuvent influencer sur les températures de transformations thermiques, en abaissant de 50 – 60°C la température nécessaire à la transformation de la kaolinite en métakaolinite, et en diminuant également celle associée à la cristallisation de la cristobalite (Soro, 2003).

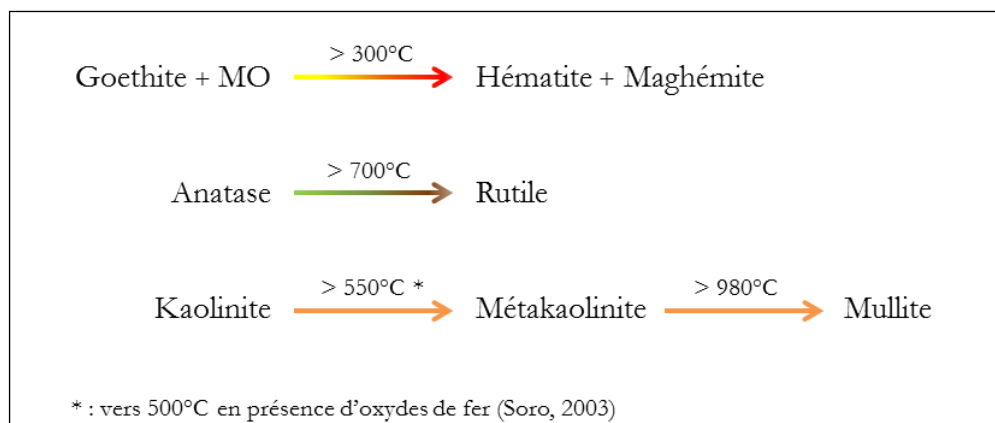


Figure V-66 : Résumé des transformations thermiques pour les phases minérales identifiées sur les résidus de matière colorante

L'évolution structurale de la **kaolinite** peut donc être envisagée comme un indice de traitement thermique. La présence de mullite n'étant pas détectée sur les résidus de matière colorante étudiés, un chauffage des résidus au-delà de 980°C est écarté. Une température de chauffe aux alentours de 500 – 550°C engendre la transformation de kaolinite en métakaolinite. La métakaolinite se distingue de la kaolinite par un plus grand désordre structural, ce qui se traduit sur un diffractogramme par la disparition des pics à 3,5 et 7 Å de la kaolinite lors du phénomène irréversible de déshydroxylation vers une température de 550°C (Redfern, 1987 ; Bich, 2005). Néanmoins, seule la kaolinite est identifiée au cours de nos analyses, ce qui tend également à écarter un chauffage au-delà de 500 – 550°C.

Après avoir exposé la nature des composants pouvant être obtenus suite à un chauffage, des réponses concernant la question sur l'origine de la maghémite identifiée sur plusieurs résidus de matière colorante de Nawarla Gabarnmang peuvent être proposées. La maghémite identifiée au sein du résidu de couleur rouge A74NXU27T1-4 est associée avec l'hématite, la kaolinite et l'anatase. La présence de kaolinite (absence de mullite ou de métakaolinite) implique que la présence de maghémite résulte soit d'un chauffage, intentionnel ou accidentel, de goethite en présence de matières organiques entre 300°C et 500°C, soit de la transformation thermique d'oxydes de fer situés sous un foyer de combustion sous des températures pouvant aller jusqu'à 300 – 400°C. De même, la coexistence des phases minérales identifiées (hématite, maghémite, et kaolinite) dans le résidu A74PXU14-13 induit les mêmes suggestions que précédemment. Enfin, la présence de maghémite est confirmée en plus du rutile et de la kaolinite au sein du résidu A74FXU4BT3. Les analyses chimiques sur ce résidu indiquent que les concentrations en Ti sont plus élevées au niveau de la matière ferrugineuse que des grains de quartz, suggérant une association entre la matière ferrugineuse et le rutile. Par ailleurs, le pic principal de la kaolinite identifiée sur le diffractogramme a disparu ($2\theta = 2,5^{\circ}$, correspondant à une distance de 7 Å, cf. Fig. V-53). Ces informations tendent à démontrer que le résidu a été chauffé, accidentellement ou intentionnellement, à une température aux environs de 700°C, expliquant la présence du rutile et de métakaolinite.

Au final, les différents résidus de matière colorante sont toujours constitués d'un oxyde de fer responsable des différentes couleurs observées (goethite pour les jaunes, hématite pour les rouges, orange et mauves) et de quartz. La maghémite est rencontrée de manière plus ou moins significative expliquant les divers degrés d'aimantation. La kaolinite est fréquemment identifiée ainsi que du dioxyde de titane, sous forme d'anatase et de rutilé (cf. Tableau V-17). L'absence de détection de TiO_2 est surtout liée à des problèmes de limite de détection en DRX puisqu'une omniprésence du Ti est observée d'un point de vue chimique. Les différentes couleurs et structures des oxydes de fer peuvent s'expliquer par des effets de traitement thermique probable (intentionnel ou non) surtout quand de nombreuses quantités de charbons, vestiges d'anciens feux de camp, sont découvertes à toutes les périodes d'occupation du site. Il émerge de ce bilan analytique une question, à savoir est-ce que les différents résidus de matière colorante peuvent correspondre à un même type de matériau soumis à différents stades de traitement thermique ?

Pour des températures comprises entre 300 et 900°C, un changement de couleur du jaune au rouge a lieu *via* la transformation de goethite en hématite. Au-delà de 1100°C, il se produit un changement de couleur du rouge au violet lié à l'augmentation du diamètre des cristaux d'hématite (Mastrotheodoros *et al.*, 2010). Par ailleurs, l'inverse, le changement de couleur violet à rouge, est possible *via* une étape de broyage entraînant la réduction du diamètre des cristaux d'hématite. Les matériaux dont les cristaux d'hématite ont un diamètre compris entre 0,1 et 0,4 μm affichent une couleur rouge tandis que les matériaux présentant des cristaux de diamètre plus grand apparaissent de couleur mauve (Marshall *et al.*, 2005 ; Mastrotheodoros *et al.*, 2010), ce qui se vérifie pour les résidus de matière colorante étudiés : les cristaux d'hématite constituant les résidus de couleur mauve présentent un diamètre supérieur à 1 μm tandis que les cristaux d'hématite des résidus de couleur orange et rouge ont un diamètre compris entre 0,1 et 0,4 μm . La grande différence de teneur en Ti entre les résidus rouges (3700 à 20 000 ppm) et mauves (300 à 700 ppm), la nature des différents éléments traces identifiés ainsi que les différences de propriétés magnétiques démontrent que les blocs de matières riches en hématite de couleur rouge n'ont pas été chauffés pour obtenir la couleur mauve. L'inverse, autrement dit l'obtention de la couleur rouge à partir de blocs mauves par broyage, est également exclue pour les mêmes raisons citées précédemment. Si un chauffage des résidus de matière colorante retrouvés à Nawarla Gabarnmang reste parfaitement plausible, la question du traitement thermique intentionnel et l'utilisation de matière picturale à base d'hématite obtenue par chauffage de goethite demeure en suspens. Il est indispensable de vérifier la présence de maghémite dans les peintures du site, ce qui permettrait d'appuyer l'idée que la matière picturale appliquée aurait subi un traitement thermique au préalable.

2.2. Les résidus de matière argileuse

2.2.1. Description macroscopique et mésoscopique

Les quinze résidus de matière argileuse se caractérisent par un pouvoir colorant faible, une couleur variant entre le blanc et l'écru (Fig. V-67), présentant parfois des zones orangées, une taille inférieure au centimètre, et une texture facilement pulvérisable et tendre, pouvant enregistrer les traces laissées par leur manipulation avec la pince fine courbée. Mis à part ces traces d'utilisation récente, aucun autre indice d'un usage quelconque n'a été observé. Des sédiments du sol sablo-cendreuse de couleur noire se sont imprégnés au niveau de ces résidus.

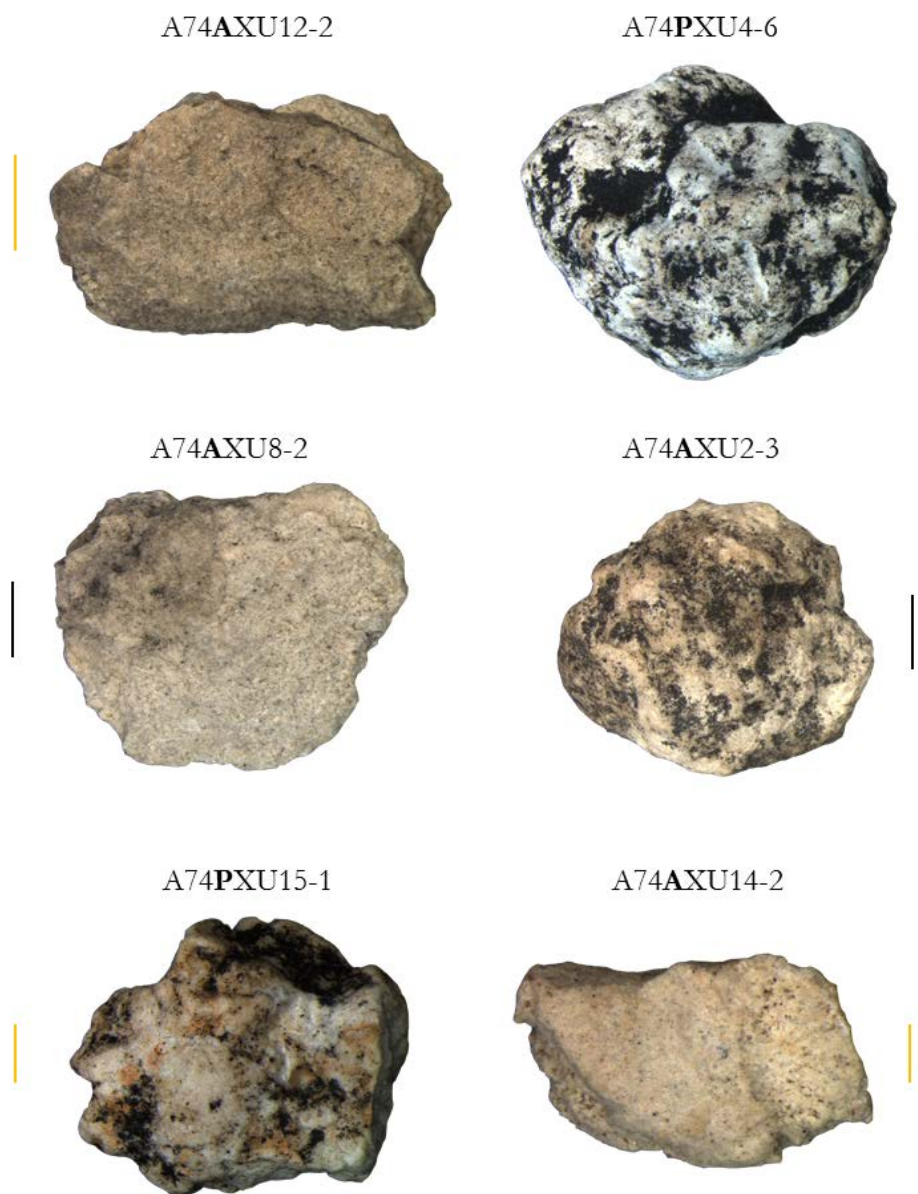


Figure V-67 : Planche photographique illustrant la diversité des résidus de matière argileuse (échelle noire à 1 mm ; échelle jaune à 0,5 mm)

2.2.2. Préparation et protocole d'étude

Suite aux analyses pXRF et à leur description macroscopique, il s'impose d'utiliser d'autres techniques analytiques pour identifier la nature exacte de ces résidus de matière argileuse en sélectionnant deux représentatifs. Ainsi, les résidus A74AXU12-2 et A74AXU12-3 ont été broyés ensemble pour augmenter la quantité de matière. La poudre obtenue, nommée A74AXU12, a été analysée par MEB-EDS et par SR- μ DRX (Fig. V-68).

Résidus de matière argileuse	
MEB-EDS	(mét.)
SR- μ DRX	∅

Figure V-68 : Techniques d'analyse appliquées à l'étude des résidus de matière argileuse (∅ : aucune préparation ; mét. : métallisation par dépôt au carbone)

2.2.3. Résultats des analyses physico-chimiques

Les analyses menées par pXRF ont révélé deux groupes chimiques au sein des résidus de matière argileuse. Le premier groupe comprend quatorze résidus, dont la poudre A74AXU12 est représentative, constitués majoritairement de Si et Al et de plusieurs éléments mineurs (K, P, Ti, Fe). Le second groupe est composé d'un unique résidu, A74AXU14-2, pour lequel S est détecté ainsi que Ba et des métaux lourds tels le thorium (Th) et l'uranium (U).

En complément des analyses pXRF, les analyses effectuées en MEB-EDS sur la poudre A74AXU12 ont permis de détecter la présence de sodium (Na) et de magnésium (Mg) (Fig. V-69) associés aux aluminosilicates.

Le quartz et la kaolinite, identifiés par SR- μ DRX, sont les deux seules phases cristallines majeures composant la poudre argileuse A74AXU12.

2.2.4. Synthèse et interprétations

L'exécution de motifs à base de matière picturale de couleur blanche semble être, d'après plusieurs études de superpositions de couches picturales et les fouilles archéologiques, une technique plutôt récente en Terre d'Arnhem (David, 2000 ; Gunn, 2006 ; Gunn et Whear, 2007b) et les peintures blanches de Nawarla Gabarnmang ne font pas exception (Gunn, 2016). Néanmoins, il est tout à fait possible que des peintures blanches aient été réalisées dans des temps plus anciens mais qu'elles se soient depuis détériorées, ne laissant que de rares preuves archéologiques de leur ancienne présence (Gunn, 2006), à moins qu'elles n'aient été recouvertes plus tard par d'autres peintures. Les matériaux utilisés pour fabriquer les matières picturales blanches sont considérés comme friables,

« fragiles » (Clarke, 1978b ; David et Lourandos, 1998 ; David, 2000), se dégradant plus rapidement que les autres matières colorantes utilisées dans l'art rupestre (Taçon, 2004).

La kaolinite, un des constituants majeurs des résidus de matière argileuse retrouvés à Nawarla Gabarnmang, est un minéral argileux qui n'a pas pu se former *in situ*, traduisant son apport dans l'abri rocheux. La kaolinite est considérée comme peu soluble. Ainsi, bien que les conditions d'enfouissement soient favorables à la préservation des résidus de matière argileuse, seuls les Carrés A et P en ont livré. Couramment utilisée pour réaliser les peintures blanches ou s'enduire le corps (Taçon, 2004), l'usage exact de la kaolinite sur le site reste indéterminé. Néanmoins, en raison de la présence de nombreuses peintures blanches sur le site et de l'identification de la kaolinite au sein de plusieurs vestiges de matières colorantes et colorées tels que les résidus de matière colorante (cf. § V.2.1.3.) et les écailles colorées (cf. § V.3.2.3.), il est fort probable que ce minéral ait été utilisé pour peindre plusieurs motifs de couleur blanche, voire été utilisé comme charge dans les peintures rouges et jaunes.

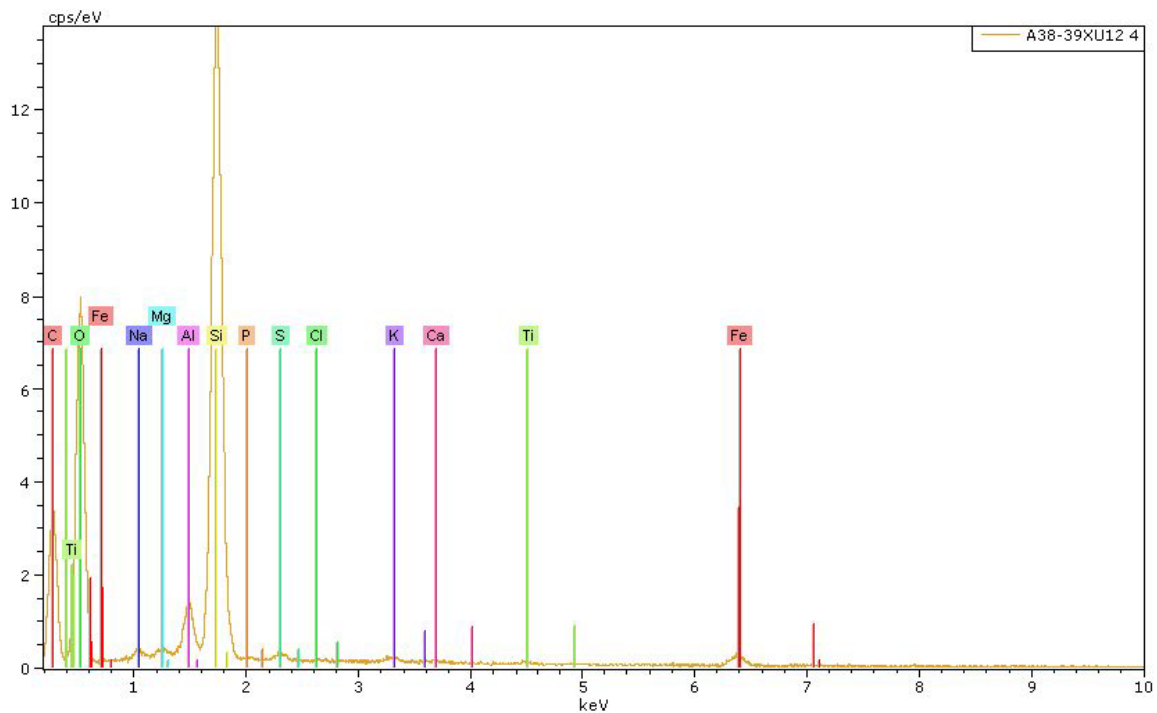


Figure V-69 : Spectre global de fluorescence X de la poudre argileuse A74AXU12

2.3. Les résidus de matière colorée

2.3.1. Description macroscopique et mésoscopique

Les résidus de matière colorée constituent la majorité de notre assemblage. Aucun de ces résidus n'est pourvu de propriétés colorantes, ou tout du moins, la surface de ces derniers ne colore pas les doigts ou toute autre surface. Près de 92 % de ces résidus n'excèdent pas la taille centimétrique, les résidus restants ayant une taille comprise entre 1 et 5 cm (Fig. V-70).

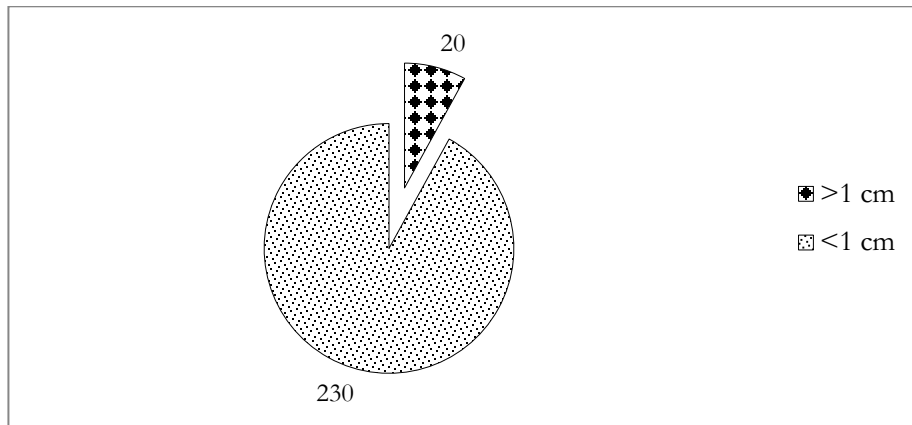


Figure V-70 : Proportion des tailles des résidus de matière colorée

La couleur prédominante est le brun mais on retrouve également des tons virant sur l'orange et le rouge, plus quelques bicolores (Fig. V-71).

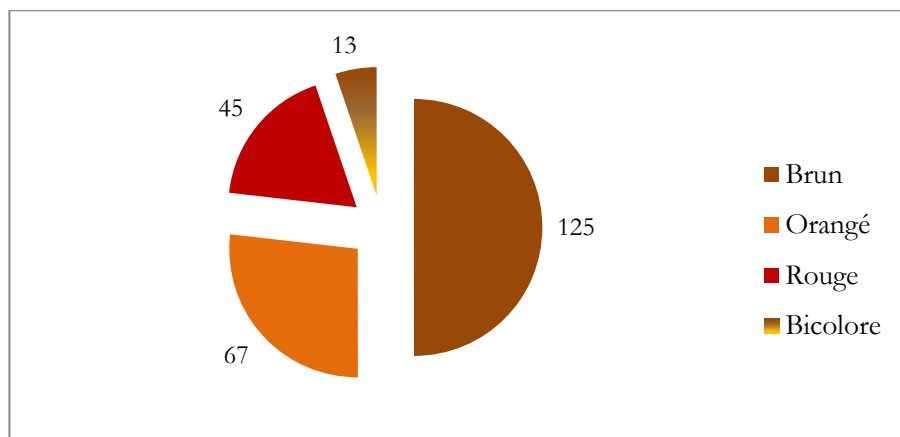


Figure V-71 : Proportion des couleurs des résidus de matière colorée

Les résidus de matière colorée présentent deux grands types d'éclat : gras et terreux (Fig. V-72). Indépendamment de leur éclat mais aussi de leur couleur, plus de la moitié de ces résidus révèlent des propriétés magnétiques (Fig. V-73). De plus, on note que l'éclat gras est associé à une texture compacte (Fig. V-74) bien que parfois craquelée pour une quarantaine de résidus (Fig. V-75) et que l'éclat plus terreux est associé quant à lui à une texture granuleuse (Fig. V-76).

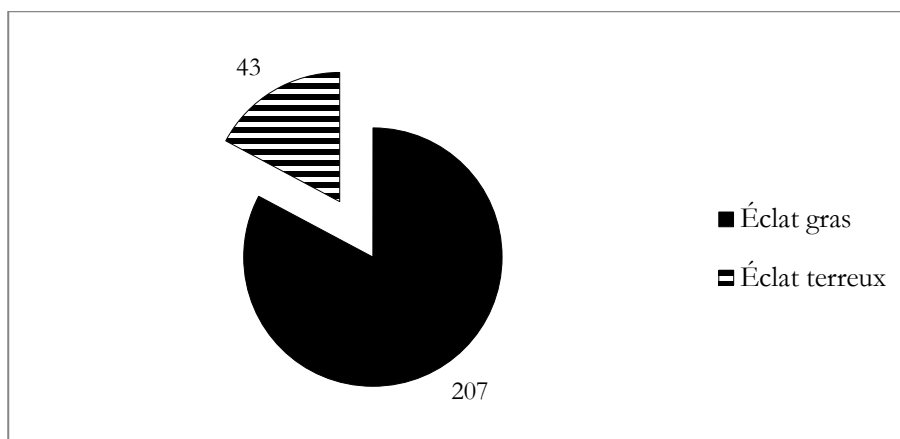


Figure V-72 : Proportion des éclats des résidus de matière colorée

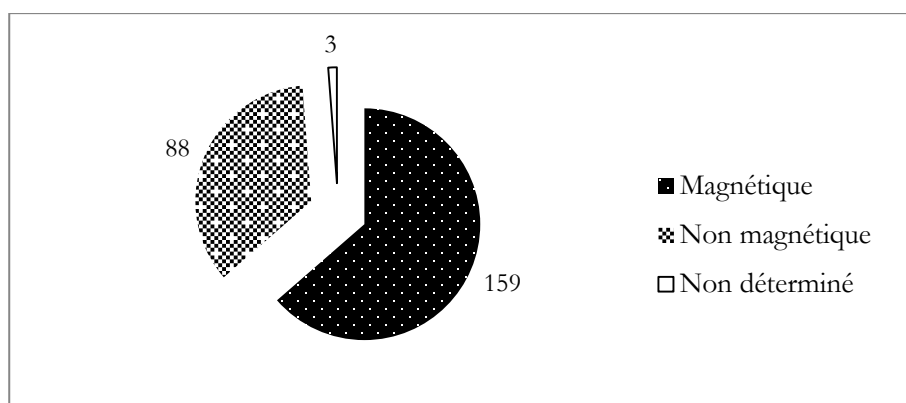


Figure V-73 : Proportion des résidus de matière colorée possédant des propriétés magnétiques

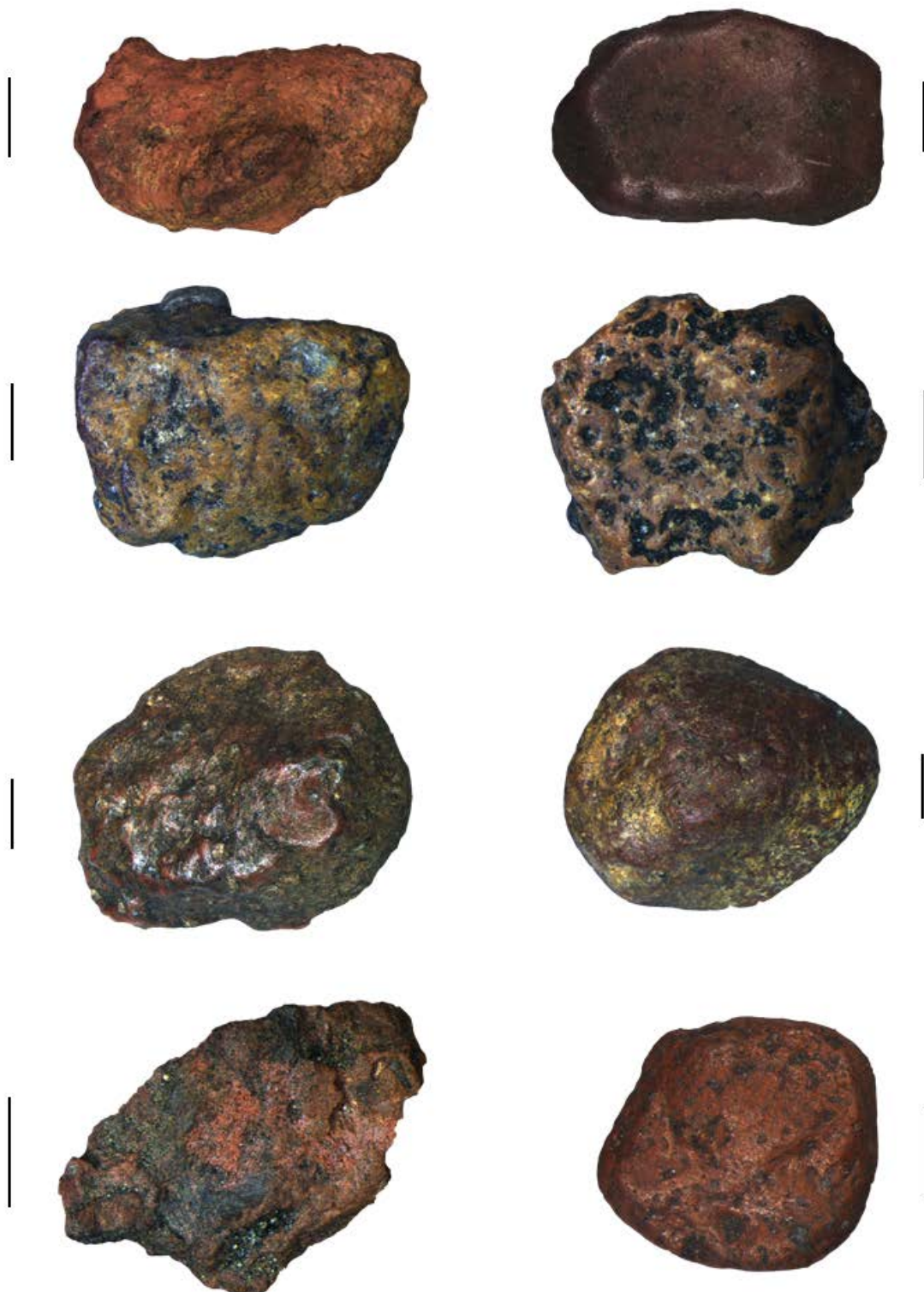


Figure V-74 : Planche photographique de quelques résidus de matière colorée à éclat gras (échelle noire à 1 mm)



Figure V-75 : Planche photographique de quelques résidus de matière colorée à éclat gras et à texture craquelée (échelle bleue à 1 cm ; échelle verte à 2 mm ; échelle noire à 1 mm)

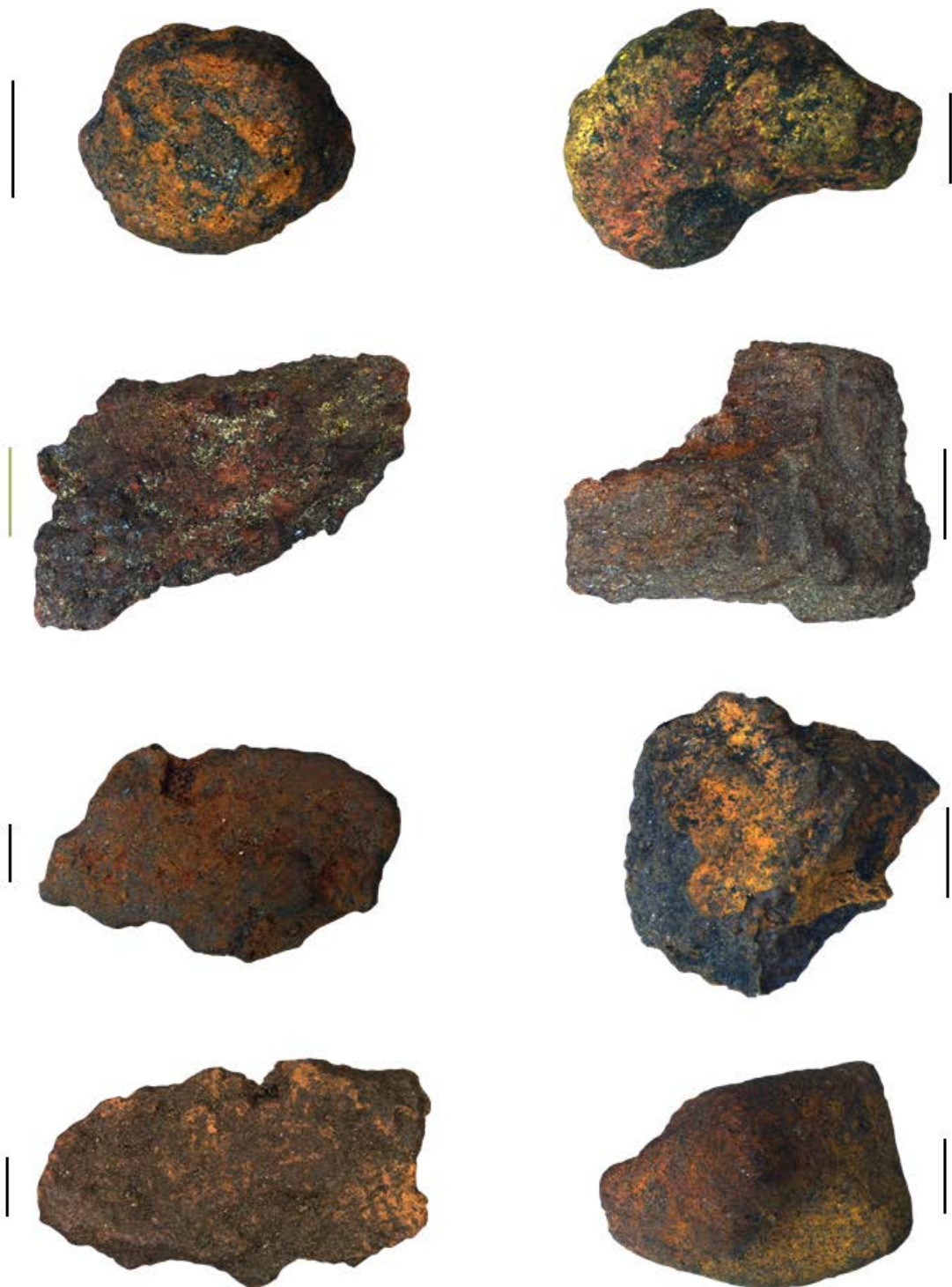


Figure V-76 : Planche photographique de quelques résidus de matière colorée à éclat terreux (échelle verte à 2 mm ; échelle noire à 1 mm)

Plusieurs résidus caractérisés par un éclat gras présentent des fractures naturelles, révélant ainsi le cœur des résidus. Tandis que la croûte en surface des résidus est généralement compacte, quelquefois craquelée, l'intérieur de ces derniers, dénommés par la suite 'matrice', se révèle granuleux, poreux, de couleur différente de celle en surface, avec de temps en temps des reflets irisés, contenant parfois des grains de quartz (Fig. V-77).



Figure V-77 : Planche photographique de quelques résidus de matière colorée présentant une surface lisse et compacte enrobant une matrice granuleuse et poreuse (échelle bleue à 1 cm ; échelle noire à 1mm ; F1 : Face 1, surface ; F2 : Face 2, matrice)

2.3.2. Préparation et protocole d'étude

Les résidus de matière colorée, au nombre de 250, ont été caractérisés chimiquement par pXRF ; seuls trois résidus n'ont pu être analysés en raison de leur taille trop petite. Par la suite, les analyses élémentaires et structurales ont été dirigées vers les résidus caractérisés par une surface lisse et compacte, présentant pour certains une matrice granuleuse voire poreuse.

Le résidu A74PXU10R a ainsi été préparé en coupe transversale polie afin d'étudier le cœur de la matrice par μ XRF et par μ -Raman. Des analyses effectuées par MEB-EDS et par PIXE ont permis de comparer d'une part, la micromorphologie associée à la surface et au cœur de plusieurs résidus et d'autre part, de déterminer leur composition chimique respective (Fig. V-78, Tableau V-18).

Résidus de matière colorée	
μ XRF	(cp.) μ -Raman \emptyset
MEB-EDS	(mét.)
PIXE	\emptyset
SR- μ DRX	(p.)

Figure V-78 : Techniques d'analyse appliquées à l'étude des résidus de matière colorée (\emptyset : aucune préparation ; cp. : préparation en coupe polie ; mét. : métallisation par dépôt au carbone ; p. : préparation en poudre)

Le résidu A74RXU27-3 a été scindé en deux et les deux moitiés ainsi obtenues (Fig. V-79) ont été étudiées par MEB-EDS, à la fois sur la croûte à éclat gras et sur la matrice composant le cœur du résidu. Quant au second résidu étudié par MEB-EDS, A74RXU33-1, il s'agit en fait d'un éclat détaché d'un résidu de taille plus importante (Fig. V-80).



Figure V-79 : Photographies de la croûte à éclat gras et de la matrice composant le résidu de matière colorée A74RXU27-3

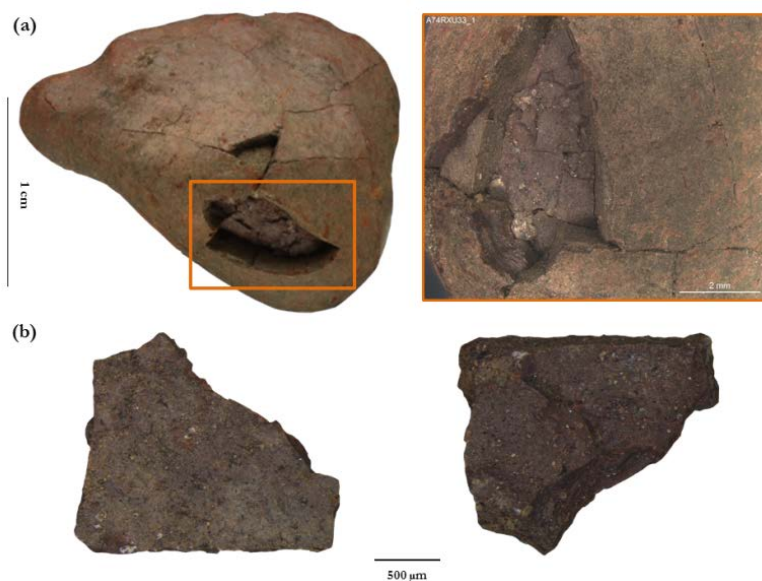


Figure V-80 : Photographies du résidu de matière colorée (a) A74RXU33-1 et (b) de son éclat analysé par MEB-EDS

Afin de déterminer la nature des phases minérales, deux résidus ont été analysés par SR- μ DRX sur la ligne 28-ID-2 au centre de rayonnement synchrotron NSLS-II selon les mêmes conditions expérimentales mises en place pour l'analyse des résidus broyés de matière colorante (cf. § V.2.1.2.). Les deux résidus, A74PXU2-10 et A74PXU2-13, ont été broyés puis tamisés afin de récupérer la fraction fine, en excluant les grains de quartz de taille supérieure à 200 μ m.

	Préparations	pXRF	μXRF	MEB-EDS	PIXE	μ-Raman	SR-μDRX
A74PXU10R	coupe polie	✓	x	x	x	✓	x
A74RXU27-3	coupé en deux, métallisé	✓	x	✓	x	x	x
A74RXU33-1	éclat métallisé	x	x	✓	x	x	
A74RXU33-1	Ø	✓	x	x	✓	x	
A74FXU49(5)	Ø	✓	x	x	✓	x	x
A74KXU2T2	Ø	✓	x	x	✓	x	x
A74KXU13	Ø	✓	x	x	✓	x	x
A74PXU2-5	Ø	✓	x	x	✓	x	x
A74PXU2-10	poudre	✓	x	✓	x	x	✓
A74PXU2-13	poudre	✓	x	✓	x	x	✓
A74PXU4-4	Ø	✓	✓	x	✓	x	x

Tableau V-18 : Synthèse des techniques élémentaires et structurales mises en œuvre sur la sélection de résidus de matière colorée
(✓ : analyse réalisée ; x : analyse non réalisée)

2.3.3. Résultats des analyses physico-chimiques

Les analyses **pXRF** ont montré que la surface des différents résidus de matière colorée, indépendamment de leur couleur et de leur éclat, sont majoritairement composés de Si, Al et Fe (Fig. V-81). Les éléments P, K et Ti sont omniprésents bien qu'en des teneurs moins élevées. D'autres éléments chimiques sont également détectés mais de façon plus épisodique. Des différences de composition en termes de teneurs en éléments chimiques, entre la croûte à éclat gras et la matrice granuleuse ont également été mises en évidence sur certains résidus de matière colorée : la surface est systématiquement enrichie en Al, P, Ti, ainsi que fréquemment en Si, tandis qu'un appauvrissement, non systématique en Fe est noté pour la majorité des résidus étudiés.

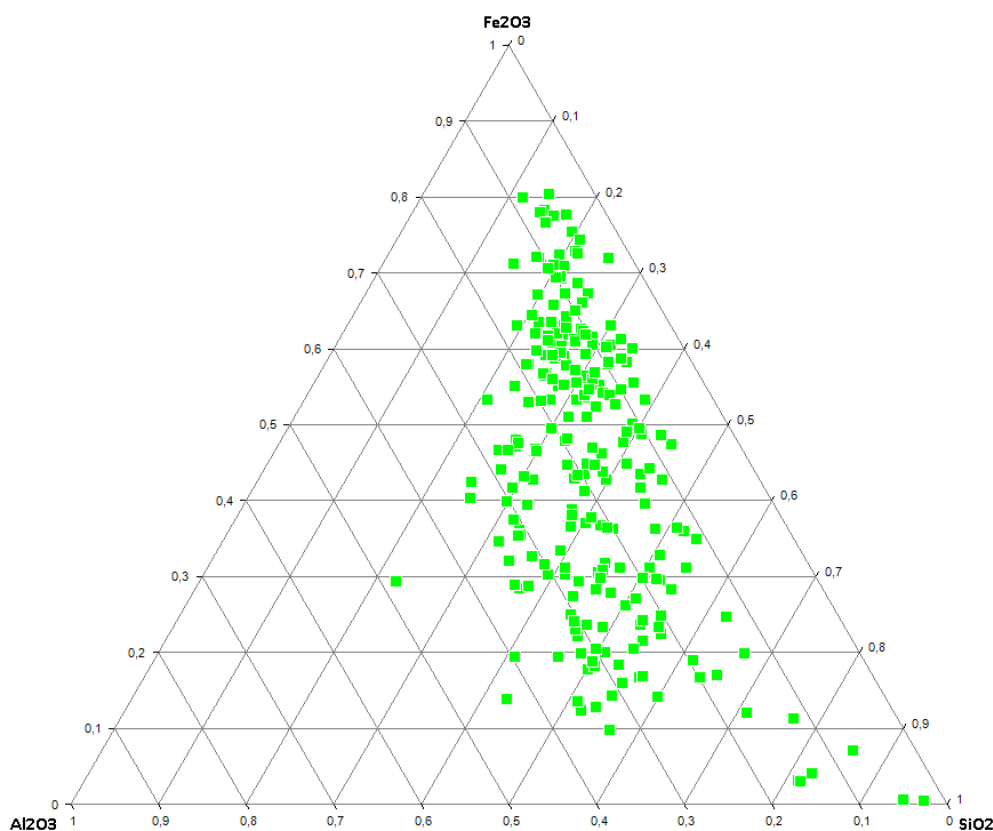


Figure V-81 : Diagramme ternaire présentant les concentrations des éléments majeurs constituant les résidus de matière colorée

❖ A74PXU10R

Afin de mieux appréhender ces différences de composition chimique, le résidu A74PXU10R montrant une croûte compacte à éclat gras a été préparé en coupe polie (Fig. V-82) et étudié par μ XRF.

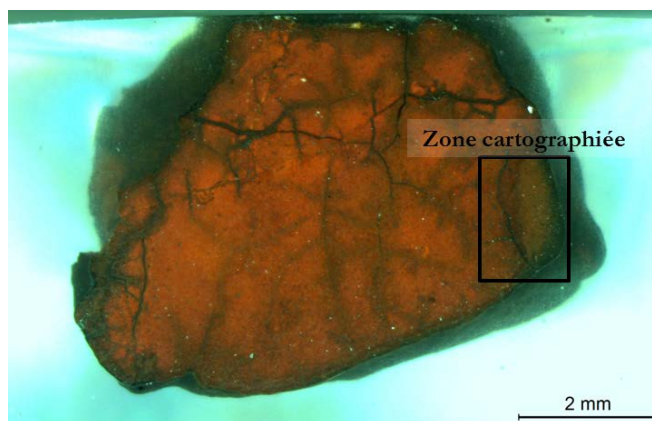


Figure V-82 : Photographie du résidu de matière colorée A74PXU10R

Les résultats montrent que la croûte et la matrice composant l'échantillon A74PXU10R sont de même nature chimique, principalement constituées des éléments Al et Si (Fig. V-83). Les cartographies montrent que les teneurs pour ces deux éléments sont plus importantes au niveau de la croûte, avec la bordure extérieure enrichie en K, tandis que la matrice est majoritairement composée de Fe identifiée par μ -Raman sous forme d'hématite. Des grains riches en Ti sont observés aussi bien au sein de la matrice qu'au niveau de la croûte. Du chrome (Cr), associé au Fe, est également identifié à l'interface entre matrice et croûte, qui apparaît de couleur rouge foncé sur la zone cartographiée. Au-dessus de cette zone, au niveau de la micro-fracture, les éléments P, K, Ti et Fe sont détectés.

❖ A74RXU27-3 et l'éclat A74RXU33-1

Les données acquises par **MEB-EDS** sur les résidus A74RXU27-3 (rouge, à éclat gras) et sur l'éclat du résidu A74RXU33-1 (brun à éclat terreux) révèlent une composition chimique similaire enrichie en Si, Al et Fe, avec des traces de Na, Mg, P, K et Ti, aussi bien au niveau de la croûte qu'au cœur des résidus.

Les observations microscopiques effectuées sur la croûte du résidu A74RXU27-3 révèlent deux micromorphologies associées à une composition chimique spécifique (Fig. V-84). Les zones à texture granuleuse apparaissant gris foncé en mode BSE, correspondant au sédiment sablo-cendreuse d'enfouissement, montrent des concentrations élevées en aluminosilicates, alors que les zones à texture compacte, de couleur gris clair en mode BSE, sont quant à elles enrichies en Fe.

Le cœur du résidu (cf. Fig. V-79), matrice de texture granuleuse compacte, présente des micro-fractures et des pores correspondant aux grains de quartz arrachés lors du polissage de la coupe transversale. Les analyses chimiques montrent que les teneurs en Si et Al sont plus élevées qu'en

surface tandis que la concentration en Fe est plus faible, soulignant ici un mélange intime entre aluminosilicates et oxydes de fer. De petites concrétions ferrugineuses, entre 50 et 130 μm de diamètre, sont identifiées au niveau du cœur du résidu (Fig. V-85).

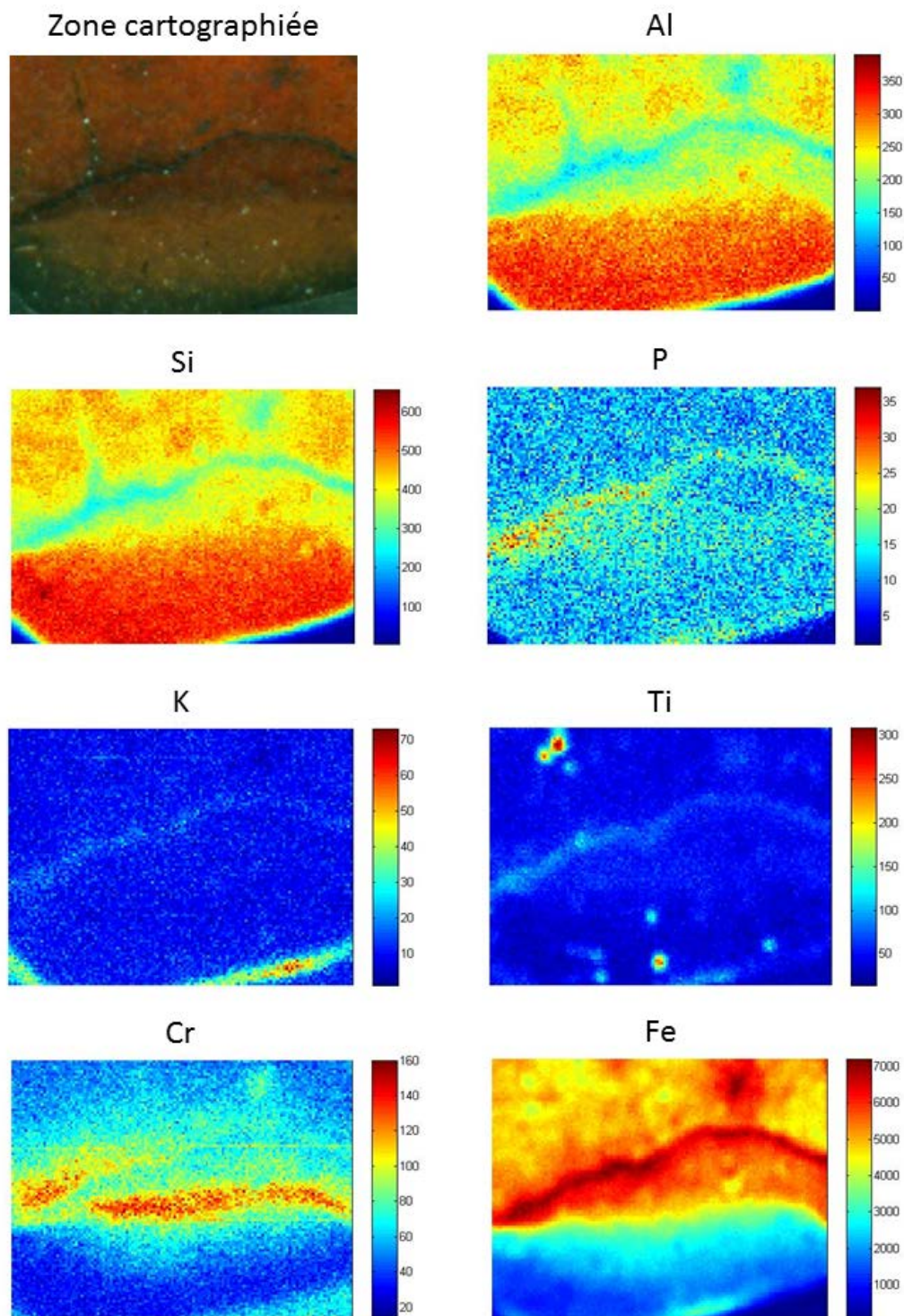


Figure V-83 : Cartographies chimiques du résidu de matière colorée A74PXU10R

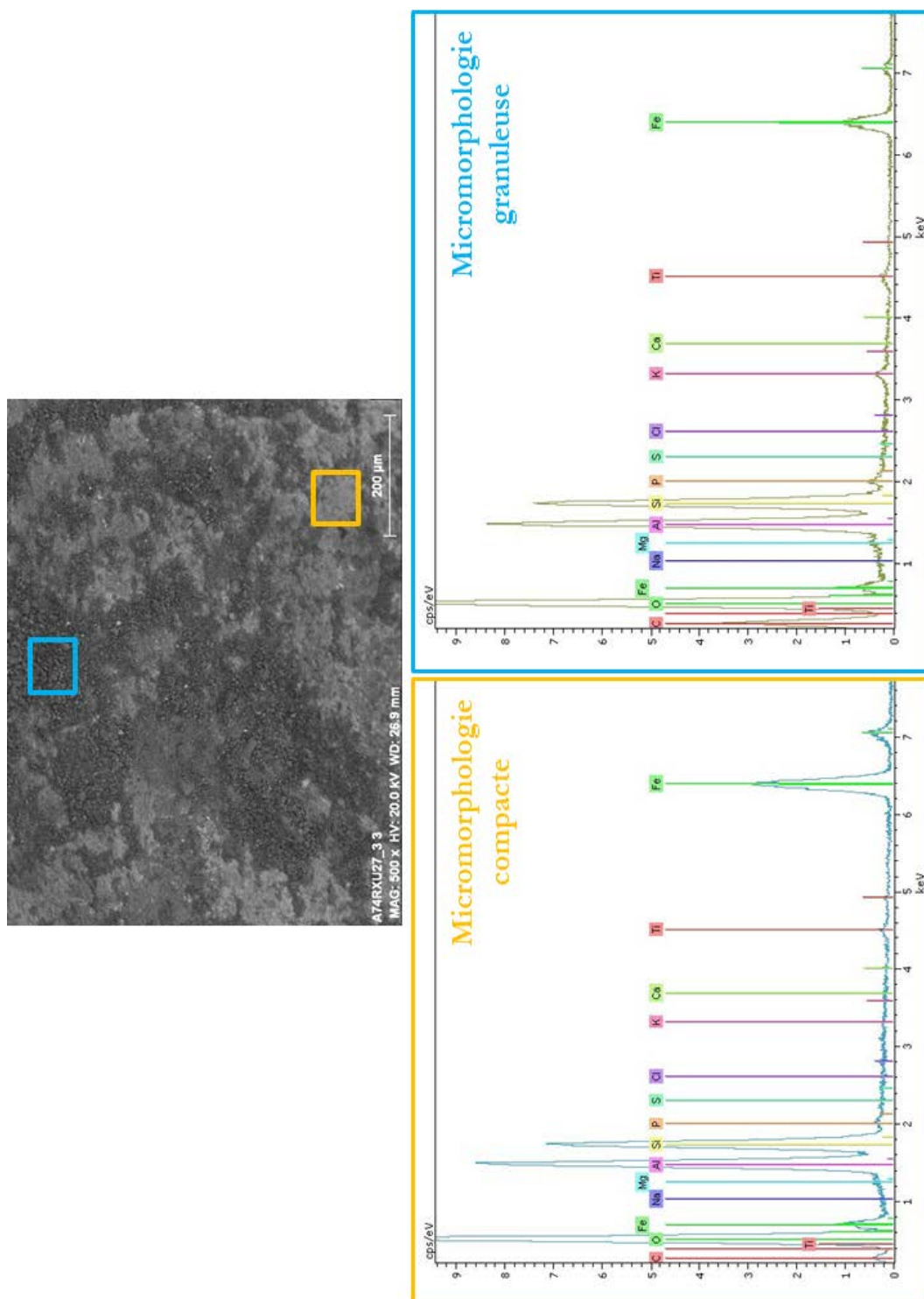


Figure V-84 : Micrographie de la croûte du résidu de matière colorée A74RXU27-3 et spectres de fluorescence X associés aux deux types de micromorphologies analysées

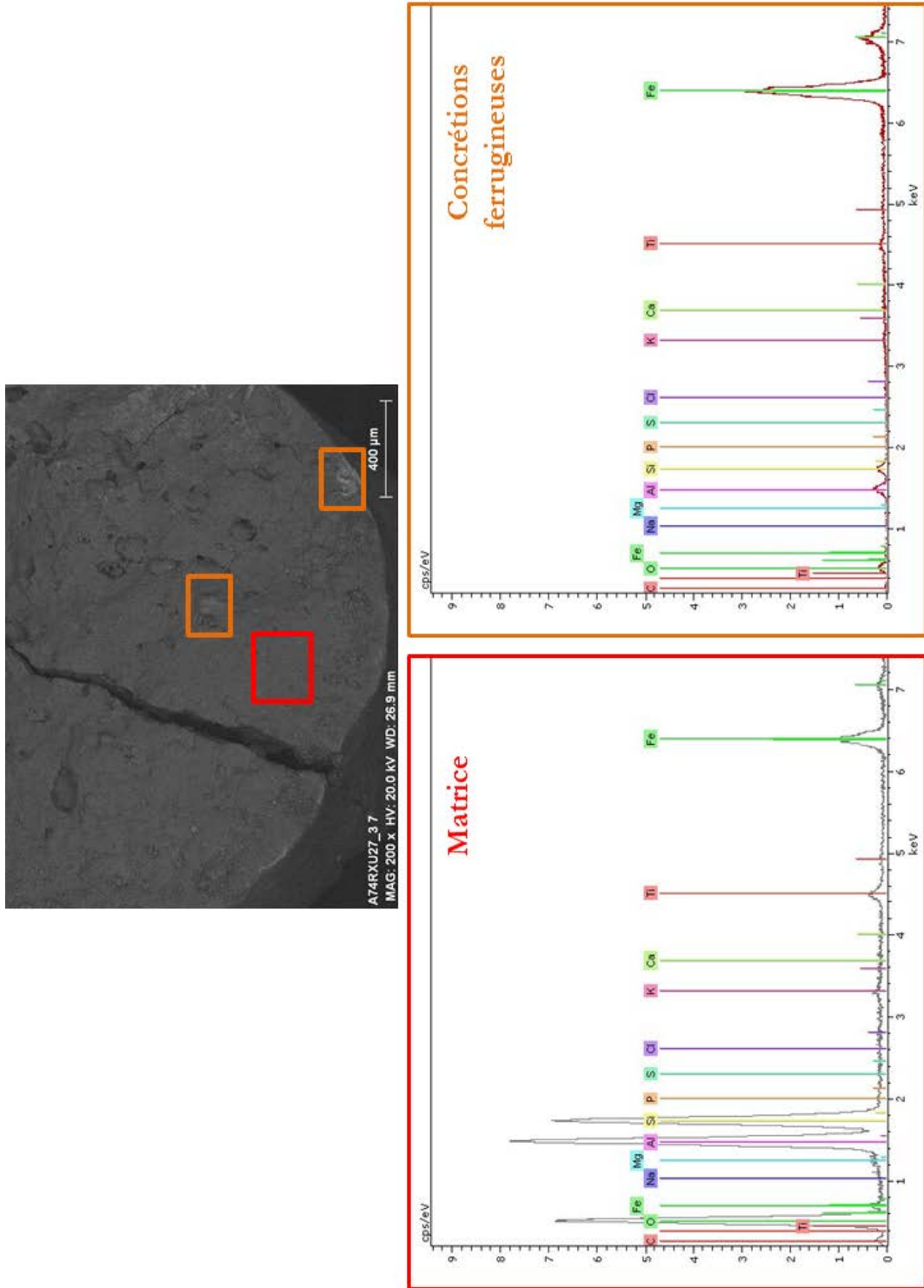


Figure V-85 : Micrographie du cœur du résidu de matière colorée A74RXU27-3 et spectres de fluorescence X associés

Les micromorphologies et les analyses chimiques réalisées sur l'éclat du résidu A74RXU33-1 (cf. Fig. V-80) dévoilent également un mélange d'aluminosilicates et d'oxydes de fer. Dans le cas présent, les observations faites grâce à l'imagerie en électrons secondaires (SE) montrent qu'une couche minérale granuleuse riche en aluminosilicates recouvre une deuxième couche minérale riche en Al et Fe, présentant une texture plus compacte et craquelée (Fig. V-86). Les points de mesure enregistrés sur cette deuxième couche minérale à micromorphologie granuleuse révèlent des teneurs élevées en Fe (>20 %) et une faible teneur en Si (5 %). Au contraire, la teneur en Si de la couche minérale granuleuse est de l'ordre de 10 à 15 % tandis que celle en Fe varie entre 8 et 12 %, celles en Al et P restant constantes d'une micromorphologie à l'autre (respectivement 14 % et 1 %).

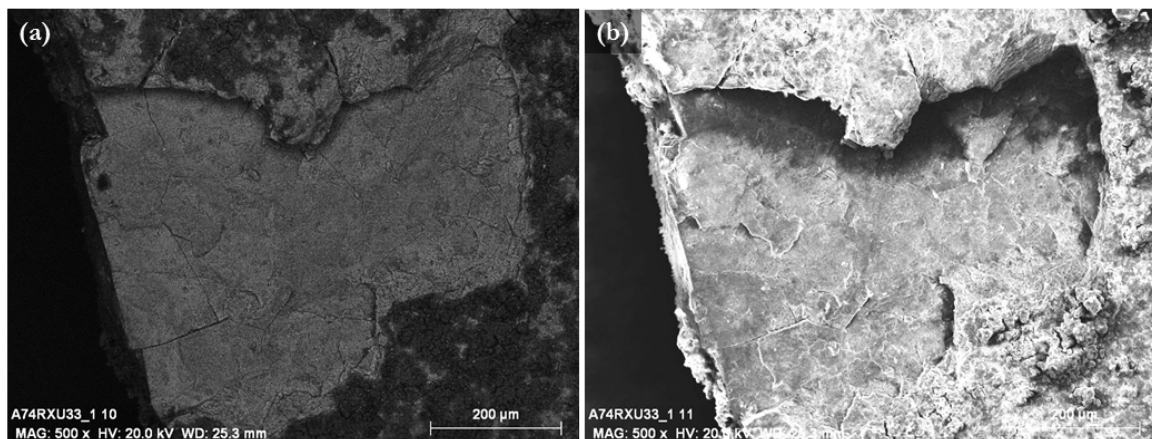


Figure V-86 : Micrographies du résidu de matière colorée A74RXU33-1 révélant (a) le contraste chimique (mode BSE) et (b) la micromorphologie (mode SE)

	Na	Mg	Al (%)	Si (%)	P	S	Cl	K	Ca	Ti	V	Cr	Mn
FXU49(5)	226	1111	18,80	19,81	770	236	118	424	116	1950	500	668	108
KXU2I2	1222	1614	16,58	27,06	2817	700	205	960	1707	2096	232	398	66
KXU13 (surf.)	135	1914	18,34	13,45	6535	364	99	1807	283	5121	806	511	146
KXU13 (int.)	178	419	2,81	43,30	1384	158	22	633	153	801	30	27	26
PXU2-5	850	1965	14,90	6,20	3179	610	906	979	1642	2371	1160	190	336
PXU4-4	1507	2966	5,87	8,53	4391	738	400	694	5464	433	2455	37	245
RXU33-1	284	1547	12,96	11,54	8306	471	86	1986	117	4151	2331	574	181
	Fe (%)	Cu	Zn	Ga	As	Br	Rb	Sr	Y	Zr	W	Pb	Bi
FXU49(5)	14,65	11	7	38	35	<LOD	1	8	4	170	12	32	25
KXU2I2	5,96	16	11	22	16	2	6	18	10	187	6	18	9
KXU13 (surf.)	23,20	34	23	50	23	4	20	17	9	198	19	11	7
KXU13 (int.)	0,96	10	9	3	3	4	4	14	4	22	<LOD	3	2
PXU2-5	38,99	<LOD	8	7	234	<LOD	4	11	57	1124	17	16	12
PXU4-4	47,08	9	8	3	160	19	<LOD	31	3	22	25	80	<LOD
RXU33-1	32,82	6	12	70	79	49	11	20	14	233	<LOD	10	8

Tableau V-19 : Éléments majeurs, mineurs et traces composant six résidus de matière colorée analysés par PIXE (résultats en ppm sauf contre-indication ; X : près de la limite de détection ; <LOD : sous la limite de détection)

Des analyses par **PIXE** ont été effectuées sur six résidus de matière colorée. Les points de mesure enregistrés sur ces différents résidus révèlent une composition chimique riche en éléments majeurs Al, Si, Fe, et mineurs Mg, P et Ti (Tableau V-19). La nature des éléments traces et leurs variations en concentration, de même que celles en éléments majeurs et mineurs permettent de distinguer chaque résidu chimiquement.

❖ A74**FXU**49(5) et A74**KXU**2T2

Les résidus de matière colorée A74**FXU**49(5) et A74**KXU**2T2 présentent des ressemblances macroscopiques de par leur éclat gras, leur couleur, leurs arêtes arrondies (Fig. V-87) et leur absence d'aimantation.

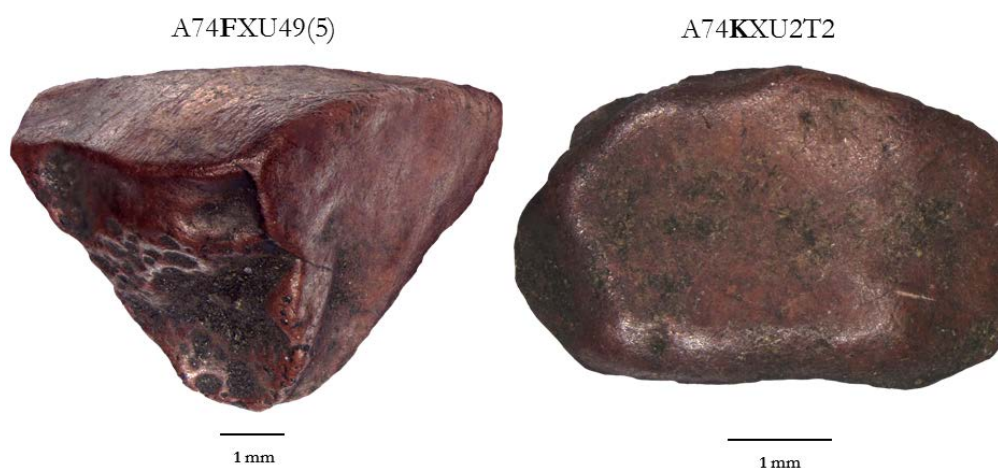


Figure V-87 : Photographies des résidus de matière colorée A74**FXU**49(5) et A74**KXU**2T2

La concentration en éléments majeurs diffère, particulièrement au niveau du taux de Fe mesuré pour A74**KXU**2T2 qui est l'un des plus faibles mesurés parmi les résidus de matière colorée. Au contraire, les teneurs en éléments mineurs Na, P et Ca sont plus élevées pour le résidu A74**KXU**2T2 que pour le résidu A74**FXU**49(5), qui se distingue quant à lui par une concentration significative en Cr (670 ppm) ainsi que la présence des éléments traces plomb (Pb) et bismuth (Bi). Enfin, une phase riche en Zn-Ga-As est de nouveau détectée au niveau de ces deux résidus (Tableau V-19).

Les cartographies chimiques du résidu A74**FXU**49(5) révèlent une anti-corrélation entre une phase composée majoritairement des éléments Al et Si et une phase riche en Fe et Cr ; la répartition des autres éléments détectés étant plutôt homogène. Les cartographies chimiques du résidu A74**KXU**2T2 montrent une association entre les éléments Al, Si, P, K, Ca et Ti concentrés sur le haut de la zone cartographiée (Fig. V-88). Le Fe est plus présent sur le bas de la zone cartographiée, corrélé aux éléments V, Cr, Ga et As.

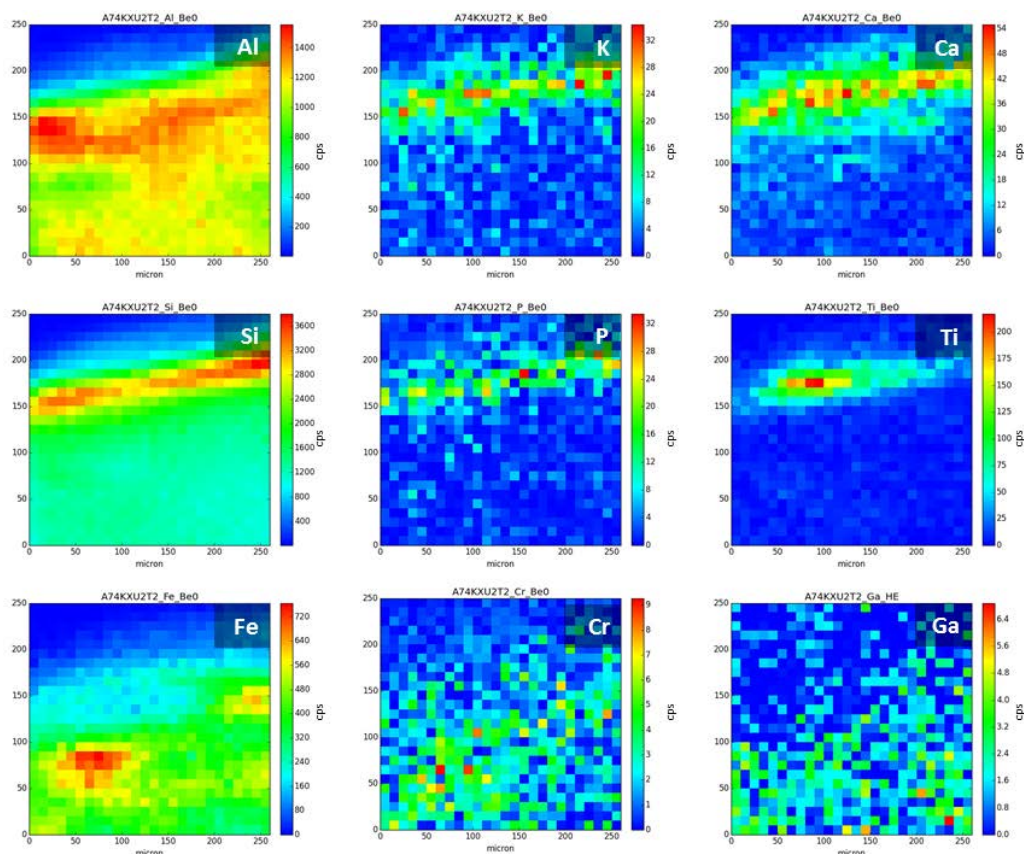


Figure V-88 : Cartographies chimiques du résidu de matière colorée A74KXU2T2

❖ A74KXU13

Une cassure nette, *ante* ou *post* enfouissement, sur une des extrémités du résidu A74KXU13 laisse apparaître une matrice granuleuse enrobée d'une fine croûte de couleur brun clair (cf. Fig. V-76). L'échantillon, non magnétique, a été soumis à une analyse à la fois au niveau de sa croûte et de sa matrice granuleuse. Le taux mesuré en Si est bien plus faible sur la croûte (13 %) que celui mesuré au niveau de la matrice granuleuse (43 %) alors qu'au contraire la teneur en Fe est bien plus importante au niveau de la croûte (23 %) qu'au cœur du résidu (1 %). Enfin, le reste des mesures montre un enrichissement au niveau de la croûte en de nombreux éléments mineurs en surface tels Mg, Al, P, K, Fe, ainsi qu'en éléments traces (Cr, Mn, Cu, Rb, Zr) (Tableau V-19). De même, une phase riche en Zn-Ga-As est observée au niveau de la croûte. Les cartographies chimiques réalisées au niveau de la croûte permettent d'observer une distribution homogène de l'ensemble des éléments chimiques identifiés et une inclusion riche en Cu et Zn. En revanche, celles enregistrées au niveau du cœur granuleux du résidu montrent une anti-corrélation entre les éléments chimiques identifiés : d'une part, Si est associé avec des éléments légers tels que Na, S, Cl, Ca et Mn, d'autre part Fe associé avec Al, K, P, Ti, V, Ga, As et Zr. Enfin, différents types d'inclusions sont observées : des inclusions riches en yttrium, en strontium ainsi que des inclusions riches en Cu et Zn (Fig. V-89).

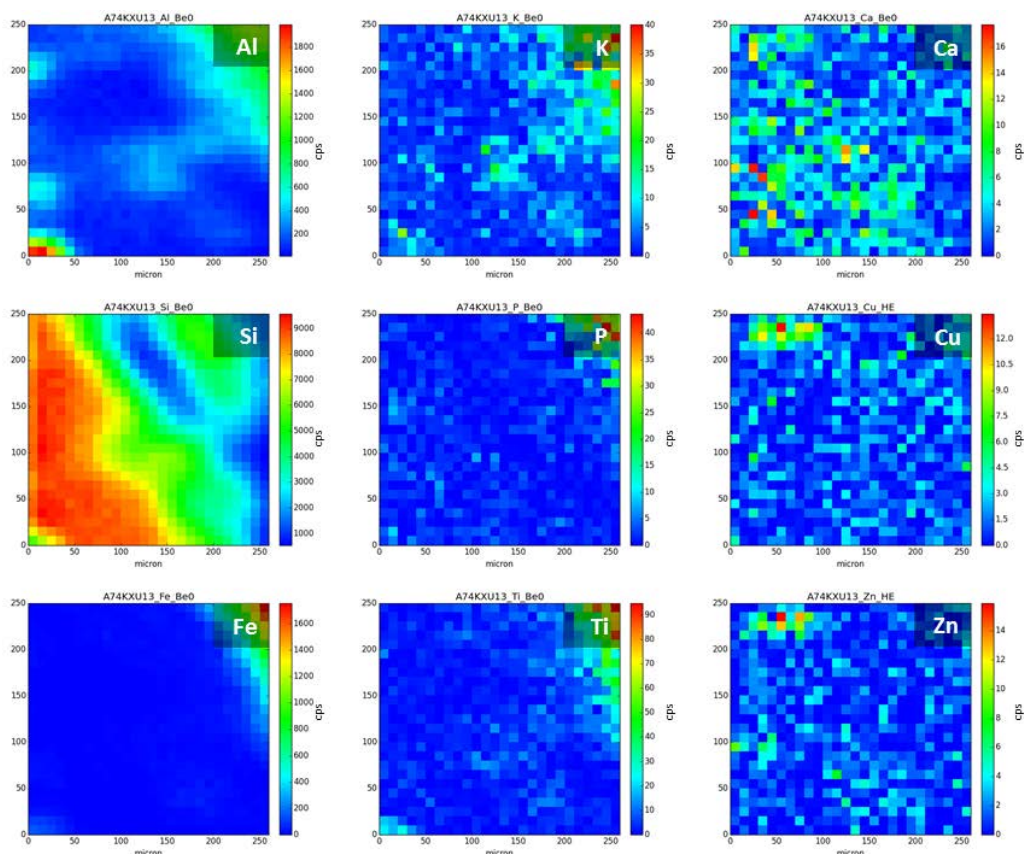


Figure V-89 : Cartographies chimiques de la matrice du résidu de matière colorée A74KXU13

❖ A74PXU2-5

Le résidu A74PXU2-5 présente une croûte brune à éclat gras révélant la présence de grains de quartz d'une dizaine de microns de diamètre et qui enrobe une matrice dévoilant une alternance de couches de couleur rouge et mauve, où de nombreux micropores (2 μm de diamètre en moyenne) sont visibles (cf. Fig. V-76). Il présente des propriétés magnétiques. Les éléments majeurs détectés sont Fe, Al, Si ; quant aux éléments mineurs, ils sont divers et nombreux (Na, Mg, P, S, Cl, K, Ca, Ti). Parmi les éléments traces, on retrouve les éléments Cr, Mn et Zr (Tableau V-19). Enfin, on notera les teneurs élevées en éléments V et As, corrélés au Fe, ainsi que la présence d'une inclusion riche en Zr et Y (Fig. V-90).

❖ A74PXU4-4

La croûte brune à éclat terreux du résidu A74PXU4-4 (cf. Fig. V-76), ponctuée de zones plus orangées, révèle un cœur de couleur mauve avec de nombreux micropores (6 μm de diamètre moyen) alignées sur la longueur ainsi que des zones de couleur rouge. Il est dépourvu de propriétés magnétiques. Il se distingue par une forte teneur en Fe (Tableau V-19). À l'exemple du résidu A74PXU2-5, des concentrations élevées en V et As sont mesurées ; ces éléments sont corrélés avec le Fe (Fig. V-91) mais aussi avec le Pb. Enfin, une étroite association se dessine entre les éléments Na, Mg, Al, Si, P, S, K, Ca, Ti et Sr.

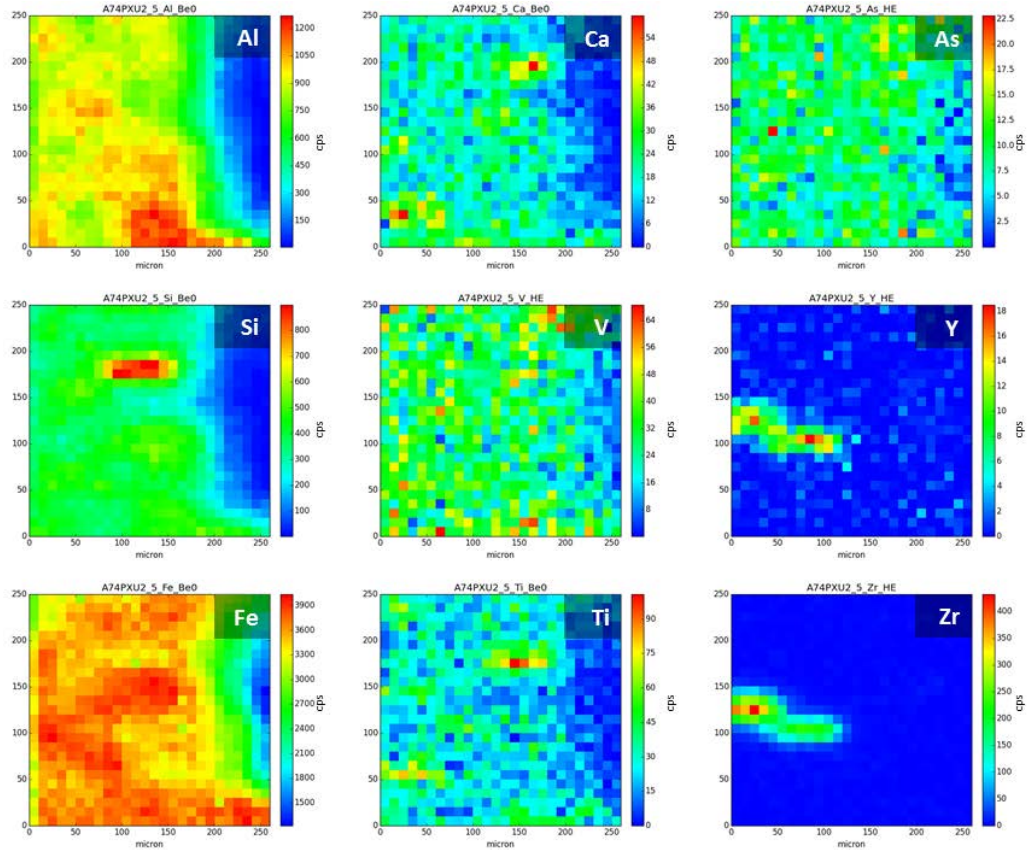


Figure V-90 : Cartographies chimiques du résidu de matière colorée A74PXU2-5

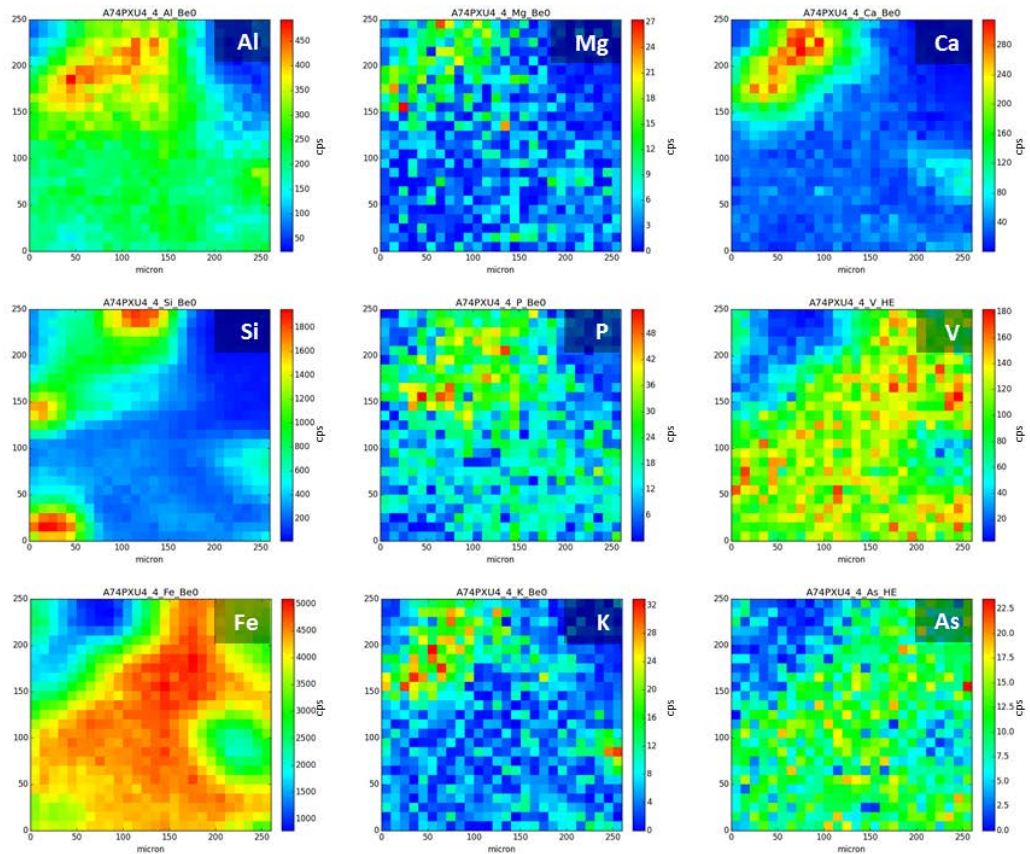


Figure V-91 : Cartographies chimiques du résidu de matière colorée A74PXU4-4

❖ A74RXU33-1

Le résidu A74RXU33-1 présente une croûte millimétrique (1 mm d'épaisseur) de couleur brune craquelée, révélant un cœur de couleur rouge-mauve avec des micropores (cf. Fig. V-80a). Il possède une forte aimantation. Les analyses PIXE confirment la composition chimique identifiée par MEB-EDS en éléments majeurs (Fe, Al, Si) et mineurs (Mg, P, K, Ti). Elles permettent également de classer le vanadium parmi les éléments mineurs et les éléments S, Ca, Cr, Ga, As, Br, Sr et Zr comme éléments traces (Tableau V-19). La présence d'aluminosilicates est confirmée par l'association des éléments Al, Si et K (Fig. V-92). Enfin, les éléments Fe, Al, P, Ca, Cr, Ti, V, Ga, As et Zr sont corrélés ensemble.

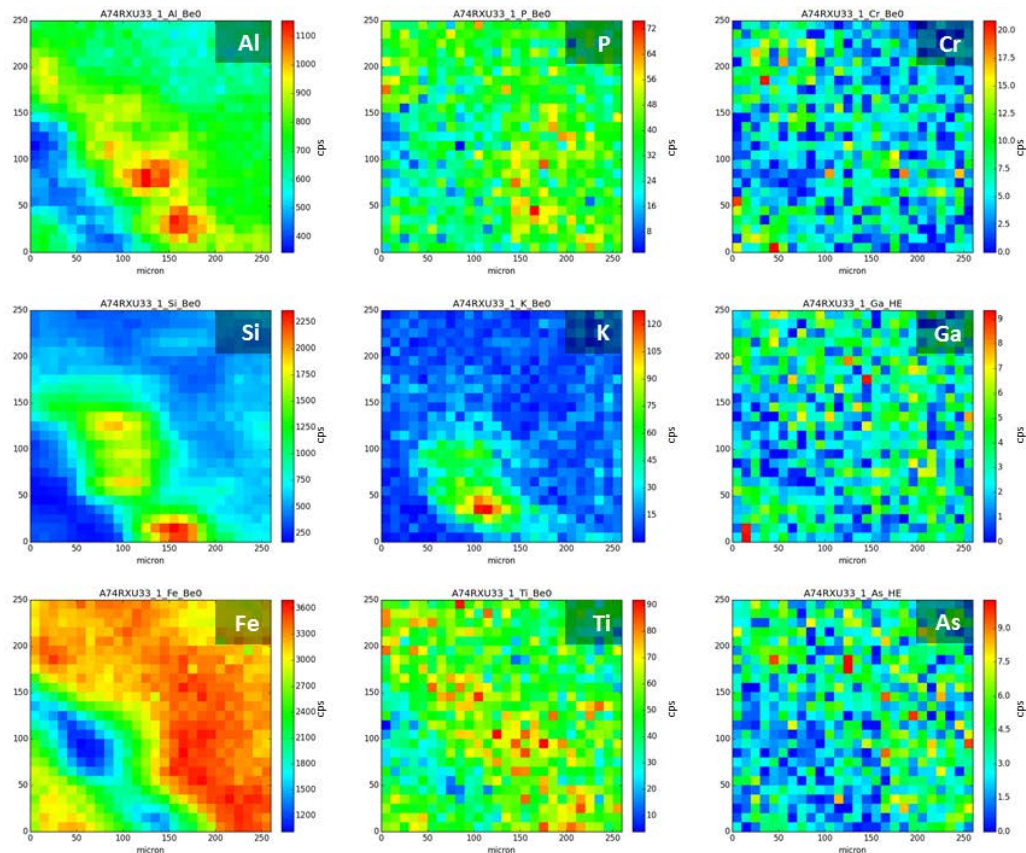


Figure V-92 : Cartographies chimiques du résidu de matière colorée A74RXU33-1

❖ A74PXU2-10 et A74PXU2-13

Deux résidus présentant une croûte brune à éclat gras ont été sélectionnés pour être réduits en poudre afin de déterminer la nature des phases minérales par SR- μ DRX. Les résidus A74PXU2-10 et A74PXU2-13 possèdent tous deux des propriétés magnétiques. Le résidu A74PXU2-10 ressemble macroscopiquement au résidu A74PXU2-5 par sa matrice révélant une alternance de couches microporeuses de couleur rouge et mauve (Fig. V-93). La matrice du résidu A74PXU2-13 n'est pas apparente, entièrement recouverte par la croûte à éclat gras.

Après broyage, les poudres ont été tamisées pour séparer la fraction grossière de la fraction fine de sorte d'exclure au maximum les grains de quartz. Les poudres possèdent un faible pouvoir colorant, comparé à celui de certains résidus de matière colorante (Fig. V-94).



Figure V-93 : Photographies des résidus de matière colorée A74PXU2-10 et A74PXU2-13

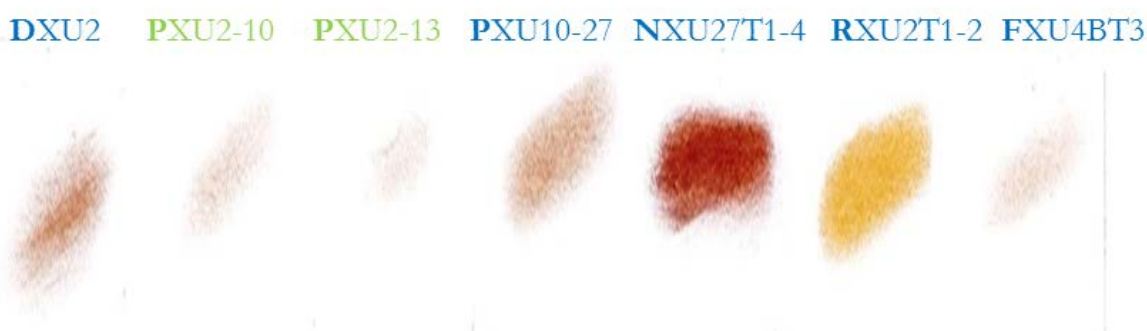


Figure V-94 : Traces colorées produites par quelques résidus de matière colorante et colorée

Le résidu A74PXU2-10 est principalement constitué des éléments Fe (28 %), Al (11 %) et Si (4 %). La concentration des autres éléments chimiques identifiés (Na, Mg, P, S, K, Ca et Ti) ne dépasse jamais le pourcentage. Les constituants riches en fer présentent une micromorphologie lisse ou globuleuse (Fig. V-95), rappelant celles observées sur les résidus de matière colorante A74FXU4BT3 et A74PXU10-27.

Le résidu A74PXU2-13 est constitué majoritairement des éléments Al (15 %), Fe (13 %) et Si (10 %). La concentration des autres éléments chimiques identifiés (Na, Mg, P, S, K, Ca et Ti) n'excède jamais le pourcentage. Une fine couche enrichie en fer, à micromorphologie lisse ou globuleuse, recouvre des grains de quartz (Fig. V-96a). Des petits cristaux de fer de forme circulaire (diamètre moyen de 2 μm) sont également observés (Fig. V-96b).

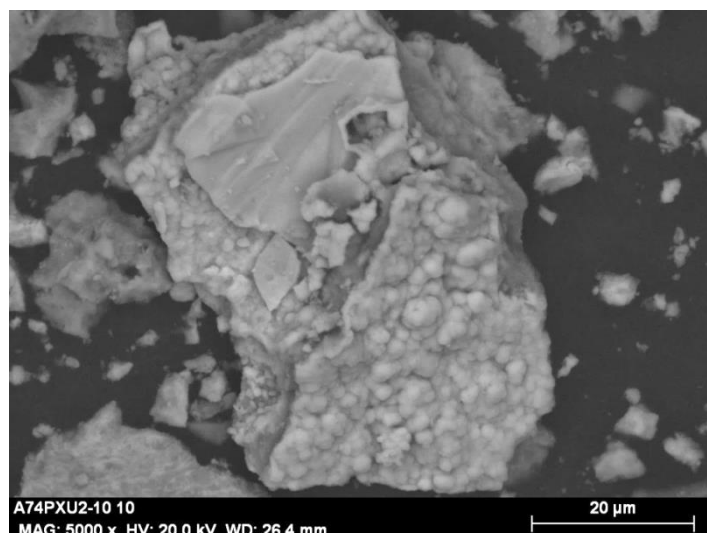


Figure V-95 : Micrographie des constituants du résidu de matière colorée A74PXU2-10 (mode BSE)

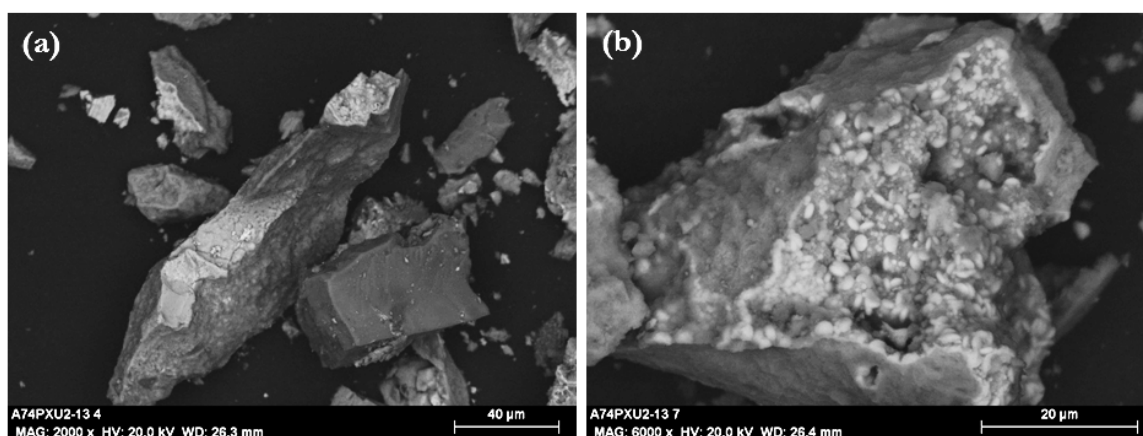


Figure V-96 : Micrographies des constituants du résidu de matière colorée A74PXU2-13 (mode BSE)
(a) Couche ferrugineuse lisse et globuleuse ; (b) Cristaux circulaires de Fe

Les phases minérales majeures identifiées sur le résidu A74PXU2-10 sont le quartz, l'hématite et la maghémite. Le rutile, l'anatase et la muscovite sont les phases minérales mineures identifiées (Fig. V-97).

Le quartz, l'hématite et la kaolinite sont les phases minérales majeures composant le résidu A74PXU2-13. La maghémite, le rutile et l'anatase ont également été identifiés (Fig. V-98).

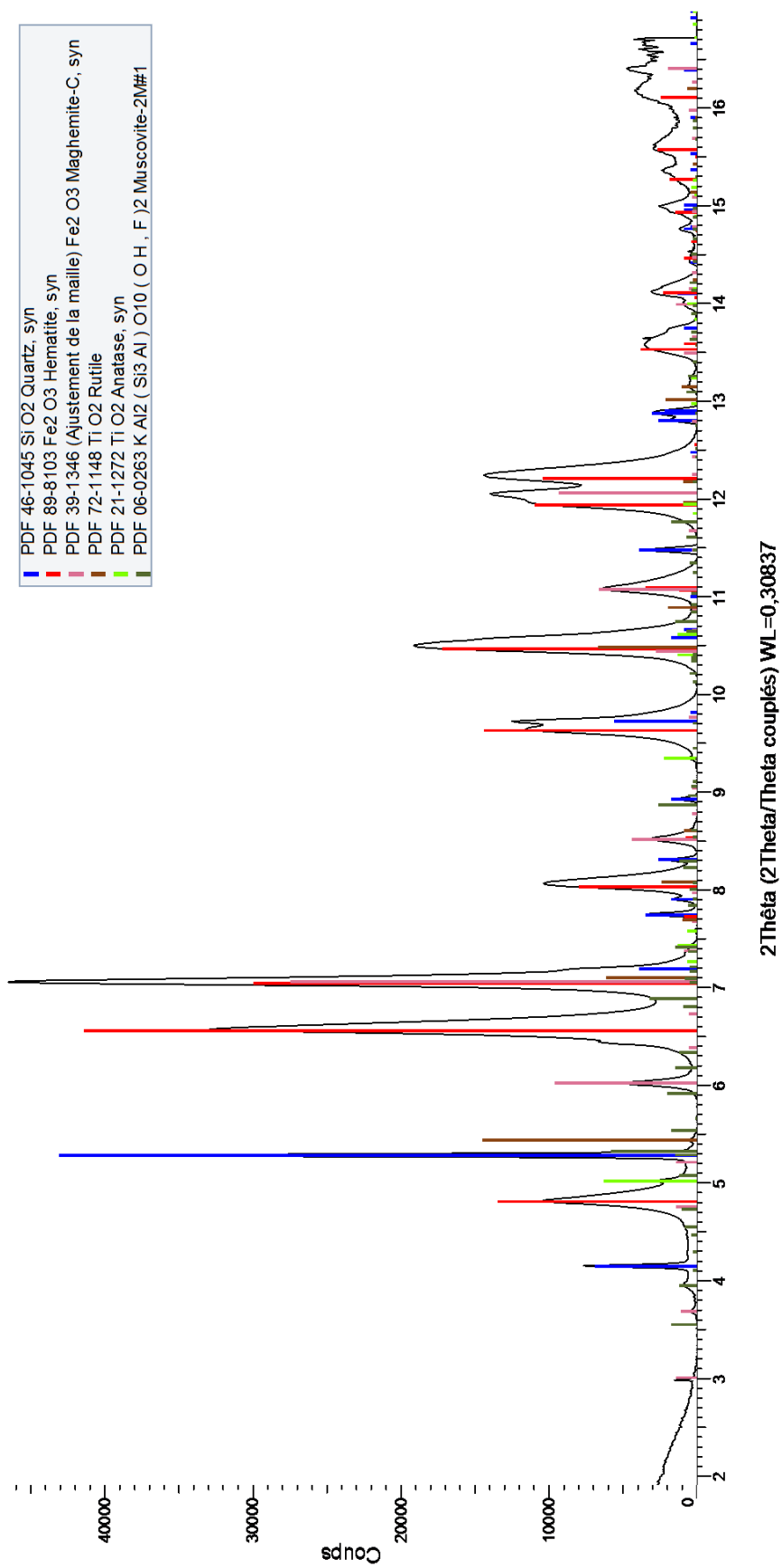


Figure V-97 : Identification des phases cristallines majeures et mineures composant le résidu de matière colorée A74PXU2-10 (SR-μDRX, NLSL5-II)

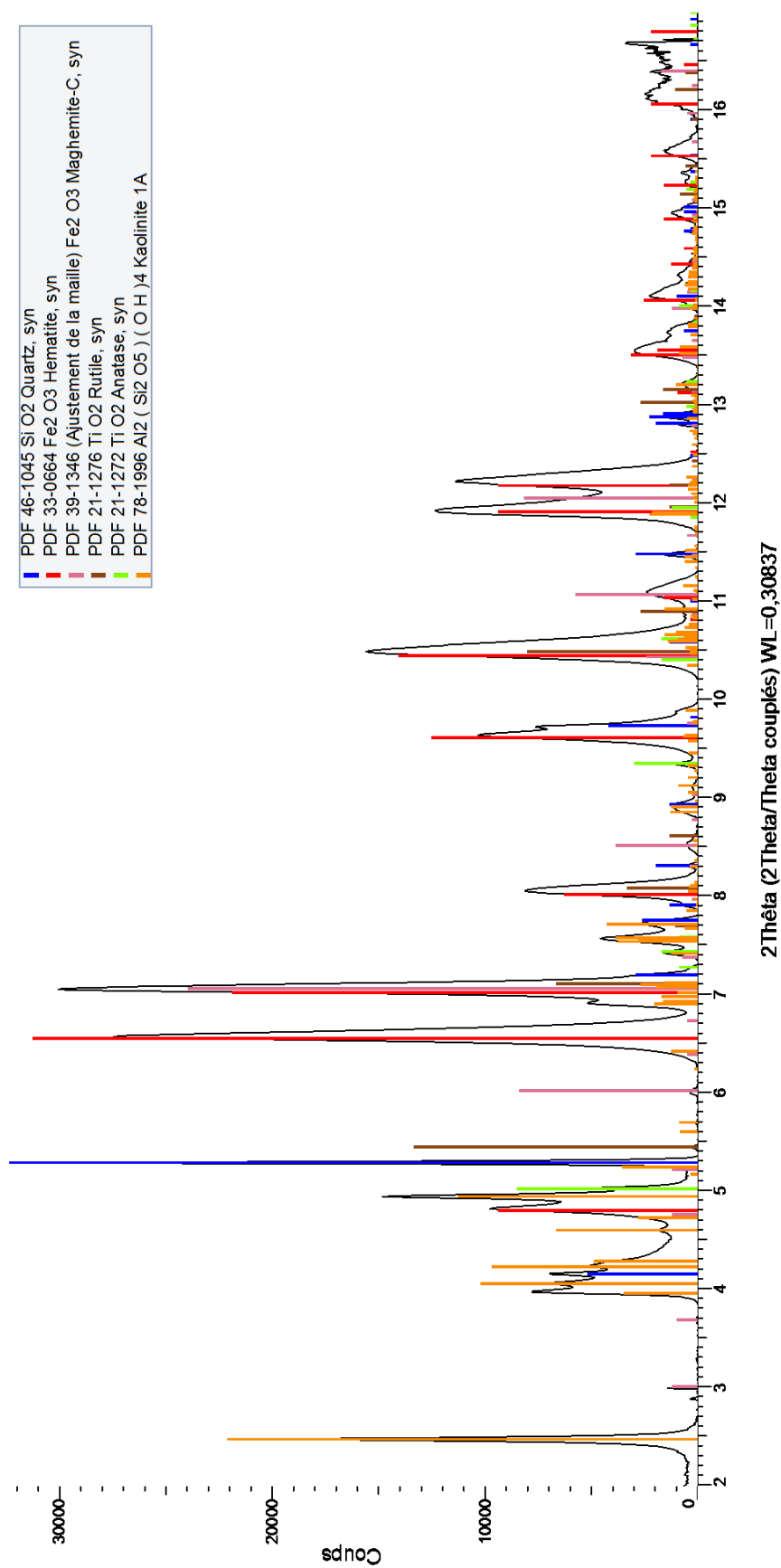


Figure V-98 : Identification des phases cristallines majeures et mineures composant le résidu de matière colorée A74PXU2-13 (SR-μDRX, NSLS-II)

2.3.4. Synthèse et interprétations

L'étude des résidus de matière colorée s'est essentiellement concentrée sur les résidus présentant une croûte compacte à éclat gras, voire parfois craquelée, enrobant une matrice granuleuse, de couleur orangée à mauve souvent poreuse, afin d'en comprendre l'origine géologique et/ou chimique (Tableau V-20).

Les croûtes et les matrices examinées sont composées des mêmes éléments chimiques majeurs, mais en des concentrations différentes. Les croûtes sont systématiquement enrichies en Al, P, Ti et généralement appauvries en Si et Fe par rapport à la composition chimique de la matrice. Les observations micromorphologiques couplées aux analyses de fluorescence X ont révélé un mélange entre aluminosilicates et oxydes de fer, aussi bien au niveau de la croûte que de la matrice. Les éléments traces Cr et Mn ainsi que la phase composée des éléments Ga et As, déjà identifiée sur plusieurs pièces facettées et striées ainsi que sur plusieurs résidus de matière colorante (cf. § V.1.2.5. et § V.2.1.4.), peuvent constituer des traceurs caractéristiques de différentes sources d'approvisionnement. Enfin, une phase composée des éléments V et As associés au Fe au niveau de la matrice mauve et microporeuse peut également être considérée comme un autre indice d'une origine géologique particulière. La présence de ces éléments pourrait constituer un éventuel traceur permettant de faire le lien entre ces matériaux et les peintures rupestres de Nawarla Gabarnmang.

Le quartz, l'hématite, la maghémite, l'anatase, le rutile, la kaolinite et la muscovite sont les phases minérales constitutives des résidus de matière colorée. Néanmoins, en raison de la préparation des résidus sous forme de poudre pour réaliser les mesures par SR- μ DRX, il est impossible de faire la part entre les phases cristallines associées à la croûte à éclat gras et les phases cristallines associées à la matrice.

Malgré des couleurs et des propriétés magnétiques différentes, la composition chimique et les phases cristallines sont proches et ne permettent pas d'établir de sous-classification.

Le(s) processus géologique(s) et/ou chimique(s) conduisant à la formation des croûtes à éclat gras présents sur près de 80 % des résidus de matière colorée reste(nt) non élucidé(s). L'étude physico-chimique de ces résidus particuliers de matière colorée a cependant permis de déterminer leur composition chimique ainsi que la nature des phases cristallines.

Résidus de matière colorée	Observations mésoscopiques et <i>microscopiques</i>	Composition chimique	Phases minérales
A74PXU10R	Croûte de couleur brune, compacte, à éclat gras Micro-grains de titane	Croûte : Al, Si, P Matrice : Fe, Al, Si, P	Hématite
A74RXU27-3	Croûte de couleur rouge, lisse, compacte, à éclat gras Matrice orange, granuleuse Non magnétique <i>Mélange d'aluminosilicates et d'oxydes de fer</i> <i>Micro concrétions ferrugineuses</i>	Croûte : Al, Si, Fe, Na, Mg, P, K, Ti Matrice : Fe, Al, Si, Na, Mg, P, K, Ti	—
A74RXU33-1	Croûte de couleur brune, lisse, craquelée, à éclat terreux Matrice mauve, microporeuse Magnétique Mélange d'aluminosilicates et d'oxydes de fer	Éclat : Al, Fe, Si, P, Na, Mg, K, Ti Croûte : Fe, Al, Si, Mg, P, K, Ti, V, S, Ca, Ga, As, Br, Sr, Zr	—
A74FXU49(5)	Surface rouge, lisse, tendre, éclat gras Facettes polies ? Arêtes arrondies Non magnétique	Surface : Si, Al, Fe Mg, Ti P, S, K, Ca, V, Cr, Mn, Ga, As, Sr, Zr, Pb, Bi	—
A74KXU212	Surface rouge, lisse, tendre, éclat gras Facettes polies ? Arêtes arrondies Non magnétique	Surface : Si, Al, Fe Na, Mg, P, Ca, Ti, S S, K, V, Cr, Mn, Cu, Zn, Ga, As, Sr, Y, Zr	—

A74KXU13	Fine croûte brun clair, boursouflée, tendre, éclat gras Cassure nette et fraîche Matrice brune granuleuse Non magnétique	Croûte : Fe, Al, Si, Mg, P, K, Ti <i>S, Ca, V, Cr, Mn, Cu, Zn, Ga, As, Rb, Sr, Zr</i> Matrice : Si, Al, P, Fe <i>Mg, K, Ca, Ti, Cr, Mn, Cu, Zn, Br, Rb, Sr, Zr</i>	–
A74PXU2-5	Croûte brune, lisse, craquelée, à éclat gras Matrice alternant couches microporeuses de couleur mauve et rouge Magnétique	Matrice : Fe, Al, Si <i>Mg, P, Ca, Ti, V, Zr</i> <i>Na, S, Cl, K, Cr, Mn, As, Y</i>	–
A74PXU2-10	Croûte brune, lisse, craquelée, à éclat gras Matrice alternant couches microporeuses de couleur mauve et rouge Magnétique <i>Micromorphologie lisse et globuleuse</i>	Croûte : Fe, Si, Al, P, Ca, K, Ti Matrice : Fe, Si, Al, P, Ca, K, Ti	Quartz Hématite Maghémite Anatase Rutile Muscovite
A74PXU2-13	Croûte brune, lisse, compacte, à éclat gras Magnétique <i>Micromorphologie lisse et globuleuse</i> <i>Microcristaux: de forme circulaire</i>	Croûte : Si, Al, Fe, P, Ca, K, Ti	Quartz Hématite Maghémite Anatase Rutile Kaolinite
A74PXU4-4	Croûte de couleur brune, craquelée, à éclat terreux Matrice mauve et rouge, avec micropores Non magnétique	Matrice : Fe, Si, Al <i>Na, Mg, P, Ca, Ti</i> <i>S, Cl, K, Cr, Mn, As, Sr, Zr, Pb</i>	–

Tableau V-20 : Résumé des analyses élémentaires et structurales pour les résidus de matière colorée
(**Élément** : majeur ; élt. : mineur ; élt. : trace ; **Ph.** : phase majeure ; Ph. : phase mineure)

La composition chimique en éléments majeurs et mineurs (Al, Si, Ti, Fe) des résidus de matière colorée tend à rappeler celle des **bauxites latéritiques**. Les bauxites latéritiques sont des roches sédimentaires composées d'oxy(hydroxy)des d'aluminium (gibbsite $\text{Al}(\text{OH})_3$, boehmite $\gamma\text{-AlO}(\text{OH})$, diaspore $\text{AlO}(\text{OH})$), souvent associés à des oxy(hydroxy)des de fer (goethite et hématite) et en plus faible proportion à des minéraux argileux (kaolinite), des silicates (quartz) et des oxydes de titane (anatase, rutile). En fonction de la teneur en oxy(hydroxy)des de fer, la bauxite peut être blanche (ne contenant pas ou très peu d'oxy(hydroxy)des de fer), jaune (goethite) ou rouge (hématite) (Fig. V-99).

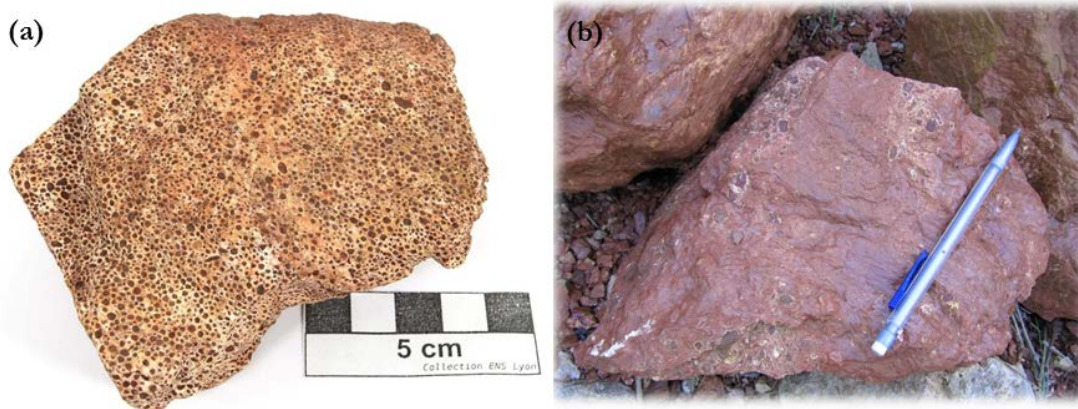


Figure V-99 : (a) Bauxite blanche à oolithes ferrugineuses ; (b) Bauxite rouge à éclat lustré
(© Damien Mollex, <http://lithotheque.ens-lyon.fr/>)

Roche tendre et fragile (dureté moyenne de 2 sur l'échelle de Mohs), elle peut présenter une structure pisolithique ou oolithique, avec un éclat plus ou moins lustré. L'étude des bauxites retrouvées à Giribaldi par J.-V. Pradeau (2015) a permis d'observer un lustre sur les surfaces des blocs de bauxite. Lors d'expérimentations, l'auteur remarque que le simple fait de frotter la peau sur les bauxites, dans le but notamment de retirer le sédiment adhérent sur leur surface, suffit à développer un lustre équivalent (Pradeau, 2015:264-265). Il pose comme hypothèse que le lustre des blocs de bauxite archéologiques « *procède de manipulations ayant eu lieu après leur mise au jour* ». Il est toutefois improbable que l'éclat gras, se rapprochant de l'éclat lustré décrit par J.-V. Pradeau (2015), observé sur les résidus de matière colorée retrouvés à Nawarla Gabarnmang se soit formé suite aux manipulations de fouille, de tri et de nettoyage des vestiges retrouvés dans les carrés de fouille (cf. § III.1.2.). De plus, si la présence de kaolinite, d'hématite et d'oxydes de titane est démontrée, les analyses réalisées sur plusieurs résidus de matière colorée de Nawarla Gabarnmang n'ont pas révélé la présence d'hydroxydes d'aluminium. Ainsi, la comparaison cristallographique ne permet pas de faire de rapprochement entre les résidus de matière colorée de Nawarla Gabarnmang et les bauxites latéritiques.

La croûte compacte à éclat gras observée sur les résidus de matière colorée peut aussi rappeler la surface des roches observées dans les regs ou « *gibber plains* » comme appelés en Australie, le mot *gibber* étant le terme employé par les aborigènes pour désigner la roche. Un *gibber plain* est un désert rocheux débarrassé des éléments fins (sable et poussière) par le vent (Fig. V-100).



Figure V-100 : Photographie d'un *gibber plain* (© Juergen Freund, www.jurgenfreund.com)

Les *gibbers* sont les roches qui restent lorsque sable et poussières sont enlevées par le vent. Ainsi, sables et poussières éoliens seraient à l'origine du poli des *gibbers*. Les *gibbers* résulteraient d'une dégradation et d'un façonnement mécanique. Des processus d'altération superficielle se produisent par la suite et peuvent conduire à la formation de **patines dites du désert**, (« *desert varnish* » ou « *rock varnish* » ; Bourman et Milnes, 1985). Cette patine du désert est une sorte de vernis de couleur brune à noire caractérisée par un éclat lustré. Elle est composée de plusieurs minéraux argileux (chlorite, illite, palygorskite, kaolinite), de silice amorphe (70 %), d'oxydes de fer et de manganèse (30 %) (Dragovich, 1998 ; Dorn, 2007 ; Goldsmith *et al.*, 2012, 2014 ; Macholdt *et al.*, 2015). La comparaison chimique ne permet pas ici de faire de rapprochement entre les résidus de matière colorée de Nawarla Gabarnmang et les roches patinées car le manganèse est seulement détecté à l'état de trace sur les résidus analysés (quelques centaines de ppm).

Ainsi, bien que les mécanismes de formation des croûtes compactes à éclat gras observées sur plusieurs résidus de matière colorée reste non résolue, deux hypothèses peuvent être éliminées : premièrement, l'origine liée à un phénomène de latéritisation du fait de l'absence d'hydroxydes d'aluminium et de goéthite, deuxièmement l'origine liée à la formation de la patine du désert puisque le manganèse n'est seulement détecté qu'à l'état de trace.

Les études chimiques montrent que les croûtes sont constituées principalement d'Al, associé à du P, parfois à d'autres minéraux tels des oxydes de titane ou de fer. Les croûtes englobent une matrice granuleuse riche en Si et Fe, contenant également de l'Al. Les études cristallographiques ont permis de déterminer la nature de plusieurs phases minérales dont l'hématite, la maghémite, la kaolinite et l'anatase ; néanmoins, en raison de la réduction des résidus sous forme de poudre pour être analysés, il est impossible de faire objectivement la part entre les phases cristallines associées à la croûte et celles associées à la matrice.

Les résidus de matière colorée sont, pour rappel, dépourvus de pouvoir colorant en surface. La poudre obtenue par simple broyage révèle cependant un léger pouvoir colorant, comme la majorité des résidus de matière colorante étudiés précédemment (cf. § V.2.1.1.). On peut considérer ces résidus de matière colorée comme potentiellement utilisables pour créer la matière picturale. Si ces matériaux ont bel et bien été utilisés en tant que matière première pour fabriquer la matière picturale cela signifierait que leurs propriétés colorantes étaient connues. La taille des résidus retrouvés pendant les fouilles excède rarement le centimètre, laissant supposer l'utilisation potentielle d'importantes quantités de ce type de matériel.

L'analyse chimique et structurale ne permet pas de trancher franchement en faveur d'un statut culturel ou naturel. À partir de l'étude diachronique des résidus de matière colorée (cf. § IV.2.1.), nous constatons que ces résidus sont présents au sein de huit carrés de fouille sur onze : leur quantité et distribution varient d'un carré à l'autre. Néanmoins, nous observons qu'au sein des carrés où ils sont les plus nombreux – Carrés P, R et K –, leur présence est relevée tout le long des séquences stratigraphiques. Pour ces raisons, nous considérerons finalement ces résidus de matière colorée, non strictement dénués de pouvoir colorant, comme des vestiges non culturels, donc des vestiges naturels. L'analyse d'échantillons de sédiments prélevés dans des parties de l'abri sous roche à l'écart des panneaux rupestres sur plafond et piliers, ainsi qu'à l'extérieur du site, permettrait de vérifier si la présence des résidus de matière colorée est indépendante du lieu de fouille ou s'ils ne se retrouvent qu'en contexte pariétal. Leur découverte exclusivement à proximité de panneaux rupestres pourrait constituer un indice révélateur quant à un apport volontaire par les Hommes dans le but de réaliser des peintures rupestres et *in fine* refléter leur caractère culturel. Au contraire, leur omniprésence à l'extérieur et l'intérieur du site pourrait exprimer leur caractère naturel, même si leur utilisation en tant que matière picturale reste tout à fait possible.

2.4. Les résidus à éclat brillant, non colorant

2.4.1. Description macroscopique et mésoscopique

Les vingt-six résidus présentant un éclat brillant ont une taille inférieure au centimètre (Fig. V-101) et ont une masse n'excédant jamais le gramme. Aucun de ses résidus ne produit de trace colorée. Ils présentent tous un degré de dureté élevé, rayant le verre. Trois types d'éclat sont distingués : métallique avec reflets rouges et argentés, submétallique (pas de reflets rouges et argentés) et irisé (Fig. V-102).

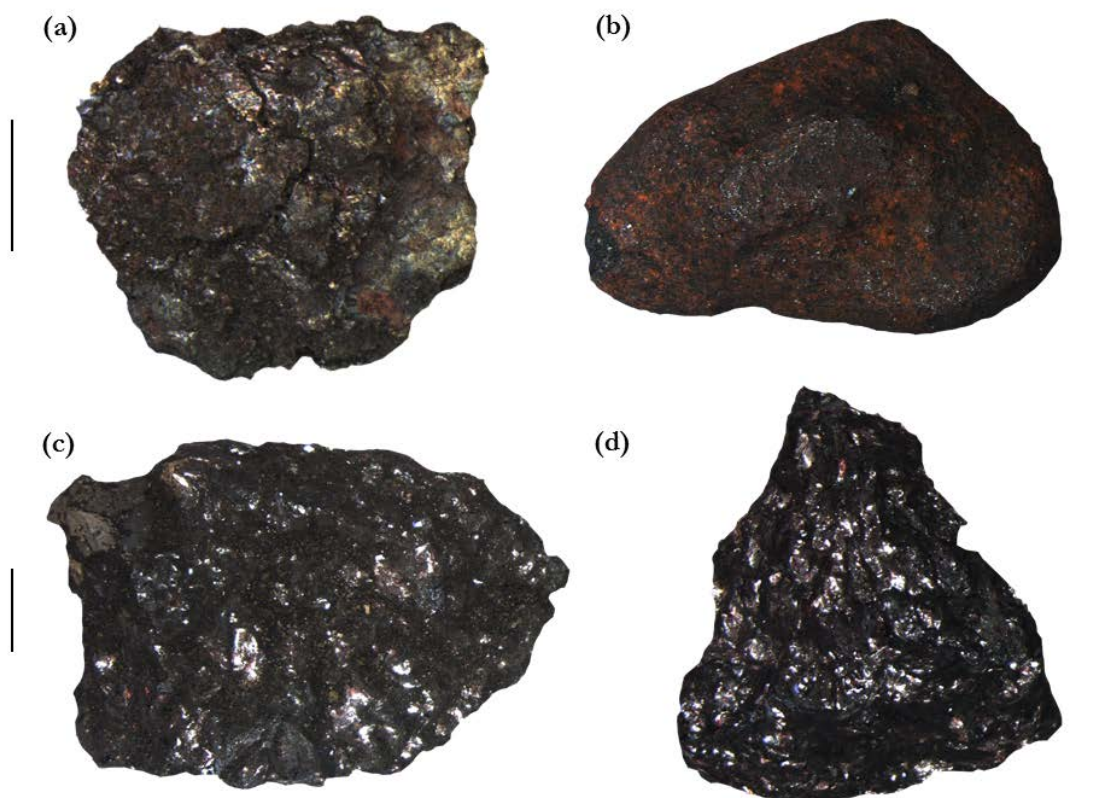


Figure V-101 : Planche photographique illustrant les nuances des différents éclats des résidus à éclat brillant, non colorant : (a) éclat irisé ; (b) éclat submétallique ; (c) et (d) éclat métallique (échelle à 1 mm)

Plusieurs résidus montrent une face polie et/ou des arêtes saillantes ; néanmoins aucune marque de striation n'a été observée, ne permettant pas de dire si ces traits morphologiques sont d'origine anthropique ou naturelle. Un test d'aimantation a révélé des propriétés magnétiques pour seize résidus sur vingt-six (Fig. V-103). Néanmoins, on ne constate aucune relation entre le type d'éclat et la présence de propriétés magnétiques (Tableau V-21).

	Éclats	Propriétés magnétiques
A74AXU8-3	métallique	non
A74AXU8-4	métallique	non
A74FXU5T4	métallique	non
A74KXU21T1	métallique	non
A74PXU3-12	métallique	oui
A74PXU4-12	métallique	oui
A74PXU5-2	métallique	oui
A74PXU5-14	métallique	oui
A74PXU10-22	métallique	oui
A74PXU12-1	métallique	non
A74PXU14-4	métallique	non
A74PXU17-1	métallique	oui
A74RXU34-2	métallique	non
A74PXU1-14	submétallique	oui
A74PXU1-15	submétallique	oui
A74PXU1-16	submétallique	oui
A74PXU2-17	submétallique	non
A74PXU3-7	submétallique	oui
A74PXU3-8	submétallique	oui
A74PXU3-10	submétallique	oui
A74PXU4-16	submétallique	non
A74PXU4-17	submétallique	non
A74PXU6-13	submétallique	oui
A74PXU19-5	submétallique	oui
A74RXU27-5	submétallique	oui
A74PXU1-18	irisé	oui

Tableau V-21 : Synthèse des éclats et propriétés magnétiques des résidus à éclat brillant, non colorant

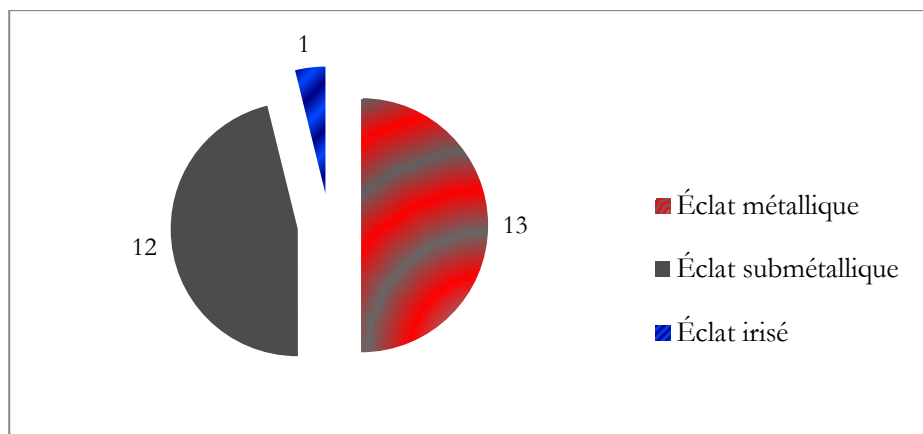


Figure V-102 : Proportion des nuances d'éclats des « résidus à éclat brillant »

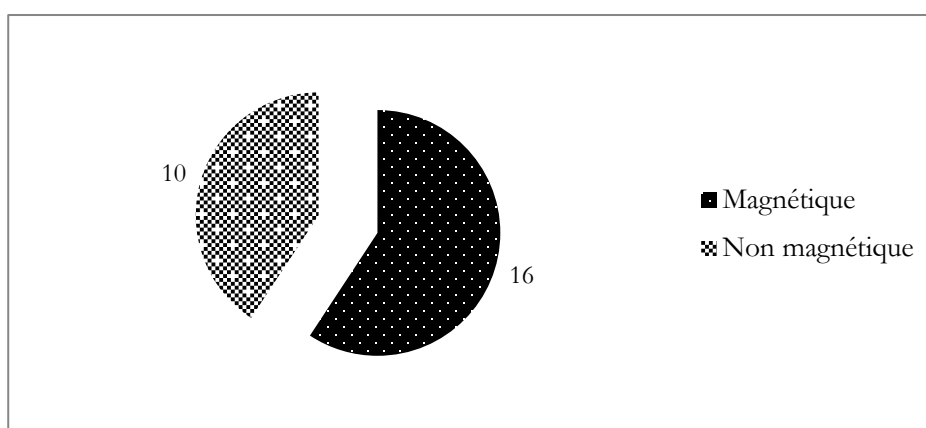


Figure V-103 : Proportion des résidus à éclat brillant possédant des propriétés magnétiques

2.4.2. Préparation et protocole d'étude

Après des observations mésoscopiques ayant permis de faire une distinction entre l'éclat des vingt-six vestiges réunis dans cette classe, deux résidus à éclat métallique ont été sélectionnés comme représentants de cette classe. Tandis que le premier échantillon A74KXU21T1 est analysé par PIXE, le second A74AXU8-4 est préparé en coupe transversale polie pour être étudié par MEB-FEG et par μ -Raman à l'Institut Néel (Fig. V-104).

Résidus à éclat brillant, non colorant	
MEB-FEG	(cp.)
PIXE	∅
μ -Raman	(cp.)

Figure V-104 : Techniques d'analyse appliquées à l'étude des résidus à éclat brillant, non colorant (∅ : aucune préparation ; cp. : préparation en coupe polie)

2.4.3. Résultats des analyses physico-chimiques

Les analyses réalisées en pXRF montrent qu'au sein des résidus, l'élément Fe est en général l'élément chimique prédominant, indépendamment de l'éclat défini. La présence des autres éléments chimiques peut être reliée à la nature sableuse du sédiment incrusté dans les porosités des résidus étudiés.

❖ A74KXU21T1

Le résidu A74KXU21T1 mesure un peu moins d'un centimètre, pour une masse de 0,70 g. Sous le sédiment sablo-cendreux de couleur brune, des amas de fines plaquettes d'hématite spéculaire (près de 5 μm d'épaisseur) avec des éclats métalliques à reflets rouges et argentés apparaissent (Fig. V-105). Il ne présente pas de propriété magnétique.

Les analyses PIXE révèlent une composition chimique principalement riche en Fe (33 %). Les éléments traces Zr, Y, Sr et Rb sont détectés (Tableau V-22). Les cartographies chimiques montrent une association entre les éléments Al, Si et K, suggérant la présence d'aluminosilicates de potassium au niveau du sédiment brun. Le Fe, n'étant lié à aucun autre élément chimique identifié, se trouve probablement sous forme d'oxyde, telle l'hématite, confirmant les observations mésoscopiques. Des grains de plusieurs dizaines de microns riches en Ti sous forme de rutile ou d'anatase d'une part, et des inclusions riches en zirconium associé à de l'yttrium d'autre part, ont également été mis en évidence (Fig. V-106).



Figure V-105 : Photographie du résidu à éclat métallique A74KXU21T1

	Na	Mg	Al (%)	Si (%)	P	S	Cl	K	Ca	Ti	V	Cr	Mn
A74KXU21T1	<LOD	1140	5,39	18,79	1759	313	<LOD	2746	225	2651	234	24	144
	Fe (%)	Ni	Cu	Zn	Ga	As	Rb	Sr	Y	Zr	Ba	W	Pb
A74KXU21T1	33,55	<LOD	10	6	9	6	15	33	14	117	<LOD	<LOD	6

Tableau V-22 : Éléments majeurs, mineurs et traces composant le résidu à éclat métallique A74KXU21T1 analysés par PIXE (résultats en ppm sauf contre-indication ; **X** : près de la limite de détection ; <LOD : sous la limite de détection)

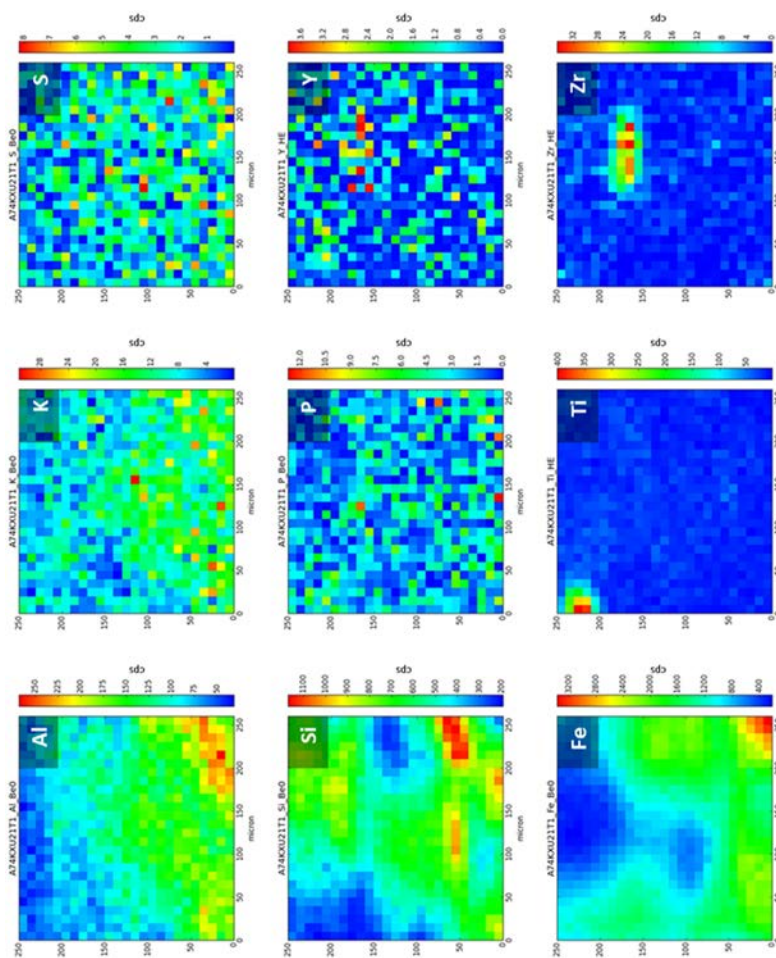


Figure V-106 : Cartographie chimique du résidu à éclat métallique A74KXU21T1

❖ A74AXU8-4

Deux résidus caractérisés par des éclats métalliques rouges et argentés ont été découverts dans le XU8 du Carré A. Ils ne possèdent pas de propriété magnétique et ne présentent pas, à l'échelle mésoscopique, de sédiment sablo-cendreux sur leur surface. Mesurant 4 mm pour moins de 0,1 g, l'échantillon A74AXU8-4 (cf. Fig. V-101d) a été préparé en coupe transversale polie. Cet échantillon a bénéficié d'une observation à haute résolution et fort grandissement, avec un MEB à canon à émission de champ (MEB-FEG pour *Field Emission Gun*) avec une plus faible tension d'accélération (3 à 15 kV) (ZEISS-Ultra+ couplé à un détecteur SDD Bruker X-FLASH 4010). À l'échelle microscopique, deux morphologies différentes sont observées chacune reliée à une composition chimique (Fig. V-107).

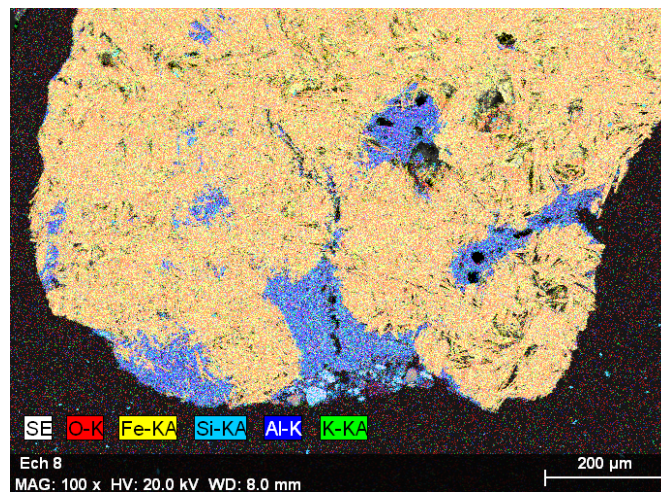


Figure V-107 : Cartographie du résidu à éclat métallique A74AXU8-4

D'une part, de fines plaquettes, dont l'épaisseur est comprise entre 500 nm et 4 µm sont observées (Fig. V-108a). Cette morphologie associée à une composition chimique à fort taux de Fe peut être attribuée à celles des oxydes de fer très bien cristallisés. D'autre part, on observe des feuillets riches en aluminosilicates présentant des teneurs mineures et variables en K, Ca et Fe, avec des traces de Na, Mg, S et Cl (Fig. V-108b), qui cette fois, ne sont pas associés au milieu d'enfouissement.

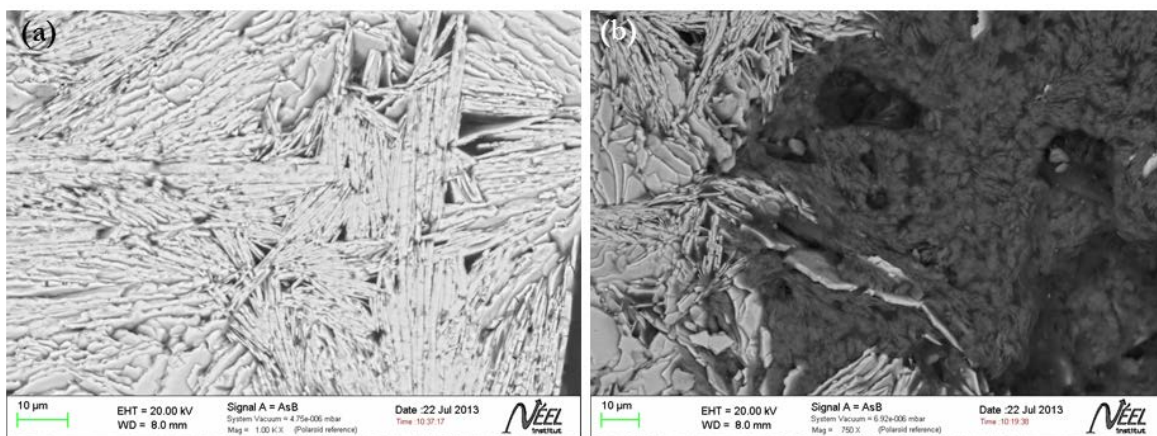


Figure V-108 : (a) Fines plaquettes riches en Fe et ; (b) feuillets d'aluminosilicates observés sur le résidu à éclat métallique A74AXU8-4

Les spectres obtenus suite aux analyses effectuées en μ -Raman sur les fines plaquettes riches en Fe confirment la présence d'hématite bien cristallisée. En effet, les bandes de cet oxyde de fer sont très clairement identifiées à 225, 240, 290, 400, 500, 610 et 1320 cm^{-1} (Fig. V-109).

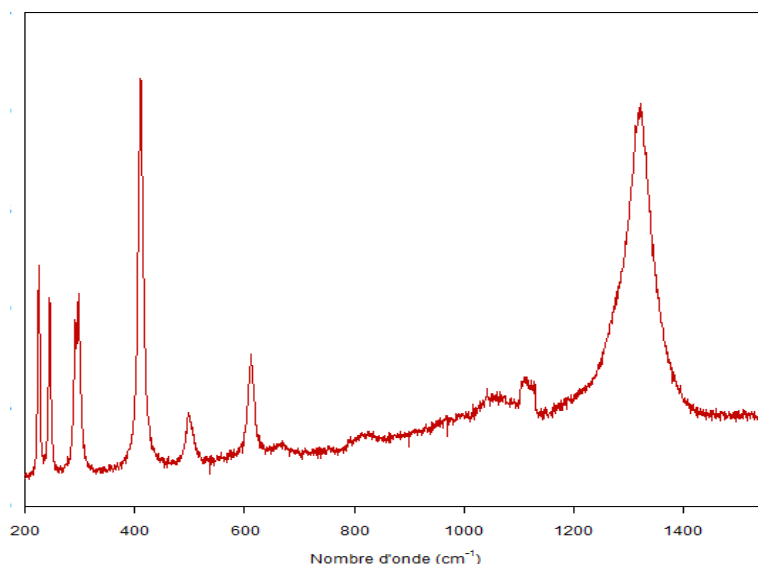


Figure V-109 : Identification de l'hématite sur le résidu à éclat métallique A74AXU8-4

2.4.4. Synthèse et interprétations

Les observations macroscopiques et microscopiques, associées aux résultats physico-chimiques, montrent que les résidus présentant un éclat brillant, sont les vestiges de roches ferrugineuses bien cristallisées. De telles roches ne sont pas naturellement présentes dans le sédiment sableux de Nawarla Gabarnmang ; elles n'ont pas pu se former *in situ* et ont donc été amenées sous l'abri rocheux. Il est probable que les roches ferrugineuses aient une origine métallogénique ou magmatique en raison du contexte géologique du site (cf. § II.3.1.). Les roches d'origine métallogénique sont des hématites très pures se présentant sous forme de cristaux lamellaires, de taille allant du nanomètre au micromètre (Triat, 2010). L'altération par voie hydrothermale des roches magmatiques, telles que les dolérites et les basaltes, retrouvées à plusieurs kilomètres de l'abri rocheux conduit également à la formation d'hématite.

La présence de tels résidus dans les carrés de fouille soulève la question du savoir-technique des artistes peintres qui ont réalisé les œuvres rupestres à Nawarla Gabarnmang. Les résidus retrouvés n'ont certes gardé aucune trace visible d'un usage anthropique quelconque, mais on ne peut écarter la possibilité que de la poudre colorante rouge ait pu être extraite à partir de ce type de matériaux. Il est également possible que ces fragments rocheux, du fait de leur éclat brillant, aient pu simplement attirer l'œil des occupants de l'abri rocheux, qui les auraient ramenés sur le site en tant qu'objets de « curiosité ».

2.5. Les résidus de matériaux riches en phosphate de calcium

2.5.1. Description macroscopique et mésoscopique

Les résidus de matériaux riches en phosphate de calcium (CaP) comprennent d'une part les restes fauniques identifiés avec certitude, c'est-à-dire deux fragments de dents et treize résidus considérés « *définitivement* » comme des restes osseux, la structure osseuse étant parfaitement reconnaissable (Fig. V-110). En revanche, la nature de douze résidus est plus incertaine ; ils sont considérés comme « *possiblement* » des fragments osseux (Fig. V-111), la structure osseuse n'ayant pu être clairement identifiée en raison principalement de l'état de dégradation de ces vestiges. Les analyses physico-chimiques ont été concentrées sur ces derniers résidus. À ces vingt-sept résidus riches en éléments Ca et P, s'ajoutent sept résidus, qui malgré une absence de détermination chimique par pXRF en raison de leur petite taille, sont considérés également comme « *possiblement* » des fragments osseux sur la base de fortes similarités morphologiques (couleur, texture, absence de grains de quartz) et leur absence de pouvoir colorant.

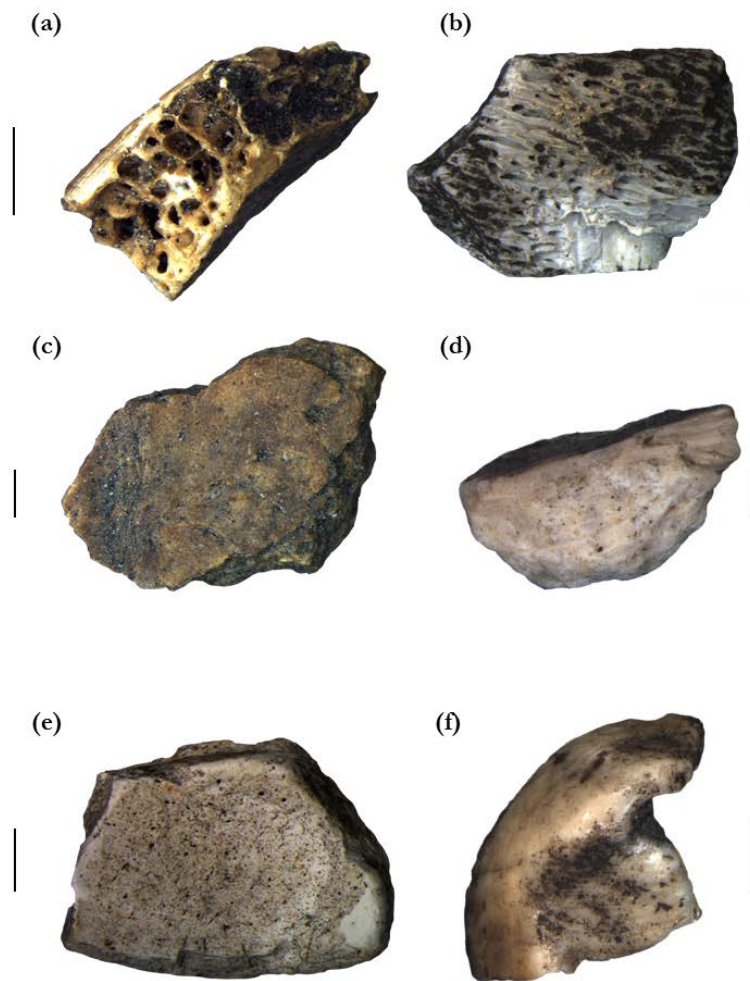


Figure V-110 : Planche photographique illustrant la diversité des résidus de matériaux riches en CaP : (a) et (b) os définitifs ; (c), (d) et (e) os possibles ;(f) dent (échelle à 1 mm)

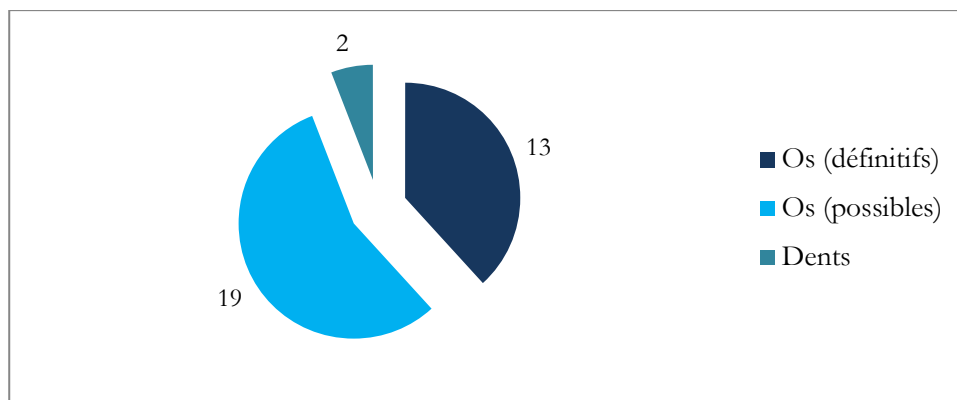


Figure V-111 : Proportion des types de résidus de matériaux riches en CaP

Les résidus considérés comme « *possiblement* » des fragments osseux se caractérisent par une couleur blanche à légèrement brunâtre et une absence de grains de quartz à l'échelle mésoscopique. Leur taille n'excède pas le centimètre et leur texture est molle. Ils ne possèdent pas de pouvoir colorant. Néanmoins, la présence de tels résidus en contexte d'art rupestre permet de soulever une interrogation quant à leur éventuel rôle en tant que charge dans la chaîne opératoire de préparation de la matière picturale.

2.5.2. Préparation et protocole d'étude

Des analyses élémentaires et structurales, couplées à des observations microscopiques, ont été mises en œuvre pour vérifier la nature des résidus considérés comme « *possiblement* » osseux (cf. Fig. V-110c et V-110d) et pour identifier précisément la nature des phases cristallines. Un résidu représentatif de ces derniers a été préparé en coupe polie, A74PXU13R1, et a été étudié par μ XRF puis par μ -Raman. Six résidus de taille millimétrique ont été broyés dans le but obtenir suffisamment de poudre afin d'être étudiés d'une part par MEB-EDS et d'autre part par SR- μ DRX (Fig. V-112).

Résidus de matières riches en CaP	
μ XRF	(cp.) μ -Raman \emptyset
MEB-EDS	(mét.)
SR- μ DRX	(p.)

Figure V-112 : Techniques d'analyse appliquées à l'étude des résidus de matériaux riches en CaP (cp. : préparation en coupe polie ; mét. : métallisation par dépôt au carbone ; p. : préparation en poudre)

Les résidus sélectionnés pour broyage ont été choisis sur la base de similarités morphologiques et chimiques ; ils proviennent de deux niveaux élémentaires consécutifs, XU6 et XU7, au sein du même carré de fouille, le Carré P. La poudre ainsi obtenue a été renommée A74PXU6/XU7.

De plus, lors du tri des vestiges issus des fouilles du Carré P, de petits amas de couleur écru et à texture molle issus de XU2, ont été récupérés et conservés dans un pilulier. Ils ont également été broyés afin d'en produire de la poudre, A74PXU2, et de déterminer leur nature chimique et cristallographique grâce aux analyses par MEB-EDS et DRX.

2.5.3. Résultats des analyses physico-chimiques

Outre les éléments Ca et P, les analyses élémentaires permettent l'identification de nombreux éléments provenant du milieu sablo-cendreau d'enfouissement (Fig. V-113, Tableau V-23). Des particules métalliques riches en zinc (Zn) et cadmium (Cd) sont également détectées. Enfin, les analyses structurales permettent d'identifier deux phases minérales à base d'apatite, l'une enrichie en Cd et l'autre mélangée avec du quartz.

2.5.4. Synthèse et interprétations

Au-delà de la présence de Ca et P, les études par fluorescence X ont souligné la présence de nombreux éléments provenant en grande partie du sédiment sablo-cendreau d'enfouissement (Tableau V-23). Les observations microscopiques n'ont pas permis de confirmer la nature osseuse des résidus étudiés. Le réseau de porosité texturé typique des formations osseuses n'est en effet pas observé, cette absence pouvant s'expliquer par l'état de dégradation des échantillons. Par ailleurs, dans l'os, les cristaux étant de dimensions nanométriques (proche de 5 nm), quelles que soient les espèces et le type d'os (Gourrier et Reiche, 2015), ils ne pouvaient donc pas être observables en MEB-EDS. En raison de leur surface spécifique importante, les os sont dotés d'une réactivité chimique élevée, donc d'une forte capacité d'échange avec les ions environnants, et de nombreuses substitutions chimiques peuvent se produire avec divers ions tels que Na^+ , Mg^{2+} , K^+ , Cl^- , CO_3^{2-} , SO_4^{2-} , MnO^+ ou Cd^{2+} au sein de l'édifice cristallin de ces matériaux modifiant ainsi les paramètres structuraux par rapport à une apatite « classique » de type os (Lacout *et al.*, 1998 ; Gourrier et Reiche, 2015). Lors de nos analyses, des particules riches en zinc (Zn) et cadmium (Cd) ont été identifiées par MEB-EDS dans l'un des échantillons. Leur morphologie lisse et globuleuse, sous forme de petites sphères de diamètre compris entre 20 et 70 μm (Fig. V-114a) contraste avec la morphologie « cotonneuse » caractéristique des amas plus ou moins bien cristallisés riches en Ca et P (Fig. V-114b).

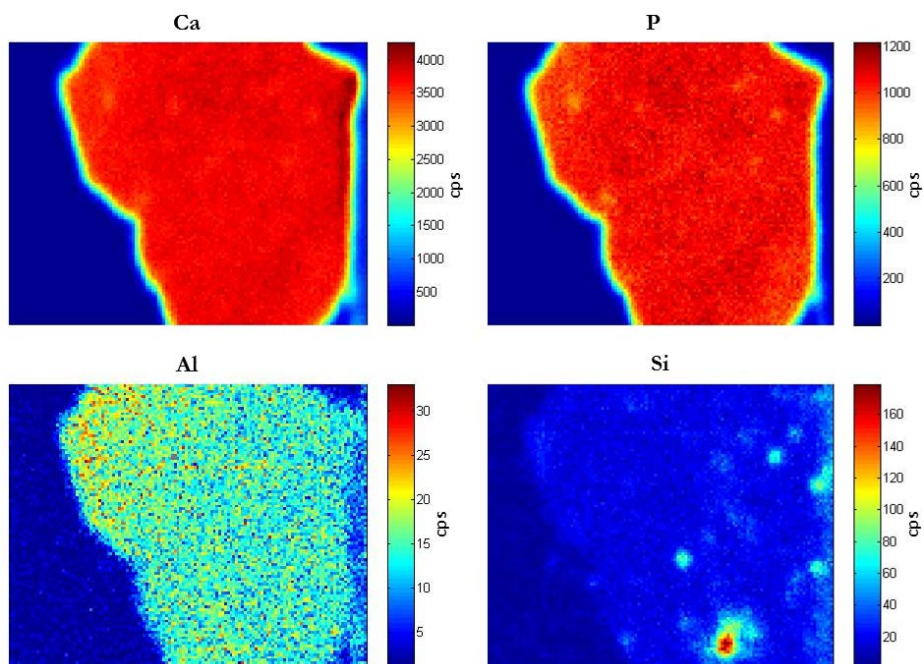


Figure V-113 : Cartographies chimiques des éléments majeurs et mineurs composant le résidu A74PXU13R1

	Préparations	Compositions chimiques	Phases minérales
A74PXU13R1	coupe polie	Ca, P, Al, Si, S, K, Ti, Fe	groupement phosphate
A74PXU6/XU7	poudre, mét.	Ca, P, Na, Si, Mg, Al, S, Cl, K, Ti, Fe	apatite-Cd
A74PXU2	poudre, mét.	Ca, P, Na, Mg, Al, Si, S, Cl, K, Ti, Fe particules métalliques : Zn-Cd	apatite carbonatée quartz

Tableau V-23 : Résumé des analyses élémentaires et structurales pour les résidus de matériaux riches en CaP
(Élément : majeur ; élt. : mineur ; *élt.* : *trace*, détectés par μ XRF et MEB-EDS ;
Ph. : phase majeure ; Ph. : phase mineure, identifiées par μ -Raman, DRX et SR- μ DRX)

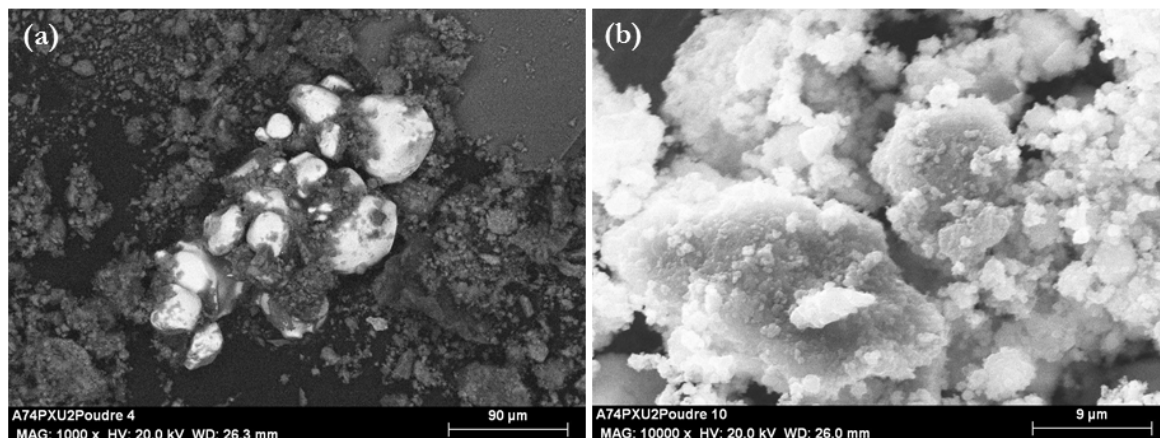


Figure V-114 : Observations des (a) particules métalliques riche en Zn et Cd (mode BSE) ;
(b) de la morphologie « cotonneuse » des amas riches en Ca et P (mode SE)

La phase minérale constitutive des résidus osseux peut se montrer complexe et hétérogène, ne pouvant être décrite par un seul composé inorganique. Les substitutions chimiques peuvent entraîner des distorsions au niveau de la maille cristalline, créant un désordre non négligeable, qui se traduit par un élargissement et un recouvrement des pics de DRX (Gourrier et Reiche, 2015).

L'analyse structurale a ainsi révélé deux phases minérales différentes, d'une part, un mélange d'apatite carbonatée avec du quartz, et d'autre part, de l'apatite enrichie en cadmium. L'échantillon A74PXU6/XU7 est constitué d'une phase d'apatite enrichie en Cd (Fig. V-115). L'échantillon A74PXU2, dans lequel des particules riches en Zn et Cd ont été observées, est quant à lui seulement composé d'un mélange d'apatite carbonatée faiblement cristallisée (pics larges et signal peu intense) et de quartz (Fig. V-116). La phase enrichie en Zn et Cd n'est pas détectée, certainement en raison du seuil de détection de l'appareil de DRX.

L'origine des particules métalliques riches en Zn et Cd, éléments géochimiquement corrélés, est à ce jour non déterminée. Il est toutefois possible d'écarter l'hypothèse d'une pollution due à un transfert opéré au cours des fouilles archéologiques ou pendant les « manip » en laboratoire, aucun des outils utilisés ne présentant une telle composition chimique.

La valeur théorique du ratio Ca:P de l'hydroxyapatite de formule générale $(Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2)$, phase cristalline retrouvée majoritairement dans les dents ainsi que dans les os (le reste étant essentiellement constitué de fibres de collagène), est de 1,67. Or, le calcul du ratio Ca:P des résidus n'a pas permis de retrouver cette valeur théorique. La valeur moyenne calculée est de 1,2 et peut s'expliquer par l'état de dégradation des résidus exhumés des carrés de fouille. Ces derniers ont été retrouvés dans un sol acide (pH = 4), or, dans de telles conditions, les phases cristallines à base de phosphate de calcium ne sont pas très stables. Par ailleurs, un traitement thermique, volontaire ou accidentel, et une possible consommation des os par les termites peuvent également expliquer l'état de dégradation observé sur les résidus osseux retrouvés en fouille.

Sans la moindre analyse, *in situ* ou sur des micro-prélèvements, des peintures rupestres du site, on ne peut exclure l'éventualité d'une recette picturale dans laquelle des fragments osseux auraient pu servir de charge pour fabriquer la matière picturale. Toutefois, si cette première suggestion semble peu probable, l'utilisation d'outils en os pour préparer ou appliquer la matière picturale semble en revanche plus pertinente (Lorblanchet *et al.*, 1990 ; Pomies *et al.*, 2000 ; Chalmin *et al.*, 2002 ; Gárate *et al.*, 2004 ; de Balbín Berhmann et González, 2009 ; Arias *et al.*, 2011). Néanmoins, compte tenu de la morphologie de certains résidus qui ne laisse aucun doute quant à leur nature osseuse et à la découverte de restes fauniques dans tout le site, y compris dans le Carré P (cf. § III.2.1.2.), il semble que l'origine la plus probable de ces résidus particuliers soit liée à une dégradation de restes fauniques, dégradation causée à la fois par l'acidité du sol et par leur consommation par les termites.

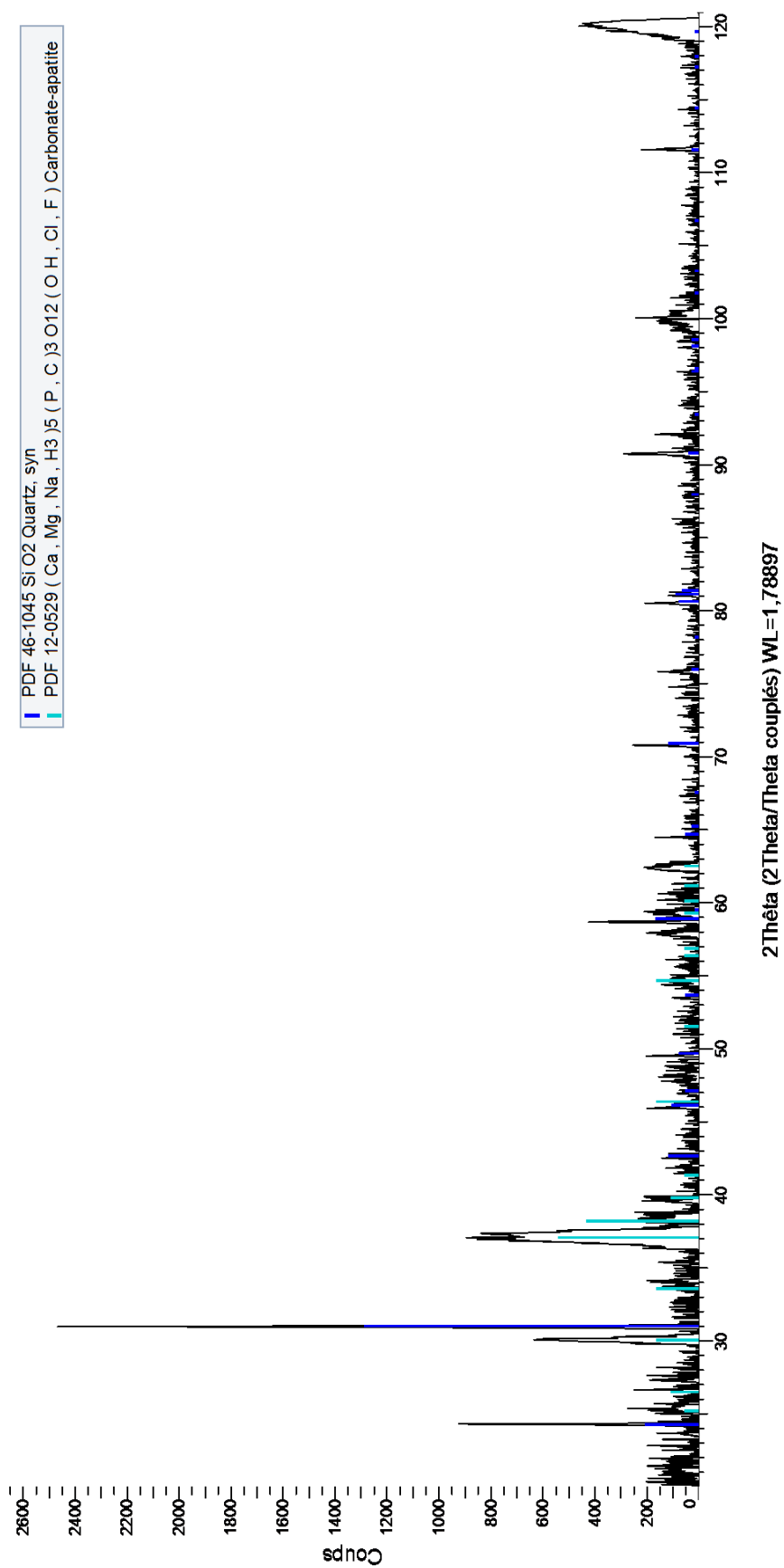


Figure V-115 : Identification des phases cristallines majeures et mineures composant l'échantillon A74PXU2 (DRX, plateforme ASTRE)

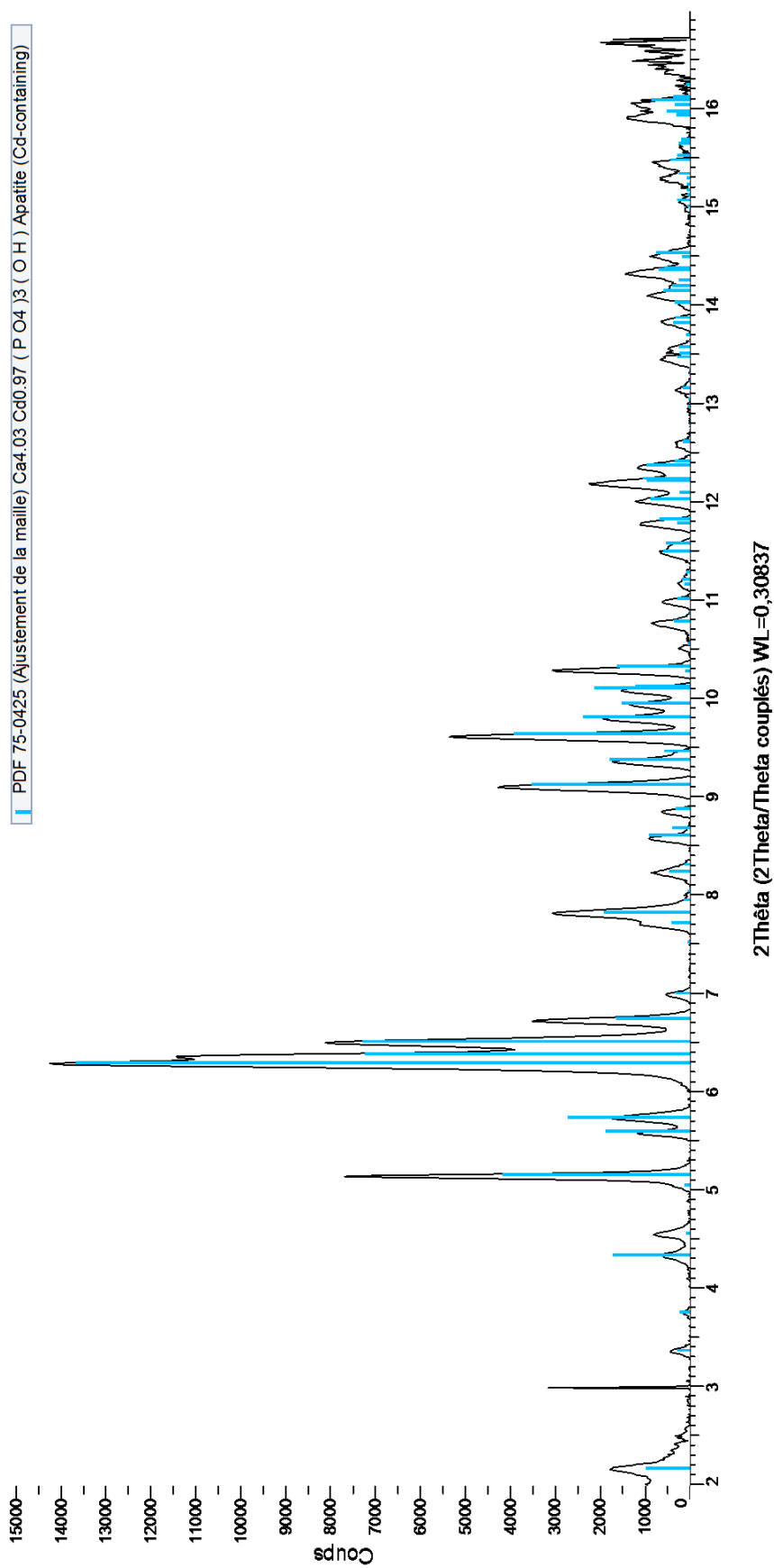


Figure V-116 : Identification des phases cristallines majeures et mineures composant l'échantillon A74PXU6/XU7 (SR-μDRX, NSLS-II)

3. Les vestiges liés à l'application de la matière picturale

3.1. Les « gouttes de peinture »

Pour rappel, le caractère culturel attribué aux taches colorées, vestiges de gouttes de peinture sèches, découvertes *in situ* dans le Carré P, a été établi d'après les observations faites pendant les fouilles. Toutefois, les analyses chimiques opérées par pXRF sur les six prélèvements de sédiments colorés ont révélé une composition chimique fortement similaire à celle du sédiment sablo-cendreux avec lequel les « gouttes de peinture » auraient coagulées lors de leur chute sur le « sol » archéologique (XU18) du Carré P, ne permettant pas de valider le statut culturel de ces vestiges d'un point de vue physico-chimique. Une caractérisation, au moyen de techniques analytiques plus précises, est essentielle pour parvenir à faire la part entre les résidus poudreux et le sédiment d'enfouissement, et ainsi identifier la nature de ces « gouttes de peinture ». L'identification de ces dernières est d'autant plus précieuse que leur présence, immédiatement situées sous le plafond peint, associées à des couches archéologiques datées, permet, si la relation peut être établie entre lesdites gouttes et les représentations rupestres, de dater les peintures.

3.1.1. Préparation et protocole d'étude

Les « gouttes de peinture », visibles *in situ*, ont été collectées et conservées dans des piluliers. En raison du mélange de ces poudres légèrement colorées avec le sédiment sablo-cendreux plus sombre, il a fallu séparer cette poudre du sable cendreux. Un tamisage à 250 µm a été réalisé afin de séparer la fraction grossière, constituée majoritairement de grains de quartz (avec une taille allant de 250 à 500 µm), de la fraction fine plus argileuse. Puis, sous la loupe binoculaire, à l'aide d'une spatule et d'une pince, un second tri visant à séparer la poudre colorée du sable cendreux environnant a été effectué. Malgré tout, des grains de quartz, avec un diamètre variant entre 40 et 250 µm sont toujours présents dans la fraction fine (Fig. V-117).

Par la suite, des observations microscopiques de la morphologie des différents constituants de la fraction fine (taille de grain comprise entre 40 et 250 µm) et des analyses semi-quantitatives par MEB-EDS, après métallisation au carbone des sédiments colorés, ont été réalisées. Enfin, des mesures en DRX ont été acquises afin de déterminer la nature des phases cristallines en présence (Fig. V-118).

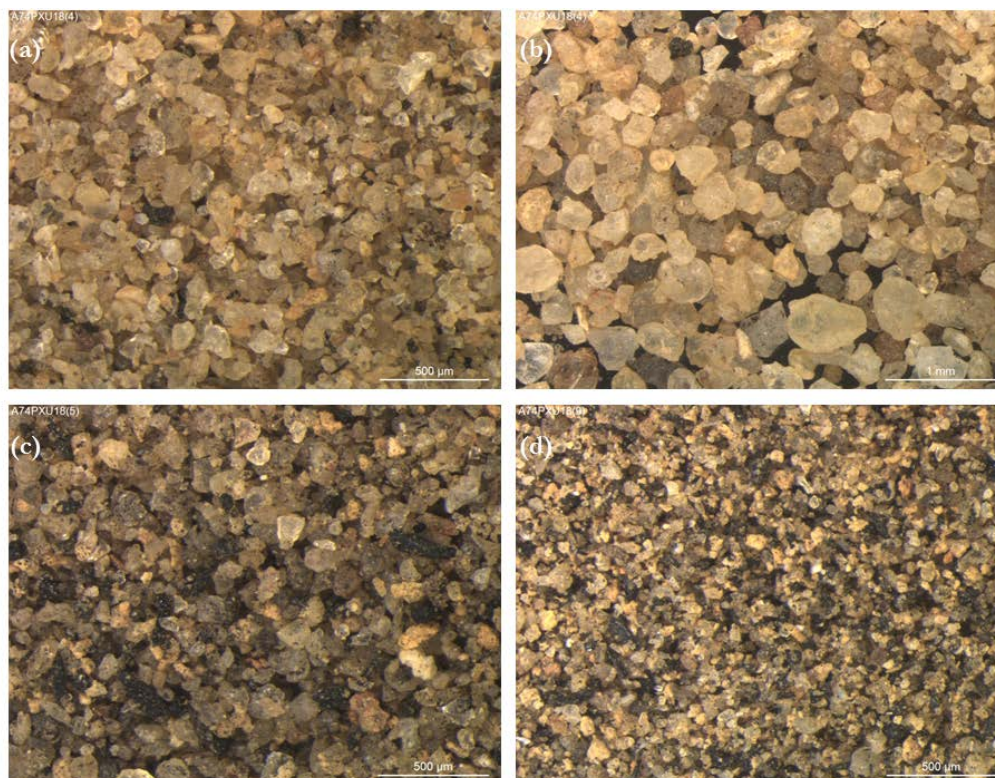


Figure V-117 : Photographies des « gouttes de peinture » après échantillonnage ;
 (a) fraction fine et (b) fraction grossière de A74PXU18(4) ;
 (c) fraction fine de A74PXU18(5) ; (d) fraction fine de A74PXU18(9)

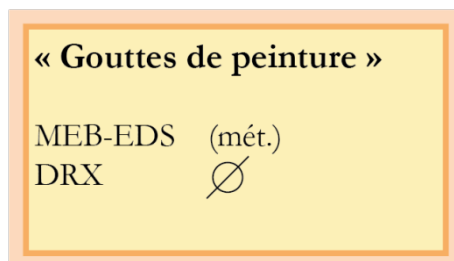


Figure V-118 : Techniques d'analyse appliquées à l'étude des « gouttes de peinture »
 (mét. : métallisation par dépôt au carbone ; Ø : aucune préparation)

3.1.2. Description et résultats des analyses physico-chimiques

Afin de comparer avec la couleur du sédiment d'enfouissement observée par les archéologues sur le terrain, la codification de la charte Munsell est exceptionnellement utilisée pour décrire la couleur des prélèvements de sédiments légèrement colorés analysés.

Les analyses réalisées en MEB-EDS à la fois sur le sédiment sablo-cendreuse A74PXU18-sed et sur les six prélèvements ont révélé des compositions chimiques qui se distinguent (Tableau V-24). Sont considérés comme majeurs les éléments chimiques ayant des teneurs supérieures à 10 % en pourcentage d'oxyde, comme mineurs les éléments avec des concentrations comprises entre 1 et 10 %, enfin comme traces les éléments dont les teneurs sont inférieure à 1 %.

❖ A74PXU18-sed

L'échantillon A74PXU18-sed se caractérise par une couleur brun foncé (7.5YR 3/2). À l'échelle microscopique, l'échantillon se présente sous forme de petits feuillets (2 à 10 µm) et de grains à texture émoussée (Fig. V-119). L'élément majeur qui prédomine est Si (78 % en pourcentage d'oxyde), qui est détecté en de fortes teneurs au niveau des grains de quartz émoussés, mais également au niveau des feuillets. Les éléments Al, Fe et Ti sont détectés également au niveau des feuillets en des teneurs mineures. Les autres éléments présents, Na, Mg, P, S, K, Ca et Mn, montrent des concentrations faibles (<1 %). Le quartz est la seule phase minérale qui a été identifiée lors des analyses structurales.



Figure V-119 : Micrographie de l'échantillon A74PXU18-sed

	Na₂O	MgO	Al₂O₃	SiO₂	P₂O₅	S	Cl	K₂O	CaO	TiO₂	MnO	Fe₂O₃	Cr₂O₃	NiO	Te
A74PXU18(4)	0,62	0,81	13,35	65,04	1,44	0,13	0,19	0,50	0,21	1,08	0,30	4,42	nd	nd	nd
A74PXU18(5)	nd	0,41	15,74	37,67	1,65	0,16	nd	0,65	0,30	3,53	0,82	8,22	nd	nd	nd
A74PXU18(6)	0,81	0,58	10,11	54,26	1,25	0,27	0,92	0,51	4,83	2,47	2,10	5,55	12,15	7,35	nd
A74PXU18(7)	0,63	0,81	20,60	45,46	1,71	0,17	0,15	0,88	0,24	0,21	1,78	8,30	13,68	10,28	0,50
A74PXU18(8)	0,71	0,79	15,68	52,24	1,59	0,19	0,15	0,53	0,16	0,92	0,27	5,80	nd	nd	nd
A74PXU18(9)	0,57	0,59	21,85	37,90	1,70	0,17	0,13	0,25	0,25	0,87	0,18	5,45	nd	nd	nd
A74PXU18-sed	0,40	0,31	5,52	78,61	0,26	0,11	nd	0,31	0,14	0,26	0,04	3,35	nd	nd	nd

Tableau V-24 : Moyenne des éléments majeurs et mineurs composant les « gouttes de peinture » et leur sédiment d'enfouissement (résultats obtenus par MEB-EDS, en % d'oxyde ; nd : non détecté)

❖ A74PXU18(4)

L'échantillon A74PXU18(4) se caractérise par une couleur brun clair (7.5YR 6/4). À l'échelle microscopique, l'échantillon présente de petits grains à texture émoussée, des feuillets de petite taille (2 à 10 μm) et des grains avec une morphologie en boulettes peluchées (Fig. V-120). Les éléments majeurs composant l'échantillon sont Si (65 %) et Al (13 %). Les éléments P, Ti et Fe sont détectés également au niveau des feuillets en des teneurs mineures. Les autres éléments détectés sur ces feuillets – Na, Mg, S, Cl, K, Ca et Mn – présentent des teneurs faibles, inférieures à 1 %. Des points de mesure effectués au niveau de grains à morphologie de boulette peluchée ont révélé des teneurs élevées en Ca et P (jusqu'à près de 2 % en CaO et 6 % en P₂O₅). Malgré la diversité des éléments identifiés par MEB-EDS, seul le quartz a été identifié par DRX. Aucune trace de phases aluminosilicatées ou riche en phosphate de calcium n'a été détectée, certainement dû au seuil de détection.

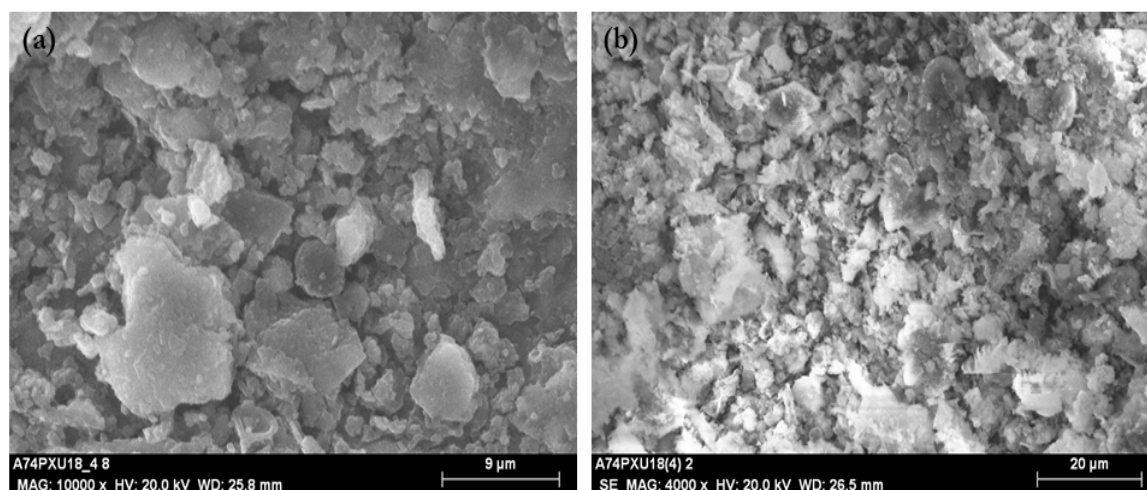


Figure V-120 : Micrographies des (a) feuillets argileux et (b) des grains à morphologie de boulette peluchée de l'échantillon A74PXU18(4)

❖ A74PXU18(5)

D'après la charte Munsell, cet échantillon présente une couleur brune (7.5YR 4/3). À l'échelle microscopique, l'échantillon présente de petits grains à texture émoussée et des feuillets de taille comprise entre 2 et 10 μm (Fig. V-121). Les éléments majeurs composant l'échantillon sont Si (38 %) et Al (16 %). Les éléments P, Ti et Fe sont détectés également au niveau des feuillets. Les éléments Mg, Na, S, Cl, K, Ca et Mn sont détectés à l'état de trace, c'est-à-dire ici, pour des teneurs ne dépassant pas 1 %. L'unique phase minérale identifiée par DRX est le quartz.

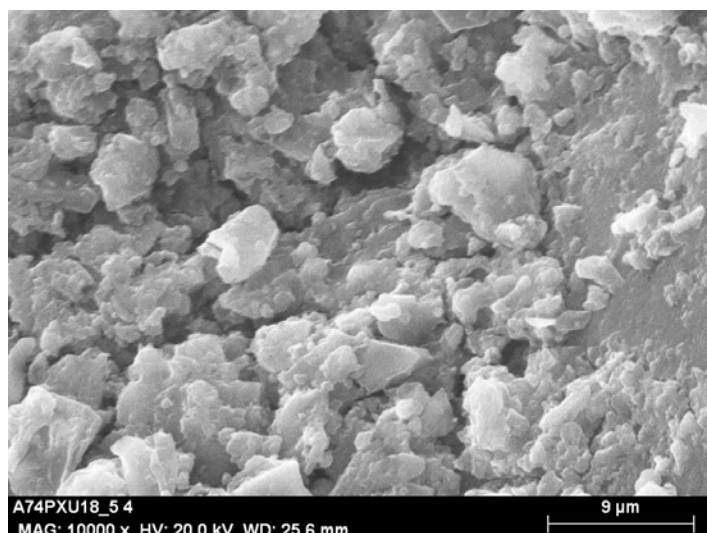


Figure V-121 : Micrographie de l'échantillon A74PXU18(5)

❖ A74PXU18(6)

L'échantillon A74PXU18(6) présente une couleur brun clair (7.5YR 6/4). À l'échelle microscopique, l'échantillon présente de petits grains à texture émoussée et des feuillets de petite taille (2 à 15 µm) (Fig. V-122).

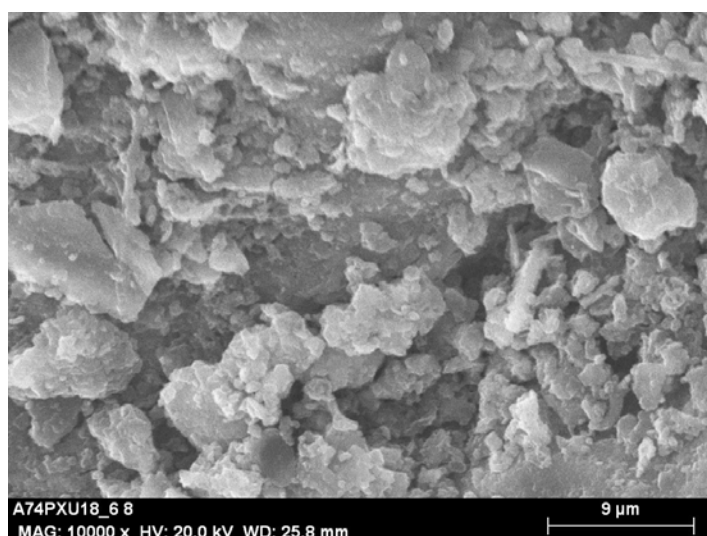


Figure V-122 : Micrographie de l'échantillon A74PXU18(6)

Au-delà des éléments majeurs Si (54 %) et Al (10 %), les éléments mineurs détectés sont P, Ti et Fe. Bien que la concentration en Mn soit significative (2 %), cet élément n'est détecté que ponctuellement sur quelques grains. Du calcium, mesuré sur un unique grain, ne semble pas ici associé aux éléments P ou S, écartant la présence d'un phosphate ou d'un sulfate de calcium, mais laissant plutôt supposer la présence d'un carbonate de calcium. Des particules métalliques riches en chrome (Cr) et nickel (Ni) sont également détectées. Ces éléments chimiques, associés au fer, sont

notamment présents dans les aciers inoxydables. Les éléments Na, Mg, S, Cl et K sont considérés ici comme des éléments traces. L'échantillon A74PXU18(6) contenant trop peu de sédiments, il n'a pas été possible de remplir le capillaire pour réaliser de mesures par DRX.

❖ A74PXU18(7)

La couleur de l'échantillon A74PXU18(7) est brune (7.5YR 4/3). À l'échelle microscopique, l'échantillon présente également de petits grains à texture émoussée et des feuillets de petite taille, entre 2 et 10 μm (Fig. V-123). Les éléments mineurs pour cet échantillon sont de nouveau le P, Ti et Fe. Quelques grains présentent également du Mn de manière ponctuelle. Des particules métalliques riches en Cr et Ni sont également identifiées, de même qu'un peu de tellure (Te). Les éléments traces mesurés pour cet échantillon sont les éléments Na, Mg, S, Cl, K et Ti. Le quartz est une fois de plus la seule phase minérale identifiée.

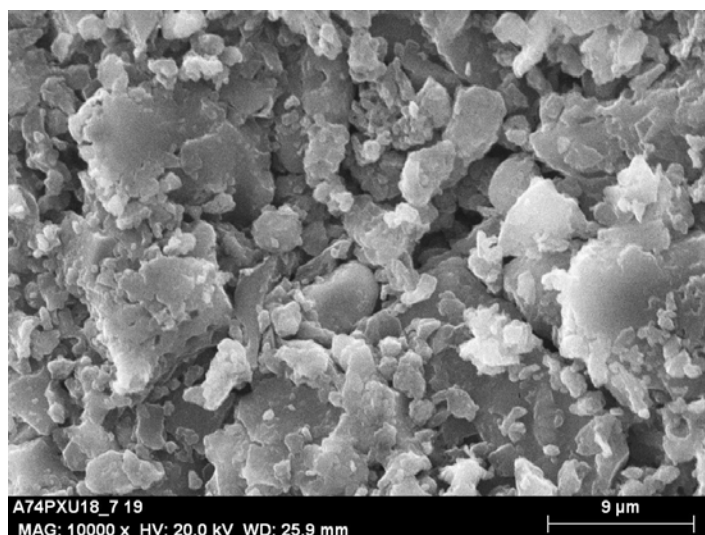


Figure V-123 : Micrographie de l'échantillon A74PXU18(7)

❖ A74PXU18(8) et A74PXU18(9)

Les échantillons A74PXU18(8) et A74PXU18(9) se caractérisent par une couleur brune (7.5YR 4/3). À l'échelle microscopique, ils présentent également de petits grains à texture émoussée et des feuillets de petite taille (2 à 15 μm) (Fig. V-124). Outre les éléments majeurs Si et Al, seuls les éléments P et Fe affichent une concentration supérieure à 1 %, les autres éléments détectés se trouvant à l'état de trace. Les mesures réalisées par DRX donnent le quartz pour seul composant minéral des deux échantillons.

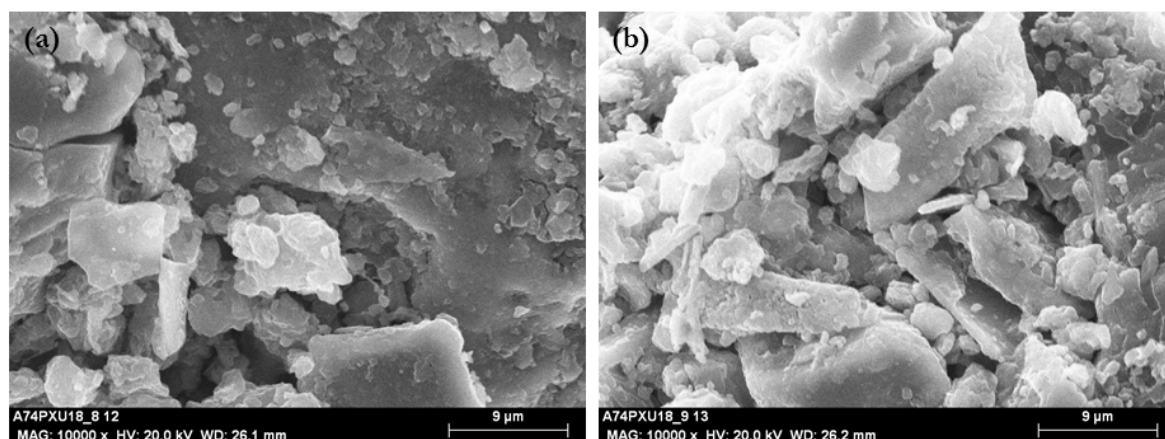


Figure V-124 : Micrographies des échantillons (a) A74PXU18(8) et (b) A74PXU18(9)

Le tableau V-25 synthétise les principaux résultats obtenus suite aux analyses élémentaires et structurales réalisées sur les différents sédiments légèrement colorés ainsi que l'échantillon de sédiment d'enfouissement de référence.

	Munsell	Compositions chimiques	Phases minérales
A74PXU18(4)	7.5YR 6/4	Al, Si, P, Ti, Fe <i>Na, Mg, S, Cl, K, Ca, Mn</i>	quartz
A74PXU18(5)	7.5YR 4/3	Al, Si, P, Ti, Fe <i>Na, Mg, S, Cl, K, Ca, Mn</i>	quartz
A74PXU18(6)	7.5YR 6/4	Al, Si, P, Ca, Ti, Mn, Cr, Fe, Ni <i>Na, Mg, S, Cl, K</i>	quartz
A74PXU18(7)	7.5YR 4/3	Al, Si, P, Ca, Mn, Cr, Fe, Ni <i>Na, Mg, S, Cl, K, Ti, Te</i>	quartz
A74PXU18(8)	7.5YR 4/3	Al, Si, P, Fe <i>Na, Mg, S, Cl, K, Ca, Ti, Mn</i>	quartz
A74PXU18(9)	7.5YR 4/3	Al, Si, P, Fe <i>Na, Mg, S, Cl, K, Ca, Ti, Mn</i>	quartz
A74PXU18-sed	7.5YR 3/2	Si, Al, Fe <i>Na, Mg, P, S, Cl, K, Ca, Ti, Mn</i>	quartz

Tableau V-25 : Résumé des analyses élémentaires et structurales pour les « gouttes de peinture » et le sédiment d'enfouissement (**Élément** : majeur ; *élt.* : mineur ; *élt.* : *trace*, détectés par MEB-EDS ; **Ph.** : phase majeure ; *Ph.* : phase mineure, identifiées par DRX)

3.1.3. Synthèse et interprétations

La couleur des « gouttes de peinture » varie entre le légèrement brun (7.5YR 6/4 pour deux échantillons) au brun (7.5YR 4/3 pour quatre échantillons). La couleur des prélèvements de sédiments légèrement colorés a été comparée à celle du sédiment sablo-cendreau constituant le niveau élémentaire dans lequel elles ont été retrouvées (XU18) qui tire sur le brun foncé (7.5YR 3/2).

De manière générale, les prélèvements de sédiments légèrement colorés ont une composition chimique similaire à celle de l'échantillon A74PXU18-sed. Pourtant, une nette différence de teneur en Al (de 5,5 % pour le sédiment passant à 10 – 20 % pour les sédiments légèrement colorés) et la présence d'autres éléments tels que P, Fe ou Ti marquent une différence pouvant expliquer les différences de couleur, en particulier la présence de Ca dans les deux échantillons de sédiment de couleur brun clair, A74PXU18(4) et A74PXU18(6).

Les six prélèvements considérés comme des gouttes de peinture claire au milieu du sédiment sablo-cendreau consistent majoritairement en du quartz et des aluminosilicates (cf. Tableau V-25), même si les analyses cristallographiques effectuées en DRX ont seulement permis de mettre en évidence la présence de quartz au sein des « gouttes de peinture ». Le problème peut être lié à la méthode qui est peu sensible aux aluminosilicates ainsi qu'aux petites fractions (<5 %) et surtout non sensible aux matériaux non cristallins.

L'un des prélèvements de sédiments de couleur brun clair, A74PXU18(4), contient des traces de phosphate de calcium. La présence d'un tel minéral peut suggérer que la matière picturale ait été mélangée, voire écrasée avec un éclat osseux avant d'être appliquée sur le Panneau E1. Cependant, à Nawarla Gabarnmang, l'apatite, constituant principal des os, n'est identifiée que dans un seul prélèvement de « gouttes de peinture » et dans nul autre vestige archéologique (mis à part les restes osseux et dentaires). En considérant l'apatite provenant de l'os comme une charge potentielle introduite dans la matière picturale, il serait *a priori* vraisemblable d'en trouver également dans d'autres échantillons tels que des vestiges ayant servi à la préparation de la matière picturale comme les meules (cf. § V.1.1), dans des résidus de matière colorante (cf. § V.2.1) ou encore sur les écailles colorées (cf. § V.3.2), ce qui n'est pas le cas. La présence d'une telle phase minérale parmi l'une des six « gouttes de peinture » collectées dans le niveau élémentaire XU18 témoigne probablement de la dégradation d'un fragment d'os. Cette hypothèse est appuyée par le fait qu'on retrouve encore à cette profondeur quelques restes osseux. En effet, un petit fragment d'os, identifié comme tel par Christophe Griggo, légèrement coloré et hautement dégradé a été déterré de XU20 (cf. Fig. IV-7).

L'origine des particules métalliques reste à ce jour non résolue. Il apparaît peu probable que leur origine soit liée aux outils en acier oxydable utilisés par les archéologues au cours des fouilles, au vu de la faible résistance des sédiments lors de leurs prélèvements (comm. pers. B. David, 2016). Les éléments Ni, Cr et Te sont corrélés géochimiquement, ainsi l'hypothèse d'une origine naturelle semble plus probable, même s'il est étonnant d'identifier ces particules métalliques seulement dans deux prélèvements de sédiment légèrement colorés.

Les analyses chimiques ont montré que le sédiment d'enfouissement et les prélèvements de sédiments légèrement colorés sont composés d'éléments chimiques identiques mais en des teneurs différentes. Tous les éléments chimiques identifiés dans les sédiments légèrement colorés, à l'exception du silicium, sont présents en des teneurs plus élevées : c'est le cas notamment de

l'aluminium, dont les teneurs sont doublées voire quadruplées. Les fortes concentrations en aluminium peuvent s'expliquer par la présence d'aluminosilicates dans les prélèvements de sédiments légèrement colorés, constituants potentiels de la matière picturale blanche. La nature de ces phases minérales reste néanmoins non déterminée, les analyses cristallographiques ayant uniquement permis d'identifier du quartz provenant certainement du sédiment sablo-cendreau d'enfouissement.

La caractérisation chimique appuie donc l'idée que les sédiments légèrement colorés prélevés dans le niveau élémentaire XU18 sont les vestiges d'anciennes gouttes de peinture tombées lors de la réalisation des peintures blanches du Panneau E1.

3.2. Les écailles colorées

3.2.1. Description macroscopique et mésoscopique

Pour rappel, les soixante échantillons se présentant sous forme de petits fragments de roche « recouverts » d'une couche colorée, adhérant généralement sur une seule face, sont désignés dans le cadre de ce travail par l'appellation d'écailles colorées (Fig. V-125). La matrice rocheuse sur laquelle se trouve la couche colorée consiste en des grains de quartz avec une taille variant entre quelques dizaines de microns et 1 mm. Du sédiment sablo-cendreuse est incrusté entre les grains de quartz.

Parmi ces écailles colorées, trois d'entre elles ont des dimensions de type T3, c'est-à-dire comprises entre 5 et 10 cm ; dix sont de dimension T2, entre 1 et 5 cm ; quant aux quarante-sept restantes, leur taille n'excède pas le centimètre (Fig. V-126).

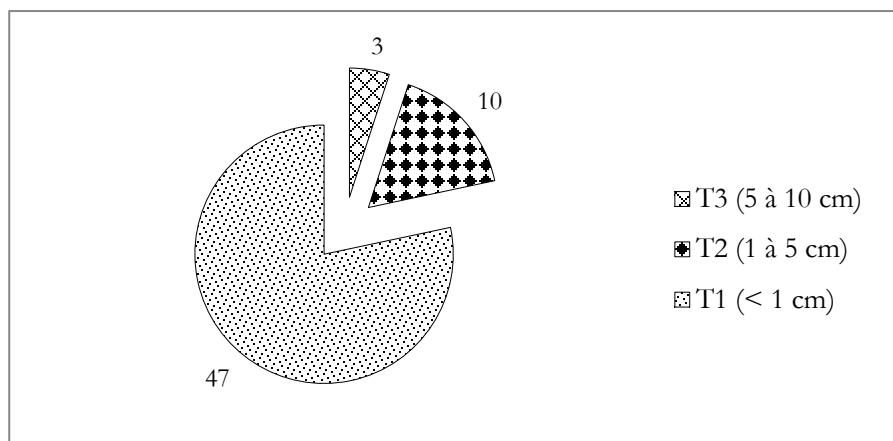


Figure V-125 : Proportion des tailles des écailles colorées

Le test d'aimantation réalisé a été positif pour trois écailles de couleur rouge, A74PXU7-7, A74PXU9-3 et A74PXU11-15. Néanmoins, étant donné la très fine épaisseur de la couche colorée, il est possible que le test ne soit pas forcément « fiable ».

Les couches colorées des écailles se déclinent sous sept couleurs différentes (Fig. V-127). On distingue onze écailles recouvertes d'un dépôt de couleur rouge. La couleur orange est présente sur huit écailles et la couleur jaune sur quatre. Neuf écailles sont bicolores : deux de couleur orange et blanche, deux associant les couleurs rouge et jaune, deux rouge et orange, deux rouge et blanche et une dernière rouge-violacée et jaune. On retrouve une écaille avec une fine couche de couleur brun clair, deux écailles avec une couche de couleur mauve et une écaille avec un dépôt de couleur noire. La couleur prédominante au sein des écailles colorées est le blanc pouvant virer sur un blanc légèrement rosé, qu'on retrouve sur vingt-quatre écailles.

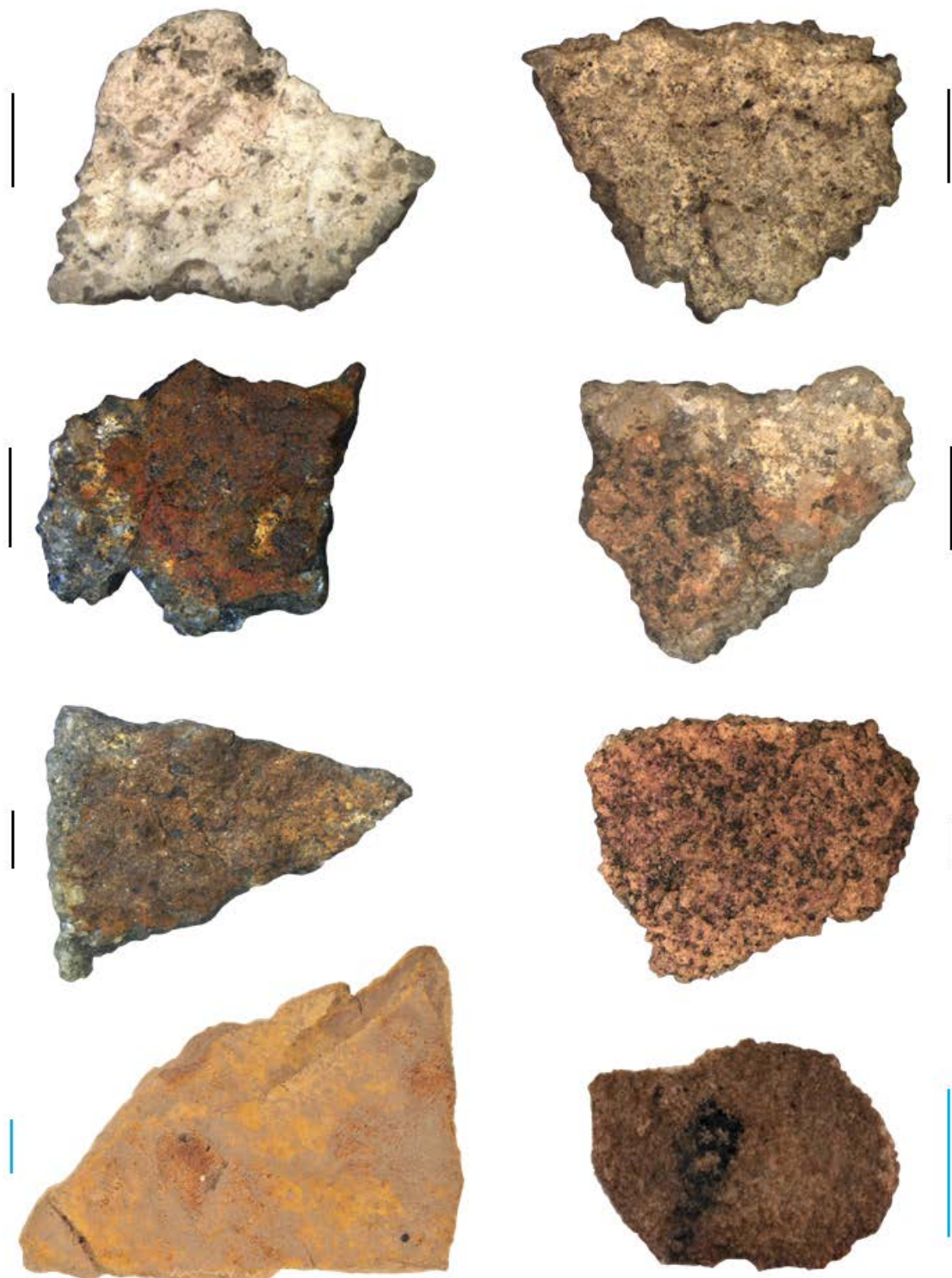


Figure V-126 : Planche photographique illustrant la diversité des écailles colorées (échelle bleue à 1 cm ; échelle noire à 1 mm)

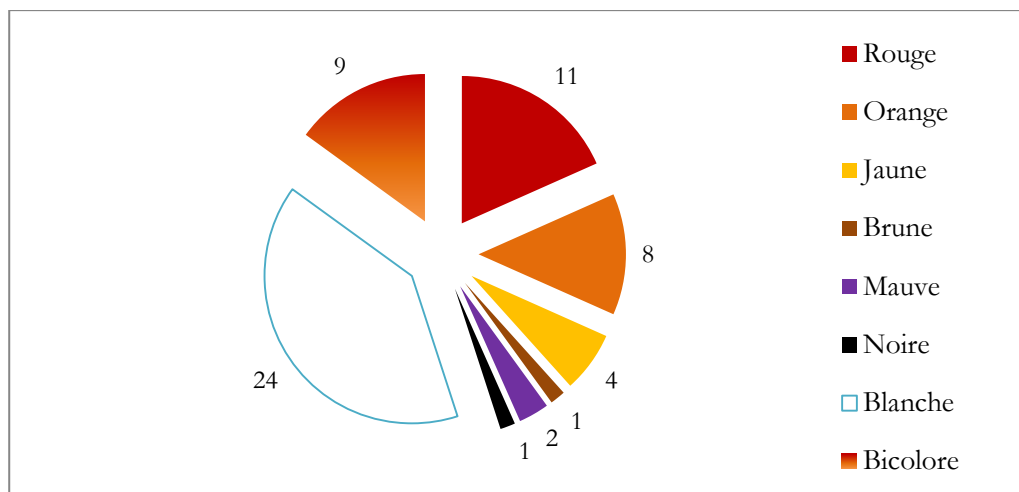


Figure V-127 : Proportion des couleurs des écailles colorées

3.2.2. Préparation et protocole d'étude

Des analyses chimiques par MEB-EDS et PIXE ont été réalisées sur plusieurs écailles et poudres afin de déterminer la nature des constituants chimiques (Fig. V-128). L'analyse par SR- μ DRX sur la ligne 28-ID-2 au sein de l'installation de rayonnement synchrotron NSLS-II de deux écailles colorées, A74DXU20 et A74AXU32, a nécessité la préparation de poudre. Un micro-prélèvement a été collecté sur la couche de couleur jaune de l'écaille A74DXU20. L'écaille A74AXU32, représentative de la majorité des écailles blanches, a été transformée en poudre par broyage dans un mortier en agate.

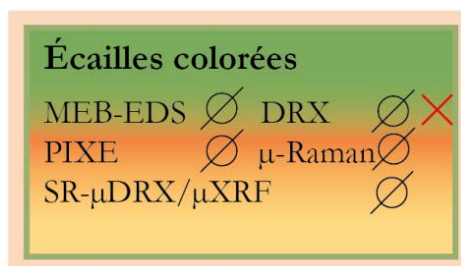


Figure V-128 : Techniques d'analyse appliquées à l'étude des écailles colorées (Ø : aucune préparation ; ✗ : échec « manip »)

Afin de déterminer la nature cristallographique des phases présentes dans les dépôts colorés, et *in fine*, faire la part entre les phases cristallines provenant de l'altération du substrat rocheux et celles provenant de la matière picturale, de premières analyses de DRX en laboratoire ont été conduites sur plusieurs écailles. Ces analyses ont été entravées par plusieurs facteurs, principalement la taille millimétrique des écailles, leur non planéité et la forte influence du support quartzitique. La seule phase cristalline identifiable sur les diffractogrammes obtenus fut ainsi le quartz. L'utilisation du rayonnement synchrotron a donc été nécessaire dans le but de lever ce verrou technologique. Les écailles colorées (qu'elles soient recouvertes d'une couche picturale ou d'un dépôt d'altération), sont des matériaux complexes et hétérogènes, à composition chimique non homogène avec de

nombreuses phases minérales, pouvant également présenter une orientation anisotrope des grains, uniformités auxquelles viennent s'ajouter la présence d'un substrat et la faible cristallinité des composants. Or, les principales caractéristiques du rayonnement synchrotron (haute énergie, faisceau focalisable et haute résolution) aident à résoudre nombre de ces problèmes, et en font un outil parfaitement adapté face à la complexité et à l'hétérogénéité de ces échantillons.

Afin de déchiffrer la composition chimique et minéralogique, voire éventuellement les modes de fabrication de la matière picturale ou les processus de formation des dépôts d'altération, sept écaillés colorées exhumées du Carré P ont été examinées sur la ligne de lumière CRG-D2AM au sein de l'installation européenne de rayonnement synchrotron ESRF. Ces mesures ont été complétées avec des analyses par MEB-EDS afin de déterminer la nature des constituants chimiques et ainsi aider à l'identification des phases cristallines révélées par les mesures de SR- μ DRX (Tableau V-26).

3.2.3. Résultats des analyses physico-chimiques

Les écaillés colorées sont trop nombreuses pour être étudiées individuellement, raison pour laquelle une sélection d'écaillés a été effectuée pour réaliser les analyses élémentaires et structurales. Par souci de clarté, la description du substrat rocheux ne sera faite qu'une seule fois. Par la suite, seule la couche colorée et les éventuelles accrétions minérales présentes sur les écaillés seront décrites.

Le substrat rocheux des écaillés

Les analyses faites par pXRF sur l'ensemble des substrats rocheux montrent une composition chimique riche en Si, élément constitutif du quartzite. La présence d'éléments mineurs est détectée, Al, P, K, Ti et Fe principalement. Leur présence résulte soit d'une altération chimique du substrat rocheux, soit au signal du sédiment sablo-cendreuse d'enfouissement, qui ne sera pas repris par la suite.

La forte contribution du signal du substrat rocheux des écaillés colorées rend l'interprétation des données acquises délicate, en raison de l'intégration systématique à la fois du signal associé au substrat sous-jacent et celui spécifique à la matière colorée.

	Couleur	Préparation	pXRF	MEB-EDS	PIXE	μ-Raman	SR-μDRX
A74FXU23	noire	∅	✓	x	x	✓	x
A74PXU2-1	rouge	∅	✓	x	x	x	x
A74PXU2-2	rouge	∅	✓	x	x	x	x
A74MXU7T2	rouge	∅	✓	x	x	x	x
A74MXU9T1	orange	∅	✓	x	x	x	x
A74DXU20	jaune	poudre	✓	✓	x	x	✓
A74PXU3-17	bicolore	∅	✓	✓	x	x	✓
A74PXU3-18	bicolore	∅	✓	✓	x	x	✓
A74PXU3-19	bicolore	∅	✓	✓	x	x	✓
A74PXU7-7	bicolore	∅	✓	✓	x	x	✓
A74PXU13-21	bicolore	∅	✓	✓	x	x	✓
A74PXU15-10	bicolore	∅	✓	✓	x	x	✓
A74PXU17-15	bicolore	∅	✓	✓	x	x	✓
A74AXU5-4	blanche	∅	✓	x	x	x	x
A74PXU6-1	blanche	∅	✓	x	x	x	x
A74PXU11-30	blanche	∅	✓	x	x	x	x
A74PXU13-23	blanche	∅	✓	x	x	x	x
A74FXU24T1	blanche	∅	✓	x	✓	x	x
A74AXU32	blanche, rosée	poudre	✓	✓	x	x	✓

Tableau V-26 : Synthèse des techniques élémentaires et structurales mises en œuvre sur les échantillons colorés
(✓ : analyse réalisée ; x : analyse non réalisée)

L'écaille de couleur noire

La trace noire présente sur l'écaille A74FXU23 mesure 1,1 cm de longueur sur 0,4 cm de largeur maximale (Fig. V-129). Sa nature minérale a été déterminée par μ -Raman. D'après les spectres obtenus, la trace noire est composée de matière carbonée caractéristique (bandes à 1350 et 1500 cm^{-1}) pouvant être assimilée au charbon (Fig. V-130).



Figure V-129 : Photographie de l'écaille noire A74FXU23

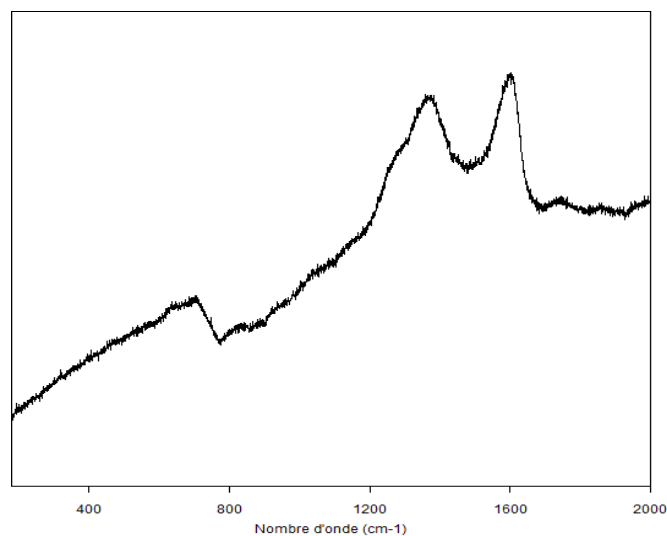


Figure V-130 : Identification du carbone amorphe sur la trace noire de l'écaille A74FXU23

Les écailles de couleur rouge, orange, jaune, mauve, brune et bicolores

Pour l'ensemble de ces écailles colorées, les analyses par pXRF soulignent une composition enrichie en Fe par rapport à celle du substrat rocheux. Outre un enrichissement en Fe, les résultats pXRF de plusieurs écailles ont révélé des spécificités chimiques détaillées par la suite.

Les écailles A74PXU2-1 (Fig. V-131) et A74PXU2-2 (Fig. V-132) sont recouvertes d'un fin dépôt de couleur rouge répartie de manière hétérogène. Ces deux écailles se distinguent morphologiquement de par leur taille T3 (entre 5 et 10 cm) pour une épaisseur de près de 1 cm, leur masse (respectivement 34 et 17 g) et chimiquement par des teneurs élevées en S et Fe, ainsi que du P qui n'est absolument pas détecté sur la face « inférieure » F2 des deux écailles. La combinaison de ces éléments laisse supposer la présence d'une phase cristalline à base de sulfate de fer ($\text{FeSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$) et/ou d'un phosphate de fer. Il est plus probable qu'il s'agisse d'un sulfate de fer, qui une fois exposé à l'air apparaît de couleur rouge-orangé. Cette phase minérale peut être la résultante de l'oxydation de certains minéraux exposés à l'air tels que la marcassite (vert-noir à marron) ou la pyrite (gris-vert à gris-noir), tous deux de formule FeS_2 .



Figure V-131 : Photographie de l'écaille rouge A74PXU2-1



Figure V-132 : Photographie de l'écaille rouge A74PXU2-2

L'écaille A74MXU7T2 est recouverte d'une fine couche de couleur rouge répartie de manière homogène sur le substrat quartzitique (Fig. V-133). Cette écaille se distingue des autres écailles colorées étudiées par pXRF par des teneurs en Ti plus élevées. L'association entre Fe et Ti peut ici suggérer la présence d'ilménite (FeTiO_3), produisant une trace allant du noir au brun-rouge.



Figure V-133 : Photographie de l'écaille rouge A74MXU7T2

L'écaille A74MXU9T1 est recouverte d'une fine couche de couleur jaune orangé répartie uniformément (Fig. V-134). Cette écaille ressemble d'un point de vue chimique à l'écaille rouge A74MXU7T2, affichant également des teneurs élevées en Fe et Ti, pouvant de nouveau suggérer la présence d'ilménite.



Figure V-134 : Photographie de l'écaille orange A74MXU9T1

Les analyses DRX entreprises sur les écailles présentées précédemment n'ont pas abouti en raison de la non planéité des écailles et dans le cas des écailles A74PXU2-1 et A74PXU2-1 de la difficulté de focaliser le faisceau sur la zone colorée. Des micro-prélèvements s'imposent afin de parvenir à déterminer la nature des phases minérales présentes à la surface de ces écailles lors d'analyses structurales prévues pour plus tard.

Si l'écaille jaune A74DXU20 (Fig. V-135) ne se distingue pas particulièrement d'un point de vue chimique, elle est l'écaille la plus imposante parmi l'ensemble des écailles colorées. De forme triangulaire, sa superficie est de 24 cm² pour une épaisseur de 1,5 cm et une masse de 104 g. Elle est recouverte d'une fine couche de couleur jaune répartie non uniformément. Les analyses chimiques opérées par MEB-EDS sur le micro-prélèvement réalisé au niveau de la couche de couleur jaune sur la face supérieure F1 de l'écaille ont révélé une composition chimique constituée majoritairement des éléments Si, Al et Fe. La poudre analysée est constituée de grains de quartz (également visibles à l'échelle mésoscopique au niveau de la couche colorée) et par des grains d'aluminosilicates riches en K, Ti et Fe. Les mesures réalisées par SR- μ DRX dévoilent la présence de goéthite, anatase et kaolinite, ainsi que du quartz, phase cristalline majeure (Fig. V-136).

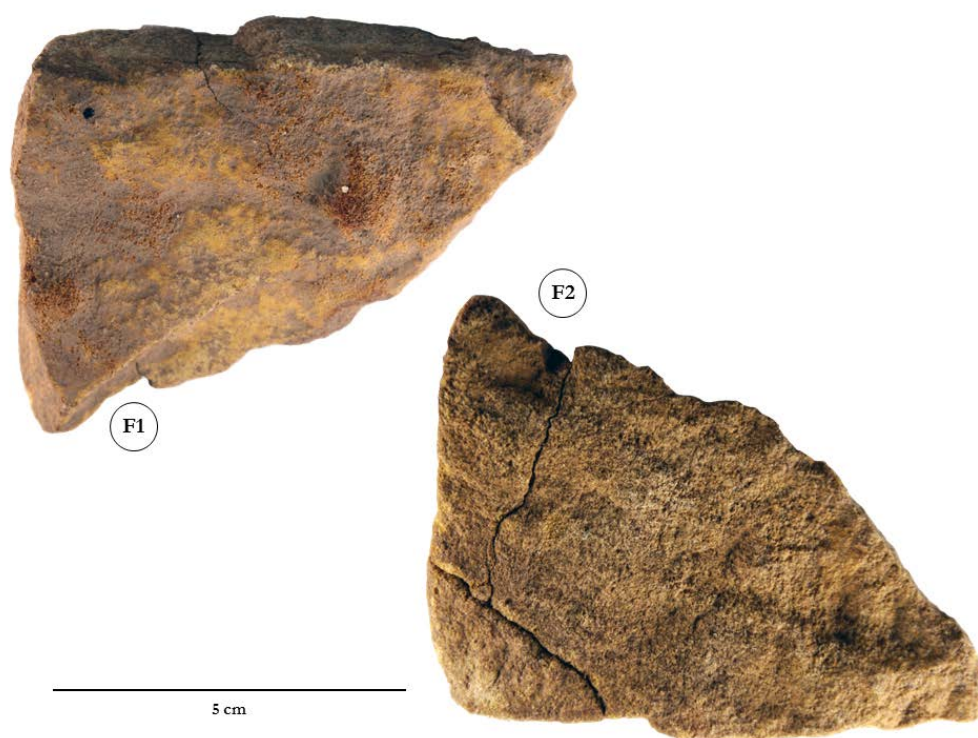


Figure V-135 : Photographie de l'écaille jaune A74DXU20

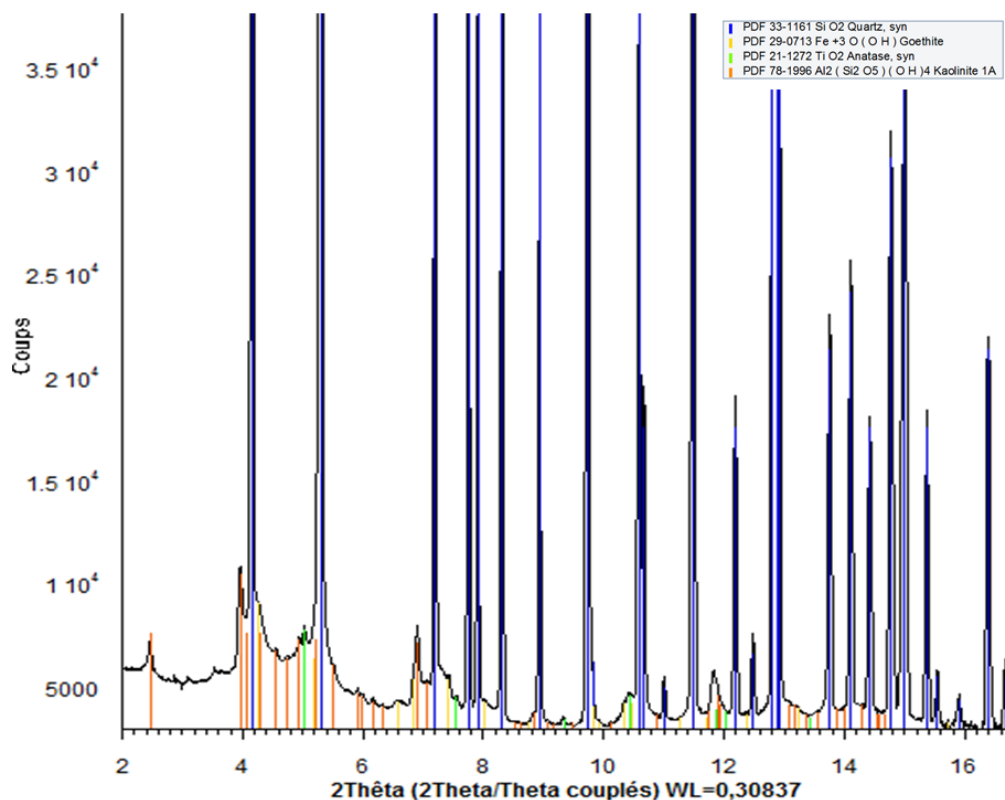


Figure V-136 : Identification des phases cristallines majeures et mineures composant le dépôt jaune recouvrant l'écaille A74DXU20 (SR- μ DRX, NSLS-II)

❖ Les écailles bicolores

Une sélection de sept petites écailles bicolores provenant de différents niveaux élémentaires le long de la séquence stratigraphique du Carré P a été faite (Fig. V-137) pour, d'une part, chercher à identifier d'éventuels mélanges de phases minérales et, d'autre part, pour voir si une évolution des recettes picturales pouvait être mise en évidence. Les écailles ont été étudiées à la fois par MEB-EDS et par SR- μ DRX. Les résultats sont résumés dans le tableau V-27. Par la suite, chaque écaille est discutée pour présenter la chimie, la cristallographie et comprendre l'organisation des différentes phases cristallines les unes par rapport aux autres.

Trois écailles bicolores issues du niveau XU3, A74PXU3-17, A74PXU3-18 et A74PXU3-19, ont été sélectionnées car présentant différents mélanges de couleur. L'écaille A74PXU3-17 affiche une fine couche de couleur orange et blanche répartie de manière inhomogène. Les écailles A74PXU3-18 et A74PXU3-19 se caractérisent également par une fine couche colorée répartie de manière irrégulière sur leur face supérieure, de couleur mauve et jaune pour A74PXU3-18 et de couleur rouge et jaune pour A74PXU3-19.

Les analyses effectuées par MEB-EDS sur les trois écailles bicolores issues de XU3 montrent que leur composition élémentaire est très similaire autant par les majeurs (Si, Al, Fe, S, K et P) que par les mineurs (Na, Mg, Ca, Ti), et ce malgré des colorations différentes.

L'étude par SR- μ DRX a permis de souligner la présence de phases cristallines identiques sur les dépôts colorés portés par chacune des trois écailles (Fig. V-138) : outre l'omniprésence du quartz, on retrouve l'hématite, la muscovite, la kaolinite, l'anatase et le rutile, ainsi que la jarosite (sulfate hydraté de fer et de potassium, $K^+Fe^{3+}_3(OH^-)_6(SO_4^{2-})_2$), pouvant rentrer dans la constitution de la matière colorée.



Figure V-137 : Planche photographique des sept écailles bicolorées issues du Carré P (échelle à 1 mm)

Écailles bicolores	Observations mésoscopiques	Composition chimique	Phases minérales
A74PXU3-17	Fine couche de couleur orange et blanche Répartition inhomogène sur fine écaille rocheuse en quartzite	Si, Al, Fe, S, K Na, Mg, P, Ca, Ti	Quartz Hématite Muscovite 2M₁ Jarosite Anatase Kaolinite 1A
A74PXU3-18	Fine couche de couleur rouge violacé et jaune Répartition inhomogène sur fine écaille rocheuse en quartzite	Si, Al, Fe, S, K, P, Na Mg, Cl, Ca, Ti	Quartz Hématite Muscovite 2M₁ Jarosite Anatase Kaolinite 1A
A74PXU3-19	Fine couche de couleur rouge et jaune Répartition inhomogène sur fine écaille rocheuse en quartzite	Si, Al, Fe, S, K, P Na, Mg, Ca, Ti	Quartz Hématite Muscovite 2M ₁ Jarosite Anatase Kaolinite 1A
A74PXU7-7	Fine couche de couleur rouge vif parsemée de zones de couleur jaune Répartition homogène sur fine écaille rocheuse en quartzite	Si, Al, Fe, Mg Na, P, K, Ca, Ti, Mn	Quartz Hématite Muscovite 2M₁ Magnésioferrite

A74PXU13-21	Bords surélevés de couleur rouge Fine couche de couleur jaune dans le creux Répartition inhomogène sur fine écaille rocheuse en quartzite	Si, Al, Fe, P Na, Mg, S, K, Ca, Ti	Quartz Goethite Lizardite 1T (?)
A74PXU15-10	Fine couche de couleur rouge, orangé par endroits Répartition inhomogène sur écaille rocheuse en quartzite	Si, Al, Fe, P Na, Mg, S, K, Ca, Ti	Quartz Hématite Muscovite 2M ₁ Anatase Rutile
A74PXU17-15	Fine couche de couleur rouge et blanche Répartition inhomogène sur une écaille rocheuse en quartzite	Si, Al, Fe, Ti Na, Mg, P, S, Cl, K, Ca	Quartz Hématite Anatase Rutile Dickite

Tableau V-27 : Résumé des analyses élémentaires et structurales pour les sept écailles bicolores issues du Carré P
(**Élément** : majeur ; élt. : mineur, détectés par MEB-EDS; **Ph.** : phase majeure ; Ph. : phase mineure, identifiées par SR-μDRX)

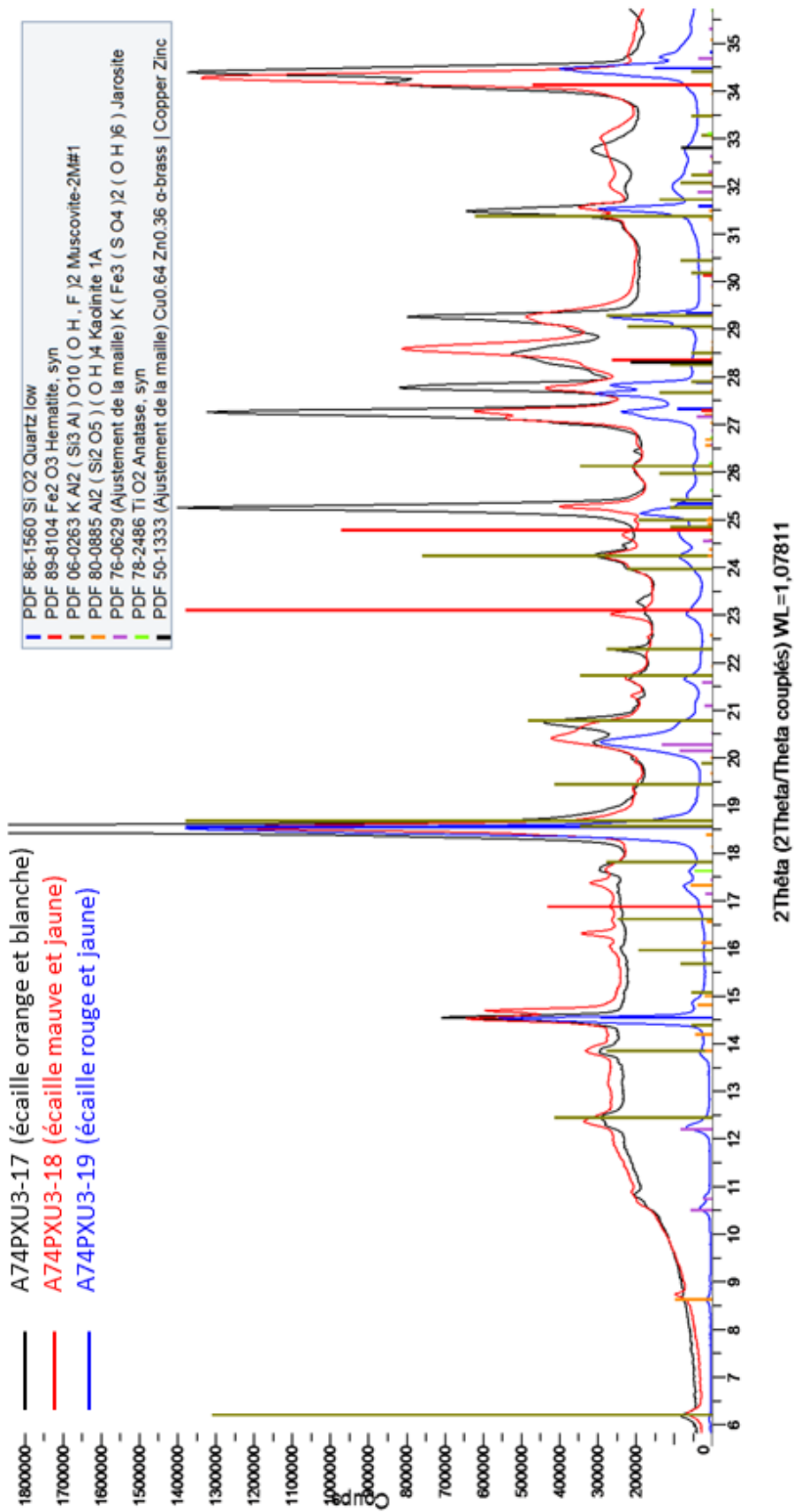


Figure V-138 : Identification des phases cristallines majeures et mineures composant les écaïlles A74PXU3-17, A74PXU3-18 et A74PXU3-19 (SR-μDRX, ESRF)

Pour comprendre au mieux l'organisation des différentes phases cristallines identifiées, des cartographies structurales en vue de dessus ont été obtenues sur les zones analysées au cours des analyses par SR- μ DRX. Les zones analysées sur les écailles bicolores ne couvrent qu'une partie de la surface totale. Sur l'écaille A74PXU3-17, les phases d'anatase et de muscovite se répartissent sur la quasi-totalité de la surface analysée, sur une zone de recouvrement de l'hématite d'une part et de la jarosite et la kaolinite d'autre part. Les phases minérales d'hématite et de jarosite se chevauchent sans pour autant se recouvrir entièrement, pouvant être dû soit à une superposition de couches picturales, soit à une association minérale naturelle, soit à un mélange intentionnel. De même pour l'écaille A74PXU3-18, hématite, jarosite et kaolinite sont détectées sur une zone colorée analysée, tandis que muscovite et anatase se retrouvent toutes deux localisées sur une zone restreinte. Sur l'écaille A74PXU3-19, une association entre hématite et jarosite se dessine clairement sur l'ensemble de la zone analysée, représentant la couche colorée. L'anatase, la kaolinite et la muscovite paraissent également associées à cette couche colorée. La distribution du quartz au niveau de ces trois écailles colorées apparaît hétérogène, reflétant seulement la présence du substrat rocheux partiellement visible sous la couche colorée (Fig. V-139).

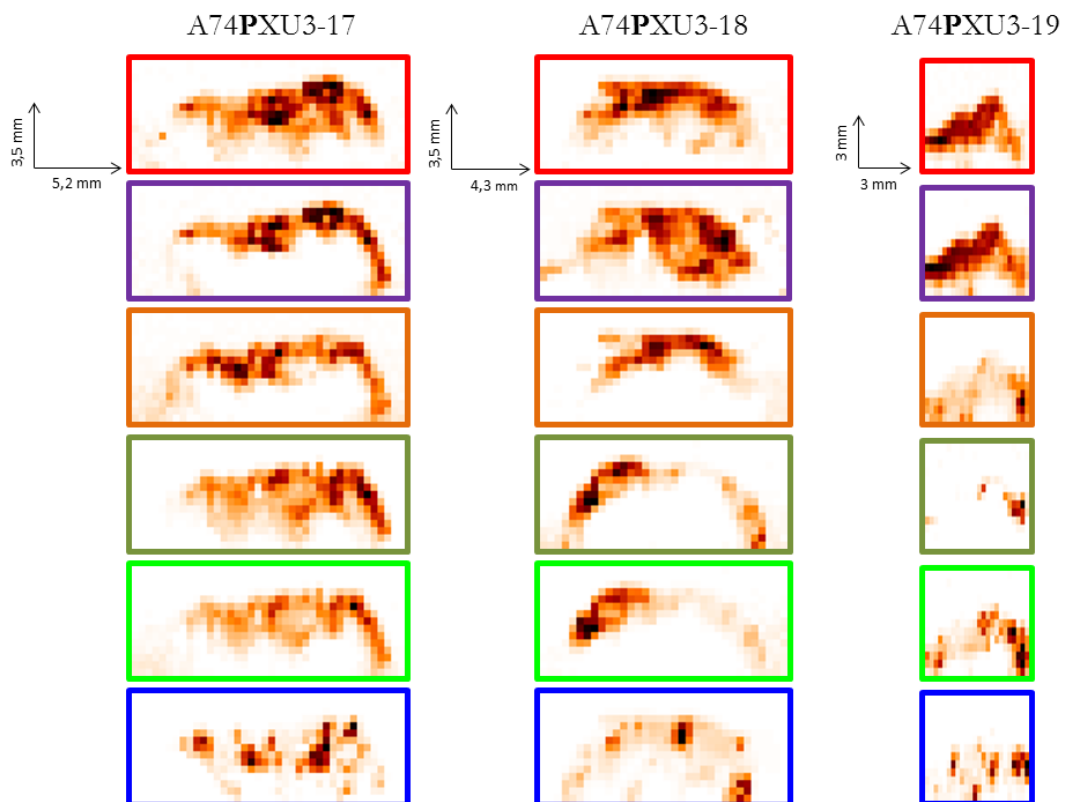


Figure V-139 : Association des phases cristallines identifiées sur les écailles A74PXU3-17, A74PXU3-18 et A74PXU3-19 (hématite ; jarosite ; kaolinite ; muscovite ; anatase ; quartz)

L'écaille A74PXU7-7 se caractérise par un fin dépôt de couleur rouge intense parsemé de quelques zones de couleur jaune et présente des propriétés magnétiques. La composition chimique de cette écaille révèle une omniprésence du magnésium au niveau de la couche colorée. Ces singularités se traduisent par la présence d'une phase cristalline spécifique, la magnésioferrite, phase cristalline de formule $MgFe_2O_4$. (Fig. V-141). La magnésioferrite appartient à la famille des spinelles et explique les propriétés magnétiques mises en évidence sur l'écaille. Sur les cartographies structurales, les phases cristallines identifiées, hématite, magnésioferrite et muscovite, apparaissent toutes associées et réparties de façon homogène sur l'ensemble de la zone analysée (Fig. V-140). Néanmoins, l'identification reste incomplète et des problèmes de décalage de pics sont observés sur le diffractogramme en raison notamment de la non planéité de la zone analysée sur l'écaille, voire possiblement de la faible cristallinité des phases minérales.

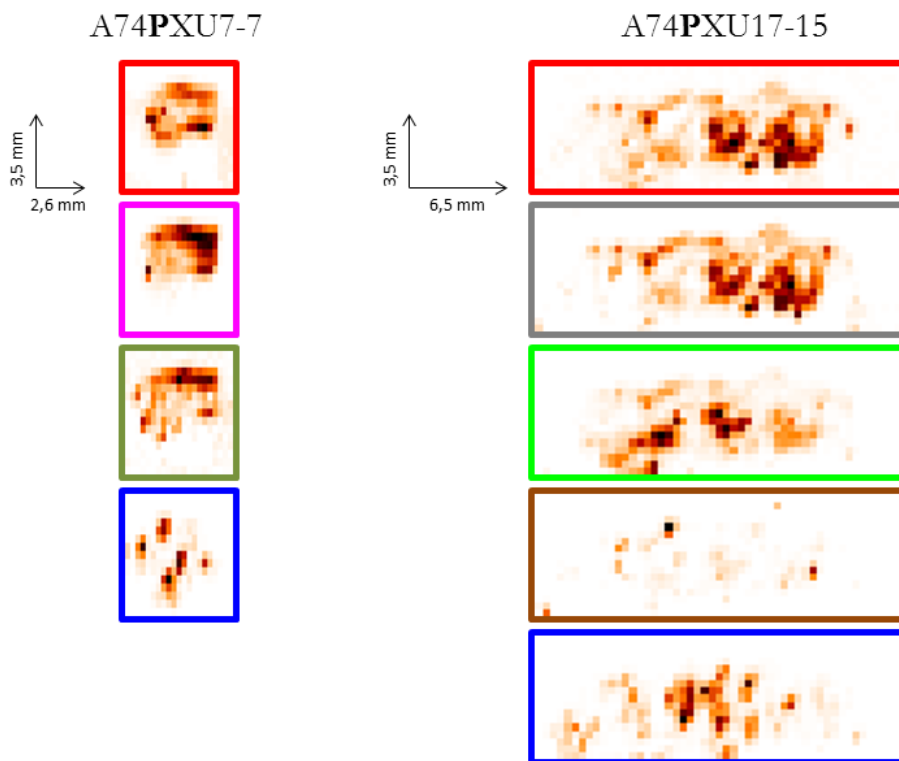


Figure V-140 : Association des phases cristallines identifiées sur les écailles A74PXU7-7 et A74PXU17-15 (hématite ; magnésioferrite ; dickite ; muscovite ; anatase ; rutile ; quartz)

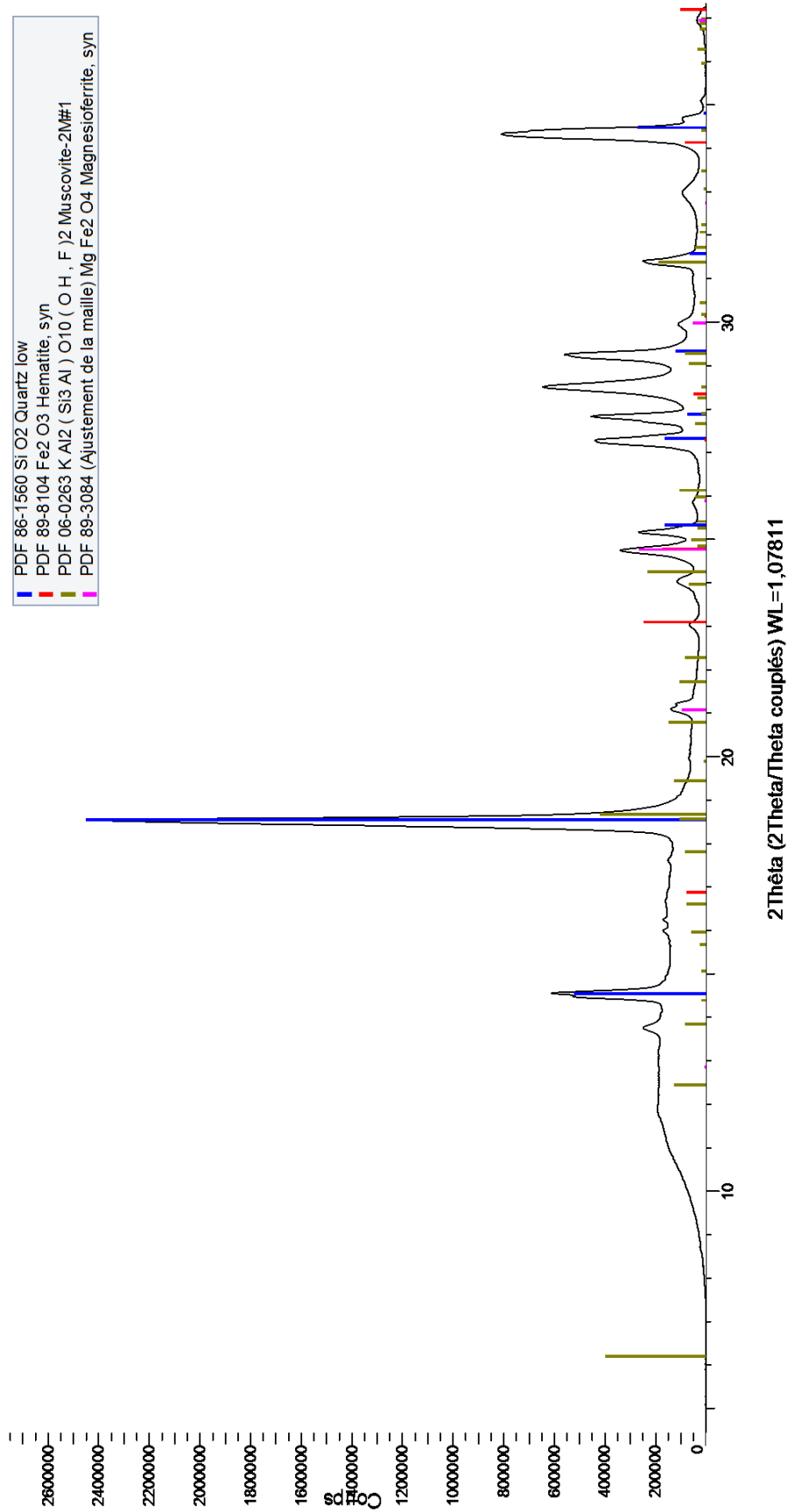


Figure V-141 : Identification des phases cristallines majeures et mineures composant l'écaille A74PXU7-7 (SR-μDRX, ESRF)

L'écaïlle A74PXU13-21, de forme concave, possède des bords surélevés de couleur rouge tandis que le centre creux de l'écaïlle est de couleur jaune. Lors des analyses synchrotron, le faisceau a été difficilement localisé sur la zone centrale de l'écaïlle, c'est-à-dire au niveau du dépôt caractérisé par une coloration jaune. De plus, en raison de la forme concave de l'écaïlle, il n'a pas été possible de réaliser de balayage couvrant une zone entière, comme pour les autres écaïlles ; ainsi, seuls des transects ont pu être acquis. La goethite et le quartz sont les phases cristallines majeures et de la lizardite ($\text{Mg}_3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$) est possiblement identifiée (Fig. V-142). Du fait de l'acquisition de transects, et non de cartographies structurales, nous ne pouvons pas renseigner sur les associations possibles entre les phases cristallines identifiées et sur leur répartition spatiale.

L'analyse chimique des écaïlles A74PXU15-10 (de couleur rouge et jaune) et A74PXU17-15 (de couleur rouge et blanche) montre qu'aux fortes concentrations en Si, Al et Fe mesurées s'ajoutent les éléments P, T, Na, Mg et K, détectés en des concentrations mineures. Les écaïlles sont toutes deux composées d'hématite, d'anatase, de rutile et de quartz. Ce qui différencie ces deux écaïlles, outre leurs couleurs respectives, sont des taux plus importants en Al pour l'écaïlle A74PXU15-10, alors que l'écaïlle A74PXU17-15 affiche une teneur plus importante en Ti expliquée par une large présence d'anatase et de quelques grains de rutile (Fig. V-143). De plus, la muscovite est identifiée sur l'écaïlle A74PXU15-10 tandis que la dickite (silicate d'aluminium) est décelée sur l'écaïlle A74PXU17-15. Le traitement des cartographies structurales de l'écaïlle A74PXU17-15 montre que l'hématite, la dickite, l'anatase et la rutile (phase cristalline mineure) sont mélangées, avec une nette association entre l'hématite et la dickite (cf. Fig. V-140). À cause d'un incident technique (arrêt du faisceau) survenu la nuit pendant l'analyse de l'écaïlle A74PXU15-10, la reconstruction d'une cartographie structurale totale et correcte est impossible, empêchant de renseigner sur les associations possibles entre les phases cristallines identifiées ainsi que leur distribution spatiale.

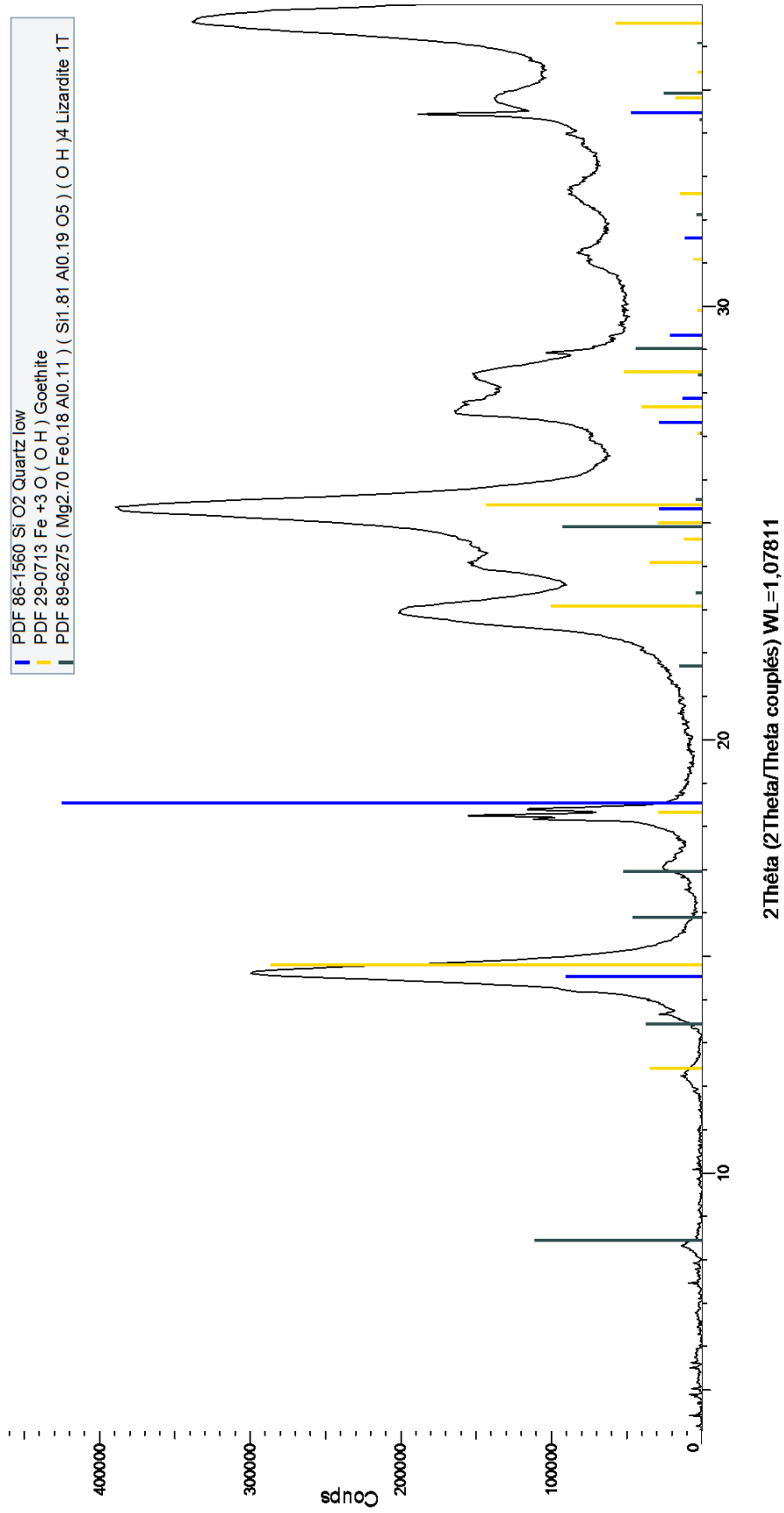


Figure V-142 : Identification des phases cristallines majeures et mineures composant l'écaille A74PXU13-21 (SR-μDRX, ESRF)

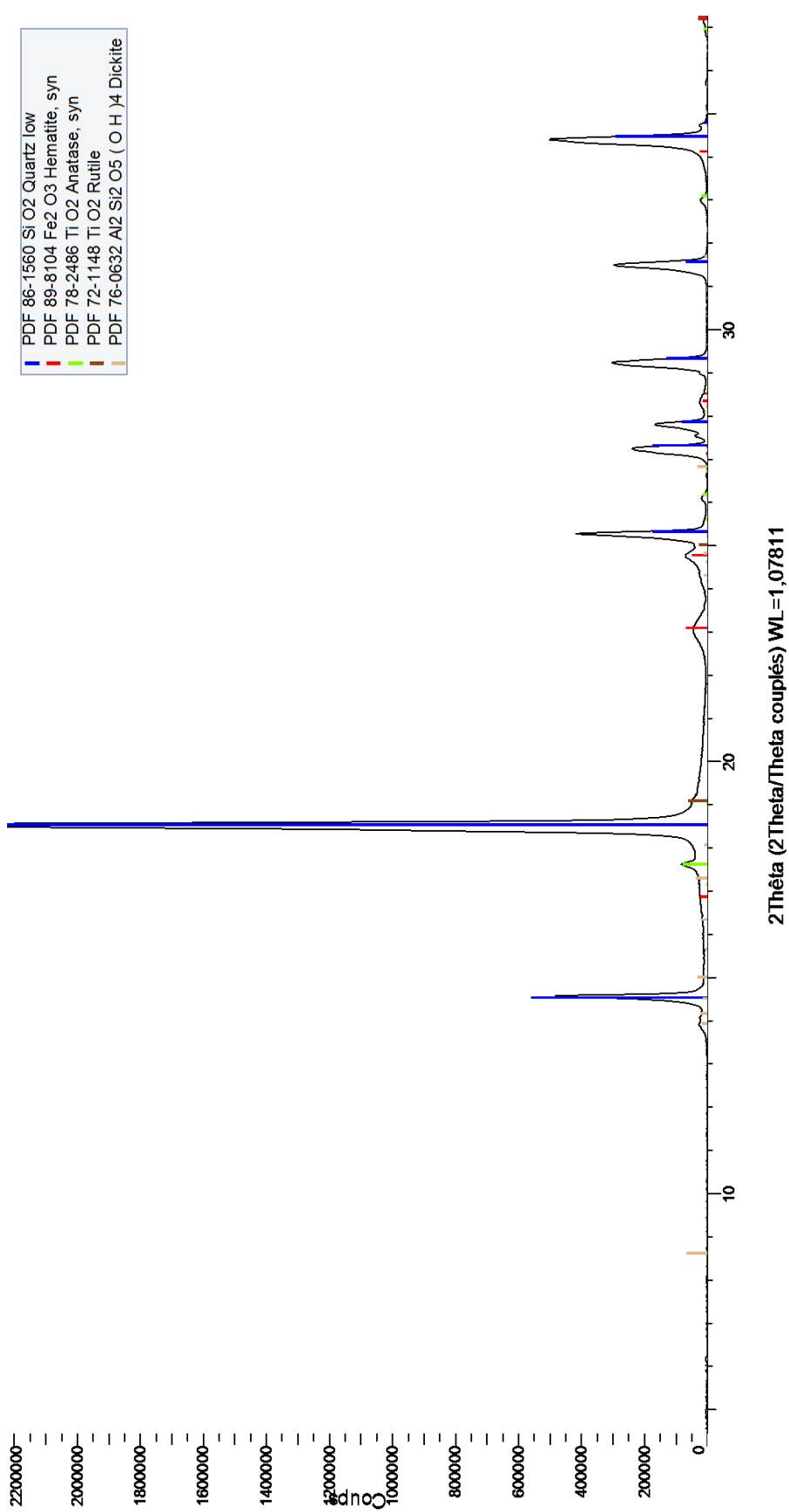


Figure V-143 : Identification des phases cristallines majeures et mineures composant l'échelle A74PXU17-15 (SR-μDRX, ESRF)

Les écailles de couleur blanche

Au sein des vingt-quatre écailles de couleur blanche, deux écailles de taille trop petite n'ont pu être analysées par pXRF. Les écailles de couleur blanche, voire légèrement rosée, montrent en majorité de fortes concentrations en Al, P, K et Fe, parfois associées aux éléments Ca et S. Les écailles A74**AXU**32 et A74**FXU**24T1 ont été sélectionnées comme étant représentatives de ces écailles blanches. Quatre écailles – A74**AXU**5-4, A74**PXU**6-1, A74**PXU**11-30 et A74**PXU**13-23 – se détachent en termes de composition chimique dont l'analyse exhaustive est détaillée par la suite.

❖ Les écailles riches en Al, P, K et Fe

Dix-huit écailles recouvertes par une couche colorée, blanche à écru, parfois légèrement rosée, sont caractérisées par une composition chimique riche en Al, P, K et Fe. Parmi ces écailles, trois d'entre elles sont caractérisées par la présence d'une couche colorée sur les deux faces (Fig. V-144). L'écaille A74**AXU**18-3 est entièrement recouverte d'une couche de couleur blanche écru, rosée en son centre. Les écailles A74**AXU**30-1 et A74**AXU**32 ne montrent pas la présence de grains de quartz, supposant qu'il s'agisse plutôt de fragments de couches colorées que d'écailles à proprement parler.

Afin de déterminer la nature chimique ainsi que les phases cristallines constituant ces couches colorées, des mesures par MEB-EDS, PIXE et SR- μ DRX ont été effectuées sur les deux écailles représentatives, A74**AXU**32 et A74**FXU**24T1.

L'écaille A74**AXU**32 a été broyée et la poudre obtenue a été analysées par MEB-EDS. Les analyses indiquent que les éléments majeurs sont Al et P (13 %) et qu'ils sont associés aux éléments mineurs Fe (4 %) et K (1,5 %). La cartographie chimique PIXE réalisée sur l'écaille A74**FXU**24T1 (Fig. V-145) montre clairement une association entre les éléments Fe (5 %), K (1 %) et P (3 %), et en moindre mesure avec les éléments Ti, Zn, Rb et Sr (Fig. V-146). Al est quant à lui détecté au même niveau que les éléments chimiques cités précédemment, à hauteur de 6 %, bien que sa distribution apparaisse plus diffuse. Fe et Al se chevauchent sans pour autant se recouvrir entièrement suggérant soit une substitution entre ces éléments chimiques pouvant conduire à la formation d'une phase cristalline intermédiaire, soit à une superposition de phases minérales. L'élément Si est quant à lui anti-corrélé avec cette phase et semble même plutôt associé au S.

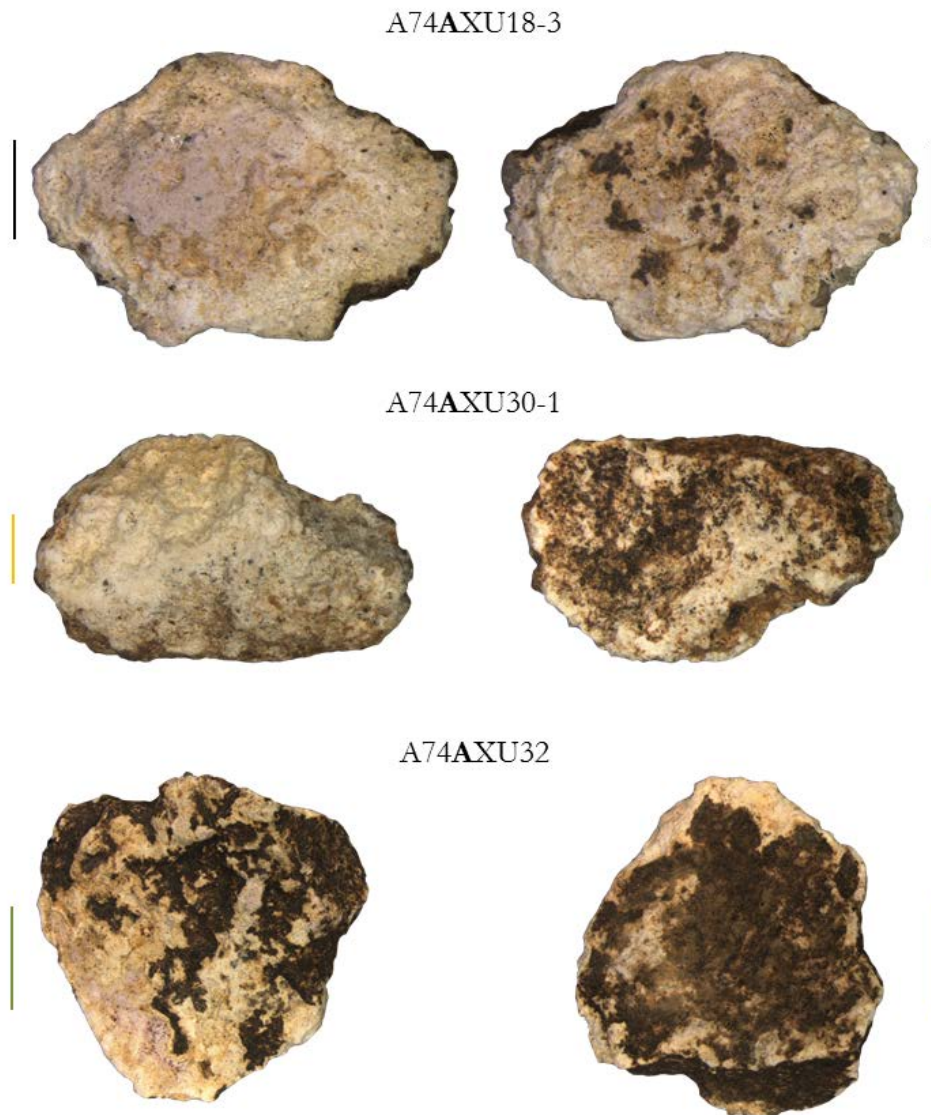


Figure V-144 : Photographies des écaïlles A74AXU18-3, A74AXU30-1 et A74AXU32 (échelle verte à 2 mm ; échelle noire à 1 mm ; échelle jaune à 0,5 mm)

L'analyse par SR- μ DRX sur la poudre A74AXU32 a permis d'accéder à l'identification de la variscite ($\text{AlPO}_4 \cdot 2(\text{H}_2\text{O})$), phase riche en phosphate d'aluminium, ainsi que la leucophosphite ($\text{KFe}_2(\text{PO}_4)_2(\text{OH}) \cdot 2(\text{H}_2\text{O})$), la tinsleyite ($\text{KAl}_2(\text{PO}_4)_2(\text{OH}) \cdot 2(\text{H}_2\text{O})$) et le quartz (Fig. V-147). Leucophosphite et tinsleyite sont des phases minérales phosphatées se différenciant par la présence de fer pour la première et d'aluminium pour la seconde (Simpson, 1932 ; Lindberg, 1957 ; Dunn *et al.*, 1984 ; Marincea *et al.*, 2002). D'après les descriptions minéralogiques généralistes, la leucophosphite produit une traînée poudreuse de couleur blanche alors que celle de la tinsleyite tend plutôt sur le rose, expliquant la couleur de l'écaïlle A74AXU32. Cette double occurrence suggère la présence d'une phase cristalline intermédiaire, dans laquelle des substitutions ioniques ont pu se produire au sein de l'édifice cristallin. D'après les règles de Goldschmidt (Müller, 2014), des substitutions entre les ions ferriques (Fe^{3+}) et les ions aluminium (Al^{3+}) sont effectivement possibles puisqu'ils possèdent le même nombre de charges ioniques, des rayons ioniques très proches ($r_{\text{Fe}^{3+}} = 0,63 \text{ \AA}$; $r_{\text{Al}^{3+}} = 0,61 \text{ \AA}$) ainsi que des électronégativités proches ($\chi_{\text{Fe}} = 1,83$; $\chi_{\text{Al}} = 1,61$).

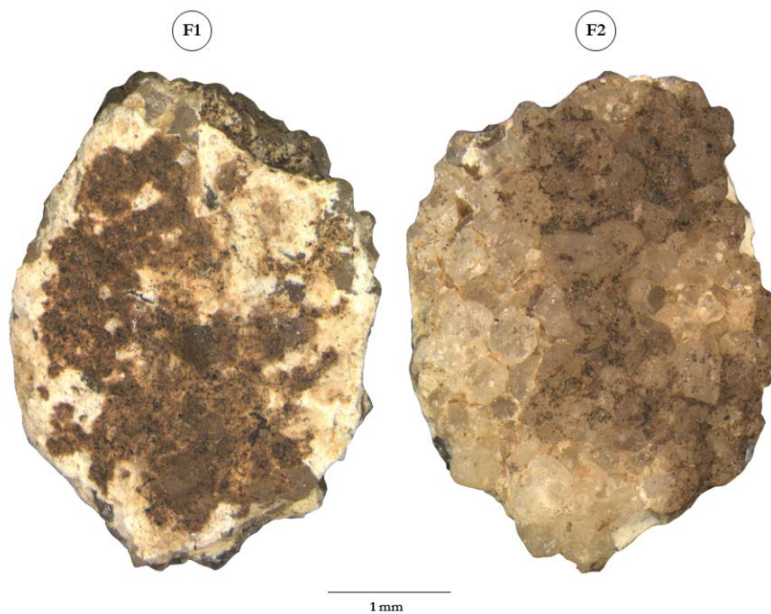


Figure V-145 : Photographie de l'écaille blanche A74FXU24T1

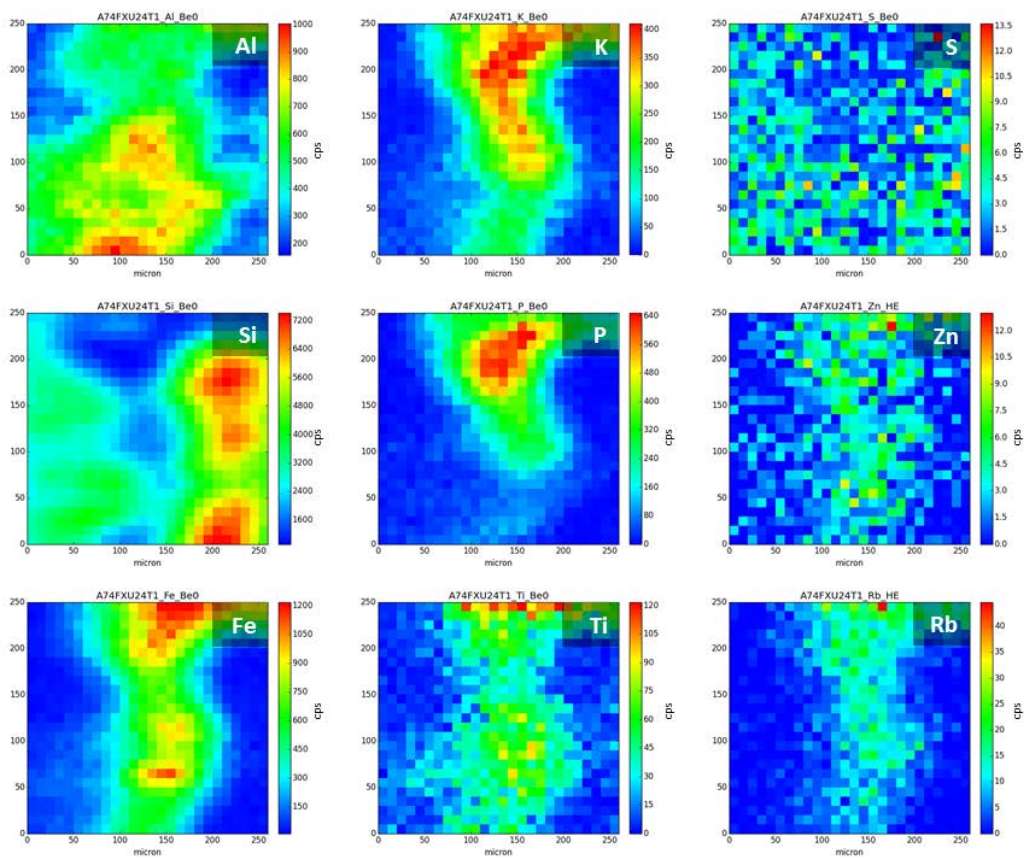


Figure V-146 : Cartographies chimiques de l'écaille blanche A74FXU24T1

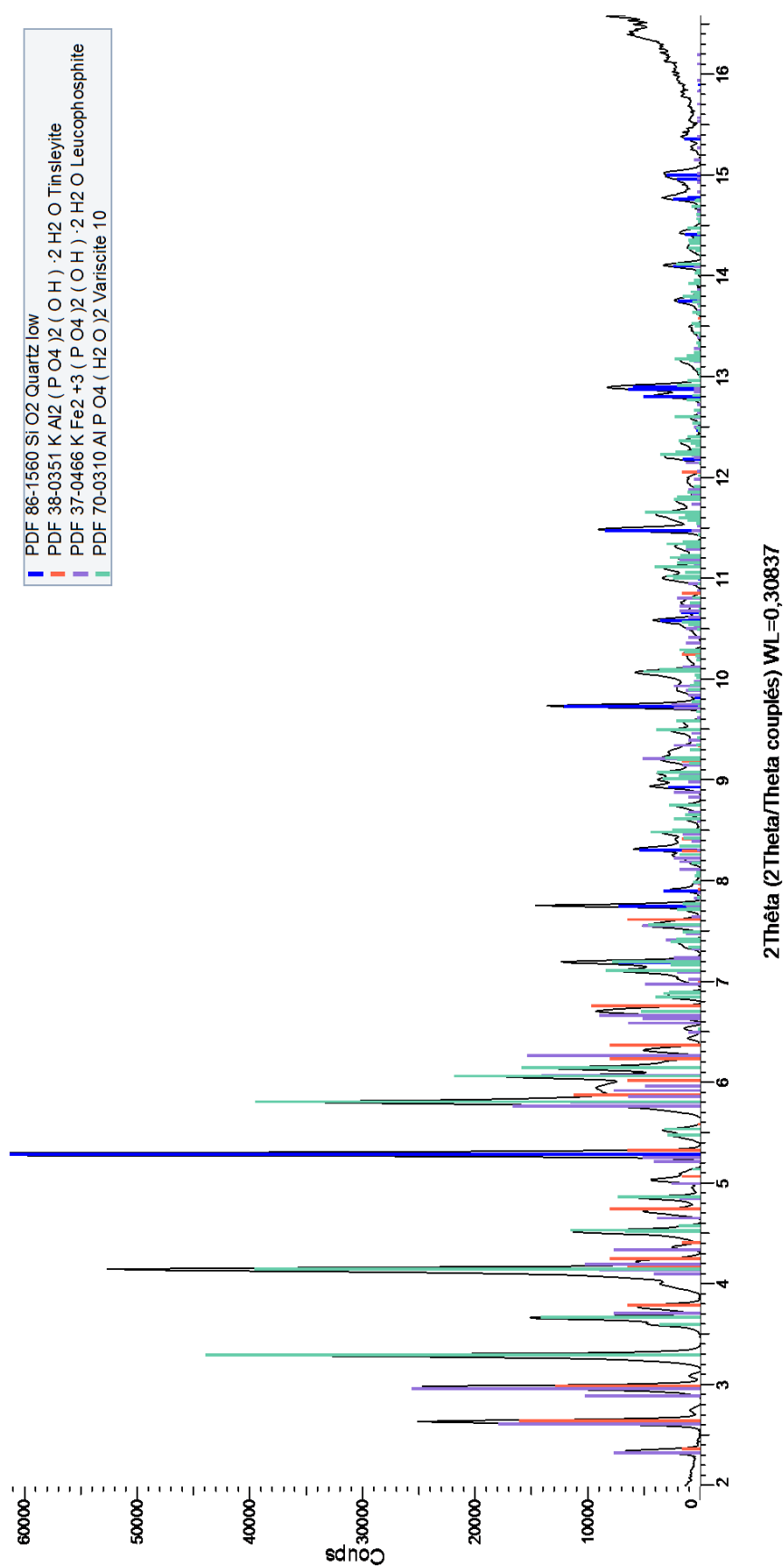


Figure V-147 : Identification des phases cristallines majeures et mineures sur l'échelle blanche rosée A74AXU32 (SR-μDRX, NLS-S-II)

❖ Cas particuliers de quatre écailles blanches

Les quatre écailles A74AXU5-4, A74PXU6-1, A74PXU11-30 et A74PXU13-23 (Fig. V-148) se distinguent du reste des écailles blanches en termes de composition chimique. Seule l'analyse chimique de ces écailles est présentée, l'analyse structurale étant prévue pour plus tard.

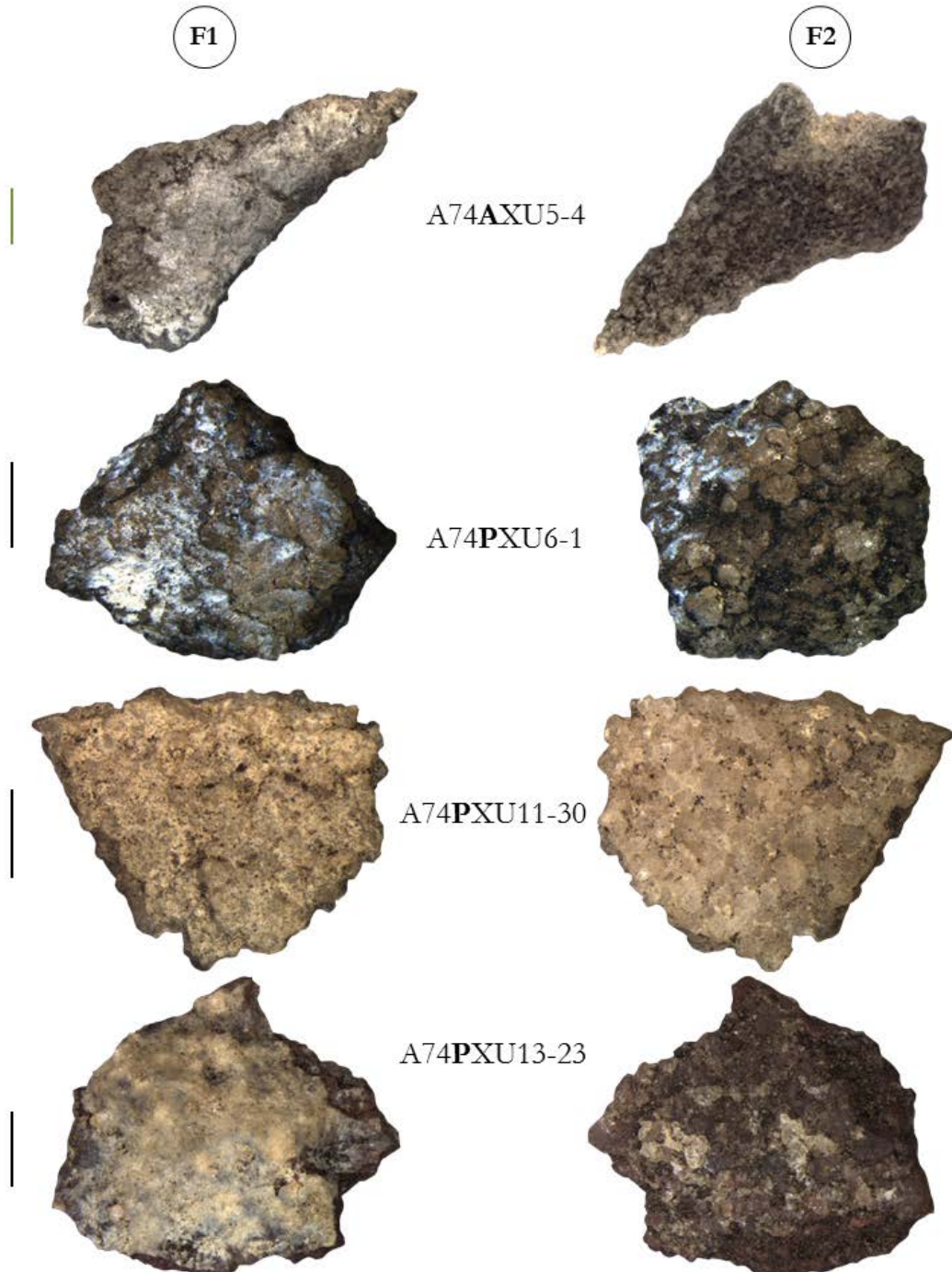


Figure V-148 : Photographies des écailles A74AXU5-4, A74PXU6-1, A74PXU11-30, A74PXU13-23 (échelle verte à 2 mm ; échelle noire à 1 mm)

L'écaille A74AXU5-4 de forme allongée est recouverte d'une fine couche de couleur blanche répartie uniformément sur la face supérieure F1 (Fig. V-148). La présence de Ca et S est détectée sur le dépôt blanc recouvrant l'écaille et évoque la présence d'un sulfate de calcium à l'origine de la couleur blanche.

Un léger voile de matière de couleur blanche, avec des reflets nacrés, recouvre entièrement la face supérieure F1 de l'écaille A74PXU6-1 et une partie de sa face inférieure F2 (Fig. V-148), suggérant que cette écaille était déjà légèrement exfoliée avant le dépôt de cette couche blanche. La composition chimique de la couche blanche révèle des teneurs plus élevées en Al, K et Ti comparées à celles du substrat rocheux, supposant un mélange de phases minérales tels que des aluminosilicates de potassium et des oxydes de titane (rutile ou anatase), responsables de la couleur blanche.

Une couche blanche recouvre entièrement l'écaille A74PXU11-30 aussi bien sur et entre les grains de quartz du support rocheux (Fig. V-148). Les analyses chimiques montrent des concentrations élevées en Ca, Ti et Fe. L'association de ces éléments peut suggérer la présence soit d'un mélange de calcite et de dioxyde de titane, soit de titanite (CaTiSiO_5), dont la trace produite est blanche parfois légèrement rougeâtre, selon la teneur en impuretés de Fe.

L'écaille A74PXU13-23 est recouverte d'une couche de couleur blanc écru, compacte et craquelée, sur la totalité de la face supérieure F1 (Fig. V-148). Sa composition chimique se révèle riche en Al, Ca, et Ti par rapport à celle du substrat rocheux. L'association de ces éléments peut évoquer, comme pour l'écaille A74PXU11-30, soit un mélange de calcite et de dioxyde de titane, soit de titanite à l'origine de la couleur blanche.

3.2.4. Synthèse et interprétations

Les couleurs et compositions chimiques des couches colorées présentes sur les écailles colorées issues des carrés fouillés sont compatibles avec les couleurs mais aussi avec la nature physico-chimique des résidus de matière colorante retrouvés le long des séquences stratigraphiques (Tableau V-28).

Les observations et les analyses physico-chimiques mises en œuvre sur les écailles colorées ont permis de les subdiviser en deux groupes. D'une part sont regroupées 35 écailles dites culturelles sur lesquelles a été appliquée de matière picturale. D'autre part, 24 écailles sont dites naturelles car recouvertes par un encrouement d'altération (mélange phosphaté, sulfate de calcium, sulfate de fer). Enfin, le statut d'une écaille reste indéterminé.

Écaillés colorés	Observations mésoscopiques	Composition chimique	Phases minérales	Statut
A74FXU23	Trace charbonneuse sur écaïlle en quartzite	Si, Al P, K, Ca (uniquement sur la trace noire), Ti, Fe	Quartz Carbone amorphe	Indéterminé
A74PXU2-1 A74PXU2-2	Fin dépôt de couleur rouge Répartition hétérogène sur écaïlle en grès quartzitique de taille T3	Si Al, P, S, K, Ca, Ti, Fe	–	Naturel
A74DXU20	Fine couche de couleur jaune Répartition hétérogène sur écaïlle en grès quartzitique	Si, Al, Fe Na, Mg, P, S, K, Ti	Quartz Goethite Anatase Kaolinite	Culturel
A74MXU7T2	Fine couche de couleur rouge Répartition homogène sur écaïlle en grès quartzitique	Fe, Si, Al, Ti P, K, Ca	–	Culturel
A74MXU9T1	Fine couche de couleur jaune orangé Répartition homogène sur écaïlle en grès quartzitique	Si, Fe, Al, Ti P, K	–	Culturel
A74PXU3-17	Fine couche de couleur orange et blanche Répartition inhomogène sur fine écaïlle en quartzite	Si, Al, Fe, S, K Na, Mg, P, Ca, Ti,	Quartz Hématite Muscovite Jarosite Anatase Kaolinite	Culturel

A74PXU3-18	Fine couche de couleur rouge violacé et jaune Répartition inhomogène sur fine écaille en quartzite	Si, Al, Fe, S, K, P, Na Mg, Cl, Ca, Ti	Quartz Hématite Muscovite Jarosite Anatase Kaolinite	Culturel
A74PXU3-19	Fine couche de couleur rouge et jaune Répartition inhomogène sur fine écaille rocheuse en quartzite	Si, Al, Fe, S, K, P Na, Mg, Ca, Ti	Quartz Hématite Muscovite Jarosite Anatase Kaolinite	Culturel
A74PXU7-7	Fine couche de couleur rouge vif, quelques zones de couleur jaune Répartition homogène sur fine écaille rocheuse en quartzite	Si, Al, Fe, Mg Na, P, K, Ca, Ti, Mn	Quartz Hématite Muscovite Magnésioferrite	Culturel
A74PXU13-21	Bords surélevés de couleur rouge Fine couche de couleur jaune dans le creux Répartition inhomogène sur fine écaille en quartzite	Si, Al, Fe, P Na, Mg, S, K, Ca, Ti	Quartz Goethite Lizardite (?)	Culturel
A74PXU15-10	Fine couche de couleur rouge, orangé par endroits Répartition inhomogène sur écaille en quartzite	Si, Al, Fe, P Na, Mg, S, K, Ca, Ti	Quartz Hématite Muscovite Anatase Rutile	Culturel

A74PXU17-15	Fine couche de couleur rouge et blanche Répartition inhomogène sur écaille en quartzite	Si, Al, Fe, Ti Na, Mg, P, S, Cl, K, Ca,	Quartz Hématite Anatase Rutile Dickite	Culturel
A74AXU5-4	Fine couche de couleur blanche Répartition homogène sur écaille en grès quartzitique	Si, Al P, S, K, Ca, Ti, Fe	–	Naturel
A74PXU6-1	Fine couche de couleur blanche à éclat nacré Répartition homogène sur écaille en grès quartzitique	Si, Al P, S, K, Ca, Ti, Fe	–	Culturel
A74PXU11-30	Fine couche de couleur blanche Répartition homogène sur écaille en grès quartzitique	Si, Al P, S, K, Ca, Ti, Fe	–	Culturel
A74PXU13-23	Fine couche compacte et craquelée de couleur blanc écru Répartition homogène sur écaille en grès quartzitique	Si, Al P, S, K, Ca, Ti, Fe	–	Culturel
A74AXU32	Encroûtement d'altération de couleur blanc écru, légèrement rosé, avec sédiments bruns incrustés	Al, P, Fe, Si, K Na, Mg, S, Ti, Mn	Quartz Tinsleyite Leucophosphite Variscite	Naturel
A74FXU24T1	Dépôt blanc écru recouvert de sédiments bruns Répartition homogène sur écaille en quartzite	Si, Al, Fe, P, K Mg, S, Cl, Ti, Mn, Rb, Zr Zn, Ga, Br, Sr, Y, Ba, Pb	–	Naturel

Tableau V-28 : Résumé des analyses élémentaires et structurales pour les écailles colorées
(**Élément** : majeur ; élt. : mineur ; élt. : trace ; **Ph.** : phase majeure ; Ph. : phase mineure)

	Rouge	Orange	Jaune	Brune	Noire	Mauve	Blanche	Bicolore	Total
P	4 + 2	5		1		2	3	9	26
F+ILM	1	1			1		1		4
N									
K			3						3
G									
R	1								1
Q									
B									
A	2						19		21
D	1	1 + 1	1				1		5
Total	11	8	4	1	1	2	24	9	60

Tableau V-29 : Résumé de la répartition des écailles colorées par carré de fouille, par couleur et par statut attribué (**culturel** ; naturel ; *indéterminé*)

Les écailles colorées culturelles

Au sein des écailles dites culturelles, on retrouve neuf écailles bicolores, neuf présentant une couche de couleur rouge, sept de couleur orange, quatre de couleur jaune, trois de couleur blanche, deux de couleur mauve et une écaille de couleur brun clair. La morphologie des écailles combinée à la nature des constituants identifiés au niveau des couches colorées suggère fortement la présence de dépôts composés de mélange pictural, donc une origine anthropique. La majorité de ces écailles proviennent du Carré P (24), les autres écailles sont réparties entre les Carrés F+ILM, K, R, A et D (Tableau V-29).

Les couches colorées de ces écailles consistent essentiellement en des oxydes de fer (hématite ou goéthite). Outre le quartz, les phases minérales suivantes ont également été identifiées suite à l'utilisation du rayonnement synchrotron sur sept écailles provenant du Carré P : jarosite, magnésioferrite, muscovite, kaolinite, anatase, rutile, dickite et potentiellement de la lizardite. Nous reviendrons sur les implications de la présence de ces phases minérales dans le chapitre suivant (cf. § VI.1.2.3.).

Le cas de trois écailles provenant du Carré P reste encore discutable. Les écailles A74PXU6-2, A74PXU9-3 et A74PXU13-22 présentent une répartition relativement homogène de leur couche colorée (Fig. V-149) ; néanmoins les analyses pXRF n'ont pas permis de faire de distinction particulière entre la nature chimique de la couche colorée (F1) et celle du substrat rocheux (F2), l'une des raisons pouvant être liée à la taille des écailles. C'est donc leur morphologie générale, et non la chimie, qui permet dans un premier temps, de les classer au sein des écailles dites *culturelles*.

Les écailles colorées naturelles

Vingt-quatre écailles colorées sont qualifiées de naturelles en raison de la nature chimique et minérale de leur couche colorée. Parmi celles-ci, trois écailles sont recouvertes d'une couche colorée riche en minéraux sulfatés : sulfate de calcium pour l'écaille A74AXU5-4 et sulfate de fer pour les écailles A74PXU2-1 et A74PXU2-1.

Les écailles restantes se démarquent par la présence d'un mélange de phases minérales phosphatées identifiées sur des dépôts de couleur blanc écru, parfois légèrement rosée. La présence de ces phases minérales témoigne de processus d'altération dont le(s) mécanisme(s) de formation reste(nt) toujours incertain(s). Les analyses menées sur les écailles provenant de Nawarla Gabarnmang ont permis de mettre en évidence la coexistence de plusieurs phases minérales phosphatées dont la leucophosphite, identifiée par ailleurs sur des micro-prélèvements de peinture effectués sur le panneau principal de l'abri JSARN-124 appartenant au même complexe de sites d'art rupestre que Nawarla Gabarnmang (Chalmin *et al.*, 2017a).

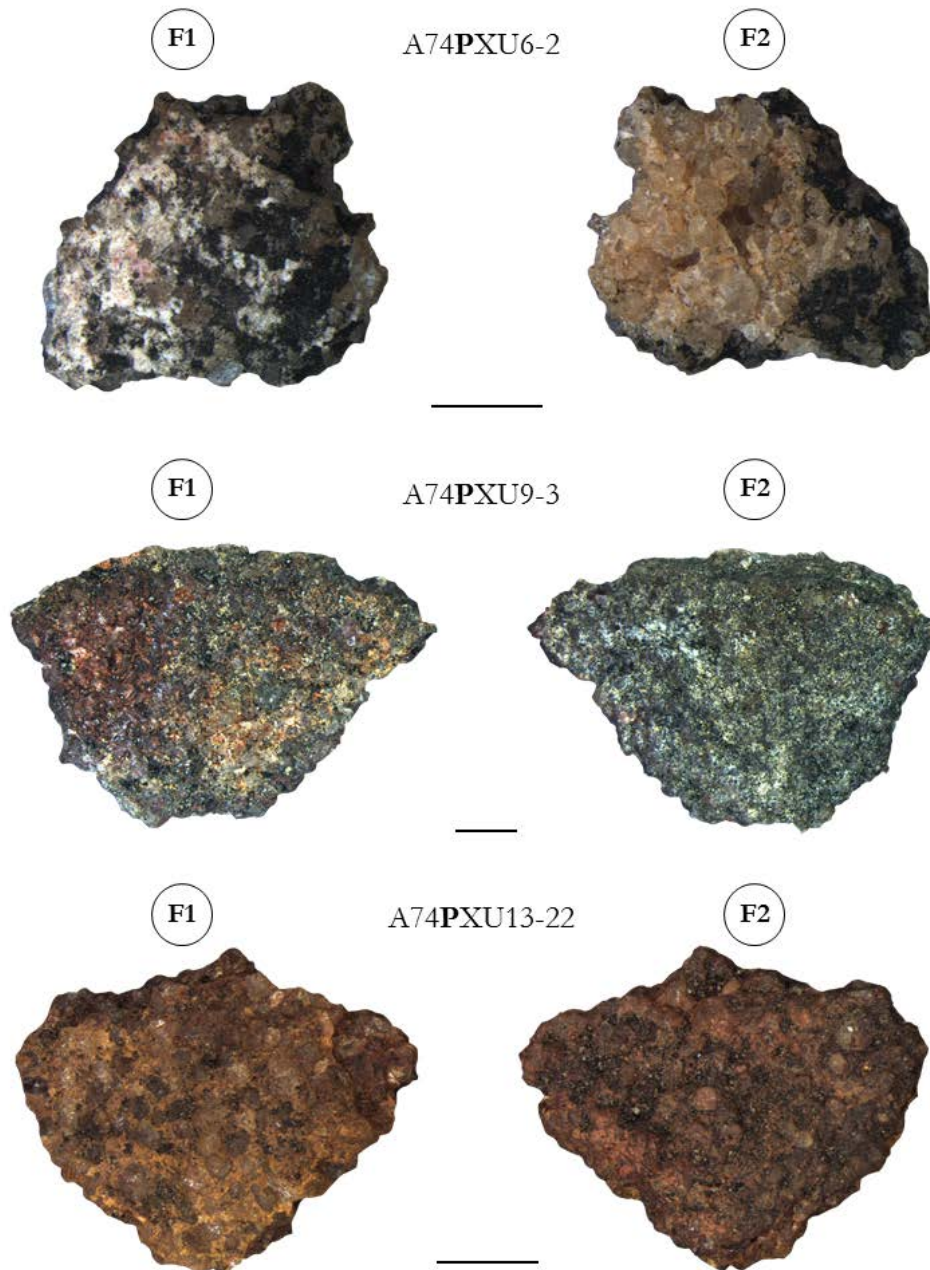


Figure V-149 : Photographies des écaïlles A74PXU6-2, A74PXU9-3 et A74PXU13-22 (échelle à 1 mm)

La présence des phases minérales phosphatées est peu détaillée dans les études d'art rupestre hors environnement caveux (Hunt *et al.*, 2015 ; Huntley *et al.*, 2015 ; Chalmin *et al.*, 2017a) et est souvent décrite comme résultant d'un phénomène d'altération naturelle. Néanmoins, Watchman (1997) suggère que des phosphates d'aluminium aient pu être utilisés en tant que constituants pour réaliser des peintures blanches dans des sites d'art rupestre dans le Kimberley. Cette information mérite d'être confirmée par des analyses physico-chimiques détaillées.

La séquence des transformations chimiques amenant à la formation des minéraux phosphatés peut résulter soit de l'interaction entre des phosphates et divers minéraux argileux accumulés dans le sol (Wilson et Bain, 1976 ; Schiegl *et al.*, 1996), soit de l'interaction entre des phosphates et des

carbonates de calcium provenant de différentes sources telles les roches calcaires, les ossements ou les cendres (Karkanias *et al.*, 2000, 2002 ; Meignen *et al.*, 2010). Les processus chimiques identifiés sont dus principalement à la circulation d'eau par percolation dans les sédiments et à la présence de matières organiques riches en phosphates qui y sont dissoutes (Meignen *et al.*, 2010). Ces réactions chimiques se produisent en surface ou rapidement après enfouissement en quelques dizaines d'années (Karkanias *et al.*, 2000 ; Meignen *et al.*, 2010). Les cendres constituent un milieu riche en carbonate de calcium (CaCO_3), provenant de la combustion des oxalates de calcium présent dans les bois utilisés comme combustibles (Karkanias *et al.*, 2000). Les cendres, comme les ossements composés d'apatite carbonatée, peuvent donc intervenir dans la formation des minéraux phosphatés suite à des interactions avec des solutions riches en phosphates (Karkanias *et al.*, 2000). La décomposition des guanos des chauves-souris et des oiseaux libère des phosphates qui réagissent avec les minéraux carbonatés conduisant à la formation de minéraux phosphatés telles la leucophosphite, la tinsleyite ou la taranakite par transformations diagénétiques (Shahack-Gross *et al.*, 2004). Toutefois, aucune trace de « nichage » n'a été observée à Nawarla Gabarnmang et les chauves-souris d'Australie ont plutôt tendance à nicher dans les arbres, écartant le guano comme source potentielle de phosphates. À Nawarla Gabarnmang, une des sources en phosphates peut provenir de la décomposition des restes fauniques provenant de la préparation de viande animale par dépeçage et de leur consommation à l'intérieur du site (Holliday et Gartner, 2007). Une autre source peut également être reliée à la dégradation d'excréments (matières fécales et urine) riches également en matières organiques (Bloor *et al.*, 2012). Le phosphore se trouve également en proportions importantes dans la cendre d'os (Guéguen *et al.*, 1965) et est présent en proportions variables dans les cendres de végétaux (Fortin et Boily, 2006).

La formation des phases phosphatées sur les écailles rocheuses retrouvées dans les carrés fouillés à Nawarla Gabarnmang semble résulter d'un phénomène *post* enfouissement, dans un milieu où la géochimie du sol était dominée par la présence de phosphates. Leur découverte après plusieurs centaines d'années, voire quelques millénaires, s'explique par leur grande stabilité chimique en milieu acide.

Les écailles présentant une telle phase d'altération, parfois associée à des teneurs élevées en Ca et S, se retrouvent majoritairement dans le Carré A (dix-huit écailles). Deux écailles caractérisées par la même composition chimique ont également été découvertes dans le Carré D, situé à proximité du Carré A, et une autre écaille a été exhumée du Carré F (Tableau V-29). Les écailles recouvertes par cette phase d'altération se retrouvent ainsi dans un nombre restreint de carrés de fouille situés dans la partie ouest du site. Les réactions chimiques menant à la formation de tels minéraux phosphatés ont nécessité le rassemblement de plusieurs conditions géochimiques particulières : la présence de minéraux primaires argileux et/ou carbonatés, de sources riches en phosphates et d'eau. En effet, les processus de dissolution et de transformation chimique n'ont pu être déclenchés sans l'intervention d'eau, impliquant la présence d'une zone de percolation à proximité des zones où ont été retrouvés les minéraux phosphatés. Il est possible que les dites-zones aient concentré des activités anthropiques en lien notamment avec des activités culinaires se traduisant par une concentration d'anciens foyers de combustion, donc d'importantes quantités de cendre, et la présence de sources en phosphates, en raison d'une accumulation d'ossements et/ou de graisses animales suite à la préparation de viandes animales.

Par ailleurs, seule l'écaille A74AXU32 a été analysée par SR- μ DRX pour déterminer la nature de la phase d'altération présente *a priori* sur près d'une vingtaine d'écailles, identifiée comme un mélange de phases minérales phosphatées. Certes représentative chimiquement parlant du groupe constitué par ces écailles, des analyses complémentaires sont nécessaires afin de comprendre plus précisément l'origine et le(s) mécanisme(s) de formation de ce mélange de phases phosphatées dans un tel contexte environnemental, sachant qu'*a priori* il n'existe pas de gisement actuel de ce type de minéral.

L'écaille à statut indéterminé

L'écaille noire A74FXU23 recouverte d'un trait charbonneux présente certaines similitudes morphologiques et chimiques avec le fragment rocheux sur lequel un motif à base de charbon a été dessiné, fragment retrouvé lors de la fouille du Carré E (cf. Fig. II-23). Néanmoins, nous ne disposons pas de suffisamment d'indices pouvant nous permettre de trancher sur la nature de cette trace charbonneuse. Il est possible que ce trait charbonneux soit le vestige passé de l'exécution volontaire d'un motif pictural plus imposant, à moins d'être le témoignage d'un dépôt naturel de charbon avant ou après desquamation du fragment rocheux. En effet, aucun motif de couleur noire n'a été recensé sur le Panneau L situé immédiatement au-dessus du carré de fouille dont a été extraite l'écaille. En revanche, de nombreux dépôts naturels de couleur noire recouvrent une partie du Panneau L (cf. Fig. III-11a). Nous ne sommes pas en mesure de dire depuis combien de temps ces derniers sont présents sur le panneau et ne pouvons non plus certifier que l'écaille étudiée ne soit finalement qu'un éclat de ce plafond recouvert de dépôts noirs. L'étude de l'art rupestre du pilier 20, accolé au Carré F, pourrait révéler l'existence de motifs picturaux noirs ouvrant ainsi de nouvelles perspectives quant à la provenance de cette écaille.

À Nawarla Gabarnmang, outre la question du dépôt naturel ou anthropique, l'observation de la morphologie des écailles et de leurs aplats colorés ainsi que la détermination de leur composition physico-chimique peut permettre, lorsque leur taille est suffisante et la peinture toujours visible, non seulement d'identifier le motif d'origine mais aussi d'entreprendre des datations indirectes par chronostratigraphie (cf. § I.1.2.2.). L'identification de différentes associations de phases minérales sur les écailles colorées permet également de discuter de l'origine des minéraux utilisés pour réaliser les peintures et de recettes picturales. Par ailleurs, l'identification de phases d'altération permet de souligner l'existence de phénomènes taphonomiques pouvant être des indices de la présence de facteurs d'altération en lien ou non avec des activités spécifique dans des secteurs du site.

4. Conclusion

4.1. Bilan de la stratégie méthodologique

Les techniques analytiques mises en œuvre ont permis d'identifier la nature physico-chimique des différents vestiges archéologiques. La stratégie méthodologique mise en place repose exclusivement sur des techniques non destructives.

Les techniques PIXE et celles reposant sur le rayonnement synchrotron confirment leur efficacité et leur capacité à révéler une histoire derrière les objets, dévoilant les mélanges de phases minérales majeures et mineures pour accéder à une connaissance fine des pratiques anciennes, voire caractériser les éventuelles altérations des vestiges liés aux activités picturales ou aux interactions avec leur environnement proche à la fois dans le temps et dans l'espace. Néanmoins, ces méthodes nécessitent la mise en place de dispositifs lourds et coûteux et sont conditionnées par l'acceptation de demandes de temps de faisceau. La quantité de données acquises nécessite alors plusieurs mois de traitement et d'interprétations.

La technique par μ -DS-CT apparaît comme une méthode d'analyse prometteuse. Le dispositif utilisé à l'Institut Néel a permis des mesures non destructives sur des objets hétérogènes et de petite taille sans aucune préparation au préalable. Son couplage prochain avec de la spectrométrie de rayons X permettra d'acquérir des informations simultanées sur la composition chimique et la structure cristalline des matériaux analysés. L'application de cette technique pour l'étude des petites écailles recouvertes d'une couche colorée, constituera un point de départ idéal pour remonter aux mélanges de phases minérales et souligner la présence, ou *a contrario*, l'absence de stratigraphie picturale en observant leur répartition spatiale. Par ailleurs, afin de caractériser au mieux « croûte » et « matrice » de certains résidus de matière colorée, la technique par μ -DS-CT semble la plus appropriée. L'insertion des échantillons à l'intérieur d'un capillaire permettra de s'affranchir de l'étape de réduction en poudre, conservant ainsi leur organisation spatiale et structurale afin d'identifier les phases minérales propres à la matrice et la croûte.

Techniques	Limites analytiques	Limites stratégiques	Solution
μ -Raman	Génération d'un important bruit de fond en raison de la présence d'argiles et substances humiques. Extraction difficile du signal lié à la matière colorante. Microtopographie des échantillons.	Non préparation des échantillons.	Préparation de coupes polies. Possibilité de réutilisation des coupes polies pour d'autres analyses : μ XRF, MEB-EDS, DRX.
DRX	Problème de hauteur d'échantillon en raison de leur microtopographie en mode réflexion. Identification difficile des phases minérales mineures et des phases minérales à faiblement cristallisées. Identification des argiles difficile en raison de la forme du bruit de fond à bas angles. Perte de l'information sur l'organisation structurale en présence de micro-stratigraphie picturale.		Réduction des échantillons en poudre avec tamisage pour éliminer les grains de quartz. Utilisation de techniques plus adaptées pour ne pas détruire les échantillons, telle la SR- μ DRX et la μ -DS-CT.
PIXE		Manque de représentativité (un seul point de mesure par échantillon) : peu représentatif au vu de l'hétérogénéité et de la complexité des phases minérales identifiées.	Multiplification du nombre de points de mesure.

Tableau V-30 : Principales limites analytiques et stratégiques du protocole d'étude, et solutions proposées

Confrontée à des contraintes intrinsèques aux techniques et/ou aux échantillons, le protocole mis en place a permis l'obtention d'informations dans la compréhension de la nature du matériel archéologique de Nawarla Gabarnmang. L'identification des limites analytiques et stratégiques permet d'ouvrir de nouvelles perspectives d'étude dans l'objectif de répondre aux questions laissées en suspens ou aux nouveaux questionnements soulevés par les analyses.

Différentes questions n'ont pu trouver de réponse en raison de ces limites (Tableau V-30) survenues lors de l'application du protocole d'étude, celui-ci reposant sur la priorisation de méthodes d'analyse non destructives et impliquant pas ou peu de préparation des échantillons.

4.2. Bilan sur le statut attribué aux classes des vestiges archéologiques

Les critères morphologiques enregistrés et les résultats physico-chimiques obtenus ont permis de trancher sur le caractère culturel ou naturel attribué aux vestiges retrouvés en fouille à Nawarla Gabarnmang (Tableau V-31).

Culturel	Indéterminé	Naturel
<p>Meules et molette</p> <p>Pièces facettées et striées</p> <p>Gouttes de peinture</p> <p>Écailles colorées « culturelles »</p>	<p>Résidus de matière colorante</p> <p>Résidus de matière argileuse</p> <p>Résidus à éclat brillant</p> <p>Écaille noire</p>	<p>Morceaux de bois</p> <p>« Grès quartzitiques »</p> <p>Résidus de matière résineuse</p> <p>Charbons</p> <p>Résidus de matière colorée</p> <p>Résidus de matériaux riches en CaP</p> <p>Écailles colorées « naturelles »</p>

Tableau V-31 : Statut final attribué aux classes des vestiges archéologiques

Les vestiges archéologiques naturels

Aux vestiges considérés comme « naturels » précédemment cités (cf. Tableau IV-12), n'intervenant pas dans la préparation de la matière picturale, viennent s'ajouter les **résidus de matière colorée**, les **résidus de matériaux riches en phosphate de calcium** et les **écailles recouvertes par une phase d'altération**.

Les **résidus de matière colorée** sont les vestiges les plus nombreux retrouvés à Nawarla Gabarnmang, plus particulièrement dans les Carrés P et R. Leur coloration est naturelle, d'origine ou acquise suite à des phénomènes taphonomiques *ante* ou *post*-dépositionnels. Ils sont totalement dénués de pouvoir colorant en surface et la poudre extraite après broyage n'est que peu colorante.

Plusieurs résidus montrent une croûte superficielle, à éclat gras, compacte, bien que parfois craquelée, systématiquement enrichie en aluminium et phosphore comparativement à la matrice granuleuse. Dans le cadre de nos travaux, le statut des résidus de matière colorée a été évalué comme naturel.

À ces objets, viennent s'ajouter les **résidus de matériaux riches en phosphate de calcium**, dont les analyses ont su confirmer leur nature chimique et minérale. Seules des hypothèses peuvent être émises quant à l'utilisation de l'os en tant qu'ingrédient à part entière pour réaliser des recettes picturales, hypothèses qui ne pourront être validées ou réfutées seulement après l'analyse *in situ* des peintures rupestres ou en laboratoire sur des micro-prélèvements de peinture. Au vu de la présence de plusieurs ossements et notamment à l'intérieur du Carré P (cf. § III.2.1.2.), il est raisonnable de penser que ces résidus correspondent à des restes issus de la décomposition d'os.

Pour terminer, vingt-quatre **écaïlles** sont considérées comme naturelles. Vingt-et-une d'entre elles sont recouvertes d'une couche minérale de couleur blanc écru composée d'un mélange de phases phosphatées riches en Al, K et Fe, parfois accompagné de sulfates de calcium. Les trois autres écaïlles présentent des couches colorées constituées de sulfates de calcium ou de sulfates de fer.

Les vestiges archéologiques à statut indéterminé

Le statut de trois classes de vestiges (**résidus de matière colorante**, **résidus de matière argileuse** et **résidus à éclat brillant**) demeure encore indéterminé. En effet, leur utilisation dans la chaîne opératoire de fabrication de la matière picturale reste en suspens. L'absence de traces d'usage (facettes et/ou stries) ne permet pas de déterminer des modifications et utilisations par les Hommes. Néanmoins, la combinaison des études morphologiques et physico-chimiques a permis de déterminer que leur présence au sein des carrés fouillés résultait d'un apport à l'intérieur du site et non d'une formation *in situ*. Reste posée la volonté de s'en servir pour fabriquer de la matière picturale ou pour une autre activité (traitement des peaux, comme abrasif, siccatif ou agent conservateur).

Les **résidus de matière colorante**, en quantité variable au sein des carrés (cf. § IV.1.2.3.), reflètent un apport au sein du site. Ils possèdent des propriétés colorantes mais n'ont pas enregistré des stigmates d'utilisation. L'absence de stigmates peut être rapportée à la surface tendre des matériaux et/ou à des phénomènes taphonomiques *post*-dépositionnels ayant causé leur disparition. Il est, de ce fait, difficile d'argumenter en faveur d'un usage visant à la préparation de matière picturale. Néanmoins, l'identification de maghémite au sein de plusieurs résidus de matière colorante interroge encore quant à son origine. Actuellement, la piste privilégiée suppose un traitement thermique accidentel ou intentionnel à partir de goethite en présence de matière organique aboutissant à l'obtention d'hématite et de traces de maghémite. La présence fréquente de phases à base d'oxyde de titane (anatase et rutile) et de kaolinite, également identifiées au niveau des écaïlles peintes, peuvent constituer d'autres indices validant l'utilisation de ce type de matériaux pour fabriquer les mélanges picturaux. Enfin, la présence récurrente des éléments traces Ga et As parfois associés à Zn, identifiés par ailleurs sur plusieurs pièces striées, peut fournir un indice sur les sources d'approvisionnement en matières premières et servir de marqueur chimique chronostratigraphique pour la datation indirecte des peintures rupestres, si ces éléments sont également détectés dans les peintures du site.

Les **résidus de matière argileuse** ont été retrouvés dans deux carrés de fouille. Leur formation *in situ* est improbable et traduit un apport à l'intérieur du site. Les résidus de matière argileuse identifiés, de type kaolinite, ont pu servir à la préparation de la matière picturale blanche. Identifiée quasi systématiquement au sein des résidus de matière colorante et au niveau des couches colorées des écailles, la kaolinite a également pu être utilisée comme charge afin d'obtenir une meilleure adhésion de la matière picturale sur le support rocheux.

Les résidus regroupés sous l'appellation « **à éclat brillant** » présentent un éclat submétallique à métallique et sont extrêmement riches en fer. De l'hématite très bien cristallisée a été identifiée sur plusieurs de ces résidus. Leur présence au sein du site ne résulte pas d'une formation *in situ* mais d'un apport extérieur. Il est possible qu'ils aient été exploités en tant que matière première pour en extraire de la poudre colorante par abrasion, raclage ou autre technique de pulvérisation, bien qu'aucune strie ne soit visible sur les échantillons étudiés.

Pour terminer, ne pouvant trancher entre un fragment de dessin exécuté au charbon ou une trace faite avant ou après desquamation, le statut de **l'écaille noire** reste également indéterminé.

Les vestiges archéologiques culturels

Les quatre blocs rocheux présentant des résidus de matière colorée provenant du Carré B ont été identifiés comme des **meules** et une molette qui ont servi à l'abrasion des matières minérales riches en fer. L'identification s'appuie essentiellement sur les observations mésoscopiques qui ont également permis de distinguer les taches colorées résultant d'une action d'abrasion et les taches naturelles résultant de phénomènes d'altération *ante* ou *post* enfouissement.

Les observations faites sur les **pièces porteuses de facettes et de stries** appuient en faveur du statut culturel attribué à ces objets. La présence et la disposition non naturelle des facettes, de même que l'orientation des stries et leur profil, montrent que les pièces ont été travaillées par l'Homme afin d'en extraire de la poudre colorante. L'abrasion semble avoir été la technique de prédilection, bien que quelques pièces aient enregistré les stigmates causés par une action de raclage.

Les prélèvements de sédiment légèrement colorés provenant du Carré P sont considérés d'un point de vue archéologique et chimique comme d'anciennes **gouttes de peinture**, tombées et mélangées avec le sédiment sablo-cendreux. L'utilisation du rayonnement synchrotron par SR- μ DRX apparaît désormais indispensable à mettre en œuvre afin d'identifier, outre le quartz, les phases minérales constituant les sédiments légèrement colorés échantillonnés et qualifiés de gouttes de peinture. La détermination de la nature de ces phases, dont l'existence est prouvée par l'identification de nombreux éléments chimiques en plus du silicium, permettra de remonter à une recette picturale, voire par intercomparaison, à retrouver les peintures associées à cette recette picturale et réussir à les dater de façon indirecte.

Trente-cinq **écailles colorées** sont qualifiées de culturelles, en raison de leur morphologie spécifique et de la nature des constituants identifiés au niveau des couches colorées, qui en aucun cas ne peuvent résulter d'une altération *ante* ou *post* enfouissement.

La caractérisation des vestiges issus des fouilles de Nawarla Gabarnmang a été réalisée dans le cadre d'une approche interdisciplinaire à plusieurs niveaux. L'implication d'acteurs intervenant dans des différentes spécialités est désormais nécessaire afin de remettre en contexte les résultats ainsi obtenus. Dans le dernier chapitre, une synthèse des connaissances acquises est proposée. L'intérêt sera centré sur les meules et molette, les pièces facettées et striées, les écailles peintes mais aussi sur les résidus de matières colorantes et argileuses et les écailles recouvertes d'un dépôt d'altération pouvant renseigner sur le contexte environnemental du site. La chaîne opératoire de fabrication de la matière picturale pourra alors être restituée. Finalement, le croisement des informations géomorphologiques, archéologiques et pariétales, permettra de proposer un cadre chronologique aux différentes générations de représentations rupestres en lien avec les phases d'occupation qui ont marqué le site.



CHAPITRE VI

**CONFRONTATION DES RESULTATS,
VERS LA COMPREHENSION D'UNE
ORGANISATION SPATIO-TEMPORELLE
A NAWARLA GABARNMANG**



CHAPITRE VI CONFRONTATION DES RESULTATS, VERS LA COMPREHENSION D'UNE ORGANISATION SPATIO-TEMPORELLE A NAWARLA GABARNMANG419

1. Les connaissances acquises sur les vestiges associés à l'art rupestre de Nawarla Gabarnmang.....	419
1.1. Acquisition des matières premières	419
1.2. Méthodes de préparation de la matière picturale.....	421
1.2.1. Extraction de la poudre colorante	421
1.2.2. Les minéraux à l'origine des couleurs à Nawarla Gabarnmang.....	422
1.2.3. Mélanges naturels ou mélanges anthropiques ?.....	422
1.2.4. Traitement thermique.....	423
1.3. Application de la matière picturale.....	424
2. Les vestiges de l'art dans le temps et l'espace.....	425
2.1. L'approche chronologique	425
2.1.1. Détermination de l'âge des vestiges culturels.....	426
2.1.2. Synthèse des informations chronologiques des vestiges.....	448
2.2. L'approche spatiale	457
3. L'histoire spatio-temporelle de l'art à Nawarla Gabarnmang.....	468

Chapitre VI Confrontation des résultats, vers la compréhension d'une organisation spatio-temporelle à Nawarla Gabarnmang

Ce dernier chapitre est consacré à une synthèse des connaissances sur les vestiges associés à l'art rupestre de Nawarla Gabarnmang. **Le premier objectif** est de reconstituer la chaîne opératoire ayant conduit à l'élaboration des peintures rupestres ornant le plafond et les piliers de l'abri depuis l'occupation initiale il y a près de 50 000 ans aux temps subactuels. **Ensuite**, une chronologie de différentes ornements est proposée à partir des éléments datés au sein des dépôts culturels du site et sur la base d'intercomparaisons entre les œuvres rupestres et les vestiges retrouvés en fouille. Le croisement des informations géomorphologiques, archéologiques et pariétales permettra **finalement** de replacer dans le temps et dans l'espace les différentes générations de représentations rupestres et les associer aux différentes phases d'occupation qui ont marqué ce site.

1. Les connaissances acquises sur les vestiges associés à l'art rupestre de Nawarla Gabarnmang

Les principales étapes de la chaîne opératoire ayant conduit à la réalisation des peintures rupestres de Nawarla Gabarnmang sont ici avancées sur la base des données acquises. Trois phases qui sont détaillées ci-dessous, ont pu être dégagées : (i) **phase 1**, qui englobe les actes d'acquisition des matières premières et leur acheminement sur le site, (ii) **phase 2**, qui concerne la préparation de la matière picturale (extraction de poudre colorante, mélange, traitement thermique) et (iii) **phase 3**, qui traite de l'application de la matière picturale.

1.1. Acquisition des matières premières

Sans prospection réalisée aux alentours du site pour répondre à la question des sources d'approvisionnement en matières premières, seules des hypothèses concernant ces sources peuvent être ici proposées. Elles sont basées sur les informations développées dans la première partie du mémoire (cf. § I.2.2.2. et § II.3.1.) et sur les résultats physico-chimiques obtenus sur le site de Nawarla Gabarnmang. Les résultats montrent notamment que les différents vestiges étudiés contiennent des oxydes de titane et du zirconium, éléments caractéristiques des matières premières présentes sur le Territoire du Nord (David *et al.*, 1993 ; Green *et al.*, 2007 ; Smith et Fankhauser, 2009). De plus, les analyses réalisées sur les matières premières retrouvées dans d'autres régions d'Australie telles que le

Queensland ou l'Australie méridionale, ont montré que le calcium y est plus abondant que dans celles étudiées sur le Territoire du Nord qui en contiennent très peu, voire pas du tout (David *et al.*, 1993 ; Smith et Fankhauser, 2009). Cette répartition est en partie le reflet de l'environnement géologique mais pas uniquement. En effet, l'étude des vestiges associés à l'art rupestre de Nawarla Gabarnmang souligne la présence de calcium en des quantités très faibles dont il reste à définir les origines possibles.

Ces matières premières ont pu être collectées sur le plateau de la Terre d'Arnhem, soit sur des sites à haute valeur symbolique, rattachés à un *Dreaming Being*, ou de manière plus opportune sur des sites exposés en surface, sur les versants, en bord ou fond de rivières, ou encore dans des carrières d'extraction (Chaloupka, 1993). La présence de roches volcaniques riches en oxydes de fer affleurant à une dizaine de kilomètres au nord de Nawarla Gabarnmang ainsi que de dolérites à moins d'un kilomètre au sud du site (cf. Fig. II-14) peuvent constituer une source relativement proche d'approvisionnement. Des minéraux peu répandus sur le plateau de la Terre d'Arnhem peuvent aussi avoir été échangés entre groupes sur de plus longues distances (Chaloupka, 1993). Par exemple, la jarosite a été identifiée sur différentes écailles colorées à Nawarla Gabarnmang (cf. Tableau V-28). Sa présence soulève la question d'échanges, de liens sociaux et économiques avec des groupes du Kimberley, dans une géographie différente de l'actuelle, sachant que la jarosite a souvent été identifiée dans l'art rupestre de cette région. Il est également possible qu'un gisement ponctuel de ce minéral, désormais épuisé, ait constitué la source d'approvisionnement.

Au-delà de la classification établie, les analyses physico-chimiques effectuées sur les différents vestiges ont révélé une certaine diversité minéralogique. Pour chaque phase minérale identifiée, une ou plusieurs sources potentielles sont proposées dans le tableau VI-1.

Certaines phases minérales ou associations minéralogiques ont le potentiel pour constituer des traceurs afin de réaliser des intercomparaisons non seulement entre les différents vestiges produits au cours de la chaîne opératoire de la fabrication de la matière picturale mais aussi entre ces vestiges et les peintures. Par exemple, l'étude des pièces facettées et striées, les matières premières dont est extraite la poudre colorante, a mis en évidence une signature chimique spécifique. L'identification récurrente d'éléments traces a permis de distinguer deux grands groupes chimiques : (i) **un premier groupe** comprenant des pièces composées d'une phase de **Zn-Ga-As** et (ii) **un second groupe** comportant des pièces riches en **W**. Ces éléments traces constituent des marqueurs physico-chimiques pour de prochaines recherches sur leur provenance respective. Outre ces éléments, les spécificités chimiques propres aux pièces facettées et striées en font des candidats idéaux en tant que marqueurs temporels, sur lesquels nous reviendrons dans la deuxième partie du chapitre (cf. § VI.2.1).

Phases minérales identifiées	Sources potentielles proposées
Apatite carbonatée	<i>in situ</i> (décomposition d'os)
Maghémite	<i>in situ</i>
Carbone amorphe	<i>in situ</i> /locale
Quartz	<i>in situ</i> /locale
Anatase	Locale
Dickite	Locale
Muscovite	Locale
Rutile	Locale
Goethite	Locale/éloignée/échange
Hématite	Locale/éloignée/échange
Kaolinite	Locale/éloignée/échange
Jarosite	Éloignée/échange Gisement ponctuel épuisé ?
Leucophosphite	Phase d'altération
Tinsleyite	Phase d'altération
Sulfate de calcium	Phase d'altération
Sulfate de fer	Phase d'altération
Variscite	Phase d'altération
Calcite ?	Naturelle, origine inconnue
Ilménite ?	Inconnue
Lizardite ?	Inconnue
Magnésioferrite	Inconnue
Phase de Zn-Ga-As	Inconnue
Phase enrichie en V-As associée à Fe	Inconnue
Titanite ?	Inconnue

Tableau VI-1 : Synthèse des sources proposées pour les phases minérales identifiées à Nawarla Gabarnmang

1.2. Méthodes de préparation de la matière picturale

1.2.1. Extraction de la poudre colorante

Après leur sélection et leur acheminement, la poudre colorante est extraite des matières premières ferrugineuses par abrasion sur des outils de type meule (cf. § V.1.1.3.). Des indices d'abrasion et de raclage ont en effet été relevés sur plusieurs pièces facettées et striées. L'étude technologique a montré que les pièces n'ont pas été travaillées selon une seule et même gestuelle ;

chaque pièce a sa propre histoire technologique (cf. Tableau V-6). Cependant, sur l'ensemble des pièces, les stries sont fines et couvrent la quasi-totalité des plages usées. Elles peuvent être longitudinales, transversales ou obliques par rapport à un axe principal, ces changements d'orientation pouvant se traduire par un changement de gestuelle voire d'opérateur au cours d'un ou plusieurs événements espacés ou non dans le temps. Les facettes ont été formées sur les surfaces les plus grandes offertes par les pièces, aussi bien sur les faces supérieures et inférieures, les bords, en partie proximale et distale. La diversité des couleurs et des textures de ces vestiges culturels soulignerait une absence de préférence vis-à-vis d'une matière particulière.

1.2.2. Les minéraux à l'origine des couleurs à Nawarla Gabarnmang

À Nawarla Gabarnmang, la couleur **noire** est produite par l'utilisation de charbon, identifié sur deux écailles qui présentent des traits noirs, dont l'écaille retrouvée dans le Carré E sur laquelle est dessiné un motif incomplet noir (cf. Fig. II-24) qui constitue le pictogramme le plus ancien de Nawarla Gabarnmang et d'Australie (David *et al.*, 2013a). La couleur **jaune** est produite par l'utilisation de matières colorantes à base de goethite. Les couleurs **rouges**, **orange** et **mauves** sont obtenues à partir de l'emploi d'oxydes de fer sous forme d'hématite plus ou moins bien cristallisée. L'obtention de la couleur rouge peut aussi s'effectuer par chauffage de matières colorantes jaunes (cf. *infra*). La production de la couleur **blanche** résulte de l'utilisation de différents minéraux (sulfate de calcium, titanite) et de mélanges de calcite ou d'aluminosilicates potassiques avec des oxydes de titane (cf. § V.3.2.4.). La kaolinite a, quant à elle, été identifiée sur des résidus de matière argileuse retrouvés en fouille. Ce minéral a vraisemblablement été utilisé pour la réalisation de peintures blanches et/ou comme charge ajoutée dans la matière picturale.

1.2.3. Mélanges naturels ou mélanges anthropiques ?

Les étapes de broyage et de mélange constituent la suite de la chaîne opératoire précédemment définie. Au stade actuel des connaissances acquises en l'absence de prélèvements sur les panneaux ornés, il reste difficile de trancher entre mélanges naturels et anthropiques volontaires. L'identification de plusieurs phases minérales – notamment sur les écailles colorées – peut traduire l'utilisation de différentes recettes picturales ou, simplement, mettre en évidence un approvisionnement diversifié, de différentes sources, soulignant dès lors une maîtrise des ressources naturelles.

La kaolinite, identifiée sur plusieurs vestiges tels que les résidus de matière colorante et les écailles colorées (cf. § V.2.1.4. et V.3.2.4.) a pu être ajoutée délibérément en tant que charge pour améliorer les propriétés physiques de la matière picturale (adhésion au support, fluidité, pouvoir de recouvrement) ou dans un souci économique envers des matières premières plus difficiles d'approvisionnement ou d'accès. Les charges témoignent ainsi d'un mode de préparation spécifique et permettent d'individualiser des recettes picturales. Toutefois, leur présence peut aussi résulter d'un mélange naturel et ainsi constituer un indice de provenance. L'analyse chimique des pièces facettées et striées a montré qu'elles sont riches en aluminosilicates, constituants entre autres de la kaolinite : or ce minéral a été identifié sur plusieurs résidus de matière colorante ainsi que sur différentes écailles. La présence quasi systématique de ce minéral, à la fois dans les matières premières et dans les couches

picturales des écailles tend à suggérer que la présence de kaolinite résulterait plus d'un mélange naturel que d'un ajout volontaire. Par ailleurs, le titane, présent sous forme d'oxyde, a été détecté sur différentes pièces facettées et striées, sur plusieurs écailles colorées ainsi que de manière systématique dans les résidus de matière colorante. Les quantités identifiées apparaissent cependant très faibles pour envisager un ajout volontaire et tendraient à considérer un mélange naturel. **Les mélanges fréquents entre les minéraux de fer, les minéraux argileux et les oxydes de titane**, identifiés à la fois sur les couches colorées des écailles, sur des pièces facettées et striées ainsi que dans les résidus de matière colorante, tendent à envisager plutôt des **mélanges naturels** que des ajouts intentionnels dans la matière picturale. Les associations, d'une part, entre hématite et jarosite, et d'autre part, entre hématite et magnésioferrite, sont, quant à elles, plus ambiguës et la question du mélange naturel ou intentionnel demeure ouverte. En aucun cas, il ne peut s'agir de phases d'altération du substrat formées *ante* ou *post* enfouissement.

Enfin, à Nawarla Gabarnmang, la question concernant l'ajout de fragments osseux en tant que charge dans la matière picturale reste posée. Seules des analyses, *in situ* ou sur des micro-prélèvements, des peintures rupestres du site pourraient répondre à cette hypothèse. À ce jour, aucune trace d'apatite, constituant majeur des os, n'a été identifiée sur les vestiges associés à l'art rupestre. Seuls plusieurs petits résidus riches en apatite et présentant parfois une morphologie caractéristique de leur nature osseuse ont été découverts au cours des fouilles. Il est vraisemblable que la présence de ces résidus provienne de la dégradation de restes fauniques, dégradation causée à la fois par l'acidité du sol et par leur consommation par les termites.

La question de la présence de liants organiques n'a pas été abordée dans notre recherche et reste donc en suspens pour le moment ; les analyses mises en œuvre jusqu'à ce jour ne permettent pas de déterminer leur présence.

1.2.4. Traitement thermique

L'obtention de la couleur rouge peut s'effectuer par chauffage de matières colorantes jaunes. Néanmoins, la caractérisation des résidus de matière colorante orange à rouge retrouvés à Nawarla Gabarnmang ne permet pas de déterminer si leur couleur est naturelle ou si elle résulte d'un chauffage intentionnel ou accidentel (cf. § V.2.1.4.). Plusieurs indices tels que les propriétés magnétiques révélées sur une forte proportion de résidus, la présence de maghémite, la prédominance de la couleur rouge malgré une large diversité de la palette chromatique et la présence de plusieurs résidus jaunes avec des traces rouges ont permis d'émettre l'hypothèse d'un traitement thermique des matières colorantes à Nawarla Gabarnmang. Si la découverte d'importantes quantités de charbon traduit la présence d'anciens foyers de combustion, il est difficile de savoir si des matières colorantes jaunes ont été chauffées de manière à obtenir des matières colorantes rouges ou si des matières ferrugineuses présentes dans le milieu d'enfouissement ont pu subir de telles transformations. La présence d'autres phases minérales de « haute température » associée à la présence de maghémite, telles que le rutile et la métakaolinite, permet seulement d'estimer une température de chauffe mais en aucun cas, de trancher entre un chauffage intentionnel ou accidentel.

1.3. Application de la matière picturale

Les techniques d'application sont abordées par l'observation minutieuse des parois ornées. L'analyse de prélèvements de peinture peut aussi apporter dans certains cas une réponse à cette problématique (comme la découverte d'un poil de « pinceau », observé sur un échantillon de Lascaux, comm. pers. E. Chalmin et C. Vignaud). L'étude des techniques d'application permet également de déterminer le lien entre la nature de la matière picturale et la manière de l'appliquer (Menu *et al.*, 1993 ; Roebroeks *et al.*, 2012 ; d'Errico *et al.*, 2016) : a-t-elle été appliquée à l'état pâteux, semi-liquide ou liquide, avec des doigts, des pincesaux, des tampons, ou projetée ?

À Nawarla Gabarnmang, R.G. Gunn (2016) propose six techniques d'application du mélange pictural (Tableau VI-2) et remarque que la technique employée limite parfois la gamme des types et des formes des motifs. Par exemple, les mains négatives sont invariablement associées à la technique du pochoir. De plus, l'auteur constate une évolution de ces techniques : l'application par dessin devient plus importante au fil du temps, celle par projection connaît un déclin et la technique consistant à l'application de peinture reste, quant à elle, une constante.

Techniques d'art rupestre	Descriptions
Peinture	Application de la matière picturale liquide avec un instrument (pinceau, spatule, doigt)
Dessin	Application directe d'une matière colorante non préparée
Projection	Matière picturale, généralement liquide, soufflée <i>via</i> la bouche ou par l'intermédiaire d'un objet creux
Pochoir	Projection de matière picturale liquide sur et autour d'un objet pour produire un motif en négatif
Tampon	Tamponnage d'un objet recouvert de matière picturale liquide pour produire un motif en positif
Appliqué	Application de cire d'abeille ou autre matériau sur une surface

Tableau VI-2 : Techniques d'application de la matière picturale à Nawarla Gabarnmang (d'après Gunn, 2016)

Le croisement entre les informations pariétales et les résultats des analyses physico-chimiques, a permis de poser différentes hypothèses sur la chaîne opératoire ayant conduit à la réalisation de l'ornementation à Nawarla Gabarnmang. Les informations sur l'acquisition et les sources des matières premières demeurent, cependant, incomplètes. De futures recherches de prospection sont indispensables afin de mieux cerner les stratégies d'approvisionnement, les choix entre les différentes sources ainsi que les relations sociales entre les groupes ayant occupé le plateau de la Terre d'Arnhem, voire avec des régions plus éloignées comme le Kimberley. Si l'étude des vestiges retrouvés en fouille est une source indéniable d'informations sur l'art rupestre, il est aussi évident que l'absence d'étude des matières picturales mêmes, que ce soit sur les peintures *in situ* ou à partir de micro-prélèvements,

constitue un verrou à la reconstitution des savoir-faire des Hommes, verrou que nous espérons pouvoir lever un jour.

2. Les vestiges de l'art dans le temps et l'espace

L'approche intégrée mise en œuvre à Nawarla Gabarnmang a permis de mettre en évidence des espaces différents au sein du site et différentes temporalités, notamment entre la partie occidentale où se situent les plus anciens témoins archéologiques (Carrés A, D, F+ILM, R et Q) et la partie orientale, marquée par l'enlèvement partiel de piliers, la création avortée d'espaces ouverts dans lesquels se concentrent les témoins les plus récents tant archéologiques (datations des fréquentations humaines – Carrés B et P – et aménagements) que pariétaux – Panneaux D et E1 – (cf. § II.3.) (Delannoy *et al.*, 2017). Il importe dès lors de s'interroger sur cette répartition spatiale commune aux données archéologiques, anthropiques (aménagements) et pariétales : s'agit-il d'une simple coïncidence sans corrélation ou d'une répartition liée à une même dynamique ? Est-ce que l'évolution physique du site est cohérente avec les datations des fréquentations humaines et la chronologie des peintures ? Enfin, est-ce que cette dualité spatiale se dessine au travers de la nature et de la quantité des vestiges associés à l'art rupestre retrouvés dans les carrés de fouille ? Est-ce que la prise en compte de l'organisation spatiale du site permet de mieux saisir la conservation différentielle de ces vestiges ? Est-ce que la partie orientale du site, plus ouverte, plus exposée aux vents, zone de passage privilégié par les hommes et les animaux, ne serait-elle pas plus vulnérable aux processus de dégradation des vestiges archéologiques ? Répondre à toutes ces questions nécessite de croiser les données acquises grâce aux études géomorphologiques, anthropo-géomorphologiques, archéologiques, pariétales et physico-chimiques. Leur intégration dans l'histoire spatio-temporelle de l'occupation du site permettra de reconstituer son histoire culturelle, voire artistique, depuis les premières fréquentations humaines jusqu'à la dernière visite connue du site en 1935 AD, hors visite des équipes scientifiques (Gunn, 2016).

2.1. L'approche chronologique

L'art actuellement visible sur le plafond de Nawarla Gabarnmang a été produit au cours de plusieurs phases de réalisation artistique sur plusieurs milliers d'années, débutant quelque part entre 14 000 et 3000 ans BP et cessant en 1935 AD (Gunn, 2016). Outre les informations qui ont permis de reconstituer des segments de la chaîne opératoire de fabrication de la matière picturale, l'étude des vestiges associés à l'art rupestre dans le temps et dans l'espace permet de conforter cette idée et révèle des preuves d'une activité picturale plus ancienne (David *et al.*, 2013a), pouvant apporter des renseignements sur l'art potentiellement disparu suite à l'enlèvement des piliers et l'effondrement d'anciennes strates de plafond ainsi que sur l'ancienneté de l'art porté par les piliers.

Dans un premier temps, l'ensemble des informations chronologiques propre à chaque classe de vestiges considérés comme culturels – les meules et la molette, les pièces facettées et striées, les gouttes de peinture, les écailles peintes –, et à statut indéterminé – principalement les résidus de matières colorantes et argileuses – est présenté. Dans un second temps, ces informations chronologiques sont croisées avec les données temporelles obtenues grâce aux études géomorphologiques et pariétales afin de proposer un âge aux peintures par intercomparaison ou du moins afin de proposer une période d'activité artistique dans les différents secteurs étudiés du site.

2.1.1. Détermination de l'âge des vestiges culturels

Les meules et la molette

Les meules et la molette étudiées ont été découvertes dans les dépôts culturels datant des 400 dernières années dans un carré de fouille situé dans la partie centrale de l'abri (Carré B). Cependant, aucune autre preuve d'une activité picturale n'a été mise au jour lors de la fouille du carré dont sont issues ces vestiges. Cette absence suggère un déplacement des meules et de la molette après leur utilisation dans ce secteur du site. Il est impossible de déterminer la date de leur première utilisation. Au vu de l'état d'abrasion de leur surface active (cf. § V.1.1.2.), on peut suggérer que soit ces vestiges ont servi au travail de matières colorantes pendant une longue durée, soit qu'elles ont été utilisées de manière intensive sur une période de temps plus réduite, jusqu'à leur abandon il y a 400 ans.

Les pièces facettées et striées

Les pièces facettées et striées sont considérées comme des vestiges témoins de l'émergence du comportement moderne et symbolique, voire d'une activité picturale passée. À Nawarla Gabarnmang, dix-huit pièces facettées et striées ont été découvertes dans six carrés de fouille distribués dans la partie occidentale du site ; leur âge s'étale entre 45 000 ans cal BP pour la plus ancienne retrouvée dans le Carré F, jusqu'à moins de 400 ans cal BP (Tableau VI-3).

Cinq pièces facettées et striées ont un âge inférieur à 400 ans cal BP, correspondant à la période artistique récente **Jawoyn Bim** : trois pièces proviennent du secteur 9 (Carrés A et D), une autre a été exhumée du Carré R et la dernière a été mise au jour dans des dépôts culturels âgés de moins de 200 ans cal BP au sein du Carré ILM. Cinq objets facettés et striés sont âgés de moins de 6000 ans cal BP : trois objets issus du Carré R, sont âgés de moins de 1400 ans cal BP, celui découvert dans le Carré A a un âge compris entre 2100 et 3400 ans cal BP et l'unique objet retrouvé dans le Carré K a été retrouvé dans des dépôts culturels datés de moins de 6000 ans cal BP. Enfin, sept pièces facettées et striées ont un âge variant entre 12 000 et 18 000 ans cal BP : deux pièces ont été découvertes dans le secteur 9, deux proviennent du Carré R et les trois derniers objets sont issus de la fouille du Carré N. Toutes les pièces facettées et striées retrouvées sont de couleur rouge, les pièces bicolores présentant aussi des teintes rouges, indiquant un usage continu de cette couleur que

ce soit pour réaliser les monochromes rouges lors des plus anciennes périodes artistiques (**Mimi A** et **Mimi B**, 14 000 à 400 ans BP) ou pour réaliser par exemple les détails intérieurs des nombreux bichromes à base de blanc au cours de la période **Jawoyn Bim**, débutant il y a près de 400 ans BP et cessant en 1935 AD.

L'âge conféré aux pièces facettées et striées est un âge lié à leur abandon plutôt qu'à leur utilisation. En effet, les différentes orientations des stries observées (cf. § V.1.2.2.) peuvent traduire des gestes techniques différents réalisés soit par un même opérateur au cours d'une ou plusieurs sessions, soit par différents opérateurs au fil du temps. La date de leur première utilisation est impossible à déterminer ainsi que le temps écoulé entre plusieurs sessions. Au final, seule la date de leur abandon définitif est connue. Par conséquent, les informations chronologiques seront utilisées ultérieurement lors de la synthèse de l'ensemble des données temporelles (cf. § VI.2.1.2.).

La mise en parallèle entre la nature chimique des pièces facettées et striées (en particulier, en termes d'éléments traces communs) et leur âge montre une tendance (Tableau VI-4). Cinq pièces présentant une phase de Zn-Ga-As ont été retrouvées dans des dépôts culturels âgés entre 200 et 1400 ans cal BP, dans les Carrés A, R et ILM. En revanche, une seule pièce âgée de 13 000 – 18 000 ans cal BP mise au jour dans le Carré A présente une telle phase minérale. Il s'agit d'un premier constat, les analyses chimiques et minérales devant être poursuivies pour confirmer ou infirmer ce premier résultat. Cette tendance pourrait traduire une préférence pratique et/ou symbolique pour certains types de matières premières. Une hypothèse concernant un changement de type de matières premières lié à une évolution des pratiques artistiques, symboliques ou de sources d'approvisionnement peut également être questionnée.

Un seul vestige portant des facettes et des stries âgé de 45 000 ans cal BP, correspondant au début de la fréquentation de l'abri par les Hommes il y a 48 000 ans (David *et al.*, 2011) a été découvert. Le nombre de tels vestiges augmente sur la période entre 12 000 et 18 000 ans cal BP. Ce nombre reste élevé sur la période s'étendant de <1400 à <6000 ans cal BP ainsi qu'au cours des 400 dernières années. La fréquence du nombre d'objets facettés et striés retrouvés en fonction du temps tend à appuyer les conclusions proposées par R.G. Gunn (2016) qui fait débiter la production de l'art toujours visible sur le plafond de Nawarla Gabarnmang il y a près de 14 000 ans BP. Toutefois, en plus de la découverte de l'écaïlle rocheuse avec le dessin au charbon, la présence des pièces facettées et striées, en contexte pariétal, dans des dépôts culturels âgés de plus de 14 000 ans BP, peut constituer un indice supplémentaire pour argumenter en faveur d'une production culturelle, voire artistique, plus ancienne.

Âges (cal BP)	<400	<1400	2100 – 3400	<6000	12 000 – 16 000	13 000 – 18 000	20 500 – 20 800	45 000	Total
Carrés									
P									0
F+ILM	1							1	2
N							3		3
K				1					1
G									0
R	1	3			2				6
Q									0
B									0
A	2		1			1			4
D	1				1				2
Total	5	3	1	1	3	1	3	1	18

Tableau VI-3 : Groupes d'âge (en cal BP) des pièces facettées et striées mis au jour dans les carrés de fouille

Pièces facettées et striées	Compositions chimiques *	Âges (ans cal BP)
A74FXU30(4)	Teneurs élevées en Mg et K	45 000
A74NXU27T2	Aucun élément discriminant particulier	20 500 – 20 800
A74NXU28-1		20 500 – 20 800
A74NXU28-2		20 500 – 20 800
A74AXU26	Teneur élevée en Mn ; inclusions Pb + Cu : phase de Zn-Ga-As	13 000 – 18 000
A74RXU34N1	Teneur élevée en W , Ti et P	12 000 – 16 000
A74RXU35N1	Teneur relativement élevée en W (près de la LOD)	12 000 – 16 000
A74DXU16-1		12 000 – 13 700
A74KXU9A(2)	Zone rose : Ca, Fe, Zn, As et Ba ; zone rouge : Si, Ba , Mg, Cu, Sr (peu de Fe)	<6000
A74AXU10-4		2100 – 3400
A74RXU18(4)	Teneurs élevées en Zr, Cr et Ti ; phase de Zn-Ga-As	<1400
A74RXU21T1	Faible teneur en Fe ; teneurs élevées en Ti, Cu, Sr, Zr et Pb + phase de Zn-Ga-As	<1400
A74RXU23-1	Teneur élevée en W	<1400
A74AXU2-1	Teneurs élevées en Ti et P + phase de Zn-Ga-As	<400
A74AXU3	Si > Fe ; teneurs élevées en P, Ca, K, Cu, Rb et Sr + phase de Zn-Ga-As	<400
A74DXU3		<400
A74RXU11		<400
A74MXU5(1)	Zone mauve : Cr, Ni, Cu, Zn, Ga, As ; zone grise (usée) : Fe et W	<400

Tableau VI-4 : Âge et compositions chimiques des pièces facettées et striées (* : composition chimique obtenue par analyse PIXE)

Les résidus de matières colorantes et argileuses

Afin de proposer un âge de réalisation pour les peintures sous l'abri, des comparaisons sont faites entre la quantité et la couleur des résidus de matière colorante exhumées avec le nombre et la couleur des motifs picturaux identifiés au sein de chaque couche picturale, ces motifs étant, pour rappel, corrélés à une phase de réalisation artistique (Gunn, 2016). Deux hypothèses sont ici émises par secteur (Fig. VI-1). La première est que peu de temps s'est écoulé entre la fabrication des matières picturales et leur application, ce qui sous-entend que l'âge des dépôts culturels dans lesquels les résidus de matières colorantes et argileuses ont été retrouvés est le même que celui de la réalisation des motifs peints. La seconde hypothèse repose sur la probabilité que les résidus de matières colorantes et argileuses proviennent de la fabrication des matières picturales qui ont été utilisées pour peindre les panneaux et les piliers à proximité immédiate des carrés de fouille dans lesquels ils ont été découverts. Il est, en effet, possible que certains des résidus proviennent d'un autre usage ; dans ce cas, il n'y a pas de correspondance avec la réalisation de peinture à une période donnée. Par exemple, les résidus retrouvés dans le Carré P résultent de la fabrication des matières picturales appliquées sur le Panneau E1 situé immédiatement au-dessus de ce carré, et non pas sur des panneaux situés à l'autre extrémité du site tels que par exemple les Panneaux L ou B1.

Pour rappel, les niveaux élémentaires (XU) n'ont pas fait l'objet de croisement d'informations entre les différents carrés fouillés du site : ainsi, un XU dans un carré n'a aucun rapport avec le XU portant le même numéro d'un autre carré. Par exemple, les XU4 du Carré A et du Carré D ne sont pas forcément situés à la même profondeur, à un même niveau archéologique et en conséquence n'ont pas le même âge.

❖ **Secteur E**

Près d'une centaine de résidus de matière colorante présentant un large panel de couleurs – jaune, rouge orangé, rouge, brune et mauve – a été retrouvée le long de la séquence stratigraphique du Carré P, entre XU1 et XU22 (Fig. VI-2), traduisant une activité artistique continue depuis 4240 ans cal BP. Seulement trois résidus ont été retrouvés dans des dépôts culturels datés entre 2580 et 4240 ans cal BP (« Phase Radiocarbone I »). Le nombre de résidus augmente en remontant la séquence stratigraphique (Fig. VI-3) : douze résidus ont été mis au jour dans des dépôts entre 1030 et 1370 ans cal BP (« Phase Radiocarbone II »), vingt-quatre résidus ont été découverts dans des dépôts situés entre 390 et 510 ans cal BP (« Phase Radiocarbone III »). Enfin, la majorité des résidus, soit un total de 58 résidus, ont été retrouvés dans des dépôts culturels datés de moins de 180 ans cal BP (« Phase Radiocarbone IV »).

Les informations pariétales et archéologiques obtenues sur le Panneau E1 et le Carré P semblent se prêter parfaitement à l'exercice d'intercomparaison, en raison de la présence continue de résidus de matières colorantes et argileuses le long de la séquence stratigraphique du carré.

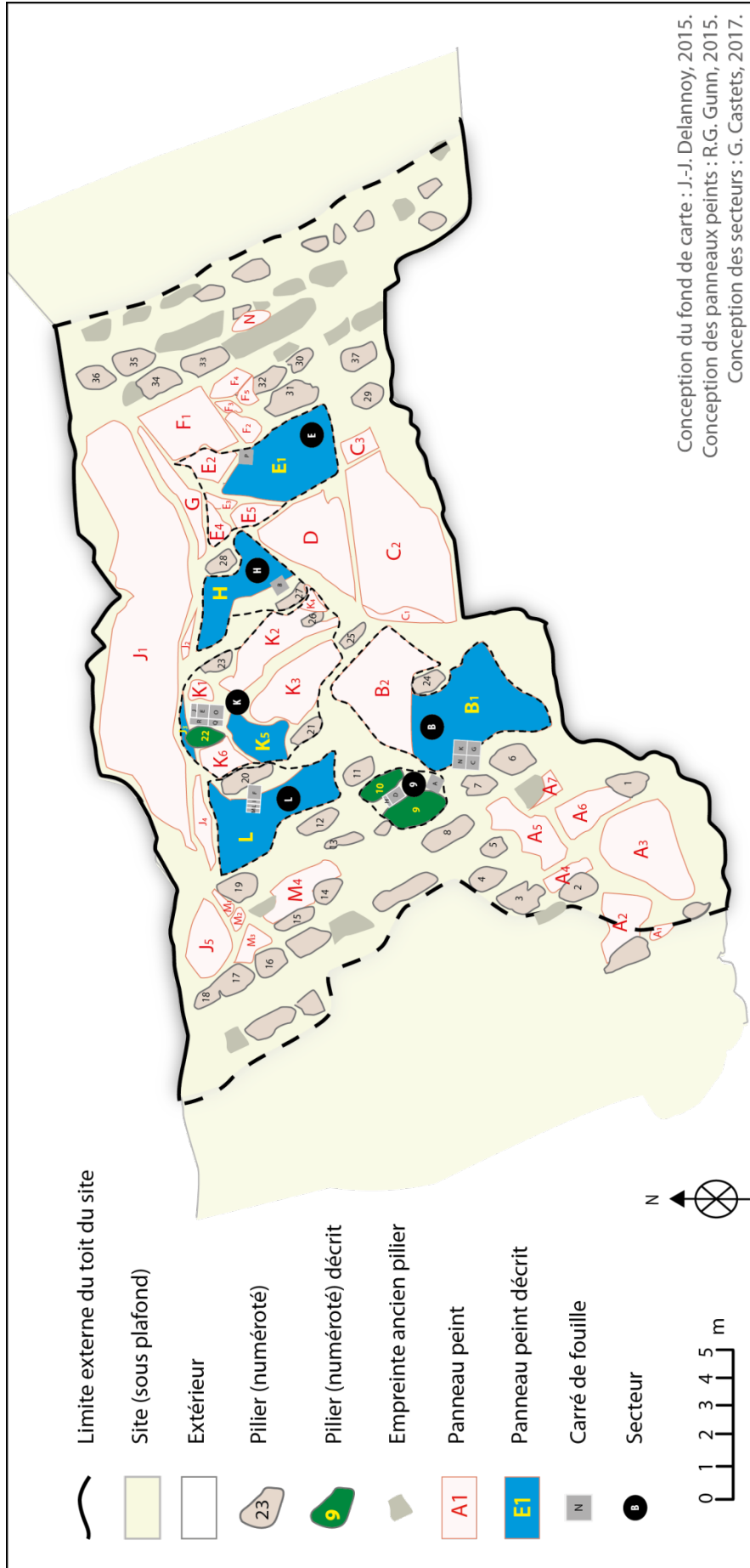


Figure VI-1 : Carte du plafond et des carrés de fouille, avec secteurs définis à Navaria Gabarrmang

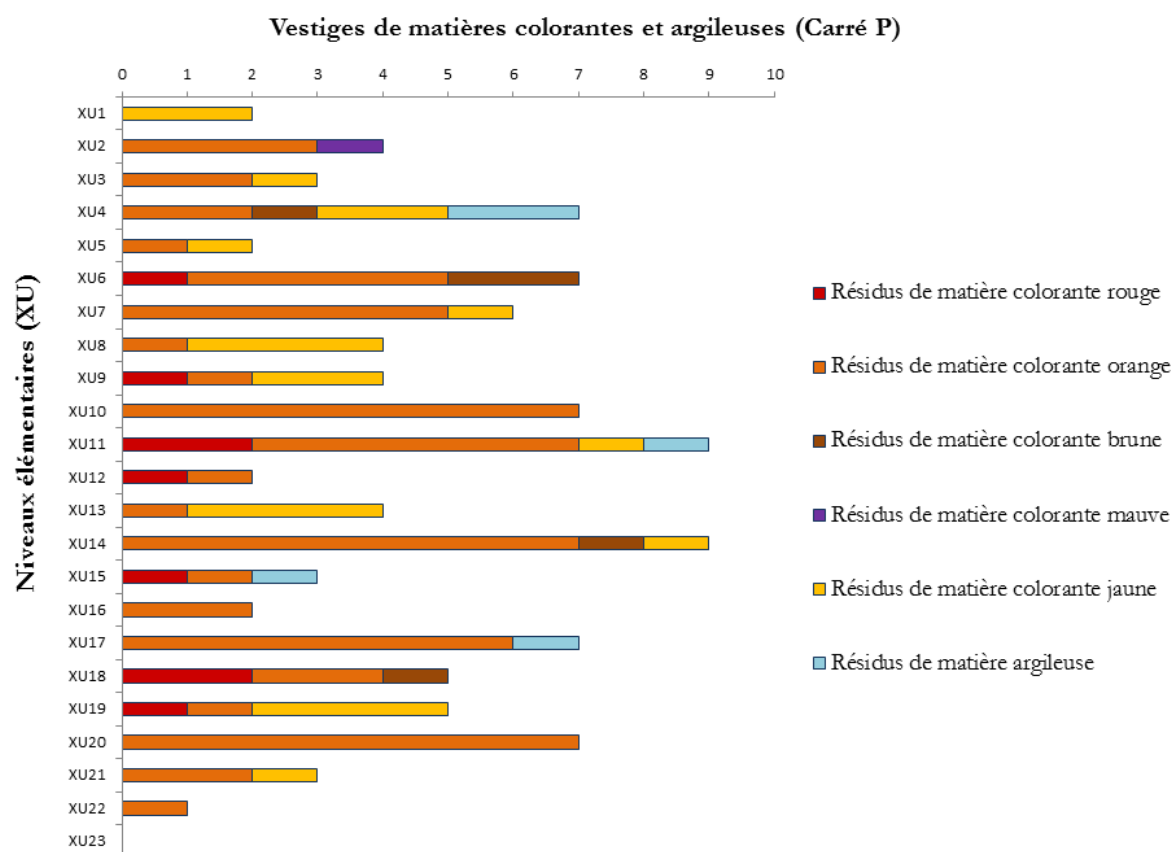


Figure VI-2 : Répartition des résidus de matières colorantes et argileuses le long de la séquence stratigraphique du Carré P

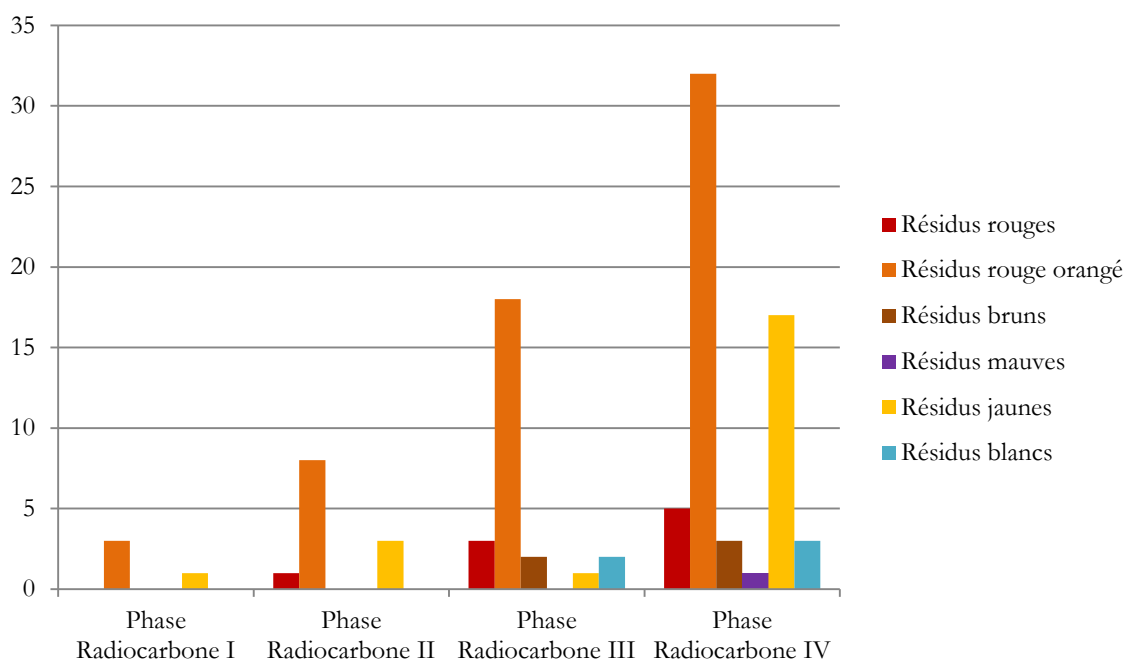


Figure VI-3 : Fréquence des couleurs des résidus de matières colorantes retrouvées dans le Carré P selon les « Phases Radiocarbone »

Le tableau VI-5 présente les corrélations proposées entre les phases de réalisation artistique du Panneau E1 avec les phases radiocarbone du Carré P. Ainsi, nous proposons pour les motifs peints pendant la phase de réalisation E1/I, les plus anciens encore visibles sur le Panneau E1, un âge compris entre 2580 et 4240 ans cal BP. Nous associons les phases de réalisation E1/II et E1/III à la « Phase Radiocarbone II », conférant ainsi aux peintures produites durant cette période un âge compris entre 1030 et 1370 ans cal BP. La phase de réalisation E1/IV, où prédomine la couleur blanche, est associée à la « Phase Radiocarbone III », datée entre 390 et 510 ans cal BP. Cette dernière corrélation a pu être établie de manière plus affirmée grâce à l'étude menée sur les gouttes de peinture découvertes dans XU18 (cf. *infra*), la faible quantité de résidus blancs comparée au grand nombre de motifs blancs peints, n'étant pas suffisamment révélatrice. Enfin, les phases de réalisation E1/V et E1/VI ont été corrélées à la « Phase Radiocarbone IV », donnant un âge inférieur à 180 ans cal BP aux grands polychromes de barramundis.

Nb. de résidus	Couleurs des résidus	Phases Radiocarbone	Phases de réalisation E1	Nb. de motifs	Couleurs des motifs
4	Orange , jaune	I (2580 – 4240 ans cal BP)	I	21	Rouge
12	Orange , rouge, jaune	II (1030 – 1370 ans cal BP)	II	12	Jaune
			III		Rouge
26	Orange , rouge, brun, blanc, jaune	III (390 – 510 ans cal BP)	IV	39	Blanc , blanc + rouge, orange, blanc + jaune
61	Orange , jaune , rouge, brun, blanc, mauve	IV (<180 ans cal BP)	V	1	Blanc + orange
			VI		Polychrome (blanc, rouge, orange, mauve)

Tableau VI-5 : Corrélation des phases de réalisation identifiées sur le Panneau E1 et des phases radiocarbone identifiées dans le Carré P
(**C** : couleur majeure, **C** : couleur mineure) (orange = rouge orange)

❖ Secteur L

Dans les Carrés F+ILM, les résidus de matière colorante retrouvés sont de couleur rouge et rouge orangé. Les résidus du Carré F ont été trouvés en haut de la séquence stratigraphique : entre les niveaux XU2 et XU11 pour cinq résidus du Carré F (<400 ans cal BP et <1300 – 1600 ans cal BP). Pour le Carré ILM, les onze résidus se situent entre les XU4 et XU12, soit sur une période allant de <400 ans cal BP à 1500 – 22 000 ans cal BP, avec un pic dans XU6 daté de moins de 1700 ans BP (Fig. VI-4).

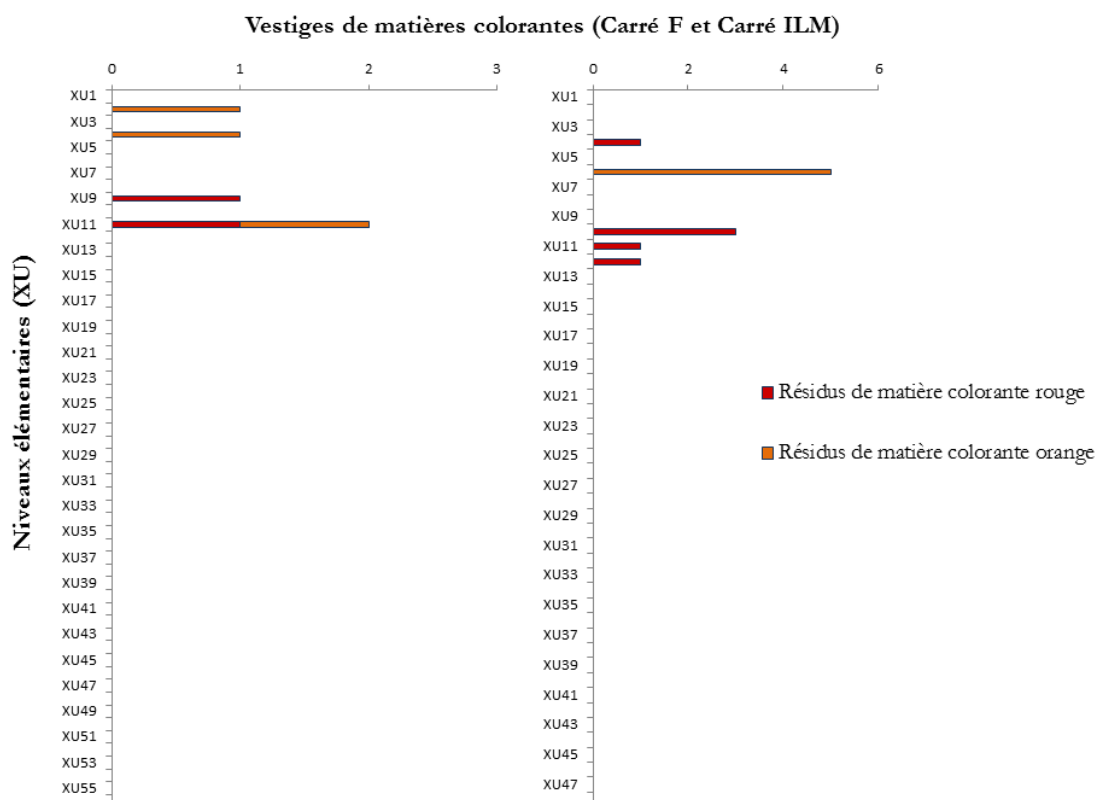


Figure VI-4 : Répartition des résidus de matière colorante le long des séquences stratigraphiques des Carrés F et ILM

Sept phases de réalisation artistique ont été identifiées pour le Panneau L (cf. Tableau III-4). D'après les informations géomorphologiques, le plafond sur lequel est peint ce panneau a été créé dans une fourchette de temps compris entre 21 495 et 23 909 ans cal BP (cf. § II.3.1.) (Delannoy *et al.*, 2017). Par conséquent, les peintures de la phase de réalisation L/I, soit la phase la plus ancienne, sont âgées au maximum de 24 000 ans. Les résidus de matière colorante retrouvés dans des dépôts âgés de moins de 400 ans cal BP peuvent appartenir à la phase de réalisation L/VI tandis que ceux découverts dans les dépôts plus anciens peuvent avoir été produits lors des phases de réalisation L/I, L/II ou L/III. Par ailleurs, nous gardons à l'esprit la présence du pilier peint 20 à l'aplomb du Carré F, pour lequel les peintures n'ont pas encore été étudiées et donc pour lequel les correspondances avec les vestiges de ces deux carrés n'ont pas pu être réalisées.

❖ Secteur B

Un total de dix résidus de matière colorante a été mis au jour. Tandis qu'un unique résidu jaune a été découvert dans le haut de la séquence stratigraphique du Carré K daté de <400 ans cal BP, les résidus des Carrés N et G ont été retrouvés au bas de leurs séquences stratigraphiques respectives (Fig. VI-5). Un résidu de couleur rouge a été mis au jour dans le XU17 du Carré G daté entre 21 500 et 22 200 ans cal BP. Huit résidus ont été exhumés du Carré N : un de couleur orange et un autre de couleur mauve dans XU21 daté de moins de 20 800 ans cal BP ainsi que six résidus de couleur rouge dans XU27, daté entre 20 500 et 20 800 ans cal BP.

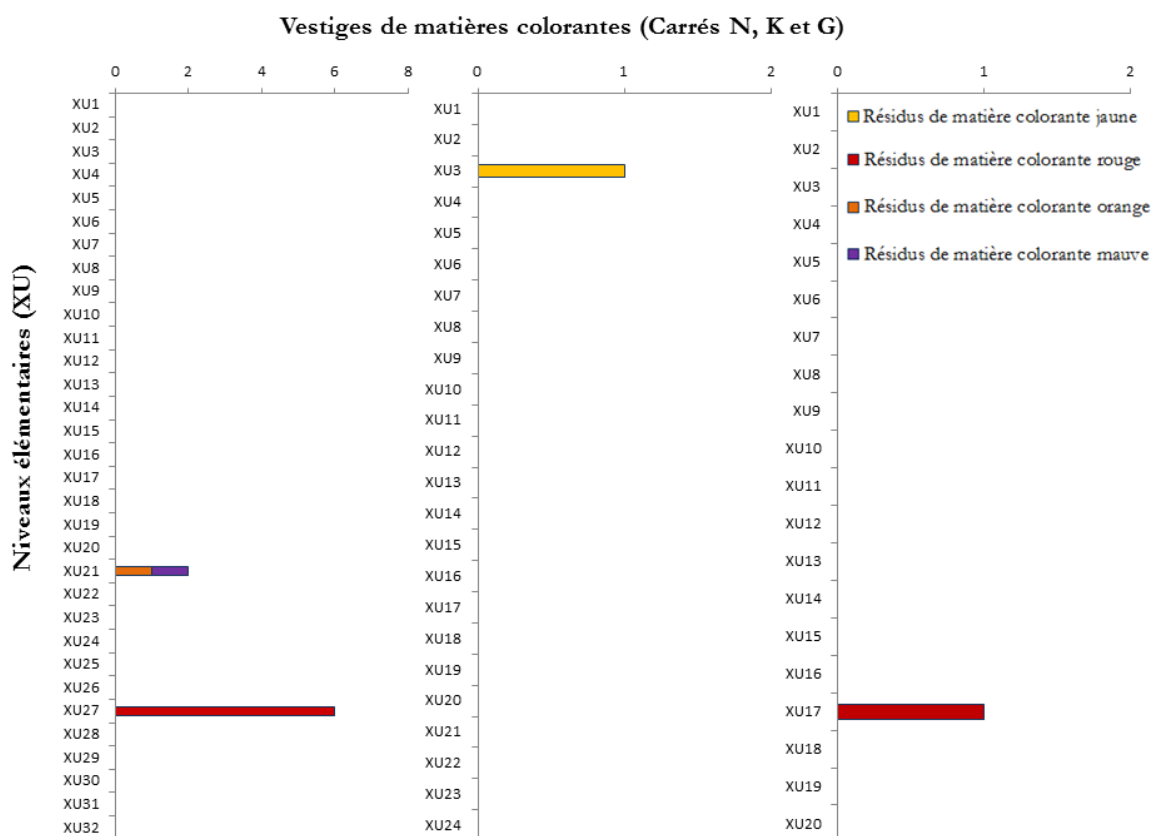


Figure VI-5 : Répartition des résidus de matière colorante le long des séquences stratigraphiques des Carrés N, K et G

Six phases de réalisation ont été identifiées sur le Panneau B1 au-dessus des Carrés N, K et G (cf. Tableau III-5). La couleur jaune est très présente au cours des phases de réalisation B1/II et B1/V. Le résidu jaune découvert dans le niveau XU3 du Carré K est âgé de moins de 400 ans cal BP. Au vu de sa position dans le haut de la séquence stratigraphique, il semblerait que ce résidu provienne de la « repeinte » du motif d'échidné pendant la phase de réalisation B1/V (cf. Tableau III-5). Les résidus retrouvés dans le bas des séquences stratigraphiques des Carrés N et G seraient issus, quant à eux, de la fabrication de matières picturales utilisées pendant la phase de réalisation B1/I. La présence d'un résidu mauve dans le niveau XU21 du Carré N suggère en effet une association avec cette phase de réalisation marquée par la présence d'un motif réalisé avec de fins traits de couleur mauve.

❖ **Secteur K**

Alors qu'un seul résidu de couleur rouge a été exhumé au bas de la séquence stratigraphique du Carré Q (XU35), daté entre 3000 et 14 700 ans cal BP, dix-huit résidus ont été mis au jour entre les niveaux XU1 et XU34 du Carré R, soit sur une période de temps comprise entre <400 ans cal BP et 12 000 – 16 000 ans cal BP. La majorité des résidus sont retrouvés dans des dépôts datés de moins de 400 ans cal BP (Fig. VI-6).

Dans le secteur K, plusieurs panneaux peints, à la fois sur plafond (dix panneaux peints) et sur piliers (piliers peints 22 et 23) sont présents (cf. Fig. III-3). Il est ainsi difficile d'établir de corrélation entre les résidus découverts dans les carrés de fouille et les peintures du secteur : proviennent-ils de la fabrication de matières picturales pour peindre un seul panneau ?, plusieurs panneaux ?, et si oui, quels sont exactement les panneaux concernés ? Ce sont dix résidus aux tons rouges qui ont donc été découverts le long de la séquence stratigraphique du Carré R. Or, la couleur rouge est présente dans plusieurs phases de réalisation sur un même panneau, ne permettant pas de « dater » précisément l'exécution des peintures rouges (Tableaux VI-6 et VI-7). En revanche, la découverte de neuf résidus jaunes dans le niveau XU2 semble indiquer un événement artistique majeur inférieur à 400 ans cal BP, ayant impliqué la production de peintures jaunes.

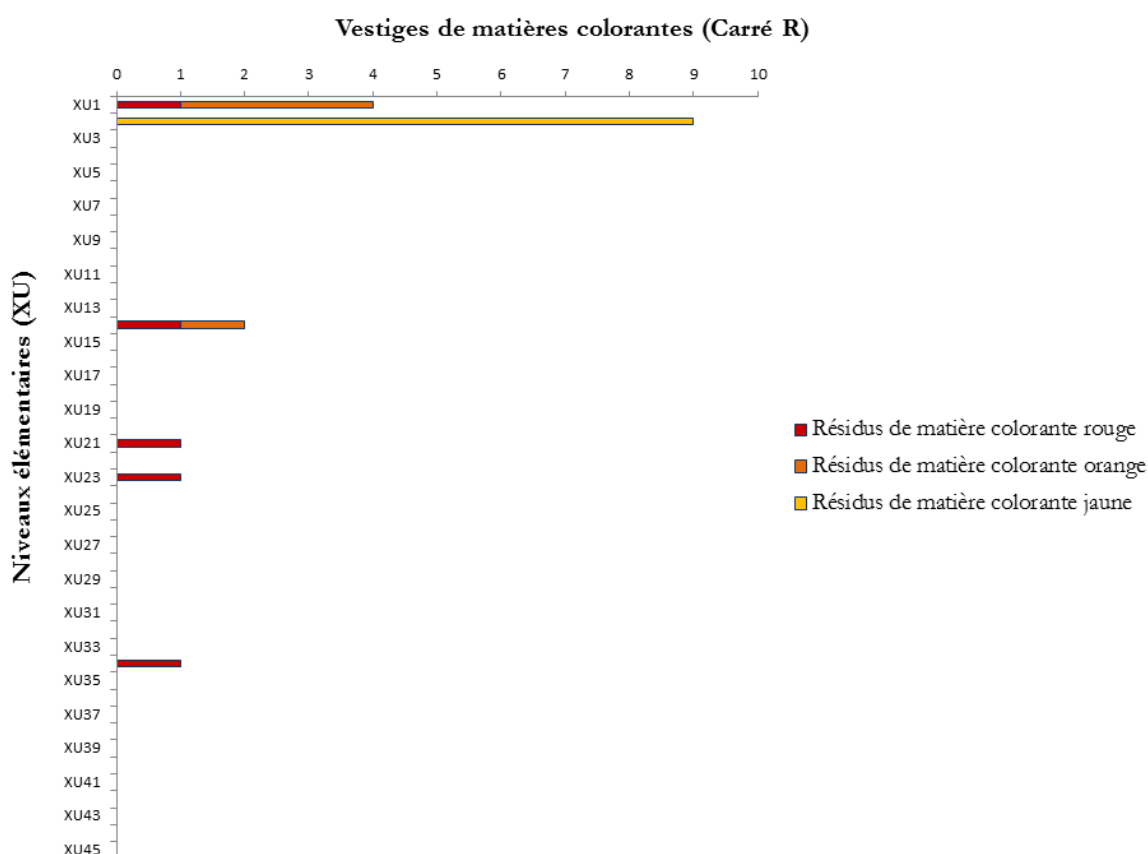


Figure VI-6 : Répartition des résidus de matière colorante le long de la séquence stratigraphique du Carré R

La présence confinée des résidus jaunes dans un seul niveau élémentaire peut constituer un indice pour conférer un âge aux différentes phases de réalisation dominées par cette couleur (Tableaux VI-6 et VI-7), parmi lesquelles se trouvent les phases de réalisation K1/I, K2/II, K3/II, K4/I et K4/II ainsi que J1/III, J2/II et J3/II. De plus, des peintures jaunes ont été relevées sur le pilier peint 22 à l'aplomb du Carré R ; celles-ci ont été peintes pendant la phase de réalisation 22/5, dominée par la production de peintures jaunes (cf. Tableau III-9). L'association des résidus jaunes à une ou plusieurs phases de réalisation conférerait à leurs peintures un âge inférieur à 400 ans cal BP.

Phases de réalisation K1	Nb. de motifs	Couleurs des motifs
I	1	Jaune
II	5	Rouge
III	7	Blanc
Phases de réalisation K2	Nb. de motifs	Couleurs des motifs
I	17	Rouge
II	8	Jaune
III	19	Rouge
IV	47	Blanc, rouge
Phases de réalisation K3	Nb. de motifs	Couleurs des motifs
I	7	Rouge
II	9	Jaune
III	5	Rouge
IV	17	Blanc
Phases de réalisation K4	Nb. de motifs	Couleurs des motifs
I	6	Rouge, jaune
II	1	Jaune
III	1	Noire
Phases de réalisation K5	Nb. de motifs	Couleurs des motifs
I	4	Rouge
II	7	Blanc
III	6	Blanc, blanc + rouge
Phases de réalisation K6	Nb. de motifs	Couleurs des motifs
I	1	Rouge
II	1	Rouge
III	3	Blanc, polychrome

Tableau VI-6 : Résumé des phases de réalisation identifiées sur les Panneaux K (synthèse à partir des travaux de Gunn, 2016)

Phases de réalisation J1	Nb. de motifs	Couleurs des motifs
I	59	Rouge
II	21	Rouge
III	36	Jaune, rouge
IV	38	Blanc, rouge, rouge + blanc
V	70	Blanc, blanc + rouge
VI	11	Blanc
Phases de réalisation J2	Nb. de motifs	Couleurs des motifs
I	3	Rouge
II	5	Rouge, jaune
III	1	Blanc
Phases de réalisation J3	Nb. de motifs	Couleurs des motifs
I	2	Rouge
II	2	Rouge + jaune
III	2	Rouge
IV	4	Blanc, blanc + rouge
V	4	Blanc
Phases de réalisation J4	Nb. de motifs	Couleurs des motifs
I	2	Rouge
II	1	Blanc

Tableau VI-7 : Résumé des phases de réalisation identifiées sur les Panneaux J
(synthèse à partir des travaux de Gunn, 2016)

❖ Secteur 9

Dans ce dernier secteur, vingt-quatre résidus ont été découverts. Les résidus de matière colorante retrouvés dans le Carré A présentent une teinte rouge orangée à l'exception du résidu retrouvé dans XU28, qui lui est caractérisé par une teinte mauve (Fig. VI-7). Les vingt-et-un résidus livrés par ce carré, matières colorantes et argileuses, ont été exhumés tout le long de la séquence stratigraphique, plus précisément entre les niveaux XU2 et XU30, soit sur une période datée entre <400 et 34 200 – 36 400 ans cal BP.

Les résidus rouge orangé se retrouvent principalement entre XU2 et XU11, soit sur une période de temps comprise entre <400 et 2500 – 10 200 ans cal BP. La couleur rouge prédomine au cours de deux phases de réalisation sur le pilier peint 9 : il s'agit des phases de réalisation 9/1 et 9/3 (cf. Tableau III-12). Le résidu de couleur mauve retrouvé dans XU28 a un âge compris entre 13 000 et 36 400 ans cal BP ; néanmoins, aucun motif de cette couleur n'a été relevé sur le pilier. Par ailleurs, malgré la grande quantité de motifs blancs, seuls quelques résidus blancs ont été mis au jour entre XU2 et XU14 (<400 ans cal BP à 10 000 – 11 200 ans cal BP). Or, la couleur blanche est utilisée pendant la phase de réalisation 9/4 (cf. Tableau III-12).

Enfin, de ces informations combinées à la fréquence du nombre de résidus retrouvés dans le Carré A, il se dégage qu'un ou plusieurs événement(s) artistiques majeurs ont pu avoir lieu entre 1400 – 3400 ans cal BP et 10 000 – 11 200 ans cal BP.

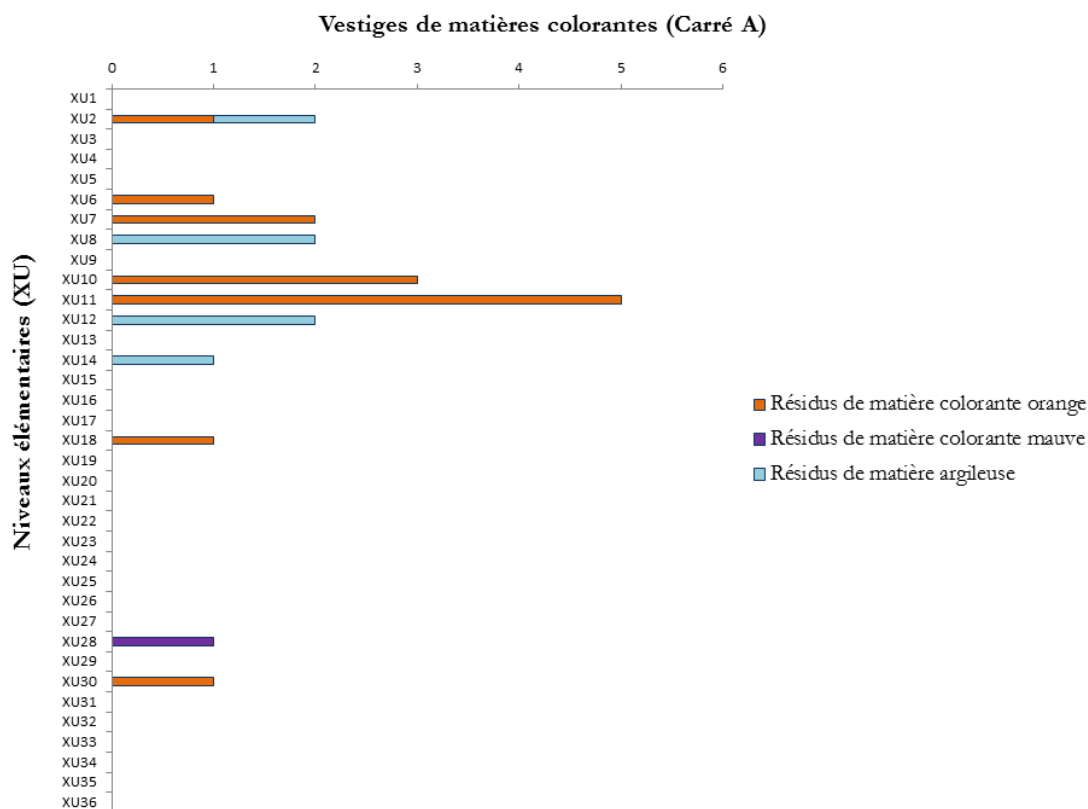


Figure VI-7 : Répartition des résidus de matières colorantes et argileuses le long de la séquence stratigraphique du Carré A

Trois résidus ont été retrouvés en haut de la séquence stratigraphique du Carré D, entre XU2 et XU4 datés de moins de 400 ans cal BP : deux résidus sont de couleur rouge et le troisième est de couleur mauve (Fig. VI-8).

Trois phases de réalisation artistique ont été identifiées sur le panneau du pilier peint 10 (cf. Tableau III-13). Les résidus rouges découverts dans des dépôts culturels en haut de la séquence stratigraphique sont âgés de moins de 400 ans cal BP et peuvent être corrélés à la phase de réalisation 10B/I au cours de laquelle trois motifs rouges ont été peints. Aucun motif de couleur mauve n'a été relevé sur le pilier 10.

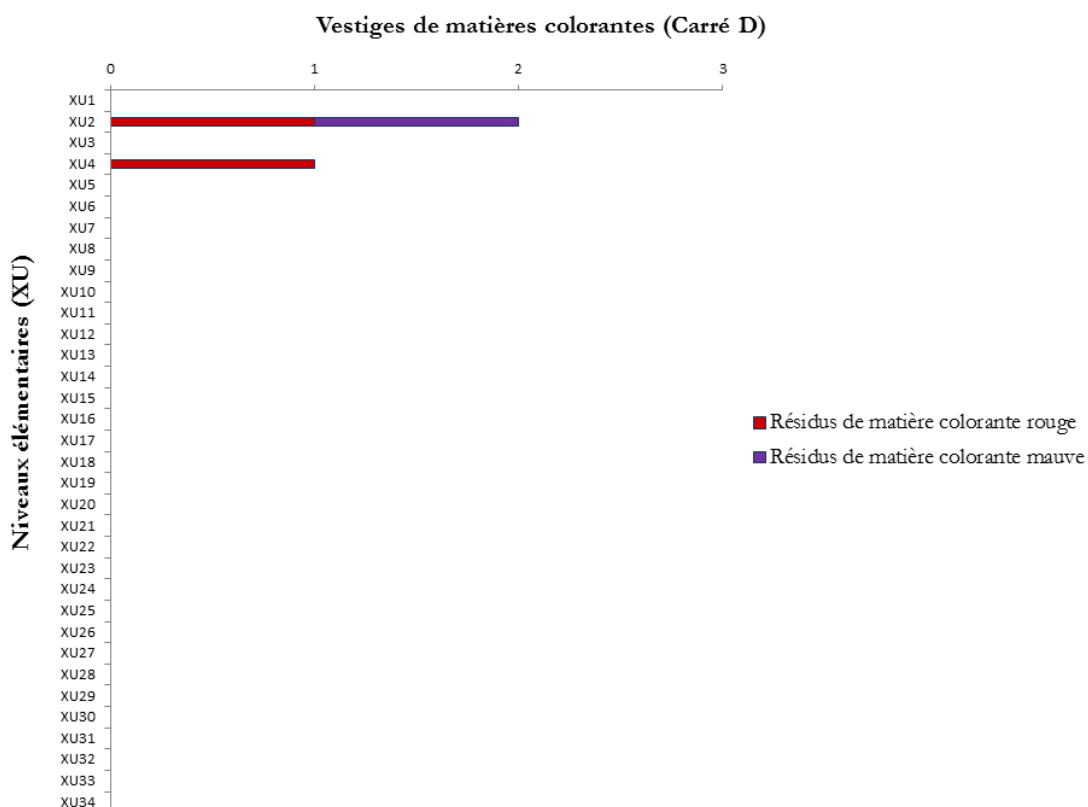


Figure VI-8 : Répartition des résidus de matière colorante le long de la séquence stratigraphique du Carré D

Nous n'observons pas de différence dans la nature des résidus de matière colorante au cours du temps. Les analyses chimiques et cristallographiques réalisées sur les différents résidus de matière colorante ont mis en évidence qu'ils sont toujours constitués de quartz et d'un oxyde de fer responsable des différentes couleurs observées : goethite pour les jaunes, hématite pour les rouges, orange et mauves, parfois associée à de la maghémite. La kaolinite est fréquemment identifiée ainsi que du dioxyde de titane, sous forme d'anatase et de rutile (cf. § V.2.1.4.).

Plusieurs associations dans le temps entre les phases d'ornementation et les matières colorantes et argileuses présentes dans les dépôts archéologiques ont pu être avancées. Afin de compléter et de consolider ces propositions, les informations chronologiques obtenues sur ces résidus sont à croiser avec les données chronologiques obtenues sur les autres vestiges culturels tels que les pièces facettées et striées ainsi que les écailles peintes (cf. *infra*).

Les gouttes de peinture

Dans la partie orientale de l'abri, des gouttes de peinture découvertes dans le Carré P sont tombées sur un ancien sol sablo-cendreau (XU18) ; ces gouttes sont associées à la réalisation des peintures du Panneau E1 au-dessus (cf. § III.2.1.2. et David *et al.*, 2017b). Sur la base des données archéologiques (charbons de bois), ces gouttes et la réalisation des peintures sont associées à la période comprise entre 390 et 510 ans cal BP correspondant à la « Phase Radiocarbone III » (cf. § III.1.2.1.). La couleur claire des gouttes de peinture indique la production de peintures légèrement colorées, blanchâtres (plutôt que des peintures jaunes ou rouges). D'après R.G. Gunn (2016), des peintures de couleur similaire sur le Panneau E1 ont été réalisées pendant les phases de réalisation E1/IV, E1/V et E1/VI (cf. Tableau III-2). Comme chacune de ces phases de réalisation contient plusieurs grandes peintures blanches qui auraient nécessité le mélange de quantités considérables de matières colorantes pour les produire, il est difficile de déterminer précisément quelle phase est représentée par les gouttes. Cependant, l'art produit pendant la phase E1/VI est très bien préservé, suggérant une réalisation très récente, au cours du dernier siècle. L'art caractéristique de la phase E1/V est représenté par un seul motif blanc. Il est donc peu probable que ce motif soit à l'origine des nombreux résidus blancs retrouvés dans XU18. Ceux-ci peuvent plutôt être corrélés aux 37 motifs, petits et grands, majoritairement peints en blanc pendant la phase E1/IV. Il est ainsi possible de conférer un âge aux peintures réalisées au cours de la phase E1/IV, compris entre 390 et 510 ans cal BP.

Les écailles colorées

Les écailles colorées – probablement exfoliées – considérées comme culturelles, c'est-à-dire recouvertes d'une couche picturale, sont au nombre de 35. Elles ont été retrouvées dans plusieurs niveaux élémentaires dans sept carrés. Bien qu'elles soient trop petites pour indiquer de quel panneau elles proviennent, elles permettent cependant de suggérer un âge minimal – l'âge du niveau archéologique dans lequel sont tombées les écailles colorées – pour la phase de réalisation artistique la plus ancienne dans les différents secteurs du site.

L'âge de l'écaille sur laquelle figure un dessin noir, retrouvée dans le Carré E, est estimé à près de 28 000 ans : il s'agit de la plus ancienne preuve de production artistique à Nawarla Gabarnmang et en Australie (cf. § III.3.3.). Les écailles colorées retrouvées dans les autres carrés ne sont pas en reste et apportent également des informations chronologiques cruciales sur l'art rupestre de l'abri.

Les écailles colorées découvertes le long de la séquence stratigraphique du Carré P indiquent une tradition artistique s'étalant depuis 180 ans cal BP à 1030 – 1370 ans cal BP : dix-neuf écailles ont un âge inférieur à 180 ans cal BP (« Phase Radiocarbone IV »), trois écailles ont un âge compris entre 390 et 510 ans cal BP (« Phase Radiocarbone III ») et les deux écailles mises au jour en bas de la séquence stratigraphique ont un âge de 1030 – 1370 ans cal BP (« Phase Radiocarbone II »). La grande quantité d'écailles colorées mises au jour lors des 400 dernières années suggère l'occurrence de

phénomènes taphonomiques sur le Panneau E1. En effet, il existe une fissure qui traverse le panneau autour de laquelle des traces de suintement liées à une circulation hydrologique sont observées depuis la surface jusqu'au plafond (comm. pers. J.-J. Delannoy, 2017). Cette circulation d'eau peut engendrer des phénomènes d'exfoliation. Une intensification de ce phénomène, au cours des derniers siècles, causée par une circulation hydrologique accentuée reste une hypothèse à creuser pour expliquer la prolifération d'écailles exfoliées mises au jour dans ce secteur. La découverte de plusieurs écailles blanches et bicolores (Fig. VI-9) est, par ailleurs, corrélée avec la présence de nombreuses peintures blanches et des polychromes au cours des phases de réalisation artistiques récentes du Panneau E1 (phases de réalisation E1/IV, E1/V et E1/VI ; cf. Tableau III-2).

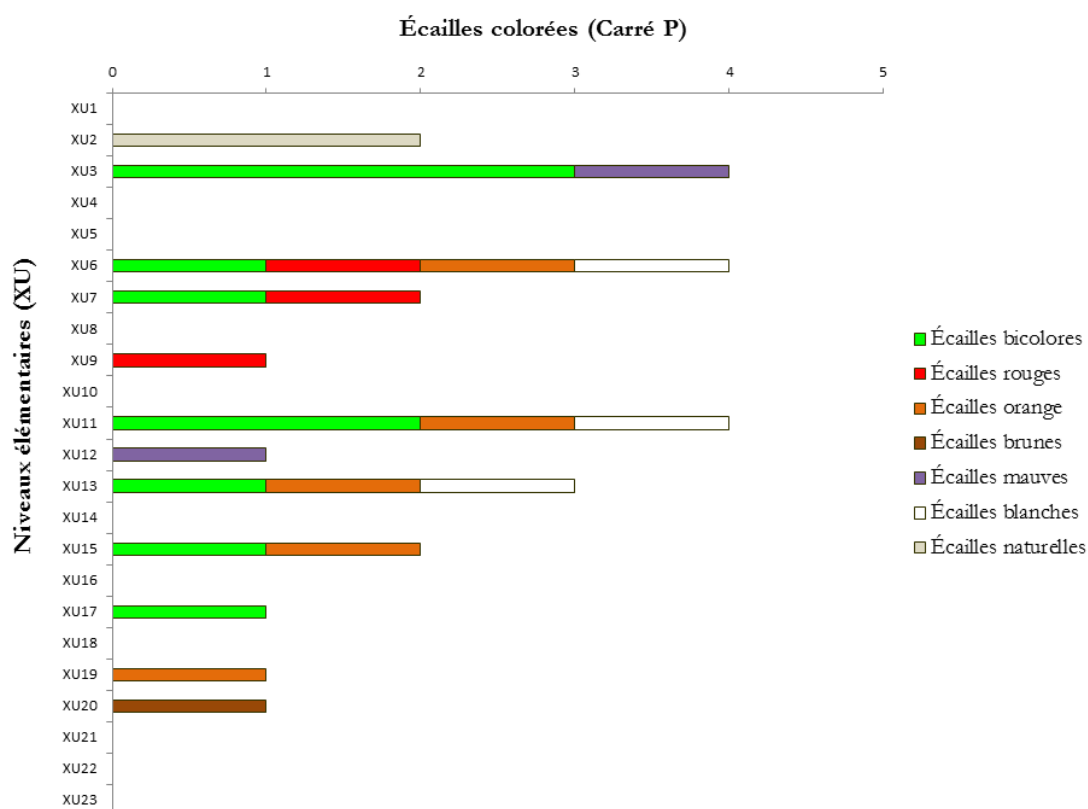


Figure VI-9 : Répartition des écailles colorées le long de la séquence stratigraphique du Carré P

Les écailles colorées découvertes dans la partie occidentale du site ont un âge plus ancien, évoquant une activité artistique plus ancienne, se prolongeant jusqu'au dernier millénaire dans cette partie de l'abri (Tableau VI-7). La découverte d'écailles peintes dans des dépôts culturels datés de plus de 14 000 ans indique, à l'instar des pièces facettées et striées, une tradition artistique antérieure à cette date. Par exemple, la fouille du Carré D, accolé au pilier peint 10, a permis de mettre au jour deux écailles dans le bas de la séquence stratigraphique : la chute de l'écaille jaune (cf. Fig. V-135) s'est produite entre 13 500 et 35 000 ans cal BP et celle de l'écaille de couleur orange (Fig. VI-10) a eu lieu entre 45 000 et 47 000 ans cal BP.

Plusieurs questionnements concernant ces écailles demeurent toutefois en suspens. Il est, par exemple, impossible de déterminer si l'exfoliation des écailles est due à un phénomène naturel ou à une action anthropique tel l'enlèvement d'anciennes peintures afin de réaliser de nouvelles peintures, par exemple. Identifier les motifs picturaux d'origine est également impossible, d'une part, en raison de la petite taille des écailles, d'autre part, car les motifs originels ont pu être recouverts par une ou plusieurs couches picturales, à moins d'avoir disparus après l'enlèvement d'anciens plafonds et/ou piliers.



Figure VI-10 : Photographie de l'écaille orange A74DXU27

La mise en parallèle entre la composition chimique des couches colorées des écailles et leur âge ne permet pas de mettre en évidence de tendance, les résultats chimiques obtenus par pXRF n'étant pas suffisamment significatifs. La nature minéralogique des couches colorées apporte plus d'informations mais ne permet pas non plus de faire ressortir de distinction entre les écailles retrouvées dans les dépôts culturels anciens et ceux de l'époque subactuelle. Il est intéressant de noter que la période artistique la plus récente, correspondant à la période **Jawoyn Bim**, est marquée par une diversité minérale et par la présence de plusieurs écailles bicolores (Tableau VI-8). Cette diversité peut s'expliquer par une maîtrise des mélanges de minéraux pour la fabrication de matière picturale, par un approvisionnement en matières premières dans différentes sources en lien ou non avec une évolution des traditions artistiques voire symboliques. Une évolution des relations sociales et donc des échanges avec d'autres groupes du plateau de la Terre d'Arnhem peut également avoir permis l'introduction de nouvelles matières colorantes dans le site.

Écaillés	Couleurs	Compositions chimiques/Phase minérales	Âges (cal BP)
A74PXU3-17	bicolore (O + B)	Quartz, hématite, muscovite, jarosite, anatase, kaolinite	180
A74PXU3-18	bicolore (R + J)	Quartz, hématite, muscovite, jarosite, anatase, kaolinite	180
A74PXU3-19	bicolore (R + J)	Quartz, hématite, muscovite, jarosite, anatase, kaolinite	180
A74PXU3-20	mauve	Si, Al, K, Fe, Ti, P	180
A74PXU6-1	blanche	Si, Al, P, S, K, Ca, Ti, Fe	180
A74PXU6-2	bicolore (B + R)	Si, Al, P, Fe, Ti, K, Ca	180
A74PXU6-3	rouge	Si, Fe, Al, P, Ti, K, Ca	180
A74PXU6-4	orange	Si, Al, Fe, P, Ca, K, Ti	180
A74PXU7-7	bicolore (R + J)	Quartz, hématite, muscovite, magnésioferrite	180
A74PXU7-8	rouge	nd	180
A74PXU9-3	rouge	Si, Al, Fe, P, K, Ti	180
A74PXU11-4	bicolore (R + O)	Si, Al, Fe, Ti, P	180
A74PXU11-15	orange	Si, Fe, Al, Ti, K	180
A74PXU11-29	bicolore (O + B)	Si, Al, K, Fe, P, Ti	180
A74PXU11-30	blanche	Si, Al, P, S, K, Ca, Ti, Fe	180
A74PXU12-12	mauve	Si, Al, Fe, P, Ti, K	180
A74PXU13-21	bicolore (R + J)	Quartz, goethite, lizardite (?)	180
A74PXU13-22	orange	Si, Fe, Al, P, K, Ti	180
A74PXU13-23	blanche	Si, Al, P, S, K, Ca, Ti, Fe	180

A74PXU15-10	bicolore (R + O)	Quartz, hématite, muscovite, anatase, rutile	390 – 510
A74PXU15-16	orange	Si, Al, Fe, K, P, Ti	390 – 510
A74PXU17-15	bicolore (R + B)	Quartz, hématite, anatase, rutile, dickite	390 – 510
A74DXU2-2	rouge	Si, Fe, Al, P, K, Ti Ca	<400
A74PXU19-1	orange	Si, Al, Fe, Ca, P, Ti	1030 – 1370
A74PXU20(2)	brun clair	Si, Al, Fe, P, K, Ti	1030 – 1370
A74AXU5-4	blanche	Si, Al, P, S, Ca	<1500
A74AXU7-1	rouge	Si, Fe, Al, P, K, Ti	1400 – 3400
A74MXU7T2	rouge	Fe, Si, Al, Ti, P, K, Ca	<1600
A74MXU9T1	jaune orangé	Si, Fe, Al, Ti, P, K	1300 – 1600
A74KXU24 (×3)	jaune	Si, Al, Fe, P, Ti, K	6000 – 18 000
A74AXU18-2	rouge	Fe, Si, Al	11 000 – 14 000
A74RXU40N1	rouge	Si, Fe, Al, P, Ti, K	>12 000
A74DXU20	jaune	Quartz, goethite, anatase, kaolinite	13 500 – 35 000
A74FXU23	noire	Quartz, carbone amorphe	17 000 – 24 000
A74DXU27	orange	Si, Fe, Al, P, Ti, K	45 000 – 47 000

Tableau VI-8 : Âges (en cal BP) et compositions physico-chimiques des 35 échantillons considérés comme culturels et à statut indéterminé (Élément : majeur ; élt. : mineur, identifiés par pXRF ; Ph. : phase majeure ; Ph. : phase mineure, identifiées par SR-μDRX)

2.1.2. Synthèse des informations chronologiques des vestiges

Les intercomparaisons entre les peintures, le matériel archéologique excavé et les données géomorphologiques permettent d'avancer des liens chronologiques pour les panneaux peints du plafond situés à proximité des carrés de fouille. Ces liens restent à confronter au modèle proposé par R.G. Gunn (2016) (cf. § II.3.3.). Trois secteurs (E, L et B) ont été plus particulièrement investis en ce sens. Le secteur K a été délibérément écarté du fait de la complexité des panneaux présents au plafond et sur les piliers. Il en est de même pour le secteur 9 où seuls les piliers sont peints. Les périodes artistiques définies par R.G. Gunn (2016) sont pour rappel : **Mimi A** (AA-1 et AA-2) datée entre 450 et 14 000 ans BP, **Mimi B** (AA-3 et AA-4) datée entre 400 et 450 ans BP et la période **Jawoyn Bim** (AA-5 à AA-7) s'étalant de 400 ans BP à 1935 AD.

❖ Secteur E

D'après les travaux de R.G. Gunn (2016), les peintures rouges et jaunes réalisées pendant les phases de réalisation E1/I, E1/II et E1/III datent de la période **Mimi B**. Les nombreux motifs à base de blanc réalisés lors de la phase de réalisation E1/IV, événement artistique majeur à l'origine de la présence des gouttes de peinture dans le Carré P, ont également été peints au cours de cette période, voire au début de la période **Jawoyn Bim**. Enfin, la tortue bicolore et les grands polychromes de barramundis associés aux phases de réalisation E1/V et E1/VI datent de la période **Jawoyn Bim** (Tableau VI-9).

Panneau E1		
Phases de réalisation E1	<i>Art Assemblages</i> (AA)	Périodes artistiques (définies par Gunn, 2016)
I	3	Mimi B
II	3	Mimi B
III	3	Mimi B
IV	4	Mimi B
V	4, 5, 6	Mimi B/Jawoyn Bim
VI	4, 5, 6	Mimi B/Jawoyn Bim

Tableau VI-9 : Corrélations entre les phases de réalisation des peintures du Panneau E1 et les périodes artistiques définies par Gunn (2016)

Néanmoins, la découverte de plusieurs vestiges associés à l'art rupestre dans des niveaux datés entre 1030 et 4240 ans cal BP tend à suggérer une activité picturale plus ancienne, remontant à la période **Mimi A**. L'abondance des résidus de matières colorantes et argileuses, d'écailles peintes et des gouttes de peinture souligne une intensification de l'activité picturale au cours des périodes **Mimi B** et **Jawoyn Bim** (Fig. VI-11). Les âges proposés à travers la définition des périodes artistiques pour les peintures du Panneau E1 et les âges déterminés par les datations des dépôts culturels pour les vestiges ne correspondent pas parfaitement. Les divergences observées peuvent

s'expliquer par la probable « disparition » de l'art de la période **Mimi A**, recouvert par les nombreuses superpositions picturales recensées sur le panneau peint. Ainsi, la découverte des vestiges associés à l'art rupestre tout le long de la séquence stratigraphique du Carré P suggère une activité artistique sur le Panneau E1 débutant il y a 2580 – 4240 ans cal BP, soit au cours de la période **Mimi A**, jusqu'à l'époque subactuelle (<180 ans cal BP) correspondant à la période **Jawoyn Bim**.

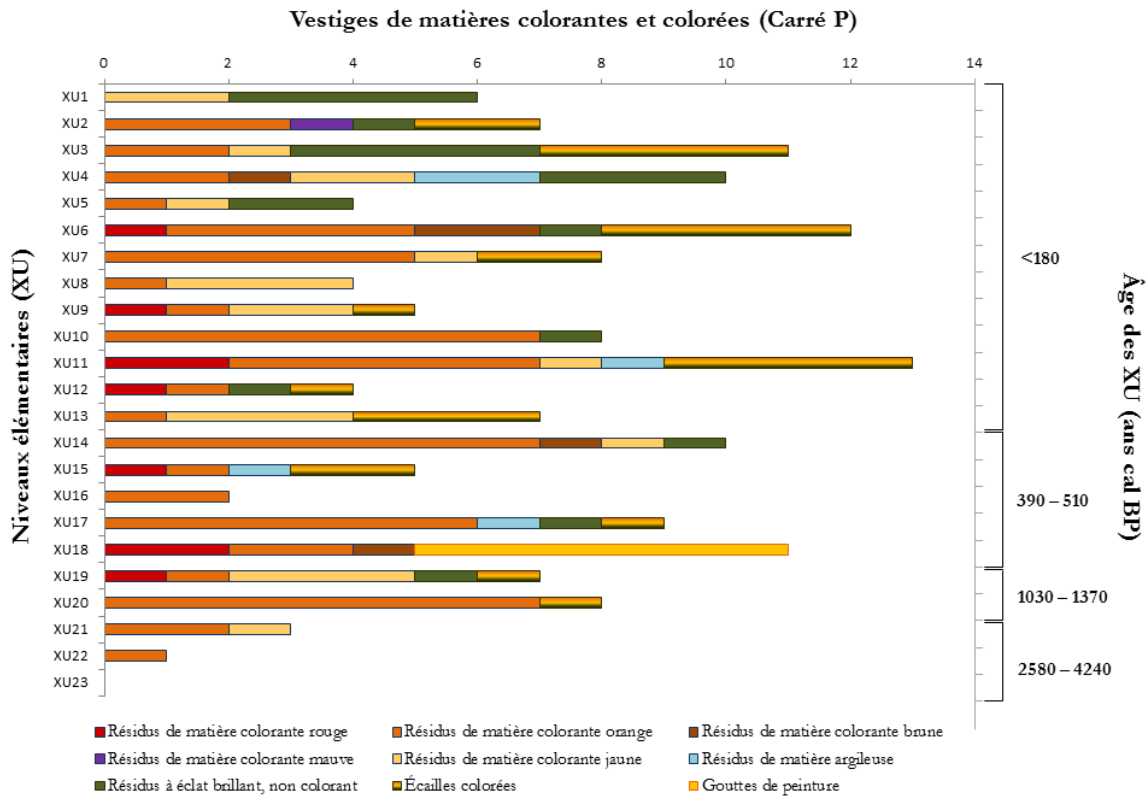


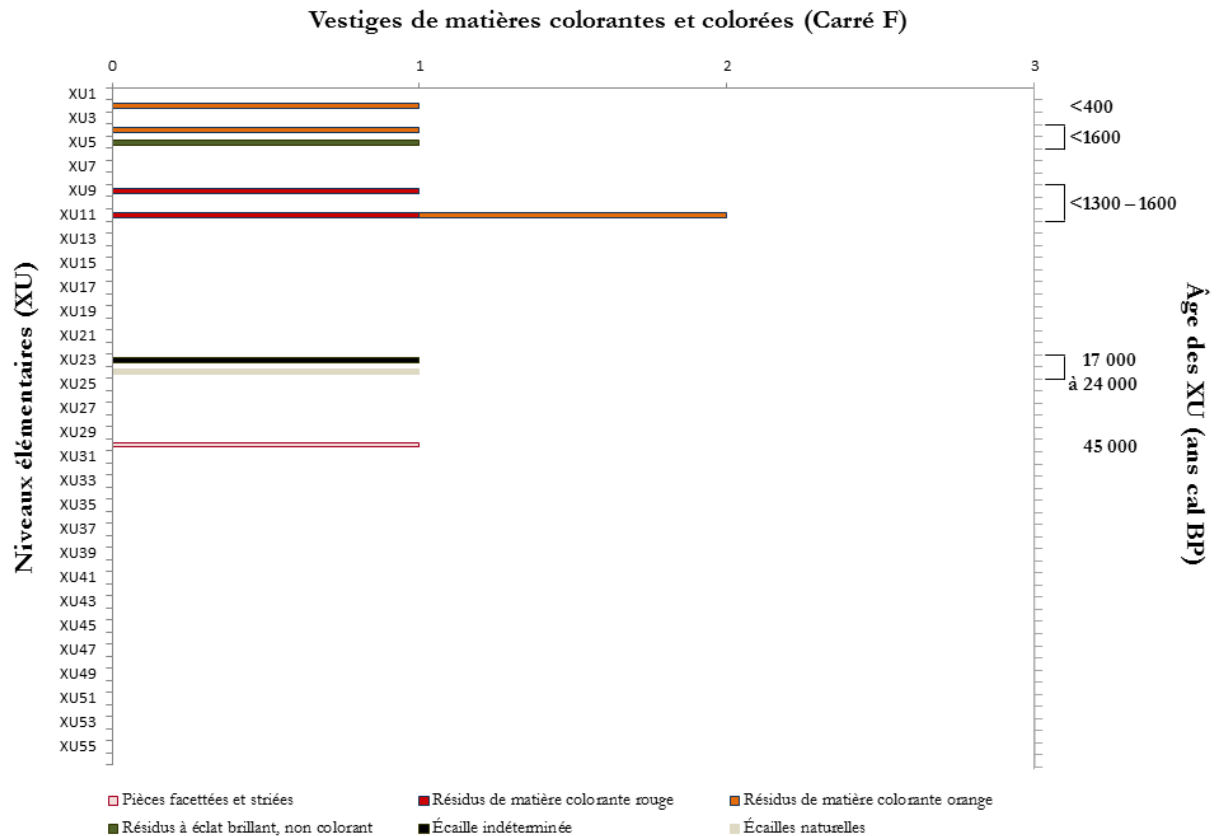
Figure VI-11 : Âges des vestiges de matières colorantes et colorées découverts le long de la séquence stratigraphique du Carré P

❖ Secteur L

La découverte d'une pièce facettée et striée dans la Carré F, dans un niveau âgé de plus de 20 000 ans après la création de la surface qui a permis de peindre le Panneau L, peut suggérer soit une ancienne activité picturale sur la strate qui s'est effondrée il y a près de 24 000 ans, soit la réalisation de peintures sur le pilier 20 accolé au carré ou dans une autre partie du site. Il est aussi possible que cet objet ait servi à un autre usage qu'une activité picturale. Il en est de même pour l'écaille avec le trait charbonneux découverte dans des dépôts culturels âgés entre 17 000 et 24 000 ans cal BP. Néanmoins, aucun motif de couleur noire n'a été identifié dans ce secteur dans sa facture actuelle. Concernant les résidus de matière colorante, ils ont été mis au jour dans le haut de la séquence stratigraphique, entre <400 ans cal BP et <1300 – 1600 ans cal BP (Fig. VI-12).

VI.2. Les vestiges de l'art rupestre dans le temps et dans l'espace

Un résidu de matière colorante rouge ainsi qu'une pièce facettée et striée ont été retrouvés dans des dépôts datés de moins de 400 ans cal BP dans le Carré ILM (Fig. VI-13). Des résidus de matière colorante rouge orangé ont été découverts dans un niveau daté de moins de 1700 ans cal BP. L'écaille recouverte d'une couche de couleur rouge est âgée de <1600 ans cal BP tandis que l'écaille présentant une couche de couleur jaune orangé a un âge compris entre 1600 et 13 000 ans cal BP. Enfin, des résidus de matière colorante rouge ont été exhumés de dépôts culturels datés entre 1500 et 22 000 ans cal BP.



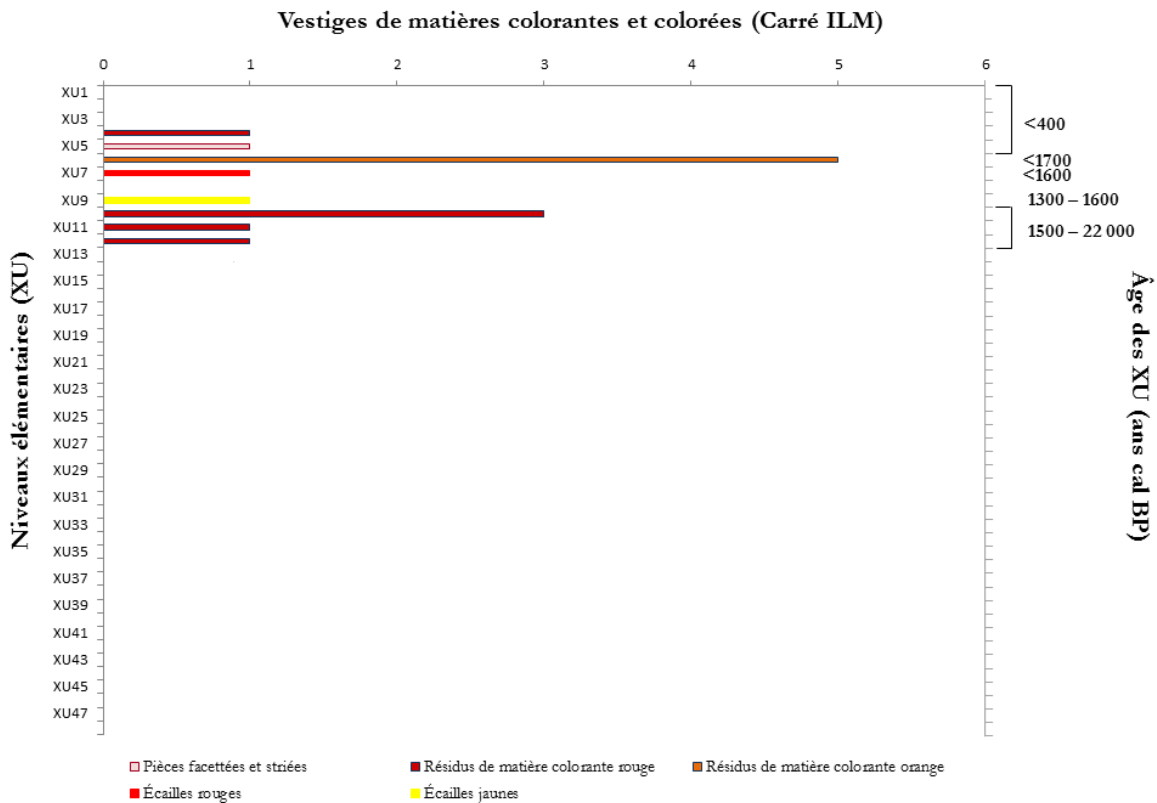


Figure VI-13 : Âges des vestiges de matières colorantes et colorées découverts le long de la séquence stratigraphique du Carré ILM (datations des XU à détailler par ‘sous carrés’)

D’après R.G. Gunn (2016) et en accord avec les âges des vestiges associés à l’art rupestre mis au jour dans les Carrés F et ILM, le Panneau L, recouvert de motifs réalisés au cours des trois périodes d’art définies (Tableau VI-10), a été peint dès sa formation suite à la chute d’une ancienne strate de plafond entre 23 909 et 21 495 ans cal BP, jusqu’à l’époque subactuelle (<400 ans cal BP). Néanmoins, il est à noter que bien que la grande majorité des peintures du Panneau L aient été produites pendant les périodes **Mimi B** et **Jawoyn Bim** (Gunn, 2016), rares sont les vestiges retrouvés dans les dépôts culturels associés à ces périodes (cf. Fig. VI-12 et VI-13). Au contraire, la majorité des vestiges ont été découverts dans des dépôts associés à la période **Mimi A** et à une période plus ancienne non définie (<1300 et 22 000 ans cal BP).

Panneau L		
Phases de réalisation L	Art Assemblages (AA)	Périodes artistiques (définies par Gunn, 2016)
I	1	Mimi A
II	3	Mimi B
III	3	Mimi B
IV	5	Jawoyn Bim
V	5	Jawoyn Bim
VI	7	Jawoyn Bim

Tableau VI-10 : Corrélations entre les phases de réalisation des peintures du Panneau L et les périodes artistiques définies par Gunn (2016)

❖ Secteur B

Le Carré N a livré plusieurs vestiges archéologiques, des résidus de matière colorante ainsi que des pièces facettées et striées, dans des dépôts culturels datés entre <20 800 et 20 500 – 20 800 ans cal BP (Fig. VI-14). Dans le Carré K, les vestiges ont été retrouvés dans des dépôts datés entre <400 ans cal BP et 18 000 ans cal BP : un résidu jaune âgé de <400 ans cal BP, une pièce facettée et striée âgée de <6000 ans et des écailles jaunes âgées entre 6000 et 18 000 ans cal BP (Fig. VI-15).

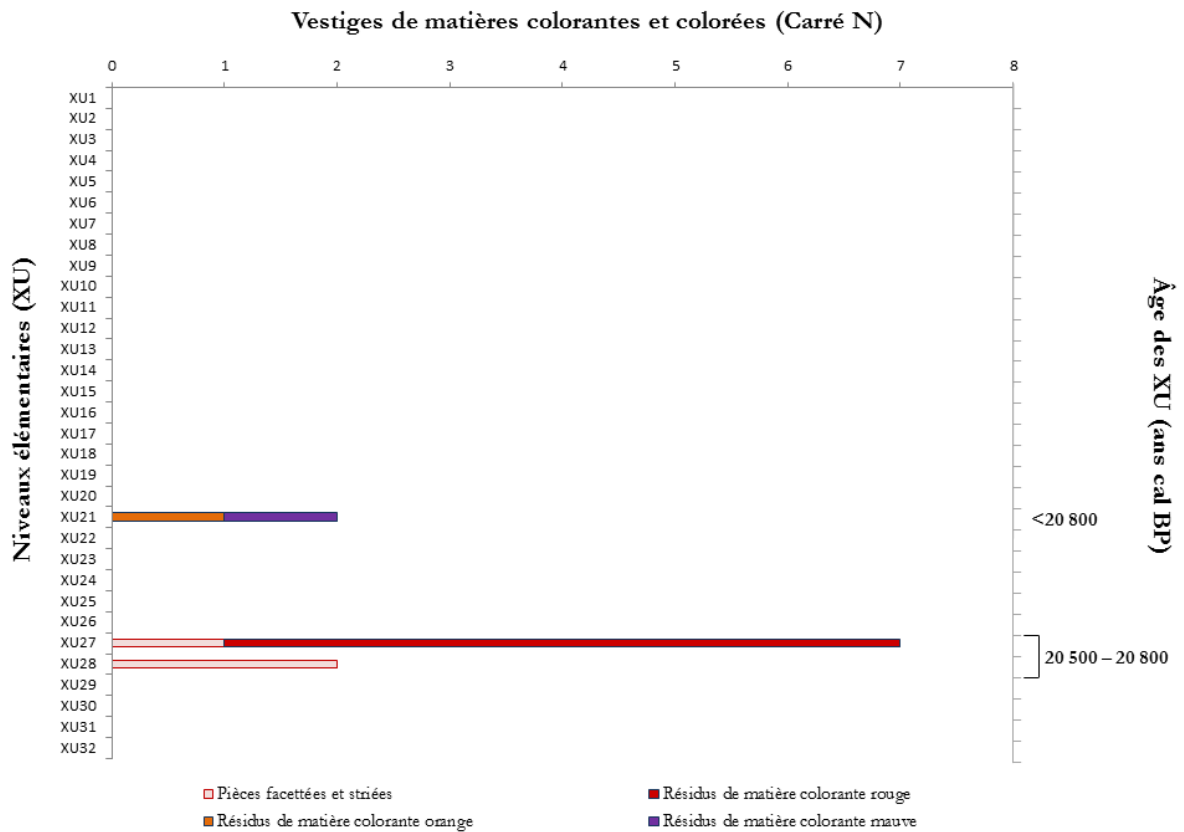


Figure VI-14 : Âges des vestiges de matières colorantes et colorées découverts le long de la séquence stratigraphique du Carré N

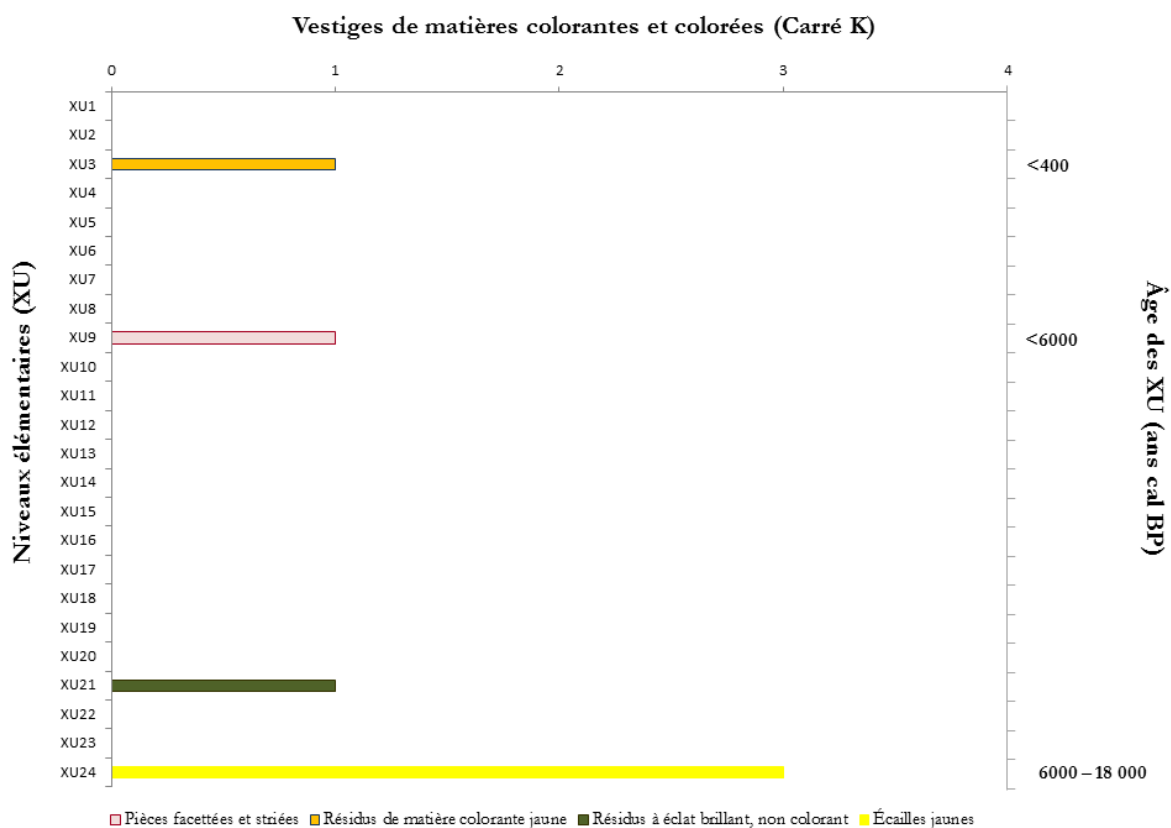


Figure VI-15 : Âges des vestiges de matières colorantes et colorées découverts le long de la séquence stratigraphique du Carré K

D'après R.G. Gunn (2016), les peintures du Panneau B1 ont été produites dès la période **Mimi A** jusqu'à la période **Jawoyn Bim** (Tableau VI-11). Les âges des vestiges associés à l'art rupestre mis au jour dans les Carrés N, K et G, variant entre <400 et 22 200 ans cal BP, sont en accord avec cette proposition, ainsi que les correspondances entre les couleurs des résidus de matière colorante et les couleurs des motifs produits lors des différentes périodes artistiques (cf. § VI.2.1.1., page 436).

Panneau B1		
Phases de réalisation B1	<i>Art Assemblages (AA)</i>	Périodes artistiques (définies par Gunn, 2016)
I	1	Mimi A
II	1	Mimi A
III	1	Mimi A
IV	2	Mimi A
V	3	Mimi B
VI	7	Jawoyn Bim

Tableau VI-11 : Corrélations entre les phases de réalisation des peintures du Panneau B1 et les périodes artistiques définies par Gunn (2016)

❖ Secteur K

Alors que le Carré Q a livré un seul résidu de matière colorante retrouvé dans des dépôts culturels datés entre 3000 et 14 700 ans cal BP, de nombreuses matières colorantes ont été retrouvées le long de la séquence stratigraphique du Carré R (Fig. VI-16). Des résidus de matière colorante, dont près d'une dizaine de résidus jaunes, et une première pièce facettée et striée ont été découverts dans des dépôts culturels datés de <400 ans cal BP. Trois pièces facettées et striées ont été retrouvées avec quelques résidus de matières colorantes dans des dépôts datés de <1400 ans cal BP. Deux dernières pièces facettées et striées ont été découvertes ainsi qu'un résidu de matière colorante rouge dans des dépôts datés entre 12 000 et 16 000 ans cal BP. Le dernier vestige mis au jour dans le bas de la séquence stratigraphique est une écaille rouge, âgée de >12 000 ans cal BP. La découverte de ces vestiges associés à l'art rupestre de manière continue le long de la séquence stratigraphique indique une activité presque ininterrompue d'activité picturale dans ce secteur.

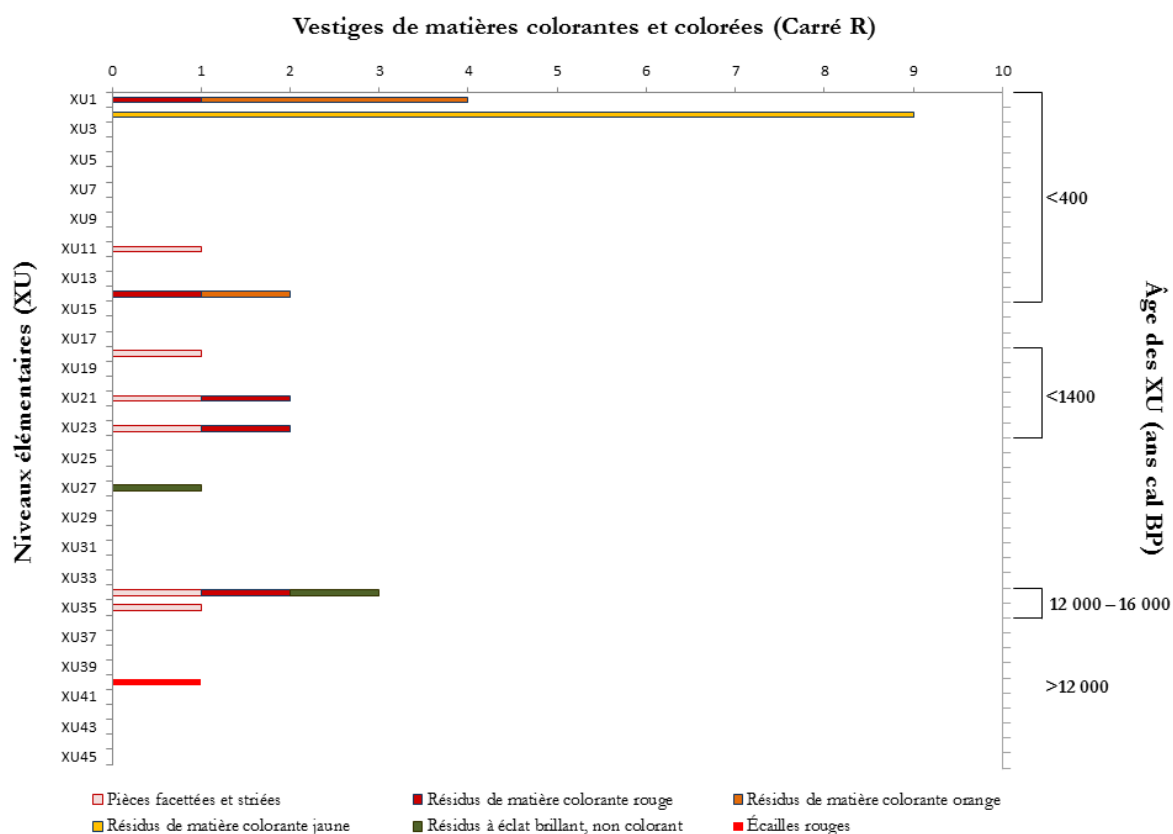


Figure VI-16 : Âges des vestiges de matières colorantes et colorées découverts le long de la séquence stratigraphique du Carré R

❖ Secteur 9

Le Carré A a livré de nombreux et divers types de vestiges archéologiques (Fig. VI-17). Deux pièces facettées et striées ainsi que des résidus de matières colorantes et argileuses ont été mis au jour dans des dépôts culturels âgés de <400 ans cal BP. Une écaille recouverte d'une couche de couleur blanche a été découverte dans un niveau daté de moins de 1500 ans cal BP. Une écaille rouge ainsi que plusieurs résidus de matières colorantes et argileuses ont été retrouvés dans des dépôts datés entre 1400 et 3400 ans cal BP. Une pièce facettée et striée ainsi que plusieurs résidus de matière colorante ont été découverts dans des dépôts datés de 2100 – 3400 ans cal BP. Plusieurs résidus de matières colorantes et argileuses ont été mis au jour dans des niveaux datés entre 2500 et 11 200 ans cal BP. Une seconde écaille rouge accompagnée d'un résidu de matière colorante a été exhumée des dépôts datés entre 11 000 et 14 000 ans cal BP. Une dernière pièce facettée et striée a été mise au jour dans des dépôts datés de 13 000 – 18 000 ans cal BP. Deux derniers résidus de matière colorante ont été retrouvés dans des dépôts datés entre 13 000 et 36 400 ans cal BP.

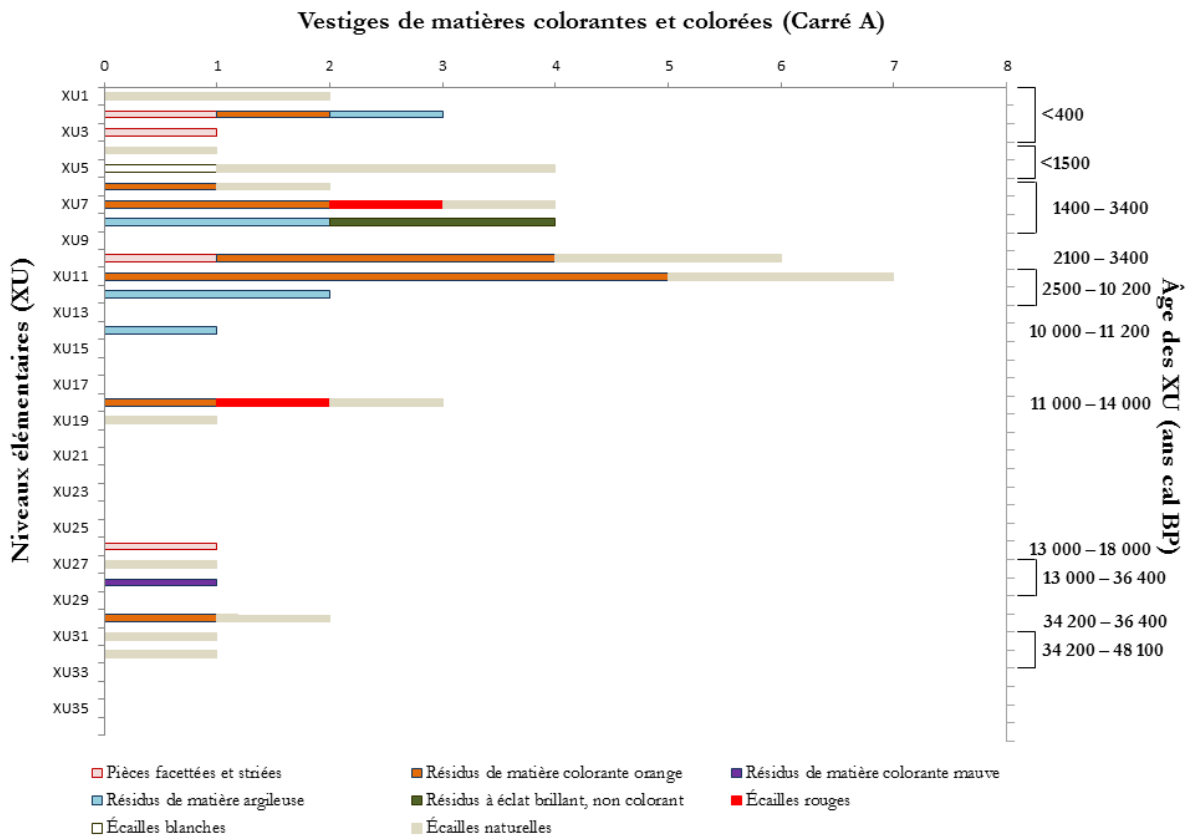


Figure VI-17 : Âges des vestiges de matières colorantes et colorées découverts le long de la séquence stratigraphique du Carré A

Dans le Carré D, les résidus de matière colorante, l'écaille rouge ainsi qu'une pièce facettée et striée ont été découverts dans des dépôts culturels âgés de <400 ans cal BP. La pièce facettée et striée fusiforme a été retrouvée dans des dépôts datés entre 12 000 et 13 700 ans cal BP. La grande écaille jaune et l'écaille orange ont été exhumées de dépôts datés respectivement de 13 500 – 35 000 ans cal BP et de 45 000 – 47 000 ans cal BP (Fig. VI-18).

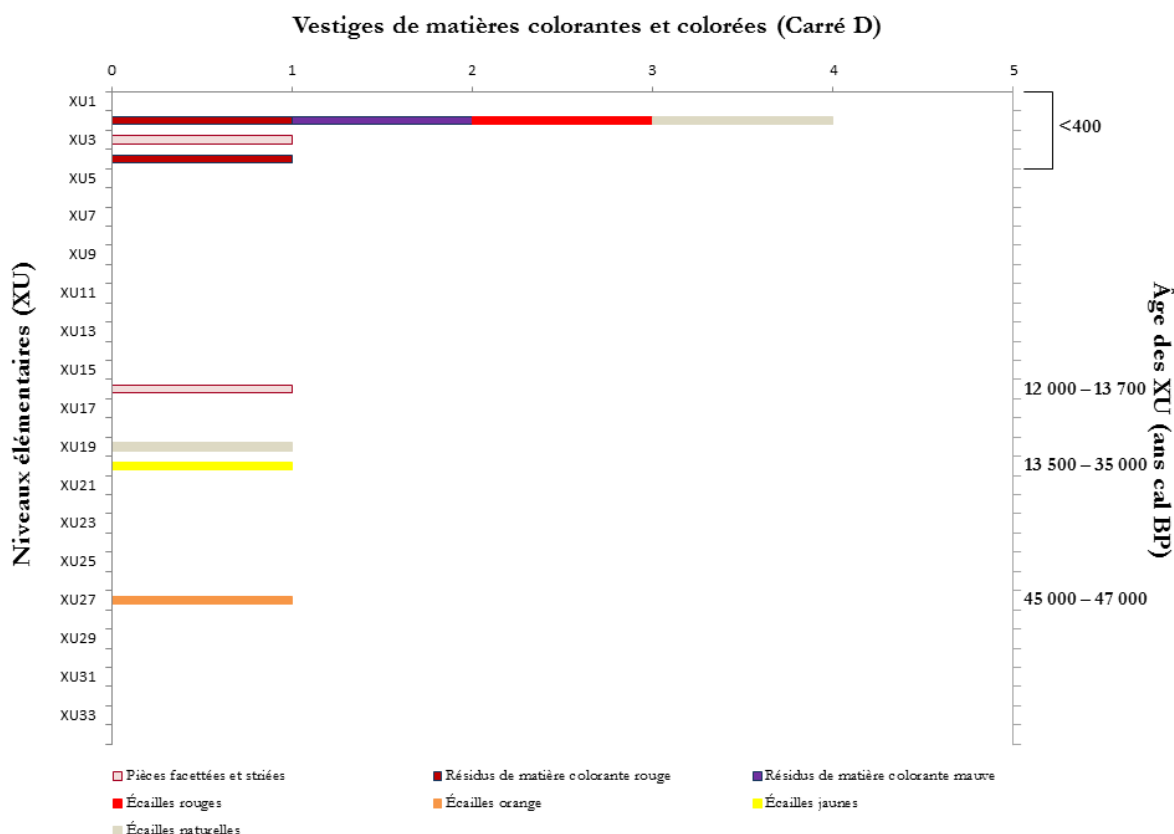


Figure VI-18 : Âges des vestiges de matières colorantes et colorées découverts le long de la séquence stratigraphique du Carré D

La présence quasi continue de vestiges associés à l'art rupestre dans le Carré A indique une longue tradition artistique dans le secteur et plus particulièrement sur le pilier peint 9. Par ailleurs, près d'une vingtaine d'écailles dites « naturelles » recouvertes d'une phase d'altération a été mise au jour tout le long de la séquence stratigraphique ; nous reviendrons sur l'implication de la présence de ces écailles (cf. § VI.2.2.). Enfin, la découverte de vestiges associés à l'art rupestre dans le Carré D révèle une tradition artistique qui débute dès les premières fréquentations du site jusqu'à l'époque subactuelle.

D'après les études pariétales, l'art toujours visible sur le plafond de Nawarla Gabarnmang aurait débuté il y a près de 14 000 ans BP. Nous savons désormais que suite à l'enlèvement de plusieurs piliers, d'anciennes strates du plafond se sont effondrées, entraînant possiblement la destruction de peintures rupestres plus anciennes. La découverte de matières colorantes et colorées dans des dépôts culturels âgés de plus de 14 000 ans BP tend à mettre en évidence que l'art de l'abri est plus ancien, pouvant remonter jusqu'à l'occupation initiale du site il y a 48 000 ans. Cet art ancien est encore visible sur plusieurs piliers de l'abri au travers de peintures du style *Dynamic* (Fig. VI-19). Il peut être caché par les différentes générations de superpositions picturales des panneaux. Il est aussi probable qu'une grande partie de cet art ait disparu avec l'enlèvement des piliers et la chute d'anciennes strates du plafond.



Figure VI-19 : Figure *Dynamic* portant un boomerang sur un pilier à l'extérieur du site de Nawarla Gabarnmang (A : photographie originale ; B : photographie rehaussée avec DStretch) (© B. David)

Après l'approche chronologique, une approche spatiale sur la distribution des vestiges dans l'abri est amorcée afin de déterminer si, par exemple, des secteurs étaient plus dédiés que d'autres à la fabrication des matières picturales ou si la conservation des vestiges a été impactée en fonction des différents aménagements de l'abri sous roche.

2.2. L'approche spatiale

Afin d'étudier l'organisation spatio-temporelle du site en lien avec son ornementation, nous nous sommes concentrés sur les vestiges culturels ainsi que sur ceux au statut indéterminé. Pour mieux appréhender l'évolution taphonomique et les mécanismes d'altération, aussi bien passés, récents qu'actuels, un regard a été porté sur les écailles colorées dites naturelles présentant des témoins d'altération.

L'attention a été, dans un premier temps, portée sur la nature des vestiges associés à l'art rupestre et à leur variation selon leur localisation spatiale. Est-ce que l'aménagement de l'abri a impacté les conditions de préservation des vestiges enfouis ? En effet, après l'enlèvement de plusieurs piliers dans la partie orientale de l'abri, l'espace alors plus ouvert peut devenir un axe privilégié de

passage pour les Hommes et les animaux. Est-ce que cette organisation est à l'origine de la disparité dans la nature et le nombre de vestiges conservés ? Avant toute chose, il est important de souligner que seuls deux carrés ont été fouillés dans la partie orientale contre seize carrés dans la partie occidentale.

Au vu de la distribution spatiale des vestiges associés à l'art rupestre, il apparaît peu probable que de tels vestiges aient été moins bien conservés dans la partie orientale que dans la partie occidentale (Fig. VI-20). S'il est certain que la stratégie de tri opérée sur le matériel excavé dans le Carré P a contribué à l'enregistrement d'un grand nombre de vestiges, la présence de nombreux résidus de matières colorantes et colorées au sein de ce carré reste indéniable : ceci constitue un premier indice pour démontrer que l'aménagement de l'abri n'est pas à l'origine de la disparité dans la nature et le nombre de vestiges conservés dans les dépôts culturels. L'absence de vestiges associés à l'art rupestre dans le Carré B, à l'exception des meules et de la molette, peut être liée au type d'activité exercé en ce lieu, possiblement dédié à la préparation de la matière picturale. Mais, si tel est le cas, il est surprenant de ne retrouver aucun vestige de matière colorante dans ce carré. En effet, la préparation de matière picturale a tendance à favoriser la répartition de petits résidus de matière colorante autour des différents postes de préparation. Il est aussi possible que la circulation des hommes dans cet espace dégagé ait entraîné plus de dispersion et moins d'accumulation dans ce secteur. De nouvelles fouilles sous le Panneau H densément peint au cours des périodes **Mimi A** et **Jawoyn Bim** (Tableau VI-12) pourraient révéler la présence d'autres vestiges de matières colorantes et colorées. Ainsi, pour le moment, nous supposons que les meules et la molette ont été déplacées depuis un autre secteur après avoir été utilisées.

Les gouttes de peinture ont uniquement été découvertes dans des dépôts culturels « récents » dans la partie orientale de l'abri, sous le Panneau E1 richement décoré (Fig. VI-20). Malgré la présence d'une multitude de peintures blanches (monochromes, bichromes à base de blanc) produites pendant les périodes artistiques les plus récentes, peu de résidus blancs ont été exhumés. En effet, seuls les Carrés A et P ont livré quelques écailles recouvertes de peinture blanche ainsi que quelques résidus de matière argileuse de couleur blanche (Fig. VI-21). Pour le Carré A, ces derniers ont été retrouvés entre les niveaux élémentaires XU2 et XU14, datés entre <400 ans cal BP et 10 000 – 11 200 ans cal BP. Pour le Carré P, ils ont été découverts entre XU1 et XU17, correspondant aux « Phases Radiocarbone III et IV », s'étalant de l'époque subactuelle à il y a près de 510 ans cal BP. Le faible nombre de résidus de matière argileuse peut s'expliquer par la faible cohérence des matières colorantes naturelles blanches de façon générale (type kaolin) et donc par une dispersion possible sous l'action des circulations d'eau dans le site.

Dans la partie orientale, de nombreux résidus de matière colorante (Fig. VI-22) présentant un large panel de couleurs – rouge, rouge orangé, brun, mauve, jaune, jaune + rouge – ont été retrouvés dans le Carré P. Ils sont distribués de manière hétérogène tout le long de la séquence stratigraphique avec un pic entre 180 et 510 ans cal BP (82 résidus sur 98). La couleur majeure représentée dans les autres carrés de fouille de la partie occidentale est le rouge. La couleur jaune est très présente dans le secteur K, mais limitée à des dépôts culturels datés de moins de 400 ans cal BP. De manière générale, les résidus de matière colorante ont été découverts en plus grande quantité dans des dépôts culturels « récents » que dans des dépôts culturels anciens, dans l'ensemble du site.

L'analyse spatio-temporelle des pièces facettées et striées de Nawarla Gabarnmang indique que ces vestiges sont distribués uniquement dans la partie occidentale de l'abri, indépendamment de leur âge (Fig. VI-23). Des pièces âgées de <400 ans cal BP côtoient d'autres pièces d'âge plus ancien, indiquant une longue tradition d'occupation. Le nombre de pièces est plus élevé dans le secteur K et le secteur 9, où six pièces ont été découvertes dans chacun des deux secteurs. La présence d'une multitude de panneaux peints et de piliers décorés dans le secteur K peut expliquer ce nombre important. Ces panneaux, de même que l'immense et hautement décoré Panneau J1 (235 motifs) à proximité de ce secteur, ont été régulièrement peints au cours des différentes périodes artistiques (Tableau VI-12). Ceci explique la présence de ces vestiges tout le long de la séquence stratigraphique du Carré R. Les pièces facettées et striées découvertes dans le secteur 9 (Carrés A et D) ont des âges compris entre <400 et 12 000 – 18 000 ans cal BP. Toutes les pièces facettées et striées apparaissent abandonnées au pied de piliers peints (comm. pers. B. David, 2017). Par ailleurs, les pièces composées d'une phase de Zn-Ga-As ont été découvertes dans la partie nord-ouest et sud-ouest de l'abri tandis que les pièces présentant des traces de W sont uniquement présentes dans la partie nord-ouest (Fig. VI-23). Il s'agit bien sûr une fois de plus d'un premier constat qui ne permet pas de faire un lien entre un mode d'approvisionnement et une période d'utilisation dans une zone spécifique du site.

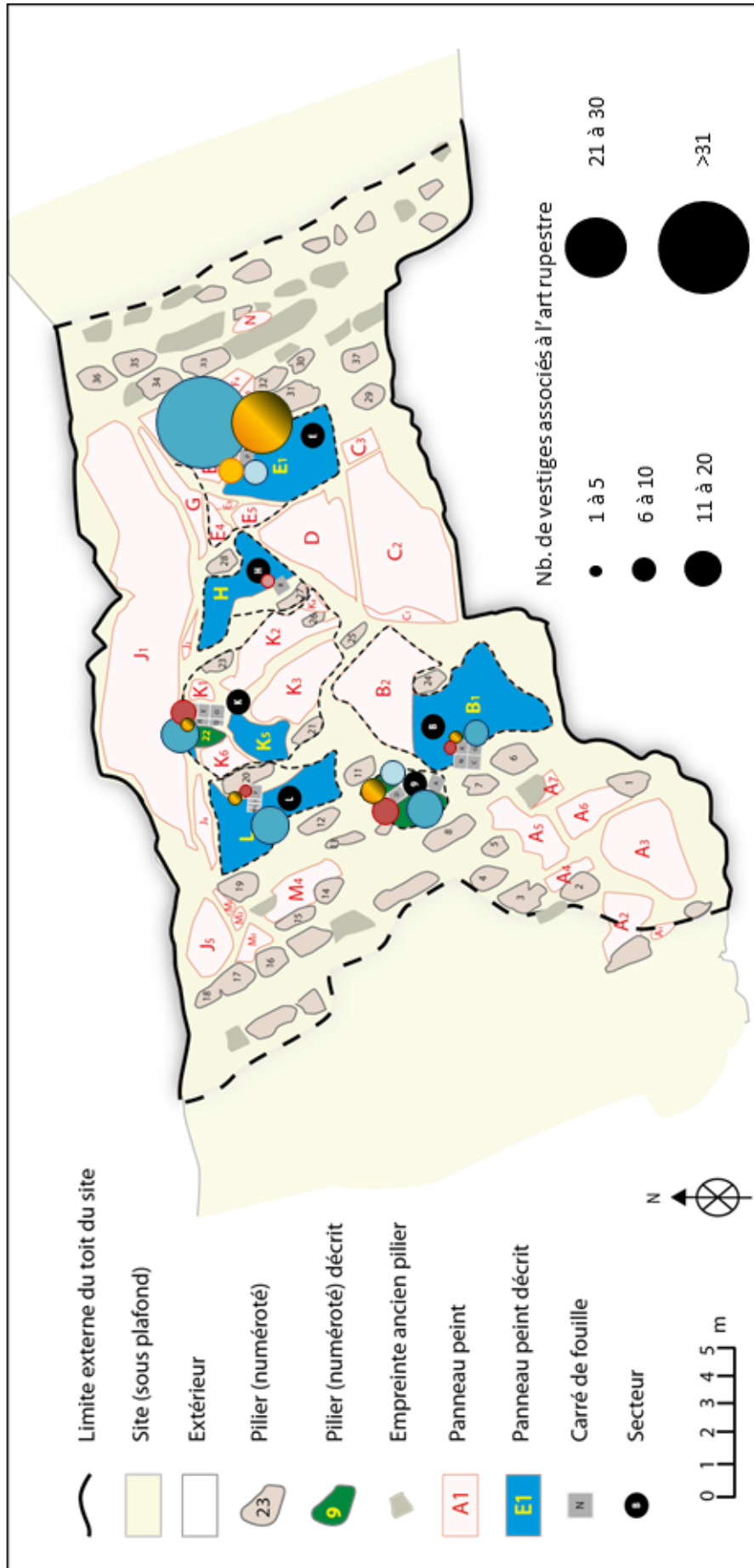


Figure VI-20 : Carte de distribution des vestiges associés à l'art rupestre à Navarria Gabarrmang (meules et molette ; pièces facettées et striées ; résidus de matière colorante ; résidus de matière argileuse ; gouttes de peinture ; écailles colorées)

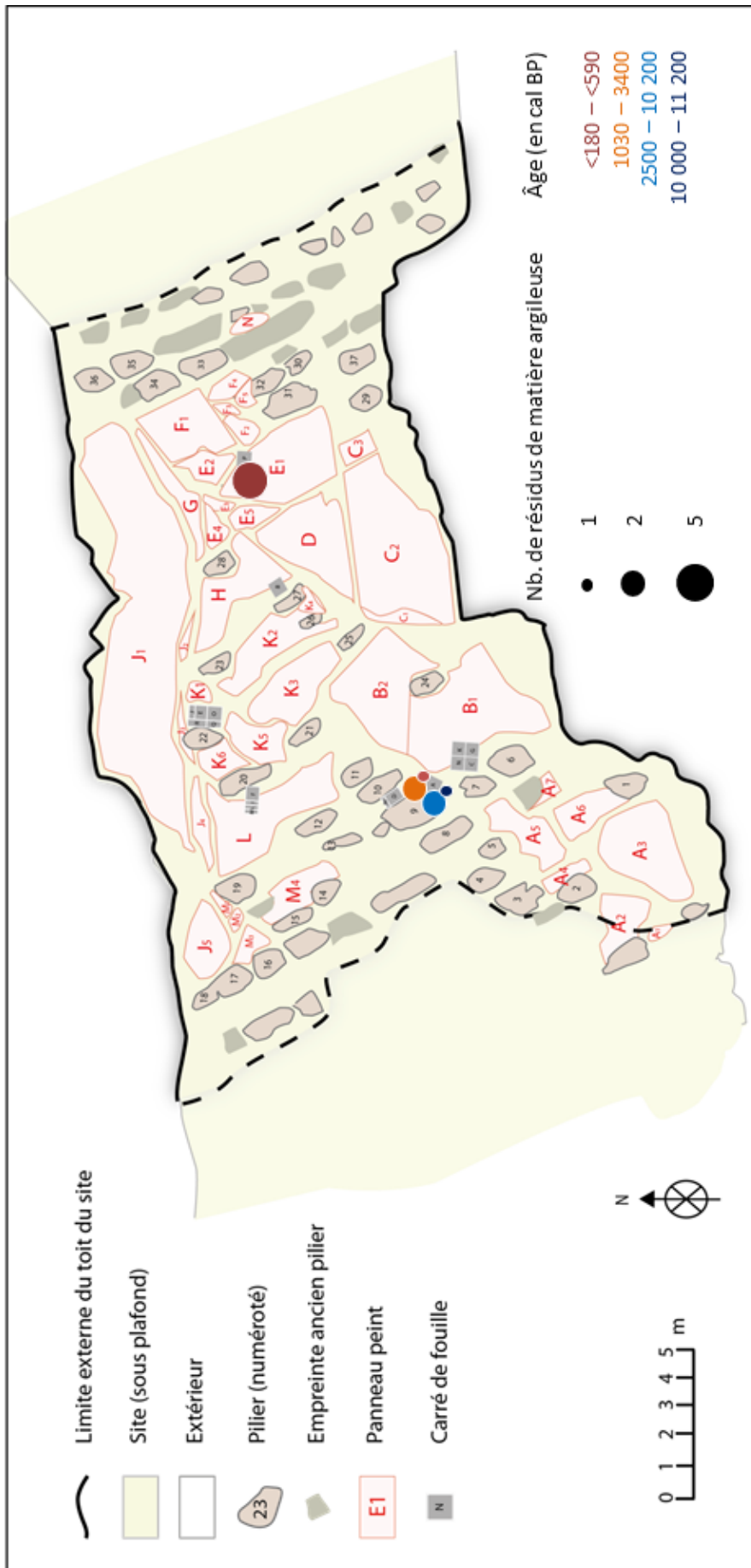


Figure VI-21 : Carte de distribution des résidus de matière argileuse en fonction de leur âge (cal BP) à Nawarla Gabarnmang

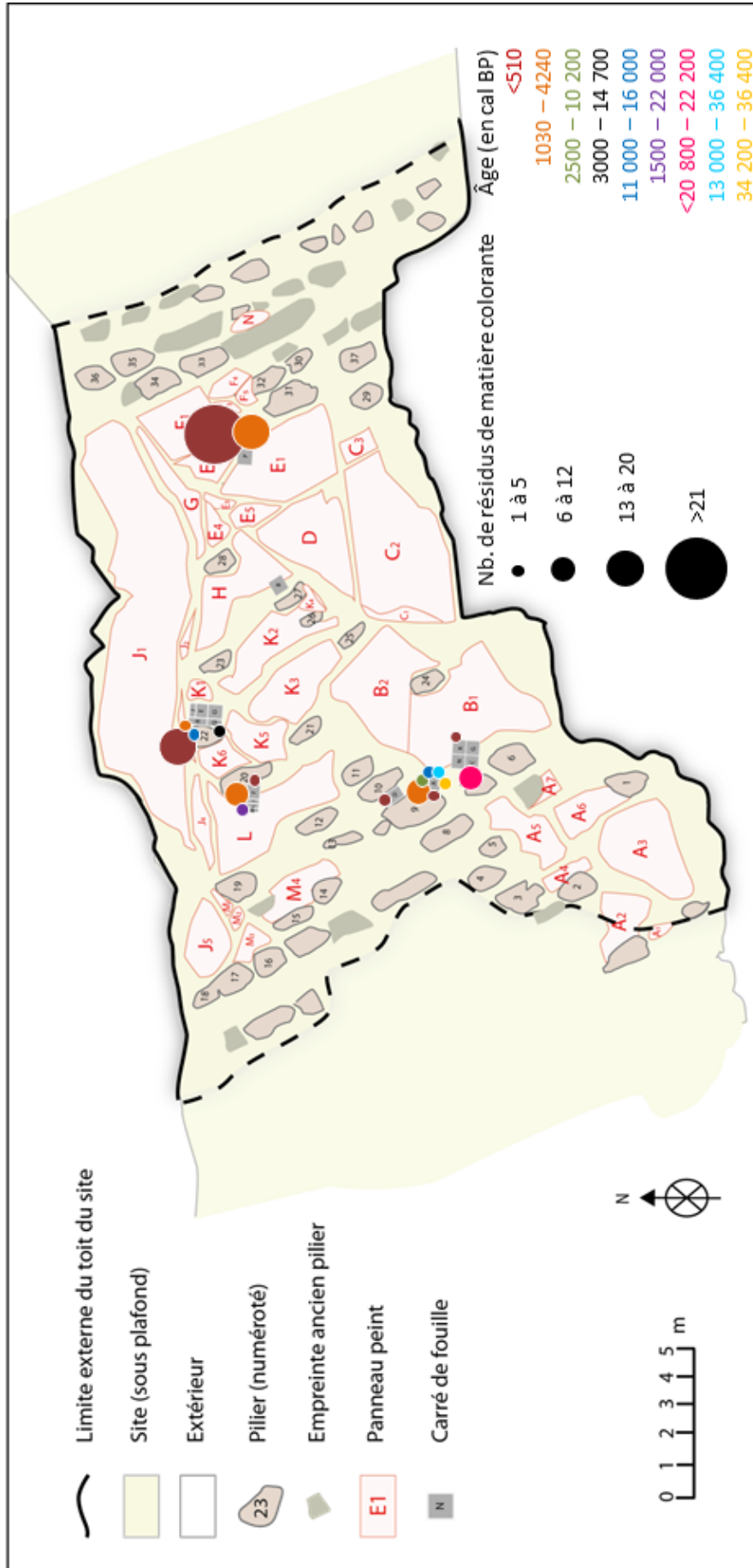


Figure VI-22 : Carte de distribution des résidus de matière colorante en fonction de leur âge (cal BP) à Nawarla Gabarnmang

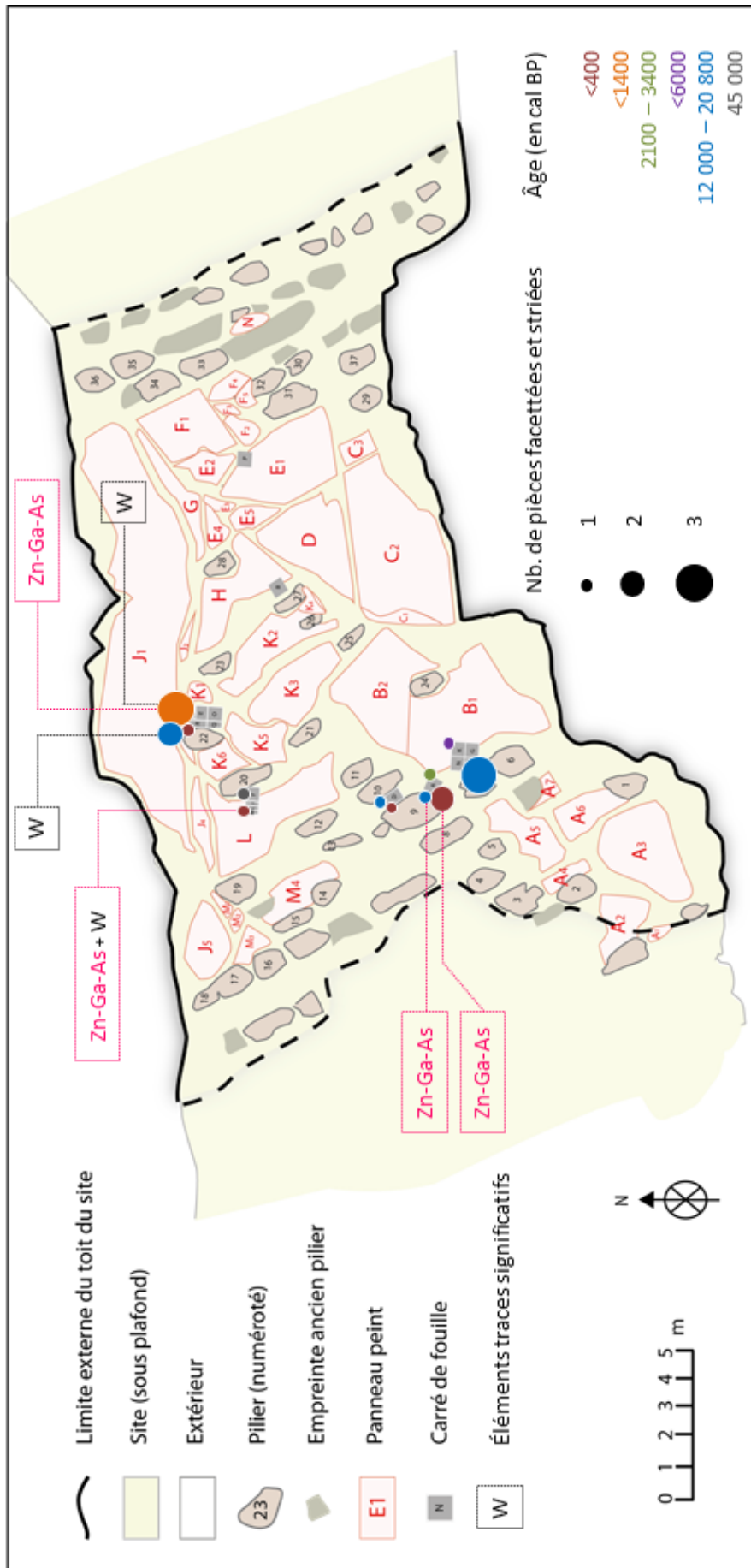
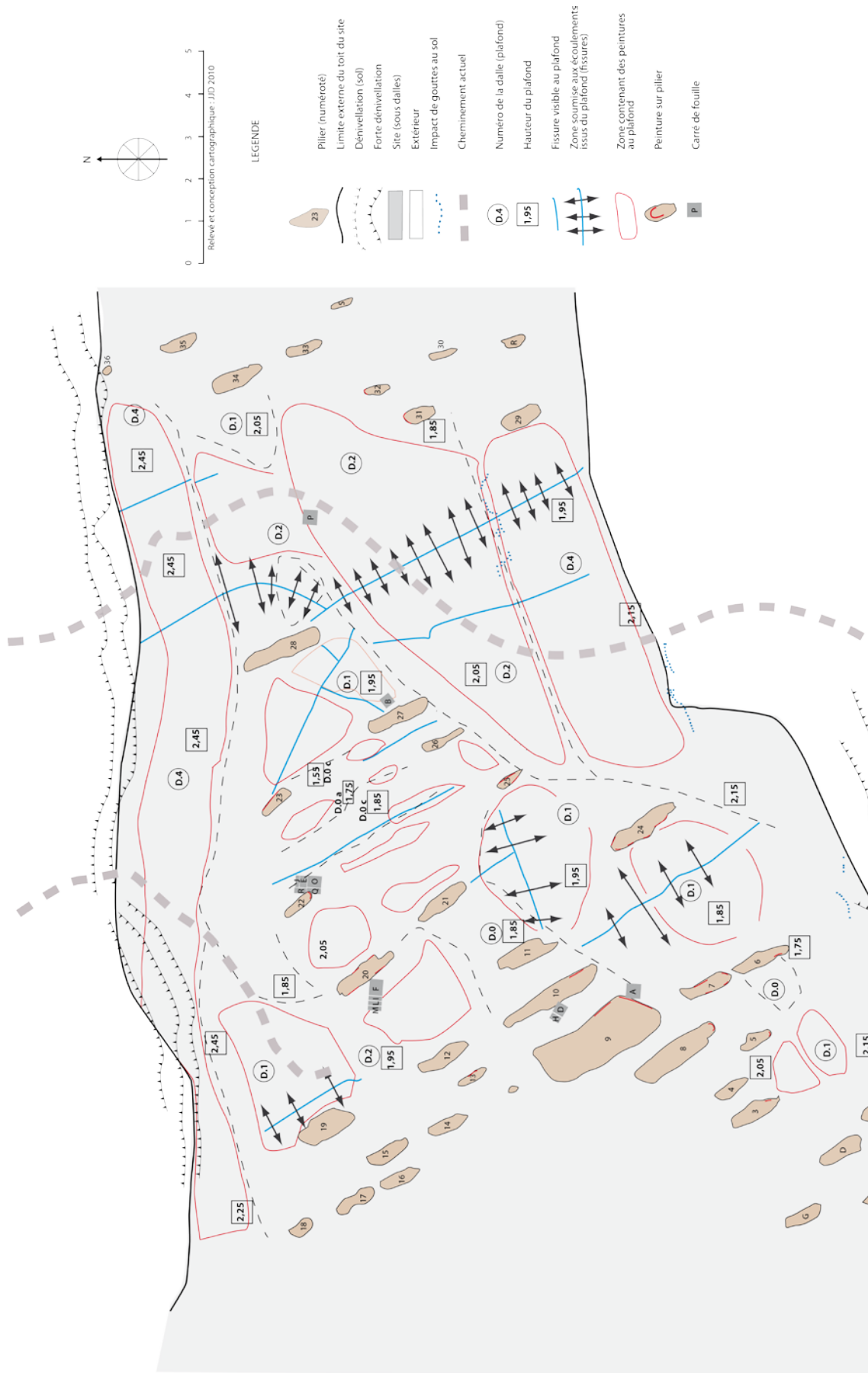


Figure VI-23 : Carte de distribution des pièces facettées et striées en fonction de leur âge (cal BP) et de leur composition chimique à Nawarla Gabarnmang

Des écailles recouvertes d'une couche picturale ont été découvertes dans tous les secteurs, sauf le secteur H : est-ce que l'état des parois et des peintures peut expliquer la présence et le nombre de telles écailles dans les différents secteurs ? Quelques traces d'exfoliation sur les plafonds liés à des réajustements mécaniques sont observées. Des fissures ont également été observées et cartographiées sur l'ensemble des panneaux étudiés (Fig. VI-24). Certains panneaux sont altérés par des suintements liés à des circulations diffuses d'eau créant des auréoles noirâtres altérant les peintures voire les gommant (comm. pers. J.-J. Delannoy, 2017) : cela reste cependant localisé le long des fissures. Ce phénomène est particulièrement visible sur le Panneau E1 (cf. Fig. III-4) ce qui pourrait expliquer le nombre important d'écailles retrouvées dans le Carré P.

La grande majorité des écailles découvertes sous l'abri est concentrée dans les dépôts culturels subactuels du secteur E. Des écailles d'âge plus ancien (1300 ans cal BP à 45 000 – 47 000 ans cal BP) ont été retrouvées dans les autres secteurs de l'abri (Fig. V-25).

Par ailleurs, les écailles dites naturelles composées de phases d'altération (phosphates d'aluminium et de fer, parfois associés à des sulfates de calcium et des sulfates de fer) ont été mises au jour dans plusieurs carrés de fouille principalement dans la partie occidentale (Fig. V-26). Les écailles recouvertes d'un dépôt blanc enrichi en phases minérales phosphatées sont essentiellement concentrées dans le secteur 9, avec dix-neuf écailles découvertes dans le Carré A. Plus de la moitié des motifs recensés sur le pilier 9 accolé au Carré A sont dans un mauvais état de préservation, aussi bien des motifs de couleur rouge, jaune ou blanche. Aucune présence d'encroutements de surface n'est relevée ; seules des traces de frottements d'animaux et une accumulation de poussières au bas d'un des panneaux du pilier sont observées (Gunn, 2017). Ainsi, l'hypothèse de formation *post* enfouissement est formulée. La formation de ces phases minérales phosphatées *in situ* n'a pu se produire que sous plusieurs conditions géochimiques particulières, c'est-à-dire en présence de minéraux primaires argileux et/ou carbonatés, de sources riches en phosphates et d'eau. Les sources en minéraux carbonatés et en phosphates peuvent provenir d'anciennes activités anthropiques dans ces secteurs (cf. § V.3.2.4.). Par exemple, des activités culinaires peuvent être à l'origine de la présence d'anciens foyers de combustion, donc d'importantes quantités de cendre ; une accumulation d'ossements et/ou de graisses animales suite à la préparation de viandes animales, peut être à l'origine de la présence de phosphates.



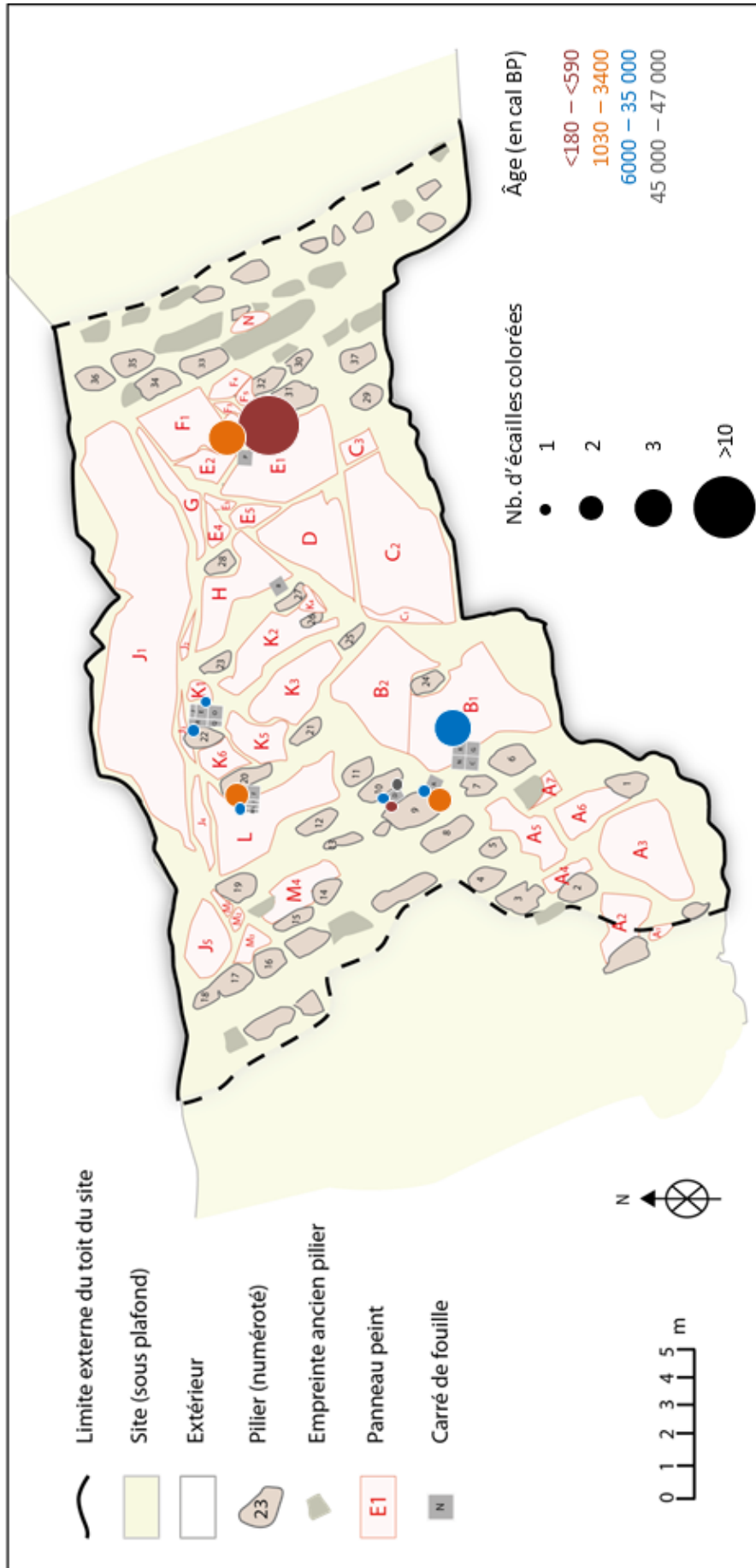


Figure VI-25 : Carte de distribution des écailles colorées culturelles et à statut indéterminé en fonction de leur âge (cal BP) à Navarria Gabarrmang

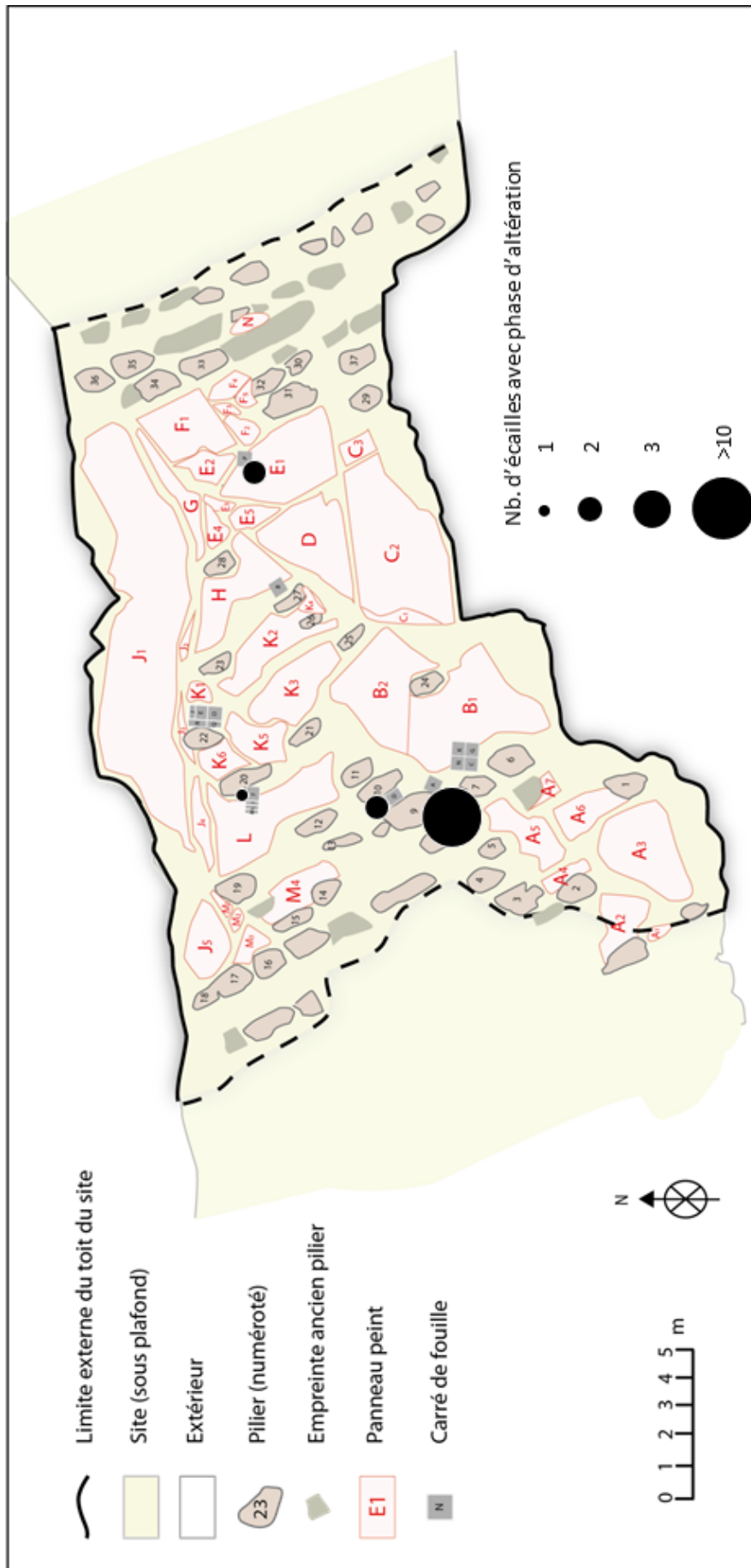


Figure VI-26 : Carte de distribution des écaillles colorées dites naturelles à Nawarla Gabarnmang

Croisement des informations archéologiques, géomorphologiques et pariétales

Les datations des dépôts culturels ont révélé que les témoins archéologiques des plus anciennes fréquentations se trouvent dans les secteurs L, B, K et 9 situés dans la partie occidentale de l'abri (Carrés F+ILM, N-K-G, R-Q et A-D ; cf. Tableau II-3). Les études pariétales (Gunn, 2016) ont montré que de manière générale les plus anciennes peintures sont situées sur les panneaux situés également dans la partie occidentale du site (cf. § II.3.2. ; Tableau VI-12). Au contraire, dans les Carrés P et B, les témoins archéologiques sont plus récents en termes d'aménagements (Delannoy *et al.*, 2017) et de styles artistiques.

Panneaux peints	Localisation dans l'abri	Nb. de motifs par période artistique		
		Mimi A	Mimi B	Jawoyn Bim
Panneaux A	SO	73	5	34
Panneaux B	O	38	4	26
Panneaux C	E	45	35	22
Panneau D	Centre	0	22	44
Panneaux E	E	4	70	53
Panneaux F	E	32	115	82
Panneau G	NE	0	12	5
Panneau H	Centre nord	57	17	58
Panneaux J	NO	143	27	92
Panneaux K	O	44	60	69
Panneau L	O	9	10	39
Panneaux M	O	13	15	15
Panneau N	E	0	5	2

Tableau VI-12 : Nombre de motifs recensés par période artistique sur les grands ensembles de panneaux peints sur le plafond (**Panneaux** : panneaux étudiés dans ce manuscrit ; synthèse d'après Gunn, 2016)

Les études anthropo-géomorphologique, archéologique et pariétale ont permis de souligner l'ancienneté des fréquentations anthropiques, de mettre en avant des modes d'occupation de l'abri et des *foci* artistiques différents dans le temps et dans l'espace depuis son occupation initiale, des aménagements importants transformant totalement la physionomie du site et un arrêt des aménagements en cours de réalisation se traduisant par l'arrêt de l'évacuation des blocs provenant des piliers et plafonds tombés (Gunn, 2016 ; Delannoy *et al.*, 2017).

Notre étude a confirmé la présence de vestiges associés à l'art rupestre dans les dépôts culturels subactuels dans les deux carrés fouillés dans la partie orientale de l'abri. Nous avons mis en évidence que les vestiges des carrés de la partie occidentale étaient présents à la fois dans des dépôts culturels très anciens, remontant aux premières fréquentations du site, et dans des dépôts plus récents datant de l'époque subactuelle, traduisant une longue tradition artistique dans cette partie de l'abri. En effet, l'aménagement du site n'a pas signifié l'abandon des activités picturales dans la partie occidentale au

profit de la partie orientale nouvellement agrandie. Les panneaux du plafond ont été peints préférentiellement à certaines périodes, d'autres de manière plus continue au fil du temps, la distribution des vestiges associés à l'art dans le temps et dans l'espace confirmant cette affirmation.

3. L'histoire spatio-temporelle de l'art à Nawarla Gabarnmang

L'occupation initiale de l'abri de Nawarla Gabarnmang débute il y a près de 50 000 ans, soit peu de temps après l'arrivée des Hommes sur le continent australien (David *et al.*, 2011). Si l'âge des prémices de l'art rupestre ne peut être précisé, la plus ancienne preuve d'une activité picturale sous l'abri remonte à près de 28 000 ans. À cette époque, l'intérieur du site n'était pas aussi vaste et ouvert qu'aujourd'hui. L'enlèvement de plusieurs piliers entre 24 000 et 11 000 ans a permis d'agrandir progressivement la surface d'occupation liée à l'enlèvement de piliers et la chute des anciens plafonds ; les nouvelles surfaces engendrées en plafond sont celles qui sont les plus décorées dans le paysage « actuel » du site. Le processus d'élargissement a toutefois causé la destruction d'anciens panneaux peints (Delannoy *et al.*, 2017). Cet aménagement de l'espace habitable s'est produit pendant le maximum de la phase d'aridité du *Last Glacial Maximum* (LGM), entre 18 000 et 22 000 ans cal BP (Reeves J. *et al.*, 2013). À la même époque, un afflux de groupes venant de l'intérieur des terres australiennes vers les côtes et autres régions à proximité des points d'eau, est évoqué ; cela pourrait concerner le plateau de la Terre d'Arnhem (Gunn, 2016). Néanmoins, il est impossible de déterminer s'il existe un lien entre l'agrandissement de l'abri et cette hypothèse.

La stabilisation des plafonds actuellement visibles remonte vers 11 000 ans ce qui correspond, par ailleurs, à l'amélioration des conditions climatiques à la fin du LGM et au début de l'Holocène. À partir de cette période, l'histoire de l'art rupestre sur le plafond de l'abri devient plus claire. Parmi les plus anciennes peintures encore visibles, les mains négatives rouges, dont les mains de type 3MF, sont réalisées il y a un peu moins de 14 000 ans, après 11 000 ans (Gunn, 2016). Cependant, la présence de vestiges associés à l'art rupestre dans des dépôts culturels datés de plus de 14 000 ans révèle l'existence d'un art plus ancien. Par exemple, une pièce facettée et striée a été découverte au sein du Carré F dans un niveau daté de 45 000 ans cal BP suggérant une activité culturelle antérieure à cette date. Or, la surface rocheuse sur laquelle a été peint le Panneau L situé au-dessus des Carrés F+ILM a été créée suite à l'effondrement d'une strate du plafond entre 21 495 et 23 909 ans cal BP (cf. § II.3.1.). Ceci indique que tout l'art du Panneau L serait postérieur à 24 000 ans. La poudre colorante extraite de la pièce facettée et striée a pu servir à peindre soit sur une ancienne strate du plafond effondrée soit sur le pilier 20 accolé au Carré F, l'art présent sur les piliers étant *a priori* plus ancien que celui sur le plafond (Gunn, 2016). Il est aussi possible que la poudre colorante ait servi à un autre usage tel que par exemple la peinture corporelle. De plus, plusieurs autres vestiges portant des stigmates d'un usage anthropique ont été découverts dans des dépôts culturels datés entre 12 000 et 20 800 ans cal BP, suggérant aussi des activités culturelles antérieures aux plus anciennes peintures identifiées sur le plafond de l'abri. Cet art ancien peut avoir « disparu » après l'enlèvement de piliers et l'effondrement consécutif d'anciennes strates du plafond ou être caché sous plusieurs superpositions de couches picturales, à moins d'être toujours présent, sur les piliers décorés dont les études pariétales

ont débuté cette année. Enfin, la présence de vestiges semblables dans des dépôts culturels plus récents, remontant à <200 ans cal BP, souligne une tradition artistique continue (cf. Tableau VI-2). Outre la découverte des objets portant des traces d'un usage anthropique, la mise au jour d'écailles peintes dans des dépôts culturels datés de plus de 14 000 ans constitue aussi une preuve d'une tradition artistique antérieure à cette date (cf. Tableau VI-7) : par exemple, l'écaille avec le motif noir incomplet âgée de 28 000 ans retrouvée dans le Carré E et qui constitue le pictogramme le plus ancien de Nawarla Gabarnmang ; l'écaille avec un trait charbonneux découverte au sein du Carré F dans des dépôts datés entre 17 000 et 24 000 ans cal BP ; une autre écaille recouverte d'une couche picturale orange mise au jour dans le Carré D, dans des dépôts âgés entre 45 000 et 47 000 ans cal BP (cf. § VI.2.1.1.). Il est important de rappeler que le *bedrock* de plusieurs carrés n'a pas été atteint (cf. Tableau II-3) : c'est le cas du Carré P, dont la fouille a été entravée par la présence d'une très probable dalle tombée du plafond (cf. § III.2.1.2.). Il est donc possible de retrouver ultérieurement des traces d'activité artistique plus ancienne.

Au cours des 10 000 années suivants jusqu'à il y environ 450 ans, soit pendant les périodes **Mimi A** et **Mimi B**, la couleur rouge domine l'art de Nawarla Gabarnmang. À cette époque, des changements radicaux s'opèrent dans le répertoire artistique. La couleur blanche devient la couleur de prédilection de la période **Jawoyn Bim** et le nombre de combinaisons de motifs bicolores ainsi que de polychromes augmente drastiquement. Malgré l'utilisation accrue de la couleur blanche au cours des 400 dernières années, le nombre de résidus blancs mis au jour reste peu élevé. Le changement artistique perçu par R.G. Gunn (2016) sur les panneaux peints du plafond ne trouve pas d'écho dans la lecture des vestiges de matières colorantes exhumés le long des séquences stratigraphiques des différents carrés de fouille. En effet, alors que de nombreux motifs peints en blanc ont été recensés sur les différents panneaux peints, la découverte de résidus blancs dans les carrés fouillés est rare. Si quelques résidus ont été retrouvés dans des niveaux datés entre 1400 et 11 200 ans cal BP, la plupart de ces résidus ont été mis au jour dans des dépôts culturels de l'époque subactuelle. Quelques écailles blanches ont également été découvertes : l'écaille blanche du Carré A a été découverte dans un niveau daté de entre 1400 – 3400 ans cal BP et les trois écailles blanches du Carré P dans des dépôts datés de moins de 180 ans cal BP. En revanche, l'usage de multiples couleurs pour peindre les nombreux bichromes et polychromes caractéristiques de la période artistique la plus récente est mis en évidence par la découverte de plusieurs écailles bicolores (cf. Tableau VI-7) dans les dépôts culturels âgés de moins de 180 ans cal BP dans le Carré P.

L'arrivée des Européens sur le plateau de la Terre d'Arnhem se traduit artistiquement par la représentation d'un cheval sur un panneau dans le centre de l'abri (cf. Fig. II-21) et archéologiquement par la découverte d'une petite perle bleue percée (cf. § II.3.3.). Aucun vestige de matières colorantes et colorées n'a révélé la présence de constituants synthétiques importés par les Européens (cf. § I.1.2.2.). Par ailleurs, à l'exception de la représentation « exotique » du cheval, le répertoire artistique reste traditionnel jusqu'à l'époque subactuelle. Les peintures polychromes des grands barramundis en style *X-ray*, plus communes dans la région nord du plateau de la Terre d'Arnhem que sur les terres Jawoyn, peuvent évoquer des échanges entre des groupes du plateau et du nord de la Terre d'Arnhem (Gunn, 2016). À partir de l'année 1935, les Hommes ont cessé de peindre au plafond de Nawarla Gabarnmang marquant la fin de la période **Jawoyn Bim**.

L'arrêt de la production d'art à Nawarla Gabarnmang ne marque bien évidemment pas la fin de l'art Jawoyn. L'art Jawoyn, toujours vivant, est exécuté sur de nouveaux supports, toiles et *bark paintings*, lors de démonstrations performées par les *Traditional Owners* à la demande des chercheurs.

A stylized illustration of a lizard, possibly a gecko, rendered in a grid pattern of red and white lines. The lizard is positioned vertically, facing upwards. Its body is covered in a dense grid of squares, while its limbs and tail are decorated with a similar but less dense grid pattern. The lizard's head is elongated with two small white dots for eyes. The background is a light-colored wood-grain texture. The text "CONCLUSION GENERALE" is centered over the lizard's body.

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale

Dans cette thèse, les matières colorantes et colorées retrouvées dans les dépôts d'occupation de Nawarla Gabarnmang, site d'art rupestre majeur en Pays Jawoyn (Terre d'Arnhem – Australie), ont été étudiées pour répondre à deux objectifs : (i) **les caractériser** en reconstituant autant que possible chacune des étapes de la chaîne opératoire ayant conduit à la réalisation des peintures rupestres, et (ii) **avancer un cadre chronologique à l'ornementation de ce site** en lien avec les phases d'occupation qui l'ont marqué depuis près de 50 000 ans. Un nouveau questionnement est apparu au cours du projet, suite aux résultats préliminaires obtenus grâce aux études anthropo-géomorphologique, archéologique et pariétale. La définition d'espaces et de temporalités différents au sein du site – entre la partie occidentale concentrant les plus anciens témoins archéologiques (datations des fréquentations humaines et aménagements) et la partie orientale, où se situent les témoins les plus récents tant archéologiques que pariétaux – a soulevé une nouvelle interrogation visant à confronter **la dualité spatio-temporelle** commune aux données archéologiques, anthropiques (aménagements) et pariétales à la nature et à la quantité des vestiges associés à l'art rupestre retrouvés dans les différents dépôts d'occupation.

Pour répondre à l'analyse des matières colorantes et colorées retrouvées à Nawarla Gabarnmang, une démarche méthodologique large visant l'étude de l'art rupestre Jawoyn dans sa globalité a été adoptée pour replacer les résultats obtenus dans le contexte général archéologique du site étudié et de l'aire concernée. L'étude de ces matières 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 telles que l'absence de prélèvement ou d'analyse *in situ* des peintures du site. Malgré des études similaires sur les matières colorantes dans des contextes différents (Salomon, 2009 ; Dayet, 2012 ; Pradeau, 2015), des adaptations du protocole analytique restent indispensables et ont conduit à la mise en place d'une stratégie méthodologique appropriée. L'utilisation d'une instrumentation spécifique a été primordiale en fonction des questions posées par ces matériaux complexes et précieux. Si le recours aux techniques « classiques » suffit à répondre à de nombreuses interrogations, la grande variété des vestiges de matières colorantes et colorées de Nawarla Gabarnmang a nécessité la mise en œuvre de techniques performantes (PIXE, synchrotron) et innovantes dans l'étude de matériaux du patrimoine culturel (couplage micro-diffraction de rayons X et tomographie).

Le protocole mis en place a permis de classer et de caractériser à différentes échelles les différentes spécificités des vestiges associés à l'art rupestre de Nawarla Gabarnmang. Une attention a été portée à distinguer les différents segments de la chaîne opératoire depuis la collecte des matières premières jusqu'à leur utilisation, en passant par les modes de transformation et de préparation. Les résultats acquis soulignent une diversité minérale des matières utilisées pour réaliser les peintures

Conclusion

rupestres. L'étude a, par ailleurs, mis en avant des choix dans ces différentes matières ; celles qui ont le plus souvent été retenues correspondent à celles **riches en fer**. En outre, les oxydes de fer identifiés pour produire les couleurs de la « palette » de couleurs des ornements ont rarement été rencontrés seuls mais plutôt dans des **mélanges *a priori* naturels**, contenant systématiquement du quartz et présentant des fractions argileuses ainsi que des oxydes de titane. La question du **traitement thermique** a été soulevée avec l'identification de maghémite dans plusieurs résidus de matière colorante. Son origine interroge ; elle peut être associée à un chauffage soit intentionnel, soit accidentel. Enfin, le procédé de réduction en poudre a pu être appréhendé : il est principalement basé sur **l'abrasion**. L'étude d'assemblages provenant des autres sites du complexe A74 permettrait de confirmer ou d'infirmer les observations issues de ce travail sur plusieurs témoins de Nawarla Gabarnmang. Les résultats acquis restent à être confrontés aux études, plus anciennes, amenées sur les sites d'art rupestre d'Australie et peuvent nourrir de possibles réinterprétations. Un nouveau regard peut ainsi être porté sur les objets présentant des traces d'usage anthropique découverts dans des dépôts d'occupation aussi anciens qu'à Nawarla Gabarnmang, voire plus anciens comme à Madjedbebe ($45\ 000 \pm 9\ 000 - 61\ 000 \pm 13\ 000$ ans) et à Nauwalabila ($53\ 000 \pm 5\ 400$ ans), ainsi que sur les meules sur lesquelles ont été relevées de « simples taches colorées », avec pour dessein de mieux comprendre leur histoire techno-culturelle. L'étude combinant la tracéologie et la physico-chimie permettrait, d'une part, de remonter aux savoir-faire des premiers Hommes et, d'autre part, de proposer des liens chrono-culturels avec les peintures des sites et/ou de rechercher de potentielles sources d'approvisionnement.

Des évolutions diachroniques des matières colorantes et colorées retrouvées dans les carrés de fouille ont été perçues au sein du site dans le temps et dans l'espace. Néanmoins, le **changement artistique** perçu sur les panneaux peints du plafond, marqué par un basculement dans l'utilisation accrue de la couleur blanche au détriment de celle du rouge, survenu au cours des 400 dernières années, n'a pu être clairement mis en évidence. De plus, dans l'état actuel des connaissances, il n'y a pas d'éléments significatifs qui mettent en avant un changement dans les recettes picturales ou sources d'approvisionnement pour les différentes générations de peintures de Nawarla Gabarnmang. Plusieurs interprétations sont possibles : ceci peut indiquer que les « groupes » n'étaient pas restreints en termes d'accès aux ressources en matières premières, qu'elles soient locales ou régionales. Des échanges avec des groupes éloignés dans une géographie différente de l'actuelle ne sont pas exclus.

Par ailleurs, en regard du contexte social de l'art produit à Nawarla Gabarnmang, les analyses chimiques et minéralogiques ont montré l'absence d'utilisation de matériaux issus de la culture européenne. Cependant, les études archéologiques et pariétales indiquent qu'une grande partie de l'art a été réalisée à une époque correspondant à la période dite de *Contact* entre les groupes du plateau de la Terre d'Arnhem et les Européens. Cela souligne que la présence ou l'absence de matériaux de cette période n'est pas une indication absolue pour souligner les interactions entre les populations autochtones et les Européens.

Les résultats issus de l'analyse des matières colorantes et colorées présentes à Nawarla Gabarnmang ont permis de renseigner sur une géographie du site qui a évolué dans le temps des fréquentations. **L'approche spatio-temporelle** qui s'en dégage, croisée avec les données anthropo-géomorphologiques, archéologiques et pariétales, a permis de proposer un cadre chronologique et spatial aux différentes générations de peintures et périodes de fréquentation.

Les travaux menés sur le plateau de la Terre d'Arnhem (Chaloupka, 1993 ; Chippindale et Taçon, 1998) associent les plus anciennes peintures à l'arrivée des premiers Hommes en Australie, il y a près de 50 000 ans. Cette hypothèse repose sur le recoupement des études stylistiques avec les données paléoenvironnementales et historiques ainsi que sur la présence de matières colorantes porteuses de stigmates d'une utilisation anthropique dans des dépôts d'occupation datant de la première « colonisation » du continent australien notamment dans plusieurs sites du plateau de la Terre d'Arnhem, à quelques dizaines de kilomètres de notre site d'étude. La séquence stratigraphique du site de Nawarla Gabarnmang indique une phase initiale d'occupation il y a 48 000 ans. D'après les estimations des périodes de réalisation des peintures fournies par les archéologues en charge du site, l'art encore visible sur le plafond de l'abri débute il y a un peu moins de 14 000 ans et cesse en 1935 AD. Néanmoins, la découverte de matières colorantes portant les stigmates d'un usage anthropique jusque dans des dépôts datés de près de 48 000 ans et de plusieurs écailles peintes, dont celle sur laquelle est dessiné un motif noir retrouvée dans des dépôts datés de 28 000 ans, souligne des activités culturelles antérieures aux plus anciennes peintures identifiées sur le plafond de l'abri. La présence de matières colorantes et colorées le long de la séquence de Nawarla Gabarnmang montre une activité culturelle, voire artistique, continue depuis les toutes premières fréquentations préhistoriques jusqu'aux fréquentations subactuelles.

Les deux principaux objectifs de cette recherche ont été atteints en intégrant la caractérisation multi-analytique dans l'approche globale du site orné de Nawarla Gabarnmang. Cette démarche permet de proposer un cadre chronologique cohérent en l'absence de datation absolue des peintures. Les matières colorantes et colorées jouent le « rôle » de vecteur en rassemblant les données issues des études archéologiques, géomorphologiques et pariétales. Les résultats de caractérisation des matières colorantes et colorées ouvrent le champ d'une approche combinant la chronologie et la spatialité de l'ornementation du site de Nawarla Gabarnmang. Ces changements au cours du temps et de l'espace du site constituent un support de travail pour appréhender leurs dimensions sociales.

Ce travail porte aussi la trace de plusieurs contraintes dont les plus marquantes sont l'absence de prospection et de prélèvement ou d'analyse *in situ* des peintures. Cela entraîne de fait de réelles ruptures dans la définition de la chaîne opératoire. La suite logique de ce travail consistera à combler les lacunes, d'une part, en élargissant le volet analytique pour résoudre certaines impasses ou pour répondre aux nouveaux questionnements soulevés et, d'autre part, à transposer la démarche appliquée sur le site de Nawarla Gabarnmang à d'autres sites archéologiques afin de recomposer la mosaïque chrono-culturelle des sites ornés de la région. La rareté des indices tangibles sur la façon dont les matières colorantes ont été acquises laisse la place à beaucoup d'hypothèses et de suggestions. Pour compléter notre recherche sur l'origine des matières colorantes abordée à travers l'identification

Conclusion

d'éléments traces au sein des matières premières, des recherches de **provenance** seraient souhaitables aux alentours du site pour commencer, les prospections pouvant s'élargir à des sources potentielles d'approvisionnement à une plus vaste échelle spatiale couvrant le plateau de la Terre d'Arnhem, voire au-delà. À partir des résultats obtenus dans ce travail, les prospections peuvent être orientées vers des types de formation géologique caractéristiques des minéraux identifiés (mélanges d'oxydes de fer et de phases minérales argileuses), en privilégiant par exemple la recherche d'altérites. Ces recherches pourraient être enrichies par la production d'une carte de distribution des différentes sources et des matières colorantes présentes dans le complexe A74. Il importerait dès lors d'établir des liens entre l'environnement proche et les matières colorantes présentes dans ces sites, voire de déterminer s'il existe une influence de l'environnement sur le choix des matières premières ou si celui-ci est arbitraire ou symbolique, et si ces choix se retrouvent d'un site à l'autre. La compréhension des stratégies d'approvisionnement pourrait ainsi permettre d'appréhender différents facteurs comme l'environnement ainsi que le contexte social et culturel.

La mosaïque chrono-culturelle à Nawarla Gabarnmang ne pourra être pleinement appréciée sans l'analyse des peintures ornant le plafond et les piliers de l'abri. En caractérisant les peintures des différentes générations de superpositions picturales et en comparant leur nature chimique et minérale, dans une même couche picturale, sur un même panneau ou sur différents panneaux, avec les matières colorantes et colorées mises au jour dans les dépôts d'occupation en relation pertinente avec l'art rupestre, il pourra alors être possible d'étendre les dates déjà obtenues, de vérifier leur cohérence à partir du modèle chronologique proposé par R.G. Gunn (2016) et de fournir une date plus affinée et solide.

Élargir notre démarche à de nouveaux sites permettra de tester les hypothèses que nous avons formulées, à l'échelle des complexes culturels de la région, en commençant par transposer l'approche aux sites ornés du complexe A74 – Exfoliation site EXF3, JSARN-124 et Dalakngalarr 1 – où les études archéologiques, géomorphologiques, pariétales et archéométriques ont déjà livré de précieuses informations sur ces sites à haute valeur patrimoniale et culturelle (Gunn *et al.*, 2011 ; Hunt *et al.*, 2015, 2016 ; Chalmin *et al.*, 2016, 2017a ; David *et al.*, 2017c ; Barker *et al.*, 2017 ; James *et al.*, 2017). Une fois cette étape atteinte, il sera possible d'étirer encore les limites spatiales de notre approche des sites ornés du Pays Jawoyn à ceux du plateau de la Terre d'Arnhem, jusqu'à changer d'aire géographique et culturelle pour mener des comparaisons inter-régionales.

Connaître les matières colorantes qui ont été sélectionnées, collectées et utilisées pour la réalisation des peintures apportent des connaissances sur les peuplements anciens et leur rapport à leur environnement et leur territoire. Il existe une forte connexion spirituelle, dans la culture aborigène, avec les différentes composantes du paysage. L'art rupestre et le paysage représentent une scène intemporelle où le voile entre présent et passé n'a pas de sens. Le sens donné dans notre travail sur les liens chronologiques entre les différentes générations de peintures et de fréquentations répond à nos propres questionnements.

Remerciements

Ce n'est pas sans une certaine émotion qu'avec cette *coda*, je clôture cet opus. À l'image d'une symphonie, la thèse est une composition regorgeant de plusieurs mouvements, exécutée par nombre de musiciens. Ici, sous la baguette du chef d'orchestre, le soliste peut toujours compter sur l'accompagnement et le soutien de l'ensemble des musiciens de l'orchestre. Pianotant allègrement sur le clavier, j'entonne le final pour remercier celles et ceux sans qui cette expérience, à la fois professionnelle et personnelle, aurait ressemblé plus à une mélodie qu'à une mélodie enjouée, éclatante de mille sonorités.

Chers **membres du jury**, je vous adresse toute ma gratitude, à vous qui avez accepté de lire et de juger mon travail. Merci à **Roberto ONTAÑON PEREDO** et **Ina REICHE**, pour leur lecture attentive, leurs commentaires perspicaces et leurs rapports élogieux qui m'ont donné confiance et entrain à l'approche de la soutenance, à **Jean-Michel GENESTE**, **Bruno DAVID** et à **François FARGES** qui a également accepté d'endosser le rôle de président du jury. L'intérêt et les différents regards, que vous avez porté sur ce sujet, ainsi que vos remarques constructives et toujours bienveillantes ont enrichi la discussion lors de la soutenance et les perspectives de recherche pour le site d'art rupestre de Nawarla Gabarnmang.

Je tiens à remercier celle et celui sans qui cette partition n'aurait jamais pu s'écrire, **Émilie CHALMIN** et **Jean-Jacques DELANNOY**. Je n'ai pas assez de mots pour vous remercier de m'avoir, chacun à votre façon, guidée et accompagnée tout au long de cette aventure. **Jean-Jacques**, nous voici finalement arrivés à la fin de ce long suspense. Je te remercie sincèrement pour ton regard bienveillant sur l'avancée de mes travaux et pour ton soutien en tant que directeur de thèse, en particulier dans les moments les plus difficiles où ton expérience a été d'un grand secours ! Tu as su te rendre disponible au moment le plus critique de la rédaction. Tes corrections essentielles sur la partie géomorphologie, tes commentaires et tes conseils avisés m'ont été extrêmement précieux et sont distillés tout au long de ce manuscrit. Nos discussions, tes remarques et propositions toujours pertinentes ont permis d'orienter au mieux mon discours, d'être « moins brute de décoffrage » par moments. Enfin, si Jean-Jacques est le chef d'orchestre placé sous le feu des projecteurs, il a un second chef d'orchestre de l'ombre, un autre *maestro*, personnage clé de cette aventure, toujours derrière moi à me soutenir inlassablement du bout de sa baguette. **Émilie**, ma reconnaissance envers toi est inquantifiable. Il y a six ans, tu m'as appelée par une après-midi hivernale et tu m'as posé une ribambelle de questions sur l'art rupestre, les matières colorantes, les techniques d'analyse ainsi que sur l'Australie. À l'issue de cette première « rencontre », tu m'as alors prise en charge, d'abord stagiaire puis en tant que doctorante, m'introduisant dans le monde des recherches en archéométrie – à l'interface de l'archéologie et des sciences physico-chimiques – me guidant pas à pas et m'aidant à franchir chaque étape. Mais plus qu'un guide, tu es pour moi un modèle vers lequel tendre à l'avenir. Merci d'avoir toujours cru en moi alors que je n'y arrivais plus et d'avoir toujours su trouver les mots justes pour me redonner l'inspiration et la confiance. Tu n'as jamais cessé de prendre soin de moi jusqu'à me pousser délicatement à prendre mon envol. Tu m'as également permis de voyager par-delà

les montages et les océans, moi qui en avais si souvent rêvé. Armée de mes listes de questions et de résultats à vérifier, l'écoute et la patience dont tu as fait preuve m'ont permis de remettre en place mes idées plus d'une fois, de les ré-imbriquer de manière plus logique et « digeste ». Ces quelques années passées à tes côtés ont été un réel apprentissage de la vie qui s'est fait, avouons-le, non sans quelques péripéties !

Il est également une autre femme remarquable sans qui je n'aurais jamais eu la chance, l'honneur et le plaisir de travailler sur le site de Nawarla Gabarnmang ; cette femme, c'est **Margaret KATHERINE**, l'une des plus anciennes dépositaires du savoir des Jawoyn et « propriétaire » des sites d'art rupestre et de sites spirituels et sacrés dans le Pays Jawoyn. Je la remercie infiniment pour sa confiance accordée.

L'écriture de cet opus est le fruit de nombreux échanges avec les archéologues. Le plus souvent au travers de mails, ces échanges toujours très enrichissants et constructifs ont été essentiels pour composer cet ouvrage. Je remercie plus particulièrement **Bruno DAVID**. Merci pour avoir partagé – toujours avec une grande passion – ton savoir de manière très pédagogue, pour avoir toujours répondu de manière efficace et rapide à toutes mes interrogations, pour tous tes conseils, ta rigueur scientifique, tes corrections toujours parfaitement justifiées ainsi que pour la confiance que tu m'as accordée dès le départ du projet et pour la curiosité scientifique montrée pour mes recherches. Au plaisir de travailler de nouveau avec toi ! Une mention spéciale à **Robert G. GUNN**, sans qui ce manuscrit aurait pesé deux fois moins ! Je suis admirative de l'étendue de ton travail sur l'art rupestre de Nawarla Gabarnmang ; c'est à la lecture de ta thèse que de nouveaux questionnements ont émergé et je serai ravie d'en discuter prochainement avec toi de vive voix ! Je remercie également l'ensemble des personnes impliquées de près et de loin dans le projet « *Connecting Country* » dont les travaux ont permis d'enrichir mes connaissances sur l'archéologie du plateau de la Terre d'Arnhem, notamment **Bryce BARKER** et **Lara LAMB**, que j'ai eu le plaisir de rencontrer. De sincères remerciements sont adressés à **Elisa BOCHE** et **Stéphane HOERLE**. Ma reconnaissance va à **Jean-Michel GENESTE**, merci pour ton insatiable curiosité, ta bonté, ta modestie et pour toutes tes histoires sur l'art rupestre Jawoyn, Aborigène et par ailleurs dans le monde.

Je n'aurai jamais pu tenir la cadence sans le soutien à la fois technique, scientifique, moral et amical de nombreux collègues issus de divers horizons. Un très grand merci à celles et ceux qui m'ont chaleureusement accueillie à chacune de mes venues à l'Institut Néel, plus particulièrement à **Jean-Louis HODEAU**, **Sophie CERSOY**, **Pierre BORDET** et **Olivier LEYNAUD**, pour votre aide, vos connaissances sur la cristallographie et pour m'avoir révélé les subtilités de la μ -DS-CT, à **Claire COLIN** pour m'avoir dévoilé les potentialités offertes par l'utilisation des neutrons dans la caractérisation des matériaux, à **Sébastien PAIRIS** pour m'avoir initiée à l'utilisation du MEB-FEG, à **Stéphanie KODJIKIAN** qui m'a fait découvrir le MET – cet appareil à l'allure d'une salle de contrôle de sous-marin –, à **Denis TESTEMALE** et **Valérie REITA** qui m'ont formée à la spectrométrie Raman. Une dédicace toute spéciale à **Pauline MARTINETTO** pour toutes les connaissances sur la DRX que tu as partagées avec moi, pour ta grande aide sur l'identification de phases cristallines « exotiques », pour nos réflexions sur l'origine probable et parfois beaucoup plus improbable de ces phases cristallines au nom tarabiscoté, pour ta simple présence lors des longues heures enfermées dans l'obscurité des différentes cabanes des installations de rayonnement synchrotron grenobloise et parisienne, pour ton soutien moral et amical ainsi que pour ta douceur, ta gentillesse et ta générosité.

Je remercie **Valérie MAGNIN**, du laboratoire ISTerre, pour les sessions de μ -XRF. Merci à **Nils BLANC** et **Nathalie BOUDET** de m'avoir accueillie sur la ligne de lumière BM02 D2AM-CRG à l'ESRF et pour leur aide sur le traitement des données. Merci également à **Solenn REGUER**, **Frédéric-Emmanuel PICCA** et **Dominique THIAUDIERE** pour leur accueil sur la ligne de lumière DIFFABS à SOLEIL, pour leur patience face aux nombreux contretemps techniques et pour leur aide dans la reconstruction rocambolique des données acquises lors d'un week-end de Pâques. Je n'oublie pas de remercier de nouveau Pauline MARTINETTO, Pierre BORDET et **Éric DOORYHEE** pour avoir passé mes poudres colorantes sur la ligne de lumière 28-ID-2 au NSLS-II, installation de rayonnement synchrotron à New-York. Je remercie aussi l'équipe du laboratoire LAMS et son directeur, **Philippe WALTER**, exprimant plus particulièrement toute ma gratitude et mon amitié à **Ina REICHE** et **Marine GAY** pour le temps partagé qu'elles ont su rendre enrichissant et agréable. Merci à l'équipe d'AGLAE, en particulier à **Quentin LEMASSON**, **Laurent PICHON** et **Claire PACHECO** pour les analyses PIXE menées sans fausse note.

Un clin d'œil à mes binômes de TP chimie, **Florie CHEVRIER** et **Johanna MARÇAIS**, alors doctorantes au LCME. Merci de m'avoir épaulée pendant cette première expérience d'enseignement. Merci également à **Estelle GURVIEZ**, ma tutrice, pour tes conseils donnés pendant mon année de monitorat.

Si le conducteur de la partition proposée dans cet opus prend racine dans une contrée bien éloignée de la Savoie, la symphonie, elle, s'est écrite et a été jouée à plusieurs reprises dans un auditorium aux multiples facettes : le Pôle Montagne au Bourget-du-Lac, lieu d'hébergement du laboratoire EDYTEM et de l'Université de Savoie Mont-Blanc. L'interdisciplinarité qui y règne, la richesse scientifique et culturelle offrent un cadre exceptionnel pour composer et profiter de moments toujours très conviviaux et chaleureux. Leitmotiv intrinsèque à ce final, je tiens à remercier l'ensemble des membres permanents et temporaires du laboratoire. Merci à **Anne-Lise DEVELLE-VINCENT** qui a toujours le mot pour rire dans n'importe quelle situation et qui m'a laissée squatter son bureau pendant quelques mois, à **Hélène SALOMON** – chef de file des Pigmentologos – pour le partage de son incommensurable connaissance sur les matières colorantes et la Préhistoire, pour ses réflexions sur la terminologie archéologique et pour avoir fait parler les traces d'usure portées par mes vestiges archéologiques, à **Fayçal SOUFI**, pour son travail minutieux dans la préparation des coupes polies et pour nos discussions en salle sédimento souvent entrecoupées de sifflements accompagnant quelque chanson de la variété française, toujours dans la bonne humeur et avec beaucoup d'humour, à **Christophe GAUCHON** qui m'a escortée lors de ma première sortie en grotte pariétale aux Eyzies et non pariétale dans les grottes des Échelles sous une pluie torrentielle, à **Magali ROSSI** pour avoir pris le temps d'examiner avec moi des lames minces de quartzite, à **Dominique GASQUET** pour son aide dans la lecture des cartes géologiques de la Terre d'Arnhem, à **Christophe GRIGGO** pour son identification des petits vestiges osseux, à **Christine CARRE** et **Carole DIDIERJEAN** pour leur gentillesse, leur patience et leur efficacité pour simplifier les démarches administratives, leur aide m'a été indispensable car ce n'est jamais une sinécure de m'envoyer en colloque..., à **Stéphane JAILLET** qui m'a persuadée d'enfiler une tenue de spéléo pour se faufiler dans une grotte située à près de 700 mètres d'altitude dans le massif des Bauges, à **Lionel LASLAZ** venu à ma rescousse en me prêtant plus d'une fois ses clés de bureau, à **Gilles MENARD** toujours à l'affût de mes derniers bandages et autres accessoires inédits, à **Jérôme POULENARD** pour ses connaissances sur le sol et pour son énergie débordante à vous donner le tournis, à **Yves PERRETTE** bien qu'*a priori* il n'apprécie pas

suffisamment le son de la flûte traversière pour m'intégrer dans son groupe musical... Pour tous les moments partagés durant ces quelques années au détour d'un couloir ou d'une pause-café/thé, très sincèrement merci à vous toutes et tous, **Charline GIGUET-COVEX**, **Caroline MEYNET**, **Manu MALET**, **Erwan MESSAGER**, **Fabien ARNAUD**, **Pierre SABATIER**, **Bernard FANGET**, **Cécile PIGNOL**, **Marie FORGET**, **Marc DZIKOWSKI**, **Fabien HOBLEA**, **Christine MAURY**, **Nathalie CAYLA**, **Isabelle COUCHOUD**, **Russel DRYSDALE**, **Geneviève GUILLERMET** et à toutes celles et tous ceux que j'ai omis de citer. Enfin, je remercie **Lionel LANGAIN** du département APPRENDRE de l'Université de Savoie Mont-Blanc pour le prêt et l'installation du vidéoprojecteur lors de ma soutenance.

Sans le précieux soutien du pupitre exceptionnel et chaleureux composé des doctorants, je me serai sans nul doute laissée emporter, seule, par le rythme effréné de la thèse. Je les remercie infiniment pour m'avoir accompagnée tout au long de cette aventure parcourue de *trop* nombreuses péripéties dans cette région tout en reliefs qu'ils ont su me faire découvrir et apprécier. Petite dernière d'une « génération de doctorants », vous m'avez prise sous votre aile et êtes parvenus avec douceur, calme et patience à retirer une par une les couches sous lesquelles j'étais enveloppées. Désormais docteurs et docteuses, je pense avec nostalgie aussi bien aux « anciens » à l'instar d'**Ève**, **Tim** et **Grégoire**, qu'à celles et ceux qui m'ont suivie un peu plus longtemps, comme **Haixing** et **Manon**.

Anouk, petite boule d'énergie au un grand cœur pour toutes tes gentilles attentions depuis mon stage de master 2. **Florence**, « consœur » d'histoires malchanceuses toujours racontées avec le sourire, pour tes conseils à propos de la thèse et pour m'avoir convaincue d'assister à mon premier concert de reggae. **Charlotte**, pour tes conseils de manucure et pour m'avoir légué ton poste d'arroseuse des plantes du labo. **Mélanie**, véritable pile électrique, pour nos duos sur les chansons Disney.

Camille D., « copine de bus » et hors bus, toujours disponible pour me remonter le moral, pour les soirées à papoter de tout et de rien autour d'un thé ou d'un chocolat chaud, pour les sessions shopping, les concerts, pour la découverte des paysages charmants et enneigés de Hauteluce. Merci pour ton soutien inconditionnel, ta grande générosité et ton courage ; je n'oublie pas ta relecture de plusieurs chapitres de ma thèse et ton aide précieuse sur la mise en page !

Marine, ta persévérance a fini par payer ! Tu es parvenue à m'initier à l'escalade sur paroi, au ski de fond ET à m'amener plus de deux fois DANS le lac ! Merci vraiment pour tes histoires incroyables et tes idées géniales plus farfelues les unes que les autres, tes réconfortants « c'est pas pire ! », les sorties à Labelle Bière, tes barbecues impromptus qui nous réunissaient tous par de belles soirées estivales à Saint Jean d'Arvey, nos discussions sur les produits cosmétiques *home made*, pour tes reprises bienveillantes sur mes erreurs de prononciation de termes savoyards.

Surnommée « la cathédrale », le bureau des doctorants a pris l'allure de tombeau après le départ de **Lise**, qui a emporté avec elle sa gaité pétillante, son altruisme, son humour et ses petits bonds de suricate ; je te dois mon apprentissage tardif des pauses, essentielles à l'évocation des derniers potins croustillants ainsi que ma première sortie à la montagne à la découverte de l'envers d'une station de ski ; merci pour ton hospitalité et ton engouement dans les moments les plus heureux et ton réconfort dans les plus tristes. Tu es une belle et adorable personne au cœur d'or, en qui j'ai entièrement confiance. Lise, Marine, Camille, merci pour tous nos moments partagés !

D'une grande sagacité, générosité, humilité et gaité, **Camille G.** est un garçon bourré de nombreuses qualités. Ces quelques années à cohabiter dans le bureau agrémentées de discussions toujours intéressantes (même lorsqu'il était question de course à pied !) m'ont permis de découvrir et d'apprécier ta formidable personnalité. Ta disponibilité malgré un emploi du temps très chargé et tes conseils avisés m'ont été d'une grande aide en fin de rédaction et après ! Au plaisir de nos futures conversations et, de pourquoi pas, s'envoyer en l'air... en parapente j'entends !

Voisin de bureau du début à la fin, **Johan**, avec son allure de « bipède », m'a tout de suite rappelé mon Sud-Ouest natal que je venais de quitter. Toujours partant pour offrir un verre, acte généreux animé par l'envie assumée de m'entendre rire à tes blagues – aux meilleures comme aux pires –, tu es un véritable jukebox de la chanson française et mes oreilles en ont parfois, souvent même, souffert, mais cette débauche de pseudo-sons et rythmes a décoincé mes zygomatiques bien plus d'une fois !

Laurent... Quand trop de remerciements sont nécessaires... il faut tenter d'écrire l'essentiel. Mais tu ne le sais que trop bien, je ne suis guère douée pour ça ! Je doute de savoir trouver tous les mots pour exprimer toute ma gratitude... Merci d'avoir été présent pour moi jusqu'à la fin, pour ton soutien dans les moments de crise, pour m'avoir obligée à parler, rouspéter et pleurer quand ça n'allait pas – non pas par sadisme (quoique... ?) – mais pour mieux me reconforter et me remotiver par la suite, pour tes services rendus (même si rarement gratuits), pour avoir mis à ma disposition tes talents sur Illustrator, pour ta gentillesse, ta générosité, ton honnêteté, ton humour taquin, tes découvertes musicales, pour m'avoir traînée en salle de sport, pour m'avoir laissé regarder des matches de foot en ta compagnie en sachant pertinemment que je choisirai toujours de supporter l'équipe adverse (juste pour te faire rager), pour avoir partagé de merveilleux instants d'évasion lors de notre *road trip* jusqu'en Roumanie, pour avoir tenu toutes tes promesses. Gourmand de la vie, un tantinet râleur et impatient (tu pensais vraiment que j'allais t'encenser tout du long ?!), merci pour la fantaisie que tu as apportée dans ma vie ces dernières années.

Le pupitre a parfois été renforcé par l'arrivée ponctuelle de doctorants venus d'ailleurs : **Raul**, au plaisir de boire de nouveau un verre de ton alcool de prune *made in Romania* ; à **Veronica**, toujours soucieuse de ne pas me casser les oreilles avec le MicroMill à creuser des petits trous, « *toujours des petits trous* », dans les spéléothèmes, et qui m'a appris que dans la région de Bologne, la sauce bolognaise n'est pas utilisée pour garnir les spaghettis !

L'entrée des nouveaux doctorants au cours du dernier acte a soufflé un vent nouveau dans le bureau. Je les remercie pour leur compréhension vis-à-vis d'un comportement un tantinet excessif, stressé voire agressif qui a pu émerger à l'approche de la date limite pour le rendu du manuscrit.

À **Pierre-Allain**, voisin de la dernière heure, toutes mes excuses pour les coups de pied inopinés sous le bureau ; tes réponses décalées, ton rire et tes gentils mensonges ont su me redonner le sourire quand j'en avais besoin ! P.S. : pour éviter toute embrouille avec tes nouveaux voisins et que ce soit écrit quelque part noir sur blanc, je te rappelle que le numéro de ton interphone est le 5 !!! **Kim**, tu as été un véritable rayon de soleil lorsque je t'ai rencontré lors d'une sortie pluvieuse aux grottes des Échelles. Peu tactile et légèrement farouche, je suis devenue plus tolérante grâce à toi et à tes trois bises ardéchoises ainsi que face à tes démonstrations d'affection et de soutien (tu ne savais pas à quel point tu mettais ta vie en danger dans ces moment-là !). Piégée par la neige à Chambéry, **Jacques**, tu es le sauveur du jour de ma soutenance ! Soit disant rouspéteur, j'ai néanmoins pu compter sur ta

serviabilité et ta sérénité à toute épreuve au moment le plus stressant de cette fin de thèse ! **Kévin**, tu ne deviendras sans doute jamais Batman mais ta persévérance, ton grand calme et ta patience nous ont sorti d'une situation critique après que nous nous sommes perdus en randonnée. S'il avait fallu compter uniquement sur mon extraordinaire sens de l'orientation, il n'est pas certain que vous puissiez lire ces remerciements ! Au milieu de discussions parfois un peu trop centrées sur le ski, les randonnées en montagne ou encore le camping selon les saisons, nos conversations m'ont permis de m'évader dans le monde des films et des séries fantastiques et de SF... mais peut-être aurions-nous dû être plus attentifs pour ne pas nous perdre ! **Alice**, merci de ne pas avoir craqué face à mes incessants soupirs de désespoir et plaintes de plus en plus sonores et rapprochées provoqués par les bugs informatiques survenus à répétition en début de soirées estivales. **Céline**, grâce à toi, la relève est assurée pour arroser les plantes du labo ! Enfin, l'arrivée de **Claire** au labo a marqué un beau tournant dans ma vie ! Je suis très heureuse d'avoir pu partager cette aventure doctorale avec toi. Merci pour ton amitié et le partage enthousiaste de nos moments de doute comme ceux d'exaltation vécus lors de nos parcours de thèse respectifs ces dernières années. Les soirées à discuter jusqu'à pas d'heure autour d'un thé ou d'un de tes plats toujours concoctés avec brio m'ont rappelé qu'il existe un monde fabuleux « hors thèse ». Itsu made mo arigatou ! Je souhaite enfin une bonne continuation à **Xavi**, **Thérèse**, **Anne**, **Ana** (merci pour tes corrections avisées de l'*abstract*), **Grégoire** (« *Que la Force soit avec toi !* » ; je sais, elle était facile celle-là !), **Léna** (au plaisir de te croiser par une journée estivale sur le sable de Mimizan Plage), **William**, **Claire B.** et **Sophie-Anne**.

Je dois mon épanouissement personnel à celles et ceux qui m'ont entourée avec bienveillance et amitié dans ma vie quotidienne hors des murs du labo : à **Vincent**, pour ta bonté et ton hospitalité, j'espère te revoir avant le prochain festival Pleins Feux de Bonneville ; à **Pedro**, pour ta bonne humeur et tes conseils en ski de fond, j'ai hâte de goûter très prochainement tes bières artisanales ; à **Fabrice**, pour ta prévenance ; à **Benjamin**, pour ton humour décalé et ton grain de folie ; à **Florent**, pour tes blagues parfois graveleuses, à **Maëlle**, pour ta douceur et à votre fille **Lilwenn**, pour ses sourires innocents. À la petite famille d'Émilie, **David**, merci pour ton *coaching*, ton soutien et surtout pour ton ironie acerbe. Une grosse bise à **Ella**, votre adorable fille, merci pour tous ses cadeaux et ses câlins. J'ai pu poursuivre ma passion musicale grâce à l'harmonie de Chambéry ; les répétitions du mercredi soir, véritable moment d'évasion et de détente, ont été égayées grâce à la présence de ma chère voisine du pupitre des flûtes traversières **Jeanne** et à celle de son compagnon **Paul**.

Dans un registre musical un peu plus festif, je ne peux oublier de mentionner les « zicos » de la banda **El Pafin'Hot Band** qui ont toujours accepté de m'accueillir dans leurs rangs le temps des fêtes locales de Mimizan !

À mes copines de lycée, **Mimi** et **Mole**, qui, même éloignées voire à l'autre bout du monde, ont suivi (et subi !) mes pérégrinations doctorales ainsi que mes tribulations de voyage ; à vous deux, un énorme MERCI !!! Vous m'avez apporté votre soutien semillant, votre enthousiasme passionné et votre irremplaçable amitié. Merci pour votre tolérance, votre patience et votre compréhension face à mes nombreuses indisponibilités.

En point d'orgue à ce morceau, mes plus profonds remerciements sont dédiés à ma famille pour leur soutien inconditionnel, leurs encouragements pressants à toujours poursuivre mes rêves, leur accueil affectueux lors de mes retours biannuels, leur réconfort dans les moments de doute..., pour leur amour tout simplement. Merci à **mon frère Thibault** pour ton humour mordant, ta gentillesse

excessive, ton esprit farfelu, tes rêves d'un monde meilleur – plus écoco –, ta prose alambiquée ; même séparés par les montagnes ou par les pins, ton existence est pour moi un trésor que je chéris chaque jour (même si je ne le déclame pas tous les jours..., d'ailleurs, maintenant que c'est écrit, tu n'en entendas plus parler avant un bon moment ! Ça, c'est fait !). Un grand merci à **mon père**, pour toute sa bienveillance, sa tendresse, son empressement à venir me récupérer en gare de Bordeaux, ses petites attentions et pour réussir à me faire sortir de mes gonds comme nul autre ! Je te pardonne..., après tout, tu as traversé le pays – des Landes jusqu'en Savoie –, roulé près d'une demi-journée en affrontant une tempête de neige pour être présent le jour de ma soutenance. Enfin, il n'est aucun mot pour exprimer l'infinie reconnaissance que j'ai envers **ma mère** : du fond de mon cœur et bien au-delà, merci d'avoir toujours été à mes côtés, de m'avoir appuyée dans toutes mes décisions, de m'encourager en permanence, de me faire rire, de toujours m'écouter attentivement dans les moments d'incertitude, de désespoir et de joie !

Merci à Celles et Ceux qui m'ont permis de découvrir, au-delà du temps et de l'espace qui nous séparent, un peu de leur belle Histoire au travers de leur somptueux héritage culturel, toujours vibrant et présent au cœur de ce site d'art rupestre exceptionnel qu'est Nawarla Gabarnmang.

ANNEXE 1

FORMULES STRUCTURALES DES MINERAUX

Minéral	Formule
Anatase	TiO ₂
Calcite	CaCO ₃
Cristobalite	SiO ₂
Dickite	Al ₂ Si ₂ O ₅ (OH) ₄
Dolomite	CaMg(CO ₃) ₂
Gibbsite	Al(OH) ₃
Glushinskite	Mg(C ₂ O ₄).2H ₂ O
Goethite	α-FeOOH
Gypse	CaSO ₄ .2H ₂ O
Hématite	α-Fe ₂ O ₃
Huntite	CaMg ₃ (CO ₃) ₄
Hydroxyapatite	Ca ₁₀ (PO ₄) ₆ (OH) ₂
Illite	(K, H ₃ O)(Al, Mg, Fe) ₂ (Si, Al) ₄ O ₁₀ [(OH) ₂ , (H ₂ O)]
Ilménite	FeTiO ₃
Jarosite	KFe ₃ (SO ₄) ₂ (OH) ₆
Kaolinite	Al ₂ Si ₂ O ₅ (OH) ₄
Leucophosphite	KFe ₂ (PO ₄) ₂ (OH).2H ₂ O
Limonite	FeOOH.nH ₂ O
Lizardite	Mg ₃ Si ₂ O ₅ (OH) ₄
Maghémite	γ-Fe ₂ O ₃
Magnésioferrite	MgFe ₂ O ₄
Magnésite	MgCO ₃
Magnétite	Fe ₃ O ₄
Métakaolinite	Al ₂ O ₃ (SiO ₂) ₂ (H ₂ O) ₂
Montmorillonite	(Na, Ca) _{0,33} (Al, Mg) ₂ (Si ₄ O ₁₀)(OH) ₂ .nH ₂ O
Mullite	(Al ₂ O ₃) ₃ (SiO ₂) ₂
Muscovite	KAl ₂ (Si ₃ Al)O ₁₀ (OH, F) ₂
Palygorskite	(Mg, Al) ₂ Si ₄ O ₁₀ (OH).4H ₂ O
Pyrite	FeS ₂
Quartz	SiO ₂
Rutile	TiO ₂
Séricite	KAl ₂ (AlSi ₃ O ₁₀)(OH) ₂
Talc	Mg ₃ Si ₄ O ₁₀ (OH) ₂
Taranakite	K ₃ Al ₅ (HPO ₄) ₅ (PO ₄) ₂ .18(H ₂ O)
Titanite	CaTiSiO ₅
Tinsleyite	KAl ₂ (PO ₄) ₂ (OH).2(H ₂ O)
Variscite	AlPO ₄ .2(H ₂ O)
Whewellite	Ca(C ₂ O ₄).H ₂ O

ANNEXE 2

TECHNIQUES D'ANALYSES ELEMENTAIRES

La **pXRF**, la **μXRF**, la **MEB-EDS** et le **PIXE** sont des techniques dites élémentaires, dont le fonctionnement repose sur le phénomène de fluorescence X. Ce phénomène résulte soit de l'interaction entre les rayons X et la matière, soit de l'interaction entre des particules chargées (électrons ou protons) et la matière.

2.1. Rappels sur les interactions rayons X-matière

Lorsqu'un faisceau de rayons X est envoyé sur un matériau, différents types d'interaction se produisent entre les photons de ce faisceau et les électrons des atomes constitutifs du matériau. Se distinguent alors trois phénomènes principaux :

- La diffusion qui est l'interaction entre le rayonnement X incident et les électrons faiblement liés des atomes constituant le matériau. On distingue deux types de diffusion, la diffusion élastique cohérente dite Rayleigh (sans perte d'énergie des photons), et la diffusion inélastique dite Compton (perte d'une partie de l'énergie des photons dans la collision) ;
- La diffraction qui se produit lorsque les atomes sont régulièrement disposés dans l'espace (cristal), des interférences constructives surviennent dans le rayonnement diffusé par les plans réticulaires de haute densité atomique suivant la loi de Bragg : $n\lambda = 2d \sin\theta$,

avec d , la distance entre les plans du cristal. Pour une distance d donnée, chaque longueur d'onde λ sera diffractée à un angle de Bragg θ spécifique (phénomène sur lequel repose la diffraction de rayons X) ;

- L'effet photoélectrique qui correspond à l'absorption totale d'un photon et à l'émission d'un électron secondaire. Il peut conduire au phénomène de fluorescence X.

2.2. Le phénomène de fluorescence X

La fluorescence X correspond à l'émission de rayons X suite à une excitation des couches atomiques profondes d'un matériau (Fig. A2-1). Le mécanisme conduisant à ce phénomène se décompose en trois grandes étapes :

- Lorsqu'un atome est irradié par l'impact d'un rayonnement X d'énergie supérieure à l'énergie qui lie ses électrons à ses niveaux électroniques (couches K, L, M...), il s'ionise. Un transfert total d'énergie du photon du rayonnement incident à l'électron s'effectue, entraînant l'éjection de l'électron de sa couche électronique. Il s'agit de l'effet photoélectrique ;
- Le « trou » créé dans une de ses couches électroniques internes par l'électron éjecté rend l'atome instable. Le retour à l'état d'équilibre engendre un réarrangement interne durant lequel le « trou » est immédiatement compensé par le déplacement d'un électron issu d'une couche électronique plus extérieure, vers la couche présentant la lacune électronique ;

- Lors du réarrangement, l'atome émet un photon X, rayonnement électromagnétique de haute énergie, pour libérer son excès d'énergie. L'énergie du photon X libéré est unique et caractéristique de la transition électronique d'un élément chimique. On parle alors de fluorescence X.

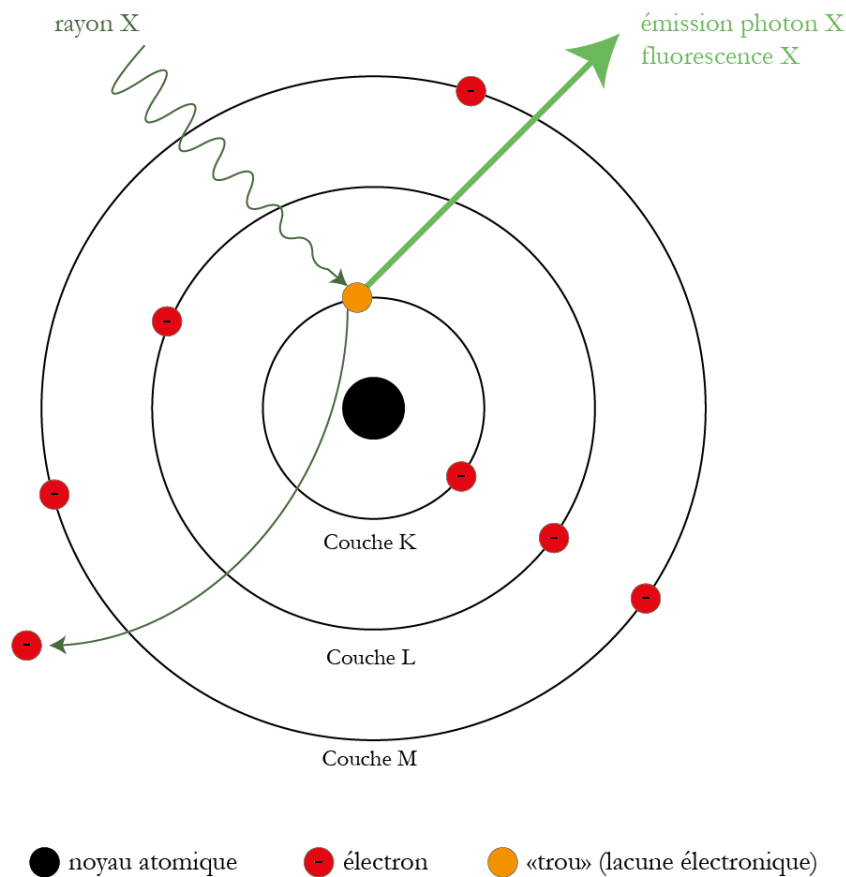


Figure A2-1 : Représentation schématique du phénomène de fluorescence X

Toutefois, lors du réarrangement interne, l'énergie libérée peut également être transférée à un électron périphérique du nuage électronique qui est alors éjecté. Il s'agit de l'effet Auger, processus non radiatif et compétitif à la fluorescence X concernant principalement les atomes légers.

Le spectre réémis est un spectre de fluorescence X des éléments chimiques constitutifs du matériau étudié. Leurs fréquences sont caractéristiques et parfaitement identifiables. L'intérêt de cette méthode est d'obtenir la composition chimique du matériau analysé par l'étude du spectre de fluorescence X acquis. L'identification des éléments chimiques présents au sein du matériau analysé, ou analyse qualitative, est faite à partir du spectre de fluorescence X. Cette identification élémentaire repose sur le principe que l'énergie d'un photon de fluorescence X est caractéristique de l'atome qui l'émet lors de son retour à l'état d'équilibre. La position des raies en énergie informe donc sur la nature des éléments majeurs et mineurs présents.

Le spectre peut présenter toutefois des superpositions de raies d'éléments différents. Il est nécessaire alors de considérer l'ensemble des raies caractéristiques de l'élément dans le spectre pour affirmer ou non sa présence. De plus, des pics « parasites » sont également à considérer : les pics de diffraction, les pics d'empilement, ou pics somme, ainsi que les pics d'échappement (Brisset *et al.*, 2012 ; Gay, 2015).

2.3. Traitement des données de fluorescence X

Le traitement des données acquises par fluorescence X peut également permettre le calcul des teneurs des éléments majeurs et mineurs présents dans le matériau analysé. L'analyse quantitative repose sur la conversion de l'intensité d'une raie caractéristique d'un élément chimique donné en sa concentration. Cette conversion n'est cependant pas proportionnelle, comme le rappelle récemment Marine Gay dans ses travaux de thèse (2015), car dépendant de nombreux facteurs liés non seulement à l'instrumentation utilisée (par exemple la géométrie du spectromètre, la nature du détecteur, la taille du faisceau), ainsi que du matériau analysé lui-même (son épaisseur, avec ou sans préparation préalable, la masse de l'élément qu'on veut quantifier et la composition de la matrice).

Actuellement, la plupart des spectromètres de fluorescence X sont équipés d'un logiciel de traitement de données intégré. Il est aussi possible d'utiliser des logiciels en accès libre tel que le logiciel PyMCA, développé à l'ESRF (*European Synchrotron Radiation Facility*) de Grenoble, qui offre un traitement des spectres à la fois qualitatif et quantitatif.

Les techniques reposant sur la fluorescence de rayons X sont donc des techniques d'analyse de surface, dont la profondeur de pénétration dépend de l'énergie de la radiation incidente et de la composition de la matière-cible. Elles présentent de nombreux avantages tout d'abord par leur caractère non invasif et multi-élémentaire, leur rapidité d'acquisition ; elles offrent également la possibilité d'utiliser un appareil portable ou fixe.

Logiciel PyMCA

Le logiciel PyMCA est un logiciel développé à l'ESRF, dont le code source est en libre accès (<http://pymca.sourceforge.net/>). Il offre un traitement des spectres à la fois qualitatif et quantitatif. D'abord développé pour traiter des données acquises uniquement avec un rayonnement synchrotron monochromatique (Solé *et al.*, 2007), ce logiciel a fait, depuis, l'objet d'améliorations permanentes, ayant été adapté notamment aux sources polychromatiques des spectromètres de fluorescence X utilisés en laboratoire et sur le terrain.

Les travaux de thèse de Laurence de Viguerie (2009) et de Marine Gay (2015) synthétisent l'ensemble des paramètres du logiciel requis pour une bonne définition des expériences et une quantification fiable des résultats. De manière succincte, il est primordial de définir les paramètres suivants :

Annexe 2

- la source : nature (tube en transmission ou en réflexion), tension, composition et épaisseur de son anode, angles d'incidence des électrons et de sortie des rayons X par rapport à la surface de l'anode, distance source-échantillon ;
- le détecteur : résolution en énergie, surface active et distance détecteur-échantillon ;
- l'ensemble des éléments rencontrés par les rayons X et pouvant les atténuer, tel que l'épaisseur de la fenêtre de sortie de la source ou celle de la fenêtre du détecteur, l'atmosphère ;
- une description de la composition de la matrice, en précisant la fraction massique de chacun des éléments chimiques majeurs présents au sein de l'échantillon ou au sein des différentes couches le constituant (si le travail se fait en multicouches), la densité et l'épaisseur de l'échantillon ou de chacune des couches (Gay, 2015).

L'ensemble de ces renseignements fournis les paramètres de configuration du logiciel et ne sont définis qu'une seule fois pour un spectromètre donné (Gay, 2015).

ANNEXE 3

CARACTERISTIQUES TECHNIQUES DE L'APPAREIL DE μ XRF (ISTERRE)

Responsables	Dr. Manuel MUNOZ (responsable scientifique) Valérie MAGNIN (responsable technique)
Micro-fluorescence X	EDAX EAGLE III ; fenêtre en Be (10 µm d'épaisseur) ; refroidissement à l'azote liquide
Cadre d'utilisation	Appareil utilisé dans le cadre de projets à ISTERre, en collaboration avec des laboratoires de l'Observatoire de Grenoble ou des laboratoires extérieurs
Éléments analysés	Du sodium à l'uranium (Z = 11 à 92)
Caractéristiques techniques	<p>Source : Rh 40W (potentiel maximal d'utilisation : 40 kV – 1 mA)</p> <p>Optiques rayons X :</p> <ul style="list-style-type: none"> ▶ Polycapillaire : taille de sonde de 50 µm ; ▶ Varispot : taille de sonde ajustable de 30 à 300 µm <p>Détecteur EDAX Si(Li) 30 mm² :</p> <ul style="list-style-type: none"> ▶ Résolution en énergie : 141,2 eV (Mn K_α) ▶ Limites de quantification : <100 ppm pour le Ni, Zn (pour les autres éléments, un document au format PDF est consultable à l'adresse suivante : https://isterre.fr/IMG/pdf/tableau_periodique_avec_dl-2.pdf) <p>Large chambre d'échantillon (Ø 330 mm × 350 mm)</p>
Types d'analyses possibles	Analyses qualitatives, semi-quantitatives en mode <i>standardless</i> , quantitatives avec standards ou par courbes d'étalonnages ; Profil de concentration ; Cartographie chimique (jusqu'à plusieurs cm ²)

ANNEXE 4

TECHNIQUES D'ANALYSES STRUCTURALES

La **DRX**, la **μ -DS-CT** et la **micro-spectrométrie Raman** sont des méthodes reposant sur différents phénomènes d'interactions physiques : la diffraction, l'absorption et la diffusion de la lumière.

3.1. Principe de la technique par DRX

Cette technique d'analyse structurale est basée sur l'observation d'interférences constructives des rayons X réfléchis par les différents plans (hkl) des structures cristallines (Fig. A4-1). Les distances qui séparent ces plans dits « réticulaires » créés par les rangées d'atomes dans les minéraux sont de l'ordre de quelques nanomètres. On peut mesurer cette distance entre deux plans réticulaires en utilisant la formule physique de Bragg : « $n\lambda = 2d_{hkl} \sin\theta$ », où n correspond à l'ordre de diffraction, λ est la longueur d'onde du faisceau incident (qui varie suivant la nature chimique de l'anticathode), d est l'espace entre deux plans réticulaires successifs (distance interréticulaire) et θ correspond à l'angle de diffraction formé entre le faisceau incident fixe et le réseau de plans réticulaires.

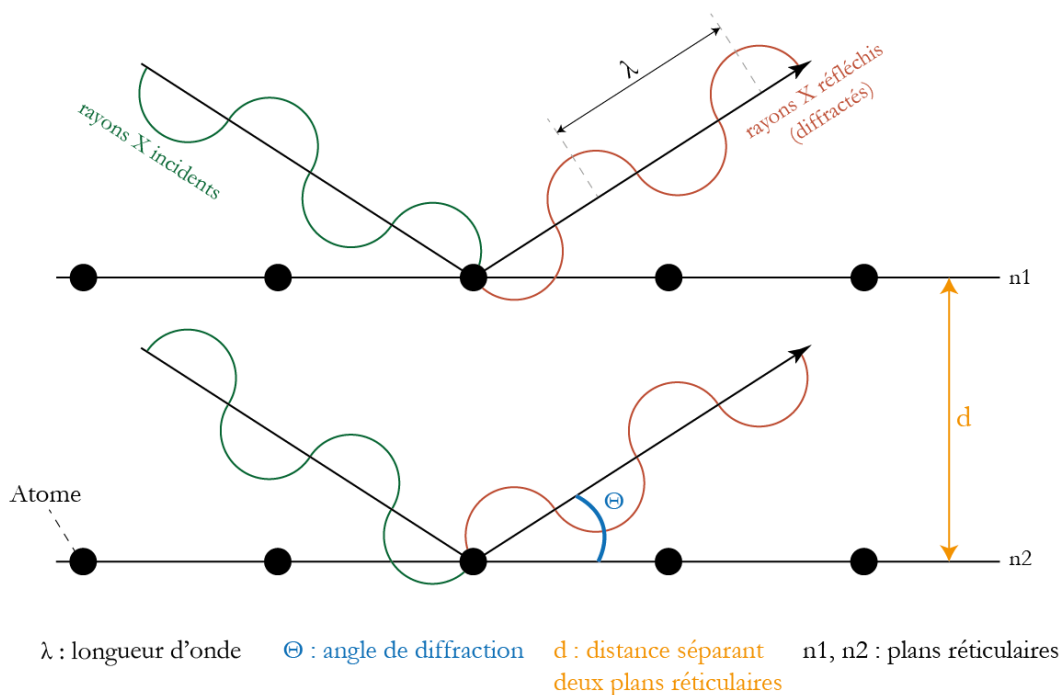


Figure A4-1 : Représentation schématique de la diffraction des rayons X

L'enregistrement de l'ensemble des rayons X réfléchis (ou diffractés) sur les différents plans réticulaires présents dans un minéral s'appelle un diffractogramme. Chaque minéral possède un diffractogramme qui lui est spécifique, ce qui permet de le déterminer par comparaison à une base de données référençant des milliers de minéraux analysés par diffractométrie et présentés sous forme de fichiers JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*, édité par l'International Centre for Diffraction Data ; <http://www.icdd.com>).

Il existe des cas où l'utilisation de la DRX pour identifier la nature cristalline peut s'avérer inappropriée : par exemple, si les échantillons présentent une forte rugosité de surface, si les composés sont mal cristallisés ou amorphes, ou si ils sont présents en très faible teneur car les raies de diffraction seront d'intensité trop faible pour être mesurées et exploitées, et bien sûr, si la phase minérale n'est pas répertoriée dans les fichiers JCPDS.

3.2. Principe de la tomographie

La tomographie est avant tout une méthode d'imagerie. La tomographie par absorption de rayons X est une technique non destructive qui permet la reconstruction d'images « en coupe » d'un objet à trois dimensions. Cette technique repose sur les propriétés d'absorption des rayons X par les matériaux, différentes suivant leur nature, et plus précisément sur l'analyse multidirectionnelle de l'interaction d'un faisceau de rayons X avec la matière par enregistrement avec des détecteurs du rayonnement transmis après traversée d'un objet (Thiery, 2013). Les données sont collectées suivant des orientations multiples dont le nombre et le pas sont définis, et dépendent du type d'appareil ainsi que de la finesse de résolution souhaitée. Une image numérique est ensuite calculée et reconstruite mathématiquement en niveaux de gris, ou de couleurs, dont chacun correspond au coefficient d'atténuation local du faisceau incident, qui après calibration et étalonnage, est alors traduit en échelle de densité.

Acquisition et traitement des données de μ -DS-CT

Pour réaliser nos expériences, un script écrit sous MATLAB permet de collecter les données acquises μ -DS-CT en contrôlant les déplacements en y et ω ainsi qu'en commandant l'acquisition des images de diffraction. Il permet également de nommer et de sauver les clichés de diffraction sous format KCD.

Un cliché de diffraction (image de diffraction 2D) d'un standard d'hexaborure de lanthane (LaB_6) est enregistré pour réaliser une calibration précise des données en utilisant le logiciel XRDU (de Nolf *et al.*, 2014). Ce procédé permet, pendant l'étape de traitement, d'affiner la focalisation du faisceau incident, de corriger l'inclinaison du détecteur et d'ajuster la distance échantillon-détecteur. Après correction par l'application d'un masque de correction, créé à partir du calibrant LaB_6 , l'épaisseur et l'intensité de distribution des anneaux de diffraction sont reliées à la microstructure et à la texturation des minéraux diffractants.

Pour N_ω rotations et N_y pas de translation, $N_\omega \times N_y$ clichés de diffraction sont enregistrés. Les images collectées sont alors converties en format EDF, en utilisant le paquet Python-FabIO (Knudsen *et al.*, 2013), puis intégrées et traitées avec le logiciel XRDU afin de reconstruire à la fin des images de coupes tomographiques de l'échantillon.

La totalité du procédé de reconstruction est résumée dans la figure A4-2. Chaque cliché de diffraction est tout d'abord soumis à une intégration azimutale, qui améliore le niveau du signal et produit une meilleure estimation de l'intensité diffractée. La petite taille des grains augmente la largeur des anneaux de diffraction. La texturation survient quand les grains dispersés sur le support tendent à

s'orienter par eux-mêmes dans certaines directions préférentielles. La présence de gros grains et la texturation résultent en une distribution non uniforme de l'intensité des photons sur la diffraction des anneaux. Ce biais sur l'intensité totale diffractée est réduit par l'intégration azimutale des arcs des anneaux (Leemreize *et al.*, 2013). L'intégration azimutale aide aussi à détecter les composants qui diffractent peu ou qui sont faiblement cristallisés, ou en faible quantité.

Par la suite, pour chaque cliché de diffraction est alors généré un diffractogramme (de Nolf *et al.*, 2014) (Fig. A4-2a). Après compilation de l'ensemble des diffractogrammes individuels générés précédemment, un diffractogramme somme est obtenu : il donne accès aux phases minérales majeures et est utilisé par la suite pour construire le sinogramme global, représentation des intensités globales intégrées en fonction de γ et ω (Fig. A4-2b). Sur le diffractogramme somme, une partie du signal correspondant à une position particulière en 2θ (liée soit à la diffraction de Bragg d'une phase cristalline soit à la dispersion diffuse d'une phase désordonnée) peut être sélectionnée comme région d'intérêt (ROI). Le sinogramme correspondant à la phase sélectionnée peut alors être généré et utilisé pour reconstruire l'image correspondante en coupe tomographique en 2D. La dernière étape consiste en la reconstruction de la coupe tomographique globale de l'échantillon, montrant la variation spatiale de l'intensité diffusée en fonction de la position en x et y pour une hauteur z donnée de l'échantillon (Fig. A4-2c).

L'analyse inverse consiste à extraire un diffractogramme à partir d'une zone de l'échantillon où une seule phase minérale est présente. Cette analyse est effectuée en utilisant le logiciel PyMCA (Solé *et al.*, 2007), permettant d'obtenir et de sommer des diffractogrammes à partir de pixels sélectionnés sur le sinogramme global (Fig. A4-3). Pour ce faire, le sinogramme global obtenu après traitement sous XRDU, en format TIFF, est alors converti en format H5 en utilisant un script Python.

La combinaison des analyses directes (sélection de ROI dans le diffractogramme somme pour reconstruire des sinogrammes et des coupes tomographiques correspondantes dans XRDU, Fig. A4-2b) avec les analyses inverses (sélection de pixels sur le sinogramme global à partir desquels un diffractogramme est extrait dans PyMCA, Fig. A4-3) permet de localiser et d'obtenir les diffractogrammes d'une phase minérale spécifique parmi les différentes phases minérales composant l'échantillon. De cette manière, même les phases minérales mineures peuvent être trouvées, identifiées, voire quantifiées.

Deux échantillons archéologiques provenant du corpus de Nawarla Gabarnmang ont été étudiés par μ -DS-CT : il s'agit de deux résidus de matière colorante, l'un de couleur rouge, l'autre de couleur jaune (cf. § Tableau V-11). Pour l'étude du résidu de couleur rouge A74PXU14-13, 2916 diffractogrammes ont été enregistrés, correspondant à un nombre de pas en translation γ de 81, soit un pas de 25 μm , pour 36 projections différentes avec un angle de rotation ω de 5°, soit une durée d'acquisition d'une cinquantaine d'heures. Pour l'analyse du résidu jaune A74PXU7-19, 3060 diffractogrammes ont été collectés, avec un nombre de pas en translation γ égal à 51, ce qui correspond à un pas de 20 μm , pour 60 projections différentes pour un angle de rotation ω de 3°.

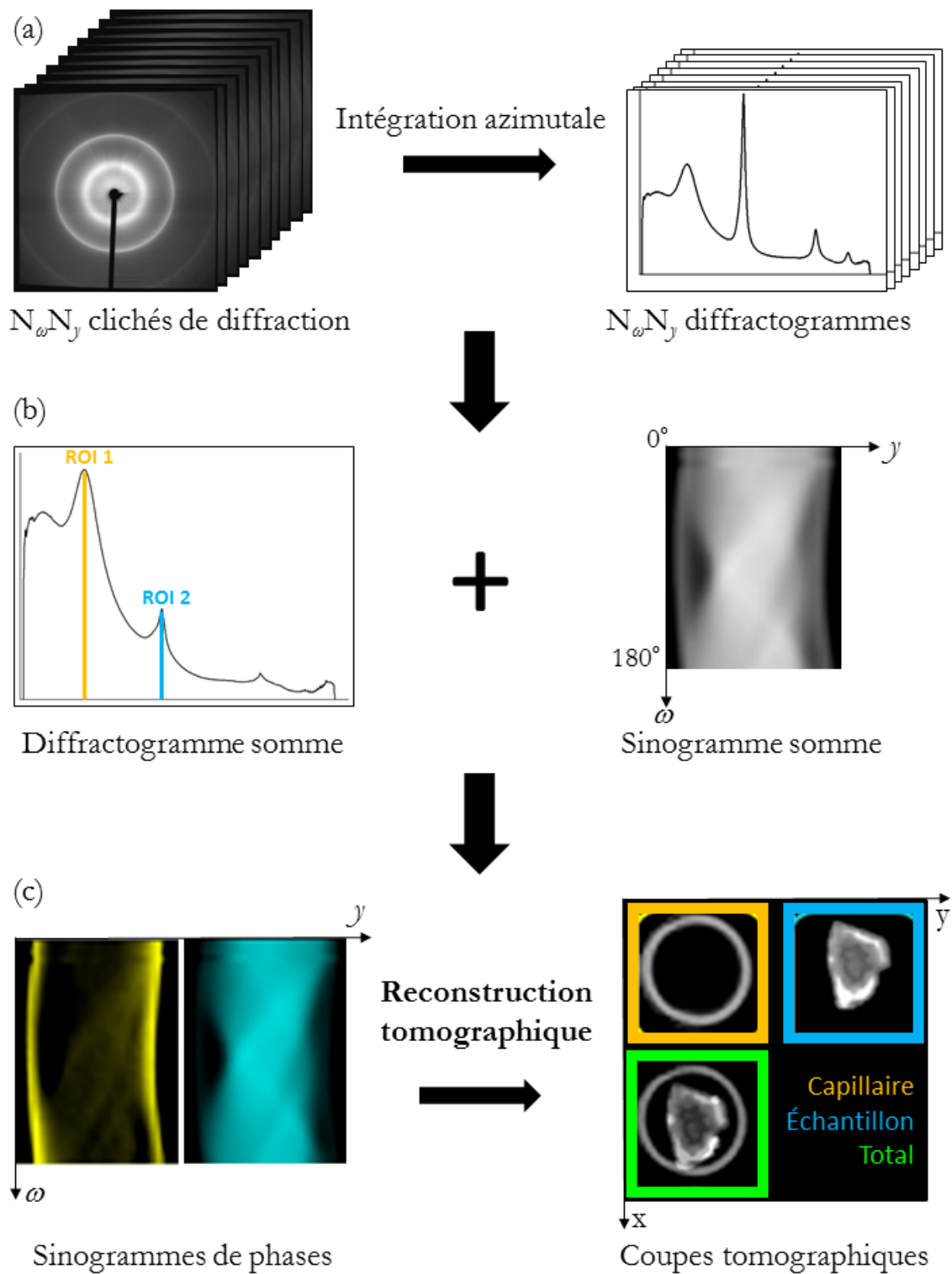


Figure A4-2 : Illustration de la reconstruction tomographique par analyse directe
 (a) Génération d'un diffractogramme pour chaque cliché de diffraction
 (b) Génération d'un diffractogramme somme et d'un sinogramme global
 (c) Reconstruction de la coupe tomographique de l'échantillon

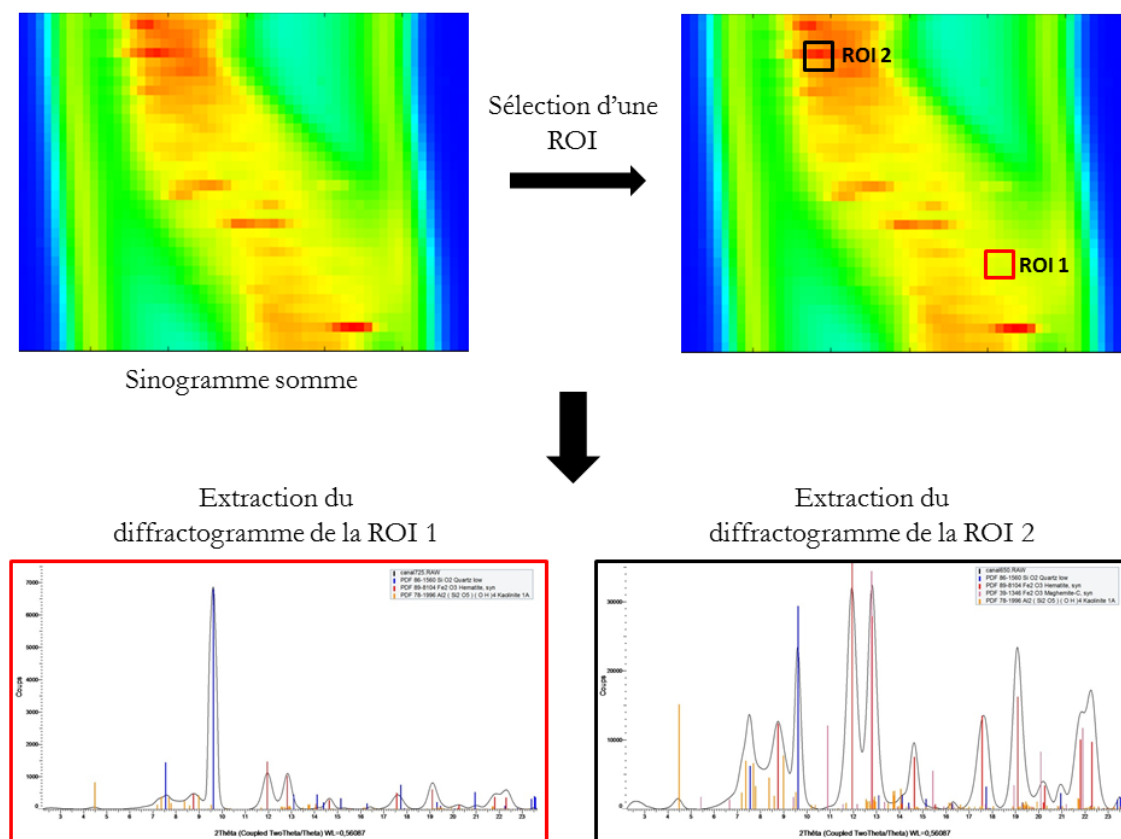


Figure A4-3 : Illustration de l'extraction de diffractogrammes par reconstruction par analyse inverse

3.3. Principe de la spectrométrie Raman

Le principe de la méthode repose sur l'interaction rayonnement-matière, issue d'un faisceau laser monochromatique focalisé sur la matière étudiée. L'effet Raman consiste en la diffusion de la lumière monochromatique par des molécules produisant, à côté de la diffusion Rayleigh, des raies Stokes et anti-Stokes : ce sont ces deux dernières qui sont caractéristiques de la structure des molécules (Fig. A4-4).

Une grande partie de la lumière incidente (de fréquence ν_0) est transmise ou réfléchi, et une petite fraction est quant à elle diffusée (réaction lors de l'interaction) ; c'est cette dernière qui nous intéresse. La majorité de la lumière diffusée a les mêmes fréquences que l'excitation (i.e. ν_0) : il s'agit alors d'une diffusion élastique Rayleigh. Pour l'autre partie qui est plus petite, la lumière est diffusée à des fréquences distinctes, soit plus fortes ou plus faibles que la lumière incidente : on parle dans ce cas de diffusion inélastique ou diffusion Raman, et c'est cet écart de fréquence qui caractérise celle de la vibration interatomique. Cette diffusion Raman apparaît lors du passage d'un état excité à un état stable des atomes. L'excitation provient des photons de la lumière incidente qui cède à la matière une partie de son énergie. Lors du retour à un état stable, il y a émission de photons de fréquence inférieure ou supérieure à celle des photons excitateurs : inférieure, si le retour à l'état fondamental

s'effectue vers un niveau vibrationnel d'énergie moins élevé que le niveau initial ($\nu_1 < \nu_0$) ; au contraire, supérieure, si le retour à l'état stable se réalise vers un niveau d'énergie plus élevé ($\nu_1 > \nu_0$). On parle de diffusion Stokes et diffusion anti-Stokes.

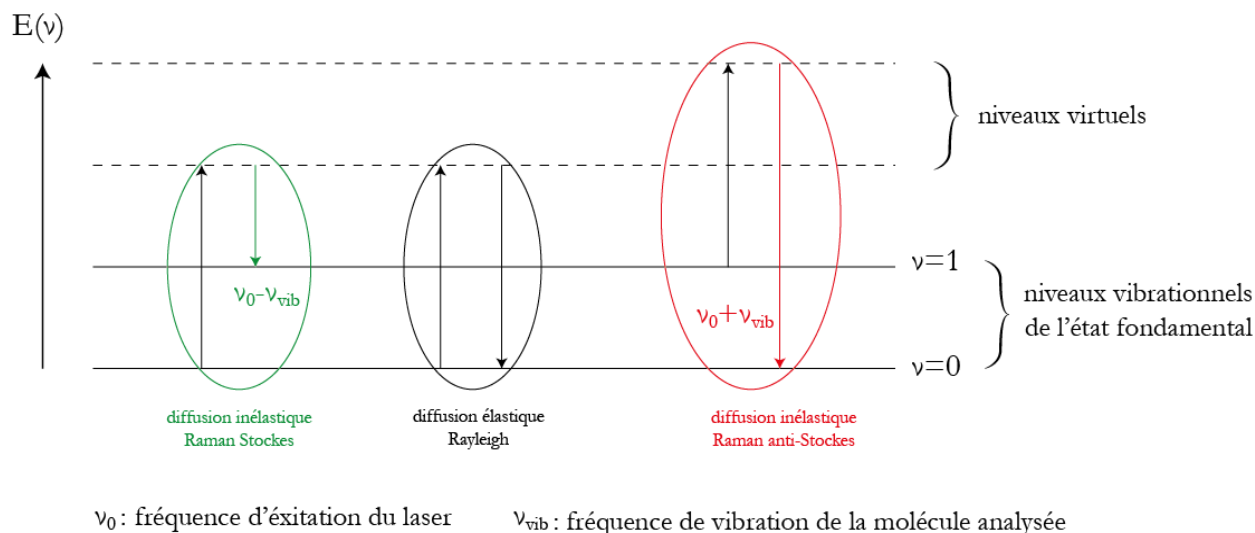


Figure A4-4 : Représentation schématique de l'effet Raman

Les vibrations interatomiques sont matérialisées par des spectres Raman formés de raies caractéristiques. Le principe est donc, après l'obtention d'un spectre correct, d'attribuer un groupe de raies à un composé (minéral ou organique). Sachant que chaque molécule possède son propre spectre, il suffit d'identifier les différentes raies en comparant celles-ci à d'autres raies, obtenues à partir de composés de référence, réunies dans des bases de données comme par exemple le projet RRUFF™ pour n'en citer qu'un seul (<http://rruff.info/>).

3.4. Les techniques par rayonnement synchrotron

Ligne de lumière DIFFABS, SOLEIL

Cette ligne de lumière est optimisée pour la combinaison des mesures par DRX et XRF (entre autres techniques) avec un faisceau incident d'énergie comprise entre 3 et 23 keV. L'intérêt des mesures couplées de diffraction, sur poudres ou monocristaux, et d'absorption est de garantir que les deux expériences soient effectuées sur la même zone de l'échantillon, dans des conditions physico-chimiques identiques, ce qui est très important pour établir des corrélations entre les informations données par les deux types de mesures, particulièrement dans le cas de matériaux hétérogènes et complexes.

Technique d'analyse totalement non invasive, aucune préparation des échantillons n'est requise. Seulement, pour assurer le maintien des échantillons sur le porte échantillon du diffractomètre, nos échantillons ont été montés de la même manière que pour les expériences par

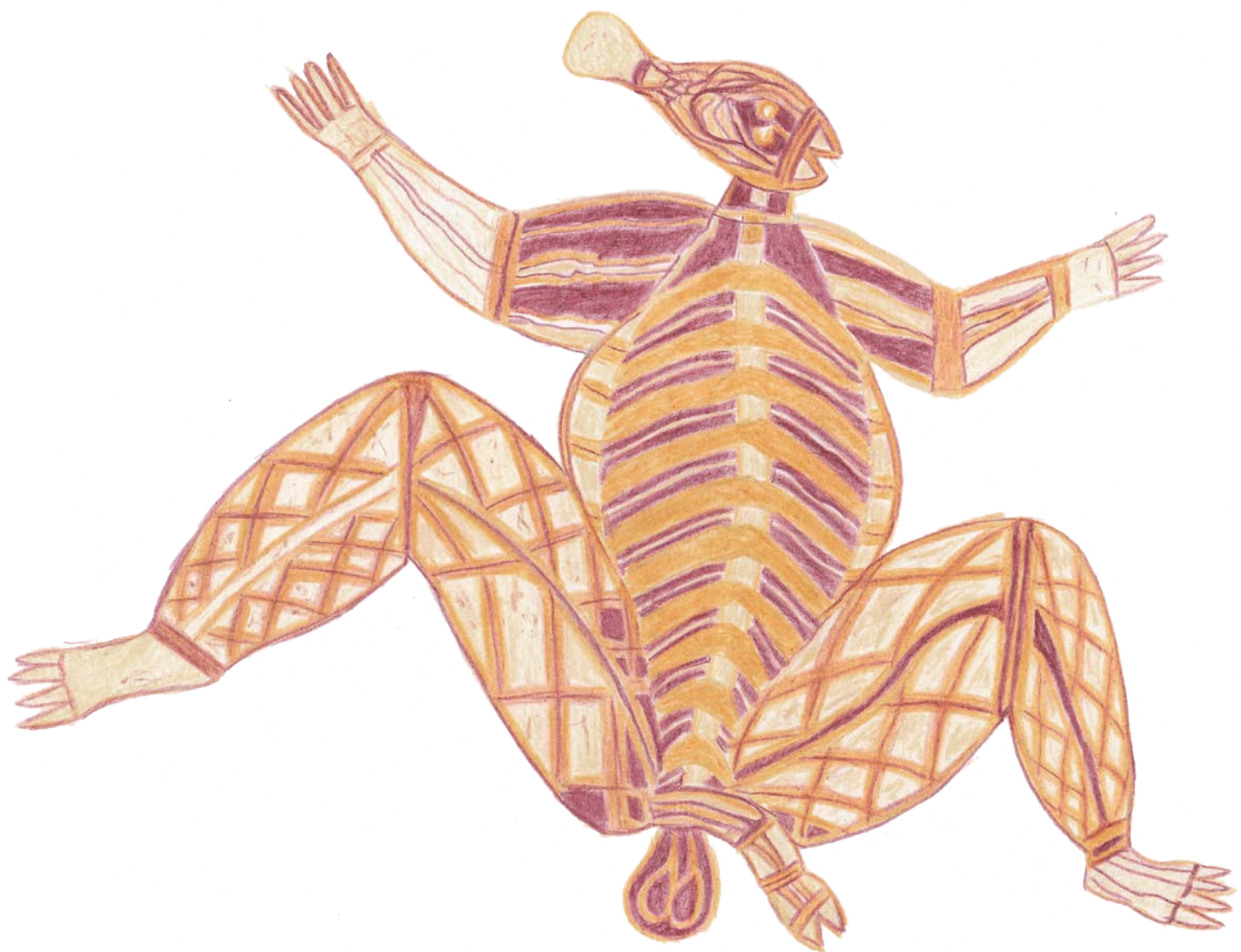
PIXE (cf. § IV.3.2.2.1.), c'est-à-dire qu'ils ont été coincés entre deux feuilles d'ultralène, en s'efforçant de faire ressortir une zone de surface suffisamment plane.

Tout d'abord, des mesures sur un standard de dioxyde de cérium (CeO_2) sont enregistrées pour réaliser une calibration précise des données, ainsi que des mesures d'alignement. Une cartographie structurale de la zone d'intérêt de l'échantillon est réalisée à partir d'un script Python. Une fois les coordonnées x , y , et z de la zone à cartographier définies, le script commande la mise en mouvement du détecteur autour de l'échantillon. À chaque pas d'angle défini sont enregistrés simultanément un cliché de micro-diffraction et un spectre de fluorescence X en format NXS. Les données par SR- μ DRX et SR- μ XRF sont collectées simultanément à une énergie $E_0 = 18$ keV, avec une longueur d'onde de $0,68889 \text{ \AA}$. Les conditions des analyses synchrotron sont résumées dans le tableau suivant.

Installation	ESRF	SOLEIL	NLSL-II
Ligne	CRG-D2AM	DIFFABS	28-ID-2
Détecteur	Frelon 38	XPAD 3.2 + SDD 4 éléments	Flat-Panel (Perkin-Elmer)
Taille pixel	46,4 × 46,4 μm	560 × 960 pixels (taille image)	200 × 200 μm
Taille faisceau	200 × 80 μm	9,8 × 5,32 μm	0,9 × 0,4 mm
Énergie	11,5 keV	18 keV	40 keV
Longueur d'onde	1,07811 Å	0,68889 Å	0,308371 Å
Distance détecteur/échantillon	300 mm	360 mm	1221,135 mm
Calibrant	LaB ₆	CeO ₂	LaB ₆ (dans capillaire de 0,7 mm)
Remarques	Échantillons placés sur scotch C, lui-même déposé sur un plot en laiton Filtre de plomb autour du faisceau incident pour couper le diffusé et améliorer le bruit de fond	Diode intégrée dans le <i>beam stop</i>	Échantillons dans des capillaires en borosilicate de diamètre 0,3 mm exceptés pour A74DXU20 et A74FXU4BT3 montés sur place dans des capillaires de 0,7 mm

Conditions opératoires des analyses synchrotron sur les installations de l'ESRF, SOLEIL et NLSL-II

BIBLIOGRAPHIE





- AKERMAN K.**, 2016, *Wanjina – Notes on Some Iconic Ancestral Beings of the Northern Kimberley*, Carlisle, Western Australia Hesperian Press.
- ALLEN H.**, 1974, « The Bagundji of the Darling Basin: cereal gatherers in an uncertain environment », *World Archaeology*, 5(3), p. 309-322.
- ALLEN H., BARTON G.**, 1989, « Narradj Warde Djobkeng: White Cockatoo Dreaming and the prehistory of Kakadu », *Oceania Monograph*, 37. Sydney: Oceania Publications.
- ÁLVAREZ-MURGA M., BLEUET P., HODEAU J.-L.**, 2012, « Diffraction/scattering computed tomography for three-dimensional characterization of multi-phase crystalline and amorphous materials », *Journal of Applied Crystallography*, 45(6), p. 1109-1124.
- ARIAS P., LAVAL E., MENU M., SAINZ C.G., ONTAÑÓN PEREDO R.**, 2011, « Les colorants dans l'art pariétal et mobilier paléolithique de La Garma (Cantabrie, Espagne) », *L'Anthropologie*, 115(3-4), p. 425-445.
- AROCENA J.M., HALL K., MEIKLEJOHN I.**, 2008, « Minerals provide tints and possible binder/extender in pigments in San rock paintings (South Africa) », *Geoarchaeology*, 23(2), p. 293-304.
- AUBERT M.**, 2012, « A review of rock art dating in the Kimberley, Western Australia », *Journal of Archaeological Science*, 39(3), p. 573-577.
- AUBERT M., O'CONNOR S., MCCULLOCH M., MORTIMER G., WATCHMAN A.L., RICHER-LAFLÈCHE M.**, 2007, « Uranium-series dating rock art in East Timor », *Journal of Archaeological Science*, 34, p. 991-996.
- AUBERT M., BRUMM A., RAMLI M., SUTIKNA T., SAPTOMO E.W., HAKIM B., MORWOOD M.J., VAN DEN BERGH G.D., KINSLEY L., DOSSETO A.**, 2014, « Pleistocene cave art from Sulawesi, Indonesia », *Nature*, 514(7521), p. 223-227.
- AUBRY T., SANTOS A., LUIS L.**, 2014, « Stratigraphies du panneau 1 de Fariseu : analyse structurelle d'un système graphique paléolithique à l'air libre de la vallée du Côa (Portugal) », *Actes du colloque Micro-analyses et datations de l'art préhistorique dans son contexte archéologique*, p. 259-270.



- BAFFIER D., GIRARD M., MENU M., VIGNAUD C.**, 1999, « La couleur à la grande grotte d'Arcy-sur-Cure (Yonne) », *L'anthropologie*, 103, p. 1-21.
- BALME J.**, 1991, « The antiquity of grinding stones in semi-arid western New South Wales », *Australian Archaeology*, 32(1), p. 3-9.
- BALME J., GARBIN G., GOULD R.**, 2001, « Residue analysis and palaeodiet in arid Australia », *Australian Archaeology*, 53(1), p. 1-6.
- BARHAM L.S.**, 2002, « Systematic Pigment Use in the Middle Pleistocene of South-Central Africa¹ », *Current anthropology*, 43(1), p. 181-190.
- BARKER B., LAMB L., DELANNOY J.-J., DAVID B., GUNN R.G., CHALMIN E., CASTETS G., APLIN K., SADIÉ B., MOFFAT I., MIALANES J., KATHERINE M., GENESTE J.-M., HÆRLÉ S.**, 2017, « Archaeology of JSARN-124 site 3, central-western Arnhem Land: Determining the age of the so-called 'Genyornis' painting », *Terra Australis*, 47, p. 423-496.

- BARRIL VICENTE M., HERRAS MARTIN C.**, 1990, « La conservacion de la Cueva de Altamira : Pasado y futuro », In 50 ans après la découverte de Lascaux : Journées internationales d'étude sur la conservation de l'art rupestre : Dordogne-Périgord (France), 20-23 août 1990 : actes », Atelier de recherches et d'études en Périgord (éds.), p. 129-138.
- 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), p. 219-223.
- BECK L., ROUSSELIÈRE H., CASTAING J., DURAN A., LEBON M., LAHLIL S., PLASSARD F.**, 2012a, « Analyse *in situ* des dessins préhistoriques de la grotte de Rouffignac par fluorescence X et diffraction X portable », *ArcheoSciences. Revue d'archéométrie*, 36, p. 139-152.
- BECK L., SALOMON H., LAHLIL S., LEBON M., ODIN G.P., COQUINOT Y., PICHON L.**, 2012b, « 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, p. 173-177.
- BECK L., ROUSSELIÈRE H., CASTAING J., DURAN A., LEBON M., MOIGNARD B., PLASSARD F.**, 2014, « First use of portable system coupling X-ray diffraction and X-ray fluorescence for in-situ analysis of prehistoric rock art », *Talanta*, 129, p. 459-464.
- BEDNARIK R.G.**, 1997, « Direct dating results from rock art: a global review », *AURA Newsletter*, 14(2), p. 9-12.
- BEDNARIK R.G.**, 2002, « The Dating of Rock Art: a Critique », *Journal of Archaeological Science*, 29(11), p. 1213-1233.
- BEDNARIK R.G.**, 2013, « Megafauna depictions in Australian rock art », *Rock Art Research: The Journal of the Australian Rock Art Research Association (AURA)*, 30(2), p. 197-215.
- BERTRAND L., COTTE M., STAMPANONI M., THOURY M., MARONE F., SCHÖDER S.**, 2012, « Development and trends in synchrotron studies of ancient and historical materials », *Physics Reports*, 519(2), p. 51-96.
- BICH C.**, 2005, *Contribution à l'étude de l'activation thermique du kaolin : évolution de la structure cristallographique et activité pouzzolanique*, Ph.D. thesis, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 264 p.
- BIKIARIS D., DANILIA S., SOTIROPOULOU S., KATSIMBIRI O., PAVLIDOU E., MOUTSATSOU A. P., CHRYSSOULAKIS Y.**, 1999, « 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), p. 3-18.
- BLEUET P., WELCOMME E., DOORYHÉE E., SUSINI J., HODEAU J.-L., WALTER P.**, 2008, « Probing the structure of heterogeneous diluted materials by diffraction tomography », *Nature Materials*, 7(6), p. 468-472.
- BLOOR J.M.G., JAY-ROBERT P., LE MORVAN A., FLEURANCE G.**, 2012, « Déjections des herbivores domestiques au pâturage : caractéristiques et rôle dans le fonctionnement des prairies », *INRA Prod. Anim.*, 25(1), p. 45-56.
- 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 », *Journal of Archaeological Science*, 39(2), p. 287-294.
- BORDET P.**, 2008, « Étude de la structure locale par la fonction de distribution de paires », *Collection SFN*, 9, p. 139-147.
- BOSCHIN M.T., MAIER M.S., MASSAFERRO G.I.**, 2011, « Une lecture pluridisciplinaire des analyses chimiques et minéralogiques de peintures rupestres de la Patagonie argentine », *L'Anthropologie*, 115(3-4), p. 360-383.
- BOURKE P., BROCKWELL S., FAULKNER P., MEEHAN B.**, 2007, « Climate variability in the mid to late Holocene Arnhem Land Region, North Australia: Archaeological archives of environmental and cultural change », *Archaeology in Oceania*, 42(3), p. 91-101.
- BOURMAN R.P., MILNES A. R.**, 1985, « Gibber plains », *The Australian Geographer*, 16(3), p. 229-232.
- BRANDL E.J.**, 1973, *Australian Aboriginal paintings in western and central Arnhem Land*. Canberra: Australian Institute of Aboriginal Studies.
- BRISSET F.**, 2012, *Microscopie électronique à balayage et microanalyses*, EDP sciences.
- BU K., CIZDZIEL J.V., RUSS J.**, 2013, « The Source of Iron-Oxide Pigments Used in Pecos River Style Rock Paints: Iron-oxide pigments used in Pecos River Style rock paintings », *Archaeometry*, 55(6), p. 1088-1100.



- CALLIGARO T., DRAN J.-C., SALOMON J., WALTER P.**, 2004, « Review of accelerator gadgets for art and archaeology », *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 226(1-2), p. 29-37.
- CAMPBELL J.B., COLE N., HATTE E., TUNIZ C., WATCHMAN A.L.**, 1996, « Dating of rock surface accretions with aboriginal paintings and engravings in North Queensland », in Ulm S., Lilley I., Ross A. (éds.), *Australian Archaeology '95: Proceedings of the 1995 Australian Archaeological Association Annual Conference*, Anthropology Museum, University of Queensland, *Tempus*, 6, p. 231-239.
- CAMPBELL J.L., BOYD N.I., GRASSI N., BONNICK P., MAXWELL J.A.**, 2010, « The Guelph PIXE software package IV », *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 268(20), p. 3356-3363.
- CASTETS G., CHALMIN E., DAVID B., GENESTE J.-M., DELANNOY J.-J., GUNN R.G., SOUFY F., PAIRIS S., MARTINETTO P., CERSOY S., BARKER B., LAMB L., HËRLÉ S., BOCHE E.**, 2014, « Peintures rupestres en territoire Jawoyn, Terre d'Arnhem (Australie) : une étude intégrée », in Medina-Alcaide M.A., Romero Alonso A.J., Ruiz-Márquez, Sanchidrián Torti J.L., *Sobre rocas y Huesos : la siciudades prehistóricas y sus manifestaciones plásticas*, p. 378-406.
- CERSOY S., LEYNAUD O., ÁLVAREZ-MURGA M., MARTINETTO P., BORDET P., BOUDET N., CHALMIN E., CASTETS G., HODEAU J. L.**, 2015, « Laboratory implementation of X-ray diffraction/scattering computed tomography », *Journal of Applied Crystallography*, 48(1), p. 159-165.
- CERSOY S., MARTINETTO P., BORDET P., HODEAU J.-L., VAN ELSLANDE E., WALTER P.**, 2016, « Identifying and quantifying amorphous and crystalline content in complex powdered samples: application to archaeological carbon blacks », *Journal of Applied Crystallography*, 49(2), p. 585-593.
- CHADEFAUX C., VIGNAUD C., MENU M., REICHE I.**, 2008, « Multianalytical study of palaeolithic reindeer antler. Discovery of antler traces in Lascaux pigments by TEM », *Archaeometry*, 50(3), p. 516-534.
- CHALMIN E.**, 2003, *Caractérisation des oxydes de manganèse et usage des pigments noirs au Paléolithique supérieur*, Ph.D. thesis, Université de Marne-la-Vallée, 382 p.
- CHALMIN E., HUNTLEY J.**, 2017, en ligne, « Characterising Rock Art Pigments », in David B. and McNiven J. (éds.), *The Oxford Handbook of the Archaeology and Anthropology of Rock Art* (Oxford Handbook).
- CHALMIN E., MENU M., ALTUNA J.**, 2002, « Les matières picturales de la grotte d'Ekain (Pays Basque) », *Munibe*, 54, p. 35-51.
- CHALMIN E., MENU M., VIGNAUD C.**, 2003, « Analysis of rock art painting and technology of Palaeolithic painters », *Measurement Science and Technology*, 14(9), p. 1590-1597.
- CHALMIN E., MENU M., POMIES M.-P., VIGNAUD C., AUJOULAT N., GENESTE J.-M.**, 2004a, « Les blasons de Lascaux », *L'Anthropologie*, 108(5), p. 571-592.
- CHALMIN E., VIGNAUD C., MENU M.I.**, 2004b, « Palaeolithic painting matter: natural or heat-treated pigment? », *Applied Physics A: Materials Science & Processing*, 79(2), p. 187-191.
- CHALMIN E., VIGNAUD C., SALOMON H., FARGES F., SUSINI J., MENU M.**, 2006, « Minerals discovered in paleolithic black pigments by transmission electron microscopy and micro-X-ray absorption near-edge structure », *Applied Physics A*, 83(2), p. 213-218.
- CHALMIN E., CASTETS G., DAVID B., BARKER B., DELANNOY J.-J., LAMB L., GENESTE J.-M., SOUFI F., PAIRIS S., HËRLE S., BOCHE E., KATHERINE M.**, 2016, « Étude des pigments rouges du panneau "Genyornis", Terre d'Arnhem, Australie : origine de l'hématite ? », *Anthropologica et Praistorica*, 126, p. 139-160.

- CHALMIN E., CASTETS G., DELANNOY J.-J., DAVID B., BARKER B., LAMB L., SOUFY F., PAIRIS S., CERSOY S., MARTINETTO P., GENESTE J.-M., HÆRLÉ S., RICHARDS T., GUNN R.G.**, 2017a, « Geochemical analysis of the painted panels at the 'Genyornis' rock art site, Arnhem Lan, Australia », *Quaternary International*, 430, p. 60-80.
- CHALMIN E., HÆRLÉ S., REICHE I.**, 2017b, en ligne, « Taphonomy on the Surface of the Rock Wall: Rock-Paint-Atmosphere Interactions », in David B. and McNiven J. (éds.), *The Oxford Handbook of the Archaeology and Anthropology of Rock Art* (Oxford Handbook).
- CHALOUPKA G.**, 1984, *From paleo art to casual paintings*. Monograph Series 1. Darwin: Northern Territory Museum of Arts and Sciences.
- CHALOUPKA G.**, 1993, *Journey in Time: the World's longest continuing art tradition: the 50,000 year story of the Australian Aboriginal rock art of Arnhem Land*. Reed New Holland Publishers (Australia).
- CHANTERAUD C., CHALMIN E., HÆRLE S., SALOMON H., MONNEY J.**, 2018, « Relation entre les matières colorantes issues des fouilles et des parois ornées. Méthodologie et première perspectives comparative à la Grotte aux Points (Aiguèze, Gard, France) », *Karstologia*, 67.
- CHAPOT M.S., SOHBATI R., MURRAY A.S., PEDERSON J.L., RITTENOUR T.M.**, 2012, « Constraining the age of rock art by dating a rockfall event using sediment and rock-surface luminescence dating techniques », *Quaternary Geochronology*, 13, p. 18-25.
- CHIPPINDALE C., TAÇON P.S.C.**, 1993, « Two old painted panels from Kakadu: variation and sequence in Arnhem Land rock art », *Time and space: dating and spatial considerations in rock art research*, p. 32-56.
- CHIPPINDALE C., TACON P.S.C.**, 1998, « The many ways of dating Arnhem Land rock-art, north Australia », *The archaeology of rock art*, p. 90-111.
- CLARKE J.**, 1976, « Two Aboriginals rock art pigments from Western Australia: Their properties, use and durability », *Studies in Conservation*, 21(3), p. 134-142.
- CLARKE J.**, 1978a, « Deterioration analysis of rock art sites », in Conservation of Rock Art, C. Pearson (éd.), Proceedings of the International Workshop on the Conservation of Rock Art, Perth, Australia, Institute for Conservation of Cultural Material (ICCM) , Sydney, Australia, p. 54-63.
- CLARKE J.**, 1978b, « Conservation and restoration of painting and engraving sites in Western Australia », in Conservation of Rock Art, C. Pearson (éd.), Proceedings of the International Workshop on the Conservation of Rock Art, Perth, Australia, Institute for Conservation of Cultural Material (ICCM) , Sydney, Australia, p. 89-94.
- CLARKE J., NORTH N.**, 1991a, « Pigment composition of post-estuarine rock art in Kakadu National Park », in Perason C., Swarts B.K., *Rock Art and Posterity; Conserving, Managing and Recording Rock Art*. Melbourne: Occasional AURA Publication, 4, p. 80-87.
- CLARKE J., NORTH N.**, 1991b, « Chemistry of deterioration of post-estuarine rock art in Kakadu National Park », in Perason C., Swarts B.K., *Rock Art and Posterity; Conserving, Managing and Recording Rock Art*. Melbourne: Occasional AURA Publication, 4, p. 88-92.
- CLARKSON C., SMITH M., MARWICK B., FULLAGAR R., WALLIS L.A., FAULKNER P., MANNE T., HAYES E., ROBERTS R.G., JACOBS Z., CARAH X., LOWE K.M., MATTHEWS J., FLORIN S.A.**, 2015, « The archaeology, chronology and stratigraphy of Madjedbebe (Malakunanja II): A site in northern Australia with early occupation », *Journal of Human Evolution*, 83, p. 46-64.
- CLARKSON C., JACOBS Z., MARWICK B., FULLAGAR R., WALLIS L.A., SMITH M., ROBERTS R.G., HAYES E., LOWE K.M., CARAH X., FLORIN S.A., MCNEIL J., COX D., ARNOLD L.J., HUA Q., HUNTLEY J., BRAND H.E.A., MANNE T., FAIRBAIRN A., SHULMEISTER J., LYLE L., SALINAS M., PAGE M., CONNELL K., PARK G., NORMAN K., MURPHY T., PARDOE C.**, 2017, « Human occupation of northern Australia by 65,000 years », *Nature*, 547, p. 306-310.
- CLOT A., MENU M., WALTER P.**, 1995, « Manière de peindre les mains à Gargas et Tibiran (Hautes-Pyrénées) », *L'anthropologie*, 99(2-3), p. 221-235.
- CLOTTES J.**, 1993, « Paint analyses from several Magdalenian caves in the Ariège region of France », *Journal of Archaeological Science*, 20(2), p. 223-235.
- CLOTTES J., CHAUVET J.-M., BRUNEL-DESCHAMPS E., HILLAIRE J.-P., DAUGAS M., ARNOLD H., CACHIER H., EVIN J., FORTIN P., OBERLIN C., TISNERAT N., VALLADAS H.**, 1995, « Sates radiocarbon pour la grotte Chauvet-Pont-d'Arc », *INORA*, 11, p. 1-2.

- CNUDDLE V., BOONE M.N.**, 2013, « High-resolution X-ray computed tomography in geosciences: A review of the current technology and applications », *Earth-Science Reviews*, 123, p. 1-17.
- COLE N.**, 2012, « Ancient art and modern Australians: evidence for continuity in an Aboriginal knowledge system », *L'Art Pléistocène dans le Monde; Actes du Congrès Ifrao, Tarascon-sur-Ariège, Septembre 2010*, p. 1023-1035.
- COLE N., WATCHMAN A.L.**, 1993, « Blue paints in prehistory: Preliminary investigations into the use of the blue in Aboriginal rock paintings near Laura, Cape York Peninsula », *Rock Art Research*, 10(1), p. 58-61.
- COLE N., WATCHMAN A.L.**, 1996, « Archaeology of white hand stencils of the Laura region, North Queensland (Australia) », *Techne*, 3, p. 82-90.
- COLE N., WATCHMAN A.L.**, 2005, « AMS dating of rock art in the Laura Region, Cape York Peninsula, Australia-protocols and results of recent research », *Antiquity-Oxford*, 79(305), p. 661-678.
- COLE N., WATCHMAN A.L., MORWOOD M.J.**, 1995, *Chronology of Laura rock art*, University of Queensland Brisbane, In Morwood, M.J., Hobbs, R. (éds.), Quinkan Prehistory: the Archaeology of Aboriginal Art in S.E. Cape York Peninsula, Australia. *Tempus*, vol. 3. Anthropology Museum, University of Queensland, St Lucia, p. 146-160.
- COLLECTIF**, 2012, « Munsell Soil-Color Charts: with genuine Munsell® color chips », Michigan.
- COLLIEX C.**, 1998, « La microscopie électronique », *Que sais-je ?*
- COMBIER J.**, 1977, « Rhône-Alpes », *Gallia préhistoire*, 20(2), p. 561-668.
- CORNELL R. M., SCHWERTMANN U.**, 2003, The iron oxides: structure, properties, reactions, occurrences, and uses, Weinheim, Wiley-VCH.
- COSGROVE R., FIELD J., GARVEY J., BRENNER-COLTRAIN J., GOEDE A., CHARLES B., WROE S., PIKE-TAY A., GRÜN R., AUBERT M., LEES W., O'CONNELL J.**, 2010, « Overdone overkill – the archaeological perspective on Tasmanian megafaunal extinctions », *Journal of Archaeological Science*, 37(10), p. 2486-2503.
- COTTE M., DUMAS P., TANIGUCHI Y., CHECROUN E., WALTER P., SUSINI J.**, 2009, « Recent applications and current trends in Cultural Heritage Science using synchrotron-based Fourier transform infrared micro-spectroscopy », *Comptes Rendus Physique*, 10(7), p. 590-600.
- CRAWFORD I.M., CLARKE J.D.**, 1976, « Aboriginal Use of Huntite in rock art, Kimberley Western Australian », unpublished report to the Australian Institute of Aboriginal and Torres Strait Islander Studies.
- CREAGH D.C., KUBIK M.E., STERNS M.**, 2007, « On the feasibility of establishing the provenance of Australian Aboriginal artefacts using synchrotron radiation X-ray diffraction and proton-induced X-ray emission », *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 580(1), p. 721-724.



- DARCHUK L., TSYBRII Z., WOROBIEC A., VÁZQUEZ 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), p. 1398-1402.
- DARCHUK L., GATTO ROTONDO G., SWAENEN M., WOROBIEC A., TSYBRII Z., MAKAROVSKA Y., VAN GRIEKEN R.**, 2011, « Composition of prehistoric rock-painting pigments from Egypt (Gilf Kébir area) », *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 83(1), p. 34-38.
- DAVID B.**, 2000, « Painted Ell: further evidence for late Holocene abandonment of Ngarrabullgan (north Queensland). », *Artefact: the Journal of the Archaeological and Anthropological Society of Victoria*, The, 23, p. 35-40.

- DAVID B., LOURANDOS H., 1998, « Rock art and socio-demography in northeastern Australian prehistory », *World Archaeology*, 30(2), p. 193-219.
- DAVID B., CLAYTON E., WATCHMAN A.L., 1993, « Initial results of PIXE analysis on northern Australian ochres », *Australian Archaeology*, p. 50-57.
- DAVID B., ARMITAGE R.A., HYMAN M., ROWE M., LAWSON E., 1999, « How old is north Queensland rock art? A review of evidence, with new AMS determinations », *Archaeology in Oceania*, 34(3), p. 103-120.
- DAVID B., GENESTE J.-M., WHEAR R.L., DELANNOY J.-J., KATHERINE M., GUNN R.G., CLARKSON C., PLISSON H., LEE P., PETCHEY F., ROWE C., BARKER B., LAMB L., MILLER W., HØERLÉ S., JAMES D., BOCHE E., APLIN K., MCNIVEN I.J., RICHARDS T., FAIRBAIRN A., MATTHEWS J., 2011, « Nawarla Gabarnmang, a 45,180+/-910 cal BP site in Jawoyn Country, southwest Arnhem Land plateau », *Australian Archaeology*, 73, p. 73-77.
- DAVID B., BARKER B., PETCHEY F., DELANNOY J.-J., GENESTE J.-M., ROWE C., ECCLESTON M., LAMB L., WHEAR R.L., 2013a, « A 28,000 year old excavated painted rock from Nawarla Gabarnmang, northern Australia », *Journal of Archaeological Science*, 40(5), p. 2493-2501.
- DAVID B., GENESTE J.-M., PETCHEY F., DELANNOY J.-J., BARKER B., ECCLESTON M., 2013b, « How old are Australia's pictographs? A review of rock art dating », *Journal of Archaeological Science*, 40(1), p. 3-10.
- DAVID B., BARKER B., DELANNOY J.-J., GENESTE J.-M., PETCHEY F., LAMB L., 2014, « A Pleistocene charcoal drawing or painting from northern Australia », *INORA*, 69, p. 18-22.
- DAVID B., TAÇON P.S.C., GUNN R.G., DELANNOY J.-J., GENESTE J.-M., 2017a, « The archaeology of western Arnhem Land's rock art », *Terra Australis*, 47, p. 1-17.
- DAVID B., DELANNOY J.-J., GUNN R.G., CHALMIN E., CASTETS G., PETCHEY F., APLIN K., O'FARRELL M., MOFFAT I., MIALANES J., GENESTE J.-M., BARKER B., SADIÉ B., KATHERINE M., MANATAKI M., PIETRZAK U., 2017b, « Dating painted panel E1 at Nawarla Gabarnmang, central-western Arnhem Land plateau », *Terra Australis*, 47, p. 245-302.
- DAVID B., DELANNOY J.-J., GUNN R.G., BRADY L., PETCHEY F., GENESTE J.-M., MIALANES J., MOFFAT I., CHALMIN E., APLIN K., KATHERINE M., 2017c, « Determining the age of paintings at JSARN-113/23, Jawoyn country, central-western Arnhem Land plateau », *Terra Australis*, 74, p. 371-422.
- DAVIDSON I., NOBLE W., 1992, « Why the first colonization of the Australian region is the earliest evidence of modern human behaviour », *Archaeology in Oceania*, 27(3), p. 135-142.
- DAYET L., 2012, *Matériaux, transformations et fonctions de l'ocre au Middle Stone Age: le cas de Diepkloof Rock Shelter dans le contexte de l'Afrique australe*, Ph.D. thesis, Université Michel de Montaigne-Bordeaux III, 420 p.
- DAYET L., 2016, « Provenance des roches à base d'hématite exploitées à Diepkloof Rock Shelter, Afrique du Sud : synthèse et implications socio-économiques », *Anthropologica et Praehistorica*, 126, p. 69-89.
- DAYET L., DANIEL F., GUIBERT P., TEXIER P.-J., 2013a, « Non-destructive analysis of archaeological ochre: a preliminary application to the Middle Stone Age site of Diepkloof Rock Shelter (South Africa) », *Open Journal of Archaeometry*, 1(1), p. 89-94.
- DAYET L., TEXIER P.-J., DANIEL F., PORRAZ G., 2013b, « Ochre resources from the Middle Stone Age sequence of Diepkloof Rock Shelter, Western Cape, South Africa », *Journal of Archaeological Science*, 40(9), p. 3492-3505.
- DAYET L., D'ERRICO F., GARCIA-MORENO R., 2014, « Searching for consistencies in Châtelperronian pigment use », *Journal of Archaeological Science*, 44, p. 180-193.
- DAYET L., LE BOURDONNEC F.-X., DANIEL F., PORRAZ G., TEXIER P.-J., 2015, « Ochre Provenance and Procurement Strategies During The Middle Stone Age at Diepkloof Rock Shelter, South Africa: Ochre during the MSA at Diepkloof rock shelter », *Archaeometry*, p. 1-23.
- DE BALBIN BEHRMANN R., GONZALEZ J.J.A., 2009, « Les colorants de l'art paléolithique dans les grottes et en plein air », *L'Anthropologie*, 113(3-4), p. 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), p. 117-121.

- DE NOLF W., JANSSENS K., 2010, « Micro X-ray diffraction and fluorescence tomography for the study of multilayered automotive paints », *Surface and Interface Analysis*, 42(5), p. 411-418.
- DE NOLF W., VANMEERT F., JANSSENS K., 2014, « XRDU: crystalline phase distribution maps by two-dimensional scanning and tomographic (micro) X-ray powder diffraction », *Journal of applied crystallography*, 47(3), p. 1107-1117.
- DE VIGUERIE L., 2009, *Propriétés physico-chimiques et caractérisation des matériaux de sfumato*, Ph.D. thesis, Université de Pierre et Marie Curie, 308 p.
- DELANNOY J.-J., GENESTE J.-M., DAVID B., KATHERINE M., GUNN R.G., WHEAR R.L., 2012, « Apports de la géomorphologie dans l'aménagement et la construction sociale de sites préhistoriques. Exemples de la grotte Chauvet-Pont-d'Arc (France) et de Nawarla Gabarnmang (Australie) », *PALÉO, Revue d'archéologie préhistorique*, 23, p. 85-104.
- DELANNOY J.-J., DAVID B., GENESTE J.-M., KATHERINE M., SADIÉ B., GUNN R.G., 2017, « Engineers of the Arnhem Land plateau: Evidence for the origins and transformation of sheltered spaces at Nawarla Gabarnmang » *Terra Australis*, 47, p. 197-244.
- DELSATE D., GUINET J.M., SAVERWYNS S., 2009, « De l'ocre sur le crâne mésolithique (haplogroupe U5a) de Reuland-Loschbour (Grand-Duché de Luxembourg) », *Bulletin de la Société Préhistorique Luxembourgeoise*, 31, p. 7-30.
- 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), p. 1060-1069.
- D'ERRICO F., HENSHILWOOD C., VANHAEREN M., VAN NIEKERK K., 2005, « Nassarius kraussianus shell beads from Blombos Cave: evidence for symbolic behavior in the Middle Stone Age », *Journal of Human Evolution*, 48, p. 3-24.
- 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), p. 3099-3110.
- D'ERRICO F., GARCÍA MORENO R., RIFKIN R.F., 2012, « 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), p. 942-952.
- D'ERRICO F., DAYET BOUILLOT L., GARCÍA-DIEZ M., PITARCH MARTÍ A., GARRIDO PIMENTEL D., ZILHÃO J., 2016, « The technology of the earliest European cave paintings: El Castillo Cave, Spain », *Journal of Archaeological Science*, 70, p. 48-65.
- DOMINGO SANZ I., 2011, « The Rock Art Scenes at Injalak Hill: Alternative Visual Records of Indigenous Social Organisation and Cultural Practices », *Australian Archaeology*, 72, p. 15-22.
- DOORYHÉE E., MARTINETTO P., WALTER P., ANNE M., 2004, « Synchrotron X-ray analyses in art and archaeology », *Radiation Physics and Chemistry*, 71(3-4), p. 863-868.
- DORN R.I., 2007, « Rock varnish », *Geochemical sediments and landscape*, p. 246-297.
- DRAGOVICH D., 1998, « Microchemistry of small desert varnish samples, western New South Wales, Australia », *Earth Surface Processes and Landforms*, 23(5), p. 445-453.
- DUNN P.J., ROUSE R.C., CAMPBELL T.J., ROBERTS W.L., 1984, « Tinsleyite, the aluminum analogue of leucophosphate, from the Tip Top pegmatite in South Dakota », *American Mineralogist*, 69, p. 374-376.



EDWARDS H.G.M., DRUMMOND L., RUSS J., 1998, « Fourier-transform Raman spectroscopic study of pigments in native American Indian rock art: Seminole Canyon », *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 54(12), p. 1849-1856.

EDWARDS H.G. M., NEWTON E. M., RUSS J., 2000, « Raman spectroscopic analysis of pigments and substrata in prehistoric rock art », *Journal of Molecular Structure*, 550, p. 245-256.

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), p. 3019-3028.

EMONET E.-G., TAFFOREAU P., CHAIMANEE Y., GUY F., DE BONIS L., KOUFOS G., JAEGER J.-J., 2012, « Three-dimensional analysis of mandibular dental root morphology in hominoids », *Journal of Human Evolution*, 62, p. 146-154.



FERENCZI P.A., SWEET I.P., 2005., « Mount Evelyn, Northern Territory; 1: 250 000 Geological Map Series, sheet SD53-5; Explanatory notes », *Northern Territory Geological Survey, Explanatory Notes*.

FERRIER C., DEBARD E., KERVAZO B., AUJOLAT N., BAFFIER D., DENIS A., FERUGLIO V., FRITZ C., GELY B., GENESTE J.-M., KONIK S., LASCANETTE D., LASTENNET R., MASKUD F., MALAURENT P., PLASSARD F., TOSELLO G., 2012., « Approche taphonomique des parois des grottes ornées », in Clottes J. (éd.), *L'art Pléistocène dans le monde*, Actes du Congrès IFRAO, Tarascon-sur-Ariège, septembre 2010, Symposium "Datation et taphonomie de l'art pléistocène", n° special de Préhistoire, Art et Sociétés, Bulletin de la Société Préhistorique Ariège-Pyrénées, LXV-LXVI, 2010-2011, CD : p. 1071-1093.

FIELD J., COSGROVE R., FULLAGAR R., LANCE B., 2009, « Starch residues on grinding stones in private collections: a study of morahs from the tropical rainforests of NE Queensland », *Archaeological science under a microscope: studies in residue and ancient DNA analysis in honour of Thomas H. Loy*. ANU E Press, Canberra, p. 228-238.

FIELD J., FILLIOS M., WROE S., 2008, « Chronological overlap between humans and megafauna in Sahul (Pleistocene Australia–New Guinea): A review of the evidence », *Earth-Science Reviews*, 89(3-4), p. 97-115.

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), p. 3047-3056.

FONTUGNE M., SHAO Q., FRANK N., THIL F., GUIDON N., BOEDA E., 2013, « Cross-dating (Th/U-¹⁴C) of calcite covering prehistoric paintings at Serra Da Capivara National Park, Piauí, Brazil », *Radiocarbon*, 55(2-3), p. 1191-1198.

FORD B., MACLEOD I., HAYDOCK P., 1994, « Rock art pigments from Kimberley region of Western Australia: identification of the minerals and conversion mechanisms », *Studies in Conservation*, 39(1), p. 57-69.

FORTIN F., BOILY M., 2006, « Que contiennent les cendres de l'Épinière noire ? » ; <http://www.cstfelicien.qc.ca/Scinat/cyberexpojournal2006/w06b07.pdf>

FOUCAULT A., RAOULT J.-F., 2010, *Dictionnaire de géologie*, Dunod, 7ème Édition.

FOUINAT L., SABATIER P., POULENARD J., REYSS J.-L., MONTET X., ARNAUD F., 2017, « A new CT scan methodology to characterize a small aggregation gravel clast contained in a soft sediment matrix », *Earth Surf. Dynam.*, 5, p. 199-209.

FRANKLIN N.R., 2004, *Exploration of Variability in Australian Prehistoric Rock Engravings*, BAR International Series 1318, Oxford: Archaeopress.

FROMENT F., TOURNIÉ A., COLOMBAN P., 2008, « Raman identification of natural red to yellow pigments: ochre and iron-containing ores », *Journal of Raman Spectroscopy*, 39(5), p. 560-568.

FULLAGAR R., FIELD J., 1997, « Pleistocene seed-grinding implements from the Australian arid zone », *Antiquity*, 71(272), p. 300-307.

FULLAGAR R., FIELD J., KEALHOFER L., 2008, « Grinding stones and seeds of change: Starch and phytoliths as evidence of plant food processing », in Roawn Y.M. and Ebling J.R. (éds.), *New Approaches to Old Stones: Recent Studies of Ground Stone Artifacts*, Equinox, London, p. 159-172.

FULLAGAR R., HAYES E., STEPHENSON B., FIELD J., MATHESON C., STERN N., FITZSIMMONS K., 2015, « Evidence for Pleistocene seed grinding at Lake Mungo, south-eastern Australia », *Archaeology in Oceania*, 50, p. 3-19.

FULLAGAR R., STEPHENSON B., HAYES E., 2017, « Grinding grounds: Function and distribution of grinding stones from an open site in the Pilbara, western Australia », *Quaternary International*, 427; p. 175-183.



GARCIA-DIAZ E., 1995, *Réactivité pouzzolanique des métakaolinites : corrélations avec les caractéristiques minéralo-géologiques des kaolinites*, Ph.D. thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne et de l'Institut National Polytechnique de Grenoble (Génie des procédés), 251 p.

GARCIA-DIEZ M., HOFFMANN D.L., ZILHAO J., DE LAS HERAS C., LASHERAS J.A., MONTES R., PIKE A.W.G., 2013 « Uranium series dating reveals a long sequence of rock art at Altamira Cave (Santillana del Mar, Cantabria) », *Journal of Archaeological Science*, 40, p. 4098-4106.

GARATE D., LAVAL E., MENU M., 2004, « Étude de la matière colorante de la grotte d'Arenaza (Galdames, Pays Basque, Espagne) », *L'Anthropologie*, 108(2), p. 251-289.

GATTO ROTONDO G., ROMANO F.P., PAPPALARDO G., PAPPALARDO L., RIZZO F., 2010, « Non-destructive characterization of fifty various species of pigments of archaeological and artistic interest by using the portable X-ray diffraction system of the LANDIS laboratory of Catania (Italy) », *Microchemical Journal*, 96(2), p. 252-258.

GAY M., 2015, « Développement de nouvelles procédures quantitatives pour une meilleure compréhension des pigments et des parois des grottes ornées préhistoriques », Université Pierre et Marie Curie, 224 p.

GAY M., ALFELD M., MENU M., LAVAL E., ARIAS P., ONTAÑÓN R., REICHE I., 2015, « Palaeolithic paint palettes used at La Garma Cave (Cantabria, Spain) investigated by means of combined *in situ* and synchrotron X-ray analytical methods », *J. Anal. At. Spectrom.*, 30(3), p. 767-776.

GENESTE J.-M., DAVID B., PLISSON H., CLARKSON C., DELANNOY J.-J., PETCHEY F., WHEAR R.L., 2010, « Earliest evidence for ground-edge axes: 35,400±410 cal BP from Jawoyn Country, Arnhem Land », *Australian Archaeology*, 71(1), p. 66-69.

GENESTE J.-M., DAVID B., PLISSON H., DELANNOY J.-J., PETCHEY F., 2012, « The Origins of Ground-edge Axes: New Findings from Nawarla Gabarnmang, Arnhem Land (Australia) and Global Implications for the Evolution of Fully Modern Humans », *Cambridge Archaeological Journal*, 22(01), p. 1-17.

GHYSELS M., 2003, « CT Scans in Art Work Appraisal », *Art Tribal*, 4, p. 116-131.

GILLESPIE R., 1997, « On human blood, rock art and calcium oxalate: further studies on organic carbon content and radiocarbon age of materials relating to Australian rock art », *Antiquity*, 71(272), p. 430-437.

GLASCOCK M.D., NEFF H., 2003, « Neutron activation analysis and provenance research in archaeology », *Measurement Science and Technology*, 14(9), p. 1516-1526.

GOLDSMITH Y., ENZEL Y., STEIN M., 2012, « Systematic Mn fluctuations in laminated rock varnish developed on coeval early Holocene flint artifacts along a climatic transect, Negev desert, Israel », *Quaternary Research*, 78(3), p. 474-485.

GOLDSMITH Y., STEIN M., ENZEL Y., 2014, « From dust to varnish: Geochemical constraints on rock varnish formation in the Negev Desert, Israel », *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 126, p. 97-111.

- GOMES H., ROSINA P., HOLAKOOEI P., SOLOMON T., VACCARO C.**, 2013, « Identification of pigments used in rock art paintings in Gode Roriso-Ethiopia using Micro-Raman spectroscopy », *Journal of Archaeological Science*, 40(11), p. 4073-4082.
- GONZALEZ J.J.A., DE BEHRMANN R.**, 2007, « C¹⁴ et style. La chronologie de l'art pariétal à l'heure actuelle », *L'Anthropologie*, 111(4), p. 435-466.
- GOODALE N., BAILEY D.G., JONES G.T., PRESCOTT C., SCHOLZ E., STAGLIANO N., LEWIS C.**, 2012, « pXRF: a study of inter-instrument performance », *Journal of Archaeological Science*, 39(4), p. 875-883.
- GOODALL R.A., DAVID B., KERSHAW P., FREDERICKS P.M.**, 2009, « Prehistoric hand stencils at Fern Cave, North Queensland (Australia): environmental and chronological implications of Raman spectroscopy and FT-IR imaging results », *Journal of Archaeological Science*, 36(12), p. 2617-2624.
- GOURRIER A., REICHE I.**, 2015, « Chapitre 3 L'os: morphologie, structure et composition chimique », *Message d'os, Archéométrie du squelette animal et humain*, Éd. des Archives Contemporaines (EAC), Coll. « Sciences Archéologiques », p. 22-37.
- GREEN R.L., WATLING R.J.**, 2007, « Trace Element Fingerprinting of Australian Ocher Using Laser Ablation Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry (LA-ICP-MS) for the Provenance Establishment and Authentication of Indigenous Art », *Journal of Forensic Sciences*, 52(4), p. 851-859.
- GRELLET-TINNER G., SPOONER N.A., WORTHY T.H.**, 2016, « Is the "Genyornis" egg of a mihirung or another extinct bird from the Australian dreamtime? », *Quaternary Science Reviews*, 133, p. 147-164.
- GROGAN K.L., GILKES R.J., LOTTERMOSER B.G.**, 2003, « Maghemite Formation in Burnt Plant Litter at East Trinity, North Queensland, Australia », *Clays and Clay Minerals*, 51(4), p. 390-396.
- GUIDON N., MARTIN G.a, PESSIS A.-M.**, 2010, « Chronologie des peintures rupestres du Parc national Serra da Capivara, Brésil », *Préhistoire, art et sociétés: bulletin de la Société Préhistorique de l'Ariège*, 65, p. 128-129.
- GUNN R.G.**, 2006, « Mulka's Cave Aboriginal rock art site: its context and content », *Records of the Western Australian Museum*, 23(1), p. 19-41.
- GUNN R.G.**, 2012, Report on assessment of Robert Edwards' photographs and documentation at the National Museum of Australia, and the Australian Institute of Aboriginal and Torres Strait Islander Studies, Canberra. Unpublished report to the Jawoyn Association, Katherine.
- GUNN R.G.**, 2016, « Art Of The Ancestors: Spatial and temporal patterning in the rock art of Nawarla Gabarnmang, a major Jawoyn cultural site on the Arnhem Land plateau », 1125 p.
- GUNN R.G.**, 2017, « Pillars report », unpublished report.
- GUNN R.G., DOUGLAS L.C.**, 2010a, Jawoyn Rock Art and Heritage Project 2006-2008. Unpublished report to the Jawoyn Association, Katherine.
- GUNN R.G., DOUGLAS L.C.**, 2010b, Jawoyn Rock Art Project fieldwork report 2010. Unpublished report to the Jawoyn Association, Katherine.
- GUNN R.G., MULVANEY K.**, 2008, « Of turtles in particular: a distributional study of an archaeological landscape in southern Murujuga », *Rock Art Research: The Journal of the Australian Rock Art Research Association (AURA)*, 25(2), p. 147-164.
- GUNN R.G., WHEAR R.L.**, 2007a, « Dynamic sketches: 6000+ year old dry-pigment drawings from Arnhem land », *Archaeology in Oceania*, 42(1), p. 22-28.
- GUNN R.G., WHEAR R.L.**, 2007b, « Tangtanjial Cave revisited », *Artefact: the Journal of the Archaeological and Anthropological Society of Victoria*, The, 30, p. 1-23.
- GUNN R.G., WHEAR R.L.**, 2007c, « The Jawoyn Rock Art and Heritage Project », *Rock Art Research*, 24(1), p. 5-20.
- GUNN R.G., WHEAR R.L.**, 2008, « A singular beeswax representation of Namarrkon, the Lightning Man, from western Arnhem Land », *Australian Aboriginal Studies*, 2, p. 54-69.
- GUNN R.G., OGLEBY C.L., LEE D, WHEAR R.L.**, 2010a, « A method to visually rationalise superimposed pigment motifs », *Rock Art Research: The Journal of the Australian Rock Art Research Association (AURA)*, 27(2), p. 131-136.

GUNN R.G., WHEAR R.L., DOUGLAS L.C., 2010b, « A dingo burial from the Arnhem Land plateau », *Australian Archaeology*, 71, p. 11-16.

GUNN R.G., DOUGLAS L.C., WHEAR R.L., 2011, « What bird is that? Identifying a probable painting of *Genyornis newtoni* in western Arnhem Land », *Australian Archaeology*, 73(1), p. 1-12.

GUNN R.G., WHEAR R.L., DOUGLAS L.C., 2012, « Dating the Present At Nawarla Gabarnmang », *Australian Archaeology*, 75, p. 55-65.

GUNN R.G., DOUGLAS L.C., WHEAR R.L., 2013, « The 'Ngar-mimi' motif from the Arnhem Land Plateau », *Rock Art Research*, 30(2), p. 217-234.

GUNN R.G., DAVID B., WHEAR R.L., JAMES D., PETCHEY F., CHALMIN E., CASTETS G., BARKER B., GENESTE J.-M., DELANNOY J.-J., 2017, « Postcards from the outside: European-contact rock art imagery and occupation on the southern Arnhem Land plateau, Jawoyn lands », *Terra Australis*, 47, p. 165-196.



HACHID M., LE QUELLEC J.-L., AMARA A., BECK L., HEDDOUCHE A., KALTNECKER E., LAHIL S., MERZOUG S., MOREAU C., QUILES A., VALLADAS H., 2010, « Quelques résultats du projet de datation directe et indirecte de l'art rupestre saharien », *The Signs of Which Times*, p. 71-96.

HAMEAU P., CRUZ V., LAVAL E., MENU M., VIGNAUD C., 2001, « Analyse de la peinture de quelques sites postglaciaires du Sud-Est de la France », *L'Anthropologie*, 105(4), p. 611-626.

HANESCH M., 2009, « Raman spectroscopy of iron oxides and (oxy)hydroxides at low laser power and possible applications in environmental magnetic studies », *Geophysical Journal International*, 177(3), p. 941-948.

HASKOVEC I.P., 1992, « Northern Running Figures of Kakadu National Park: A study of a regional style », In McDonald J. and Haskovec I.P. (éds.), *State of art*, Occasional AURA Publication, 6, Melbourne: Australian Rock Art Research Association, p. 148-158.

HAYES E., FULLAGAR R., MULVANEY K., CONNELL K., sous presse, « Food or fibercraft? Grinding stones and Aboriginal use of *Triodia* grass (spinifex) », *Quaternary International*.

HENSHILWOOD C.S., DUBREUIL B., 2009, « Reading the artifacts: gleanings language skills from the Middle Stone Age in southern Africa », in Botha R., Knight C. (éds.), *The Cradle of Language, Studies in the Evolution of Language*. Oxford, University Press, p. 41-61.

HENSHILWOOD C.S., SEALY J.C., YATES R., CRUZ-URIBE K., GOLDBERG P., GRINE F.E., KLEIN R.G., POGGENPOEL C., VAN NIEKERK K., WATTS I., 2001, « Blombos Cave, Southern Cape, South Africa: Preliminary Report on the 1992–1999 Excavations of the Middle Stone Age Levels », *Journal of Archaeological Science*, 28(4), p. 421-448.

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), p. 1278-1280.

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), p. 27-47.

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, p. 219-222.

HERNANZ A., GAVIRA-VALLEJO J.M., RUIZ-LÓPEZ J.F., 2006a, « Introduction to Raman microscopy of prehistoric rock paintings from the Sierra de las Cuerdas, Cuenca, Spain », *Journal of Raman Spectroscopy*, 37(10), p. 1054-1062.

HERNANZ A., MAS M., GAVILÁN B., HERNÁNDEZ B., 2006b, « Raman microscopy and IR spectroscopy of prehistoric paintings from Los Murciélagos cave (Zuheros, Córdoba, Spain) », *Journal of Raman Spectroscopy*, 37(4), p. 492-497.

HERNANZ A., GAVIRA-VALLEJO J.M., RUIZ-LÓPEZ J.F., EDWARDS H.G.M., 2008, « A comprehensive micro-Raman spectroscopic study of prehistoric rock paintings from the Sierra de las Cuerdas, Cuenca, Spain », *Journal of Raman Spectroscopy*, 39(8), p. 972-984.

HERNANZ A., RUIZ-LÓPEZ J.F., GAVIRA-VALLEJO J.M., MARTIN S., GAVRILENKO E., 2010, « Raman microscopy of prehistoric rock paintings from the Hoz de Vicente, Minglanilla, Cuenca, Spain », *Journal of Raman Spectroscopy*, 41(11), p. 1394-1399.

HERNANZ A., GAVIRA-VALLEJO J.M., RUIZ-LÓPEZ J.F., MARTIN S., MAROTO-VALIENTE Á., DE BALBÍN-BEHRMANN R., MENÉNDEZ M., ALCOLEA-GONZÁLEZ J.J., 2012, « Spectroscopy of Palaeolithic rock paintings from the Tito Bustillo and El Buxu Caves, Asturias, Spain: Spectroscopy of Palaeolithic paintings (Tito Bustillo and El Buxu caves, Spain) », *Journal of Raman Spectroscopy*, 43(11), p. 1644-1650.

HERNANZ A., CHANG J., IRIARTE M., GAVIRA-VALLEJO J.M., DE BALBÍN-BEHRMANN R., BUENO-RAMÍREZ P., MAROTO-VALIENTE A., 2016, « Raman microscopy of hand stencils rock art from the Yabrai Mountain, Inner Mongolia Autonomous Region, China », *Applied Physics A*, 122, 8 p.

HODGSKISS T., 2005, *In the mix: replication studies to test the effectiveness of ochre in adhesives for tool hafting*, Ph.D. thesis, Faculty of Science, University of the Witwatersrand, Johannesburg.

HODGSKISS T., 2010, « Identifying grinding, scoring and rubbing use-wear on experimental ochre pieces », *Journal of Archaeological Science*, 37(12), p. 3344-3358.

HODGSKISS T., 2012, « An investigation into the properties of the ochre from Sibudu, KwaZulu-Natal, South Africa », *Southern African Humanities*, 24, p. 99-120.

HODGSKISS T., 2013, « Ochre Use in the Middle Stone Age at Sibudu, South Africa: Grinding, Rubbing, Scoring and Engraving », *Journal of African Archaeology*, 11(1), p. 75-95.

HOFFMANN D.L., UTRILLA P., BEA M., PIKE A.L.W., GARCIA-DIEZ M., ZILHAO J., DOMINGO R., 2017, « U-series dating Paleolithic rock art at Fuente del Trucho (Aragon, Spain) », *Quaternary International*, 432, p. 50-58.

HOLLIDAY V.T., GARTNER W.G., 2007, « Methods of soil P analysis in archaeology », *Journal of Archaeological Science*, 34, p. 303-333.

HOVERS E., ILANI S., BAR-YOSEF O., VANDERMEERSCH B., 2003, « An Early Case of Color Symbolism: Ochre Use by Modern Humans in Qafzeh Cave », *Current Anthropology*, 44(4), p. 491-522.

HUGHES J.C., SOLOMON A., 2000, « A preliminary study of ochres and pigmentaceous materials from KwaZulu-Natal, South Africa: towards an understanding of San pigment and paint use », *Natal Museum Journal of Humanities*, 12, p. 15-31.

HUNT A., STUART B., THOMAS P., JAMES D., DAVID B., GENESTE J.-M., DELANNOY J.-J., 2015, « The characterisation of Jawoyn rock art paintings in Arnhem Land, Australia, using synchrotron infrared microspectroscopy ». In TECHNART symposium, Monastero dei Benedettini, Catania (Italia).

HUNT A., THOMAS P., JAMES D., DAVID B., GENESTE J.-M., DELANNOY J.-J., STUART B., 2016, « The characterisation of pigments used in X-ray rock art at Dalakngalarr 1, central-western Arnhem Land », *Microchemical Journal*, 126, p. 524-529.

HUNTLEY J., 2012, « Taphonomy Or Paint Recipe », *Australian Archaeology*, 75, p. 78-94.

HUNTLEY J., 2015, « Looking up and looking down – Pigment chemistry as a chronological marker in the Sydney Basin rock art assemblage, Australia », *Rock Art Research*, 32(2), p. 131-145.

HUNTLEY J., GALAMBAN C.F., 2016, « The Material Scientific Investigation of Rock-Art: Contributions from non-Invasive X-ray Techniques », in Bednarik R.G., Fiore D., Basile M., Kumar G. and Huiseng T. (éds.), *Palaeoart and Materiality – The Scientific Study of Rock Art*, Archaeopress Archaeology, p. 41-57.

HUNTLEY J., WATCHMAN A.L., DIBDEN J., 2011, « Characteristics of a pigment art sequence: Worona plateau, New South Wales », *Rock Art Research*, 28(1), p. 85-98.

HUNTLEY J., BRAND H., AUBERT M., MORWOOD M., 2014, «The first Australian Synchrotron powder diffraction analysis of pigment from a Wandjina motif in the Kimberley, Western Australia», *Australian Archaeology*, 78(1), p. 33-38.

HUNTLEY J., AUBERT M., ROSS J., BRAND H. E. A., MORWOOD M. J., 2015, «One Colour, (at Least) Two Minerals: A Study of Mulberry Rock Art Pigment and a Mulberry Pigment 'Quarry' from the Kimberley, Northern Australia: Mulberry rock art pigment from the Kimberley, northern Australia», *Archaeometry*, 57(1), p. 77-99.

HUNTLEY J., WESTAWAY K.E., GORE D.B., AUBERT M., ROSS J., MORWOOD M.J., 2016, «Non-Destructive or Noninvasive? The Potential Effect of X-Ray Fluorescence Spectrometers on Luminescence Age Estimates of Archaeological Samples», *Geoarchaeology: An International Journal*, 0, p. 1-11.



IRIARTE E., FOYO A., SÁNCHEZ M. A., TOMILLO C., SETIÉN J., 2009, «The origin and geochemical characterization of red ochres from the Tito Bustillo and Monte Castillo caves (Northern Spain)», *Archaeometry*, 51(2), p. 231-251.

JAMES D., DAVID B., DELANNOY J.-J., GUNN R.G., HUNT A., MOFFAT I., IACONO N., STEPHENS S.P., KATHERINE M., 2017, «Archaeology of rock art at Dalakngalarr 1, central-western Arnhem Land», *Terra Australis*, 47, p. 329-370.

JELINEK J., 1979, «Stone tool localities in Arnhem Land», *Anthropology*, XVII/2-3, p. 111-114.

JERCHER M., PRING A., JONES P. G., RAVEN M.D., 1998, «Rietvelds X-ray diffraction and X-ray fluorescence analysis of Australian aboriginal ochres», *Archaeometry*, 40(2), p. 383-401.

JEZEQUEL P., WILLE G., BENY C., DELORME F., JEAN-PROST V., COTTIER R., BRETON J., DURE F., DESPRIEE J., 2011, «Characterization and origin of black and red Magdalenian pigments from Grottes de la Garenne (Vallée moyenne de la Creuse-France): a mineralogical and geochemical approach of the study of prehistorical paintings», *Journal of Archaeological Science*, 38(6), p. 1165-1172.

JIMÉNEZ C., GARCIA-MORENO F., RACK A., TUCOULOU R., KLAUS M., PFRETZSCHNER B., RACK T., CLOETENS P., BANHART J., 2012, «Partial decomposition of TiH₂ studied in situ by energy-dispersive diffraction and ex situ by diffraction microtomography of hard X-ray synchrotron radiation», *Scripta Materialia*, 66, p. 757-760.

JONES R., 1985a, «Archaeological Research in Kakadu National Park», Special Publication 13. Canberra: Australian National Parks and Wildlife Service.

JONES R., 1985b, «New research aims, Aboriginal liaison and field strategy. In Jones R. (éd.), Archaeological Research in Kakadu National Park», Special Publication 13. Canberra: Australian National Parks and Wildlife Service, p. 17-29.

JONES R., JOHNSON I., 1985a, *Deaf Adder Gorge: Lindner Site, Nauwalabila I*, In Jones R. (éd.), Archaeological Research in Kakadu National Park. Australian National Parks and Wildlife Service, Canberra, p. 165-227.

JONES R., JOHNSON I., 1985b, *Rocksbelter excavations: Nourlangie and Mount Brockman massifs*. In Jones R. (éd.), Archaeological Research in Kakadu National Park. Special Publication 13. Canberra: Australian National Parks and Wildlife Service, p. 39-76

JONES T., LEVCHENKO V.A., KING P.L., TROITZSCH U., WESLEY D., WILLIAMS A.A., NAYINGULL A., 2017a, «Radiocarbon age constraints for a Pleistocene–Holocene transition rock art style: The Northern Running Figures of the East Alligator River region, western Arnhem Land, Australia», *Journal of Archaeological Science: Reports*, 11, p. 80-89.

JONES T., LEVCHENKO V.A., WESLEY D., 2017b, «How old is X-ray art? Minimum age determinations for early X-ray rock art from the 'Red Lily' (Wulk) Lagoon rock art precinct, western Arnhem Land», *Terra Australis*, 47, p. 129-144.



KAMMINGA J., ALLEN H., 1973, *Alligator Rivers Environmental Fact Finding Study: Report of the Archaeological Survey*, Darwin: Government Printer for Alligator Rivers Region Environmental Fact-Finding Study, Australian Government, Canberra, 119 p.

KARKANAS P., BAR-YOSEF O., GOLDBERG P., WEINER S., 2000, « Diagenesis in Prehistoric Caves: the Use of Minerals that Form In Situ to Assess the Completeness of the Archaeological Record », *Journal of Archaeological Science*, 27(10), p. 915-929.

KARKANAS P., RIGAUD J.P., SIMEK J.F., ALBERT R.M., WEINER S., 2002, « Ash Bones and Guano: a Study of the Minerals and Phytoliths in the Sediments of Grotte XVI, Dordogne, France », *Journal of Archaeological Science*, 29(7), p. 721-732.

KERSHAW A.P., 1986, « Climatic change and Aboriginal burning in north-east Australia during the last two glacial/interglacial cycles », *Nature*, 232(3), p. 47-49.

KNUDSEN E.B., SØRENSEN H.O., WRIGHT J.P., GORET G., KIEFFER J., 2013, « FabIO: easy access to two-dimensional X-ray detector images in Python », *Journal of Applied Crystallography*, 46(2), p. 537-539.

KOCH P.L., BARNOSKY A.D., 2006, « Late Quaternary Extinctions: State of the Debate », *Annual Review of Ecology, Evolution, and Systematics*, 37(1), p. 215-250.

KOENIG C. W., CASTAÑEDA A. M., BOYD C. E., ROWE M. W., STEELMAN K. L., 2014, « Portable X-Ray Fluorescence Spectroscopy of Pictographs: A Case Study From the Lower Pecos Canyonlands, Texas: pXRF of pictographs from the Lower Pecos Canyonlands, Texas », *Archaeometry*, 56, p. 168-186.



LACOUT J.L., NOUNAH A., FERHAT M., 1998, « Strontium-cadmium substitution in hydroxyl and fluor-apatites », *Annales de Chimie Sciences des Matériaux*, 23, p. 57-60.

LAHLIL S., LEBON M., BECK L., ROUSSELIÈRE H., VIGNAUD C., REICHE I., MENU M., PAILLET P., PLASSARD F., 2012, « The first in situ micro-Raman spectroscopic analysis of prehistoric cave art of Rouffignac St-Cernin, France », *Journal of Raman Spectroscopy*, 43(11), p. 1637-1643.

LANGLEY M.C., TAÇON P.S.C., 2010, « The age of Australian rock art: a review », *Australian Archaeology*, 71, p. 70-73.

LE QUELLEC J.-L., 2010, « Datations directes et indirectes des images rupestres en Ahaggar, dans la Tasili-n-Ajjer et l'Atlas saharien », *Les nouvelles de l'archéologie*, 120-121, p. 49-56.

LEEMREIZE H., ALMER J. D., STOCK S. R., BIRKEDAL H., 2013, « Three-dimensional distribution of polymorphs and magnesium in a calcified underwater attachment system by diffraction tomography », *Journal of The Royal Society Interface*, 10(86), p. 1-8.

LEGODI M.A., DE WAAL D., 2007, « The preparation of magnetite, goethite, hematite and maghemite of pigments quality from mill scale iron waste », *Dyes and Pigments*, 74, p. 161-168.

LEROI-GOURHAN A., 1964, *Le geste et la parole*, Tome 1, Technique et langage, Albin Michel, Paris.

LEWIS D., 1988, *The rock paintings of Arnhem Land, Australia*. BAR International Series 415. Oxford: BAR (British Archaeological Reports)

LEYNAUD O., BORDET P., CASTETS G., CERSOY S., CHALMIN E., HODEAU J.-L., MARTINETTO P., 2014, « Can X-Ray Diffraction Computed Tomography be achieved on a generic laboratory diffractometer? », in EPDIC14 symposium (European Powder Diffraction Conference), Aarhus (Denemark).

LINDBERG M.L., 1957, « Leucophosphite from the Sapucaia pegmatite mine, Minas Gerais, Brazil », *American Mineralogist*, 42(3-4), p. 214-221.

LOFRUMENTO C., RICCI M., BACHECHI L., DE FEO D., CASTELLUCCI E.M., 2012, « The first spectroscopic analysis of Ethiopian prehistoric rock painting: Spectroscopic analysis of Ethiopian prehistoric rock painting », *Journal of Raman Spectroscopy*, 43(6), p. 809-816.

LORBLANCHET M., LABEAU M., VERNET J.L., 1988, « Première étude des pigments de grottes ornées quercinoises », *Préhistoire quercinoise*, 3, p. 79-94.

LORBLANCHET M., LABEAU M., VERNET J.L., FITTE P., VALLADAS H., CACHIER H., ARNOLD M., 1990, « Étude des pigments des grottes ornées paléolithiques du Quercy », *Bulletin de la Société des études du Lot*, 2, p. 93-143.

LÓPEZ-MONTALVO E., VILLAVERDE V., ROLDÁN C., MURCIA S., BADAL E., 2014, « An approximation to the study of black pigments in Cova Remigia (Castellón, Spain). Technical and cultural assessments of the use of carbon-based black pigments in Spanish Levantine Rock Art », *Journal of Archaeological Science*, 52, p. 535-545.

LOY T.H., JONES R., NELSON D.E., MEEHAN B., VOGEL J., SOUTHON J., COSGROVE R., 1990, « Accelerator radiocarbon dating of human blood proteins in pigments from Late Pleistocene art sites in Australia », *Antiquity*, 64, p. 110-116.



MACDONALD B.L., HANCOCK R.G.V., CANNON A., MCNEILL F., REIMER R., PIDRUCZNY A., 2013, « Elemental Analysis of Ochre Outcrops in Southern British Columbia, Canada: Elemental analysis of ochre outcrops in southern British Columbia, Canada », *Archaeometry*, 55(6), p. 1020-1033.

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), p. 3620-3630.

MACHOLDT D.S., JOCHUM K.P., PÖHLKER C., STOLL B., WEIS U., WEBER B., MÜLLER M., KAPPL M., BUHRE S., KILCOYNE A.L.D., WEIGAND M., SCHOLZ D., AL-AMRI A.M., ANDREAE M.O., 2015, « Microanalytical methods for in-situ high-resolution analysis of rock varnish at the micrometer to nanometer scale », *Chemical Geology*, 411, p. 57-68.

MACINTOSH N.W.G., 1951, « Archaeology of Tandandjal Cave, South-West Arnhem Land », *Oceania*, 21(3), p. 178-204.

MALONEY T., O'CONNOR S., VANNIEUWENHUYSE D., BALME J., FYFE J., 2016, « Re-excavation of Djuru, a Holocene rockshelter in the Southern Kimberley, North Western Australia », *Australian Archaeology*, 82(1), p. 80-85.

MARDAGA-CAMPBELL M., WATCHMAN A.L., CAMPBELL J.B., 2001, « On the rocks and buried: comparative assessment of the mineralogical, geochemical and archaeological evidence at Walkunder Arch, Chillagoe, north-eastern Australia », *Proceedings of the 7th Australasian Archaeometry Conference*, p. 197-211.

MARINCEA S., DUMITRAS D., GIBERT R., 2002, « Tinsleyite in the dry" Cioclovina Cave (Sureanu Mountains, Romania): the second occurrence », *European Journal of Mineralogy*, 14(1), p. 157-164.

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), p. 233-241.

- MASTROTHEODOROS G., BELTSIOS K. G., ZACHARIAS N.**, 2010, « Assessment of the production of antiquity pigments through experimental treatment of ochres and other iron based precursors », *Mediterranean Archaeology and Archaeometry*, 10(1), p. 37-59.
- MATARRESE A., DI PRADO V., POIRÉ D.G.**, 2011, « Petrologic analysis of mineral pigments from hunter-gatherers archaeological contexts (Southeastern Pampean region, Argentina) », *Quaternary International*, 245(1), p. 2-12.
- MATHIS F., BODU P., DUBREUIL O., SALOMON H.**, 2014, « PIXE identification of the provenance of ferruginous rocks used by Neanderthals », *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 331, p. 275-279.
- MAY S.K., TACON P.S.C., WESLEY D., TRAVERS M.**, 2010, « Painting history: Indigenous observations and depictions of the 'other' in northwestern Arnhem Land, Australia », *Australian Archaeology*, p. 57-65.
- MAY S.K., TACON P.S.C., PATERSON A., TRAVERS M.**, 2013a, « The world from Malarrak: depictions of South-east Asian and European subjects in rock art from the Wellington Range, Australia », *Australian Aboriginal Studies*, 1, p. 45-56.
- MAY S.K., TACON P.S.C., WESLEY D., PEARSON M.**, 2013b, « Painted ships on a painted Arnhem Land landscape », *The Great Circle*, 35(2), p. 83-102.
- MAY S.K., SHINE D., WRIGHT D., DENHAM T., TACON P.S.C., MARSHALL M., DOMINGO-SANZ I., PRIDEAUX F., STEPHENS S.P.**, 2017a, « The rock art of Ingaanjawurr, western Arnhem Land, Australia », *Terra Australis*, 47, p. 51-68.
- MAY S.K., TACON P.S.C., WRIGHT D., MARSHALL M., GOLDHAHN J., DOMINGO-SANZ I.**, 2017b, « The rock art of Madjedbebe (Malakunanja II) », *Terra Australis*, 47, p. 87-108.
- 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, p. 453-563.
- MCCARTHY F.D., SELTZER F.M.**, 1960, « The archaeology of Arnhem Land. », in Mountford C.P. (éd.), *Anthropology and nutrition*, Records of the American-Australian Scientific Expedition to Arnhem land, 2, Melbourne University Press, p. 215-295.
- MCCONNELL A.**, 1987, « Pigment analysis for the authentication of the Aboriginal paintings at Bunjils Cave, western Victoria », in Ambrose W.R., Mummery J.M.J. (éds.), *Archaeometry: Further Australasian Studies*, Department of Prehistory, Research School of Pacific Studies, Australian National University, Canberra, p. 43-56.
- MCDONALD J.**, 2000, « The dating dilemma: Problems in interpreting charcoal AMS dates from the Sydney region », In Ward G.K. and Tuniz C. (éds.), *Advances in Dating Australian Rock-Markings: Papers from the First Australian Rock-Picture Dating Workshop*. Occasional AURA Publication 10. Melbourne: Australian Rock Art Research Association, p. 90-94.
- MCDONALD J., STEELMAN K.L., VETH P., MACKAY J., LOEWEN J., THURBER C.R., GUILDERSON T.P.**, 2014, « Results from the first intensive dating program for pigment art in the Australian arid zone: insights into recent social complexity », *Journal of Archaeological Science*, 46, p. 195-204.
- MCDONALD S.A., REISCHIG P., HOLZNER C., LAURIDSEN E.M., WITHERS P.J., MERKLE A.P., FESER M.**, 2015, « Non-destructive mapping of grain orientations in 3D by laboratory X-ray microscopy », *Scientific Reports*, 5(14665), 8 p.
- MEIGNEN L., BAR-YOSEF O., STINER M., KUHN S., GOLDBERG P., WEINER S.**, 2010, « Apport des analyses minéralogiques (en spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier) à l'interprétation des structures anthropiques : les concentrations osseuses dans les niveaux moustériens des grottes de Kébara et Hayonim (Israël) », *PALÉO*, 3, p. 93-107.
- MENU M.**, 2009, « L'analyse de l'art préhistorique », *L'Anthropologie*, 113(3-4), p. 547-558.
- MENU M., WALTER P.**, 1996, « Les rythmes de l'art préhistorique », *Techne*, 3, p. 11-23.
- MENU M., WALTER P., VIGEARS D., CLOTTES J.**, 1993, « Façons de peindre au Magdalénien », *Bulletin de la Société préhistorique française*, 90(6), p. 426-432.

MILLER G.H., MAGEE J.W., JOHNSON B.J., FOGEL M.L., SPOONER N.A., MCCULLOCH M.T., AYLIFFE L.K., 1999, « Pleistocene Extinction of *Genyornis newtoni*: Human Impact on Australian Megafauna », *Science*, 283(5399), p. 205-208.

MIOTTI L., CARDEN N., BLANCO R., 2012, « Las manifestaciones artísticas de la transición Pleistoceno/Holoceno: la evidencia de la Meseta Central de Santa Cruz (Patagonia Argentina) », *L'Art Pléistocène dans le Monde; Actes du Congrès Ifrao, Tarascon-sur-Ariège, Septembre 2010*, p. 851-866.

MOISSAN H., 1903, « Sur une matière colorante des figures de la grotte de La Mouthe », *Comptes rendus hebdomadaires des séances de l'Académie des Sciences*, 136, p. 144-146.

MONASH UNIVERSITY, 2010 « Jawoyn country archaeological project: Memorandum of Understanding ». On line at:
<http://connectingcountry.arts.monash.edu.au/wp-content/uploads/2011/10/MOUbetween-Monash-University-and-Jawoyn-Association-Oct-2010.pdf>

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), p. 511-523.

MOREAU J.-D., NÉRAUDEAU D., GOMEZ B., TAFFOREAU P., DÉPRÉ E., 2014, « Inclusions of conifers, echinoids, foraminifers and sponges in flints from the Cenomanian of Charente-Maritime (France): Contribution of synchrotron microtomography », *C.R. Palevol*, 13, p. 455-461.

MOREAU J.-D., GOMEZ B., DAVIERO-GOMEZÉ V., NÉRAUDEAU D., TAFFOREAU P., 2016, « inflorescences of *Mauldinia* sp. (Lauraceae) and associated fruited from the Cenomanian of Languedoc Roussillon, France », *Cretaceous Research*, 59, p. 18-29.

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), p. 1179-1188.

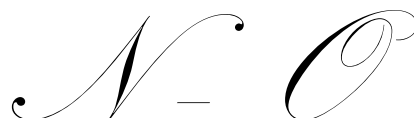
MORWOOD M.J., WALSH G.L., WATCHMAN A.L., 2010, « AMS radiocarbon ages for beeswax and charcoal pigments in north Kimberley rock art », *Rock Art Research*, 27, p. 1-8.

MOUNTFORD C.P., 1956 (éd.), *Records of the American-Australian Scientific Expedition to Arnhem Land, Vol. 1: Art, Myth and Symbolism*. Melbourne University Press.

MÜLLER A., 2014, « Viktor Moritz Goldschmidt (1888–1947) and Vladimir Ivanovich Vernadsky (1863–1945): The father and grandfather of geochemistry? », *Journal of Geochemical Exploration*, 147, p. 37-45.

MULVANEY K., 2013, « Iconic imagery: Pleistocene rock art development across northern Australia », *Quaternary International*, 285, p. 99-110.

MURRAY P.F., VICKERS-RICH P., 2004, *Magnificent Mibirungs: The Colossal Flightless Birds of the Australian Dreamtime*. Indiana University Press, Bloomington.



NEFF H., GLASCOCK M.D., 1995, « The state of nuclear archaeology in North America », *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, 196(2), p. 275-286.

NELSON D.E., CHALOUPEK G., CHIPPINDALE C., ALDERSON M.S., SOUTON J.R., 1995, « Radiocarbon dates for beeswax figures in the prehistoric rock art of northern Australia », *Archaeometry*, 37(1), p. 151-156.

O'CONNOR S., ARROW S., 2008, « Boat images in the rock art of northern Australia with particular reference to the Kimberley, Western Australia », *Islands of inquiry: colonisation, seafaring and the archaeology of maritime landscapes*. ANU Press, Canberra, p. 397-409.

O'CONNOR S., 1995, « Carpenter's Gap rockshelter 1: 40,000 years of Aboriginal occupation in the Napier Ranges, Kimberley, WA », *Australian Archaeology*, 40, p. 58-59.

O'CONNOR S., FANKHAUSER B.L., 2001, « Art at 40,000 BP? One Step Closer: An Ochre Covered Rock from Carpenter's Gap Shelter1, Kimberley Region, Western Australia », *Histories of old ages: Essays in Honour of Rhys Jones*.

O'CONNOR S., BALME J., FYFE J., OSCAR J., OSCAR M., DAVIS J., MALO H., NUGGETT R., SURPRISE D., 2013, « Markin resistance? Change and continuity in the recent rock art of the southern Kimberley, Australia », *Australian Archaeology*, 78, p. 10-23.

O'CONNOR S., MALONEY T., VANNIEUWENHUYSE D., BALME J., WOOD R., 2014, « Occupation at Carpenters Gap 3, Windjana Gorge, Kimberley, Western Australia », *Australian Archaeology*, 78, p. 10-23.

OLIVARES M., CASTRO K., CORCHÓN M.S., GÁRATE D., MURELAGA X., SARMIENTO A., ETXEBARRIA N., 2013, « Non-invasive portable instrumentation to study Palaeolithic rock paintings: the case of La Peña Cave in San Roman de Candamo (Asturias, Spain) », *Journal of Archaeological Science*, 40(2), p. 1354-1360.

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), p. 1063-1071.



PETERSON N., LAMPERT R.J., 1985, « A Central Australian ochre mine », *Records of the Australian Museum*, 37(1), p. 1-9.

PEARCE D.G., HOBART J., 2010, « Further analysis of six painted rock fragments collected by Louis Tylor », *Southern African Humanities*, 22, p. 171-179.

PEREGO F., 2005, *Dictionnaire des matériaux du peintre*, Belin, Paris.

PERINET G., ONORATTI G., 1987, « À propos des colorants rouges préhistoriques : La présence d'hématite désordonnée est bien l'indice qu'ils ont été obtenus par cuisson de goethite », *Revue d'Archéométrie*, 11(1), p. 49-51.

PICHON L., MOIGNARD B., LEMASSON Q., PACHECO C., WALTER P., 2014, « Development of a multi-detector and a systematic imaging system on the AGLAE external beam », *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 318, p. 27-31.

PIGEAUD R., PLAGNES V., BOUCHARD M., BAHAIN J.-J., CAUSSE C., DEMAILLY S., FALGUERES C., LAVAL E., NOËL F., RODET J., VALLADAS H., WALTER P., 2010, « Analyses archéométriques dans la grotte ornée Mayenne-Sciences (Thorigné-en-Charnie, Mayenne) », *L'Anthropologie*, 114(1), p. 97-112.

PIKE A.W.G., HOFFMANN D.L., GARCIA-DIEZ M., PETTITT P.B., ALCOLEA J., DE BALBIN BEHRMANN R., GONZALEZ-SAINZ C., DE LAS HERAS C., LASHERAS J.-A., MONTES R., ZILHAO J., 2012, « U-series dating of Paleolithic art in 11 caves in Spain », *Science*, 336, p. 1409-1413.

PIKE A.W.G., HOFFMANN D.L., PETTITT P.B., GARCÍA-DIEZ M., ZILHAO J., 2017, « Dating Palaeolithic cave art: Why U-Th is the way to go », *Quaternary International*, 432, p. 41-49.

PLAGNES V., CAUSSE C., FONTUGNE M., VALLADAS H., CHAZINE J.-M., FAGE L.-H., 2003, « Cross dating (Th/U-¹⁴C) of calcite covering prehistoric paintings in Borneo », *Quaternary Research*, 60, p. 172-179.

POMIES 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), p. 9-25.

POMIES M.-P., MENU M., VIGNAUD C., 1999a, « Red palaeolithic pigments: natural hematite or heated goethite? », *Archaeometry*, 41(2), p. 275-285.

- POMIES M.-P., MENU M., VIGNAUD C.**, 1999b, « TEM observations of goethite dehydration: application to archaeological samples », *Journal of the European Ceramic Society*, 19(8), p. 1605-1614.
- POMIES 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. (éd.), *Art et Chimie – La couleur. Actes du congrès*. Éditions du CNRS, Paris, p. 22-27.
- POMIES M.-P., VIGNAUD C.**, 2009, « Les colorants », in Clottes J., Giraud J.-P., Chalard P., (dir), Solutréens et Badegoulien au Couzoul de Vers : Des chasseurs de rennes en Quercy, Liège, *ERAUL*, p. 185-188.
- PONS-BRANCHU E., BOURRILLON R., CONKEY M.W., FONTUGNE M., FRITZ C., GARATE D., QUILES A., RIVERO O., SAUVET G., TOSELLO G., VALLADAS H., WHITE R.**, 2014, « Uranium-series dating of carbonate formations overlying Paleolithic art: interest and limitations », *Bulletin de la Société préhistorique française*, 111(2), p. 211-224.
- POPELKA-FILCOFF R.S.**, 2006, *Applications of elemental analysis for archaeometric studies: analytical and statistical methods for understanding geochemical trends in ceramics, ochre and obsidian*, Ph.D. thesis, University of Missouri, 307 p.
- POPELKA-FILCOFF R.S., ROBERTSON J.D., GLASCOCK M.D., DESCANTES C.**, 2007, « Trace element characterization of ochre from geological sources », *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, 272(1), p. 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), p. 752-762.
- POPELKA-FILCOFF R.S., LENEHAN C.E., GLASCOCK M.D., BENNETT J.W., STOPIC A., QUINTON J.S., PRING A., WALSH K.**, 2011, « Evaluation of relative comparator and k_0 -NAA for characterization of Aboriginal Australian ochre », *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, 291(1), p. 19-24.
- POPELKA-FILCOFF R.S., LENEHAN C.E., WALSH K., BENNETT J.W., STOPIC A., JONES P., PRING A., QUINTON J.S., DURHAM A.**, 2012, « Characterisation of ochre sources in south Australia by neutron activation analysis (NAA) », *Journal of the Anthropological Society of South Australia (Special Edition: Archaeological Science in South Australia)*, 35(8), p. 81-90.
- PRADEAU J.-V.**, 2015, *Les matières colorantes au sein des systèmes techniques et symboliques au Néolithique (VIe et Ve millénaires BCE) dans l'arc liguro-provençal*, Ph.D. thesis, Université Nice Sophia-Antipolis, 426 p.
- PRADEL A., LANGER M., MALSEY J.G., GEFFARD-KURIYAMA D., CLOETENS P., JANVIER P.**, 2009, « Skull and brain of a 300-million-year-old chimaeroid fish revealed by synchrotron holotomography », *PNAS*, 106(13), p. 5224-5228.
- PRINSLOO L.C., BARNARD W., MEIKLEJOHN I., HALL K.**, 2008, « The first Raman spectroscopic study of San rock art in the Ukhahlamba Drakensberg Park, South Africa », *Journal of Raman Spectroscopy*, 39(5), p. 646-654.
- PRINSLOO L.C., TOURNIÉ A., COLOMBAN P., PARIS C., BASSETT S.T.**, 2013, « In search of the optimum Raman/IR signatures of potential ingredients used in San/Bushman rock art paint », *Journal of Archaeological Science*, 40(7), p. 2981-2990.



QUILES A., VALLADAS H., BOCHERENS H., DELQUÉ-KOLIC E., KALTNECKER E., VAN DER PLICHT J., DELANNOY J.-J., FERUGLIO V., FRITZ C., MONNEY J., PHILIPPE M., TOSELLO G., CLOTTES J., GENESTE J.-M., 2016, « A high-precision chronological model for the decorated Upper Paleolithic cave of Chauvet-Pont d'Arc, Ardèche, France », *PNAS*, 113(17), p. 4670-4675.

QUINIF Y., 2010, *Fantômes de roche et fantômisiation: essai sur un nouveau paradigme en karstogénèse*, Karstologia Mémoires 18, 190 p.



- RADCLIFFE-BROWN** A.R., 1926, «The Rainbow-Serpent Myth of Australia.», *The Journal of the Royal Anthropological Institute of Great Britain and Ireland*, 56, p. 19-25.
- RAVINDRAN** T.R., **ARORA** A.K., **SINGH** M., **OTA** S.B., 2013, « On-and off-site Raman study of rock-shelter paintings at world-heritage site of Bhimbetka: On- and off-site Raman study of rock-shelter paintings », *Journal of Raman Spectroscopy*, 44(1), p. 108-113.
- REEVES** J.M., **BOSTOCK** H.C., **AYLIFFE** L.K., **BARROWS** T.T., **DE DECKKER** P., **DEVRIENDT** L.S., **DUNBAR** G.B., **DRYSDALE** R.N., **FITZSIMMONS** K.E., **GAGAN** M.K., **GRIFFITHS** M.L., **HABERLE** S.G., **JANSEN** J.D., **KRAUSE** C., **LEWIS** S., **MCGREGOR** H.V., **MOONEY** S.D., **MOSS** P.k, **NANSON** G.C., **PURCELL** A., **VAN DER KAARS** S., 2013, « Palaeoenvironmental change in tropical Australasia over the last 30,000 years – a synthesis by the OZ-INTIMATE group », *Quaternary Science Reviews*, 74, p. 97-114.
- REEVES** T., **PEPELKA-FILCOFF** R.S., **LENEHAN** C.E., 2013, « Towards identification of traditional European and indigenous Australian paint binders using pyrolysis gas chromatography mass spectrometry », *Analytica Chimica Acta*, 803, p. 194-203.
- REDFERN** S.A.T., 1987, « The kinetics of dihydroxylation of kaolinite », *Clay Minerals*, 22, p. 447-456.
- REGERT** M., **REICHE** I., **GUERRA** M.-F., 2006, *Physico-chimie des matériaux du patrimoine culturel. Partie 1*, Éd. Techniques de l'Ingénieur.
- REICHE** I., **CHALMIN** E., 2014, « Synchrotron Methods: Color in Paints and Minerals », in *Treatise on Geochemistry*, Elsevier, p. 209-239.
- RESANO** M., **GARCÍA-RUIZ** E., **ALLOZA** R., **MARZO** M.P., **VANDENABEELE** P., **VANHAECKE** F., 2007, « Laser Ablation-Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry for the Characterization of Pigments in Prehistoric Rock Art », *Analytical Chemistry*, 79(23), p. 8947-8955.
- RIFKIN** R.F., 2011, « Assessing the Efficacy of Red Ochre as a Prehistoric Hide Tanning Ingredient », *Journal of African Archaeology*, 9(2), p. 131-158.
- RIFKIN** R.F., 2012, « Processing ochre in the Middle Stone Age: Testing the inference of prehistoric behaviours from actualistically derived experimental data », *Journal of Anthropological Archaeology*, 31(2), p. 174-195.
- RIFKIN** R.F., **PRINSLOO** L.C., **DAYET** L., **HAALAND** M.M., **HENSHILWOOD** C.S., **DIZ** E.L., **MOYO** S., **VOGELSANG** R., **KAMBOMBO** F., 2016, « Characterising pigments on 30,000-year-old portable art from Apollo 11 Cave, Karas Region, southern Namibia », *Journal of Archaeological Science: Reports*, 5, p. 336-347.
- ROBERTS** R.G., 2001, « The last Australian megafauna », *Australasian Science*, 22, p. 40-41.
- ROBERTS** R.G., **BROOK** B.W., 2010, « And Then There Were None? », *Science*, 327(5964), p. 420-422.
- ROBERTS** R.G., **JONES** R., **SMITH** M.A., 1990, « Thermoluminescence dating of a 50,000-year-old human occupation site in northern Australia », *Nature*, 345, p. 153-156.
- ROBERTS** R.G., **JONES** R., **SMITH** M.A., 1993, « Optical dating at Deaf Adder Gorge, Northern Territory, indicates human occupation between 53,000 and 60,000 years ago », *Australian Archaeology*, 37, p. 58-59.
- ROBERTS** R.G., **JONES** R., **SPOONER** N.A., **HEAD** M.J., **MURRAY** A.S., **SMITH** M.A., 1994, « The human colonisation of Australia: optical dates of 53,000 and 60,000 years bracket human arrival at Deaf Adder Gorge, Northern Territory », *Quaternary Science Reviews*, 13(5), p. 575-583.
- ROBERTS** R.G., **WALSH** G., **MURRAY** A., **OLLEY** J., **JONES** R., **MORWOOD** M., **TUNIZ** C., **LAWSON** E., **MACPHAIL** M., **BOWDERY** D., 1997, « Luminescence dating of rock art and past environments using mud-wasp nests in northern Australia », *Nature*, 387(6634), p. 696-699.

ROBERTS R.G., FLANNERY T.F., AYLIFFE L.K., YOSHIDA H., OLLEY J.M., PRIDEAUX G.J., LASLETT G.M., BAYNES A., SMITH M.A., JONES R., SMITH B.L., 2001, « New ages for the last Australian megafauna: Continent-wide extinction about 46,000 years ago », *Science*, 292, p. 1888-1892.

ROBINSON D., BAKER M.J., BEDFORD C., PERRY J., WIENHOLD M., BERNARD J., REEVES D., KOTOULA E., GANDY D., MILES J., 2015, « Methodological considerations of integrating portable digital technologies in the analysis and management of complex superimposed Californian pictographs: From spectroscopy and spectral imaging to 3-D scanning », *Digital Applications in Archaeology and Cultural Heritage*, 2(2-3), p. 166-180.

ROEBROEKS W., SIER M.J., NIELSEN T.K., DE LOECKER D., PARES J.M., ARPS C.E.S., MUCHER H.J., 2012, « Use of red ochre by early Neandertals », *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 109(6), p. 1889-1894.

ROLDÁN C., VILLAVERDE V., RÓDENAS I., NOVELLI F., MURCIA S., 2013, « Preliminary analysis of Palaeolithic black pigments in plaquettes from the Parpalló cave (Gandía, Spain) carried out by means of non-destructive techniques », *Journal of Archaeological Science*, 40(1), p. 744-754.

ROSENFELD A., 1988, *Rock art conservation in Australia.*, Second Edition, Australian Government Publishing Service Canberra.

ROSINA P., GOMES H., NASH G.H., SOLOMON T., 2014, « dating beeswax pictograms from Gode Roriso in Ethiopia », *Journal of Archaeological Science*, 49, p. 206-212.

RUIZ J.F., HERNANZ A., ARMITAGE R.A., ROWE M.W., VIÑAS R., GAVIRA-VALLEJO J.M., RUBIO A., 2012, « Calcium oxalate AMS ¹⁴C dating and chronology of post-Palaeolithic rock paintings in the Iberian Peninsula. Two dates from Abrigo de los Oculados (Henarejos, Cuenca, Spain) », *Journal of Archaeological Science*, 39(8), p. 2655-2667.

RUSSELL-SMITH J., NEEDHAM S., BROCK J., 1995, « The physical environment », In T. Press, D. Lea, A. Webb and A. Graham (éds.), *Kakadu: natural and cultural heritage management*. Darwin: Australian Nature Conservation Agency, p. 94-126.



SADIER B., DELANNOY J.-J., BENEDETTI L., BOURLÈS D.L., JAILLET S., GENESTE J.-M., LEBATARD A.-E., ARNOLD M., 2012, « Further constraints on the Chauvet cave artwork elaboration », *PNAS*, 109(21), 0131762, p. 8002-8006.

SALOMON H., 2009, *Les matières colorantes au début du Paléolithique supérieur : Sources, Transformations et Fonctions*, Ph.D. thesis, Université de Bordeaux I, 432 p.

SALOMON H., DRAN J.-C., GUILLOU T., MOIGNRAD B., PICHON L., WALTER P., MATHIS F., 2008a, « Ion-beam analysis for cultural heritage on the AGLAE facility: impact of PXE/RBS combinaison », *Applied Physics A*, 92, p. 43-50.

SALOMON H., VIGNAUD C., COQUINOT Y., PAGES-CAMAGNA S., POMIES M.-P., GENESTE J.-M., MENU M., JULIEN M., DAVID F., 2008b, « Les matières colorantes au début du Paléolithique supérieur », *Techné*, 3, p. 15-21.

SALOMON H., VIGNAUD C., 2010, « Chauffage de minéraux au Paléolithique pour en changer la couleur. Apport de la microscopie électronique en transmission », *Colloque Matériaux 2010, 18-22 octobre, Nantes*.

SALOMON H., VIGNAUD C., COQUINOT Y., BECK L., STRINGER C., STRIVAY D., D'ERRICO F., 2012, « Selection And Heating Of Colouring Materials In The Mousterian Level Of Es-Skhal (c. 100 000 Years BP, Mount Carmel, Israel): Colouring materials at es-Skhal (Mount Carmel, Israel) », *Archaeometry*, 54(4), p. 698-722.

SALOMON H., VIGNAUD C., LAHLIL S., MENGUY N., 2015, « Solutrean and Magdalenian ferruginous rocks heat-treatment: accidental and/or deliberate action? », *Journal of Archaeological Science*, 55, p. 100-112.

- SANOIT (DE) J., CHAMBELLAN D., PLASSARD F.**, 2005, « Caractérisation in situ du pigment noir de quelques œuvres pariétales de la Grotte de Rouffignac à l'aide d'un système portable d'analyse par fluorescence X (XRF) », *ArchéoSciences*, 29, p. 61-68.
- SAUVET G., BOURRILLON R., CONKEY M., FRITZ C., GÁRATE-MAIDAGAN D., RIVERO VILÁ O., TOSELLO G., WHITE R.**, 2017, « Uranium–thorium dating method and Palaeolithic rock art », *Quaternary International*, 432, p. 86-92.
- SCADDING R., WINTON V., BROWN V.**, 2015, « An LA-ICP-MS trace element classification of ochres in the Weld Range environ, Mid West region, Western Australia », *Journal of Archaeological Science*, 54, p. 300-312.
- SCHIEGL S., GOLDBERG P., BAR-YOSEF O., WEINER S.**, 1996, « Ash Deposits in Hayonim and Kebara Caves, Israel: Macroscopic, Microscopic and Mineralogical Observations, and their Archaeological Implications », *Journal of Archaeological Science*, 23(5), p. 763-781.
- SCHRIRE C.**, 1982, « The Alligator Rivers prehistory and ecology in western Arnhem Land », *Terra Australis*, 7, Canberra: Australian National University.
- SCHWERTMANN U., CORNELL R.M.**, 2000, *Iron oxides in the laboratory: preparation and characterization*, Weinheim; New York, Wiley-VCH.
- SCOTT D.A., HYDER W.D.**, 1993, « A Study of Some Californian Indian Rock Art Pigments », *Studies in Conservation*, 38(3), p. 155-173.
- SCOTT D.A., SCHEERER S., REEVES D.J.**, 2002, « Technical Examination of Some Rock Art Pigments and Encrustations from the Chumash Indian Site of San Emigdio, California », *Studies in Conservation*, 47(3), p. 184-194.
- SHACKLEY M.S.**, 2012, « Portable X-ray fluorescence spectrometry (pXRF): the good, the bad, and the ugly », *Archaeology Southwest Magazine*, 26(2), p. 8.
- SHAHACK-GROSS R., BERNA F., KARKANAS P., WEINER S.**, 2004, « Bat guano and preservation of archaeological remains in cave sites », *Journal of Archaeological Science*, 31(9), p. 1259-1272.
- SHINE D.**, 2014, *Changing Places: an archaeological study of Manilkarr Country in western Arnhem Land*, Ph.D. thesis, Monash University, 404 p.
- SHINE D., WRIGHT D., DENHAM T., APLIN K., HISCOCK P., PARKER K., WALTON R.**, 2013, « Birriwilk rockshelter: a mid- to late Holocene site in Manilkarr country, southwest Arnhem Land, Northern Territory », *Australian Archaeology*, 76, p. 69-78.
- SIMPSON CS**, 1932, « Contributions to the mineralogy of Western Australia », *Royal Society of Western Australia Journal*, 18, p. 69-74.
- SMITH D.C., BOUCHARD M., LORBLANCHET M.**, 1999, « An initial Raman microscopic investigation of prehistoric rock art in caves of the Quercy District, SW France », *Journal of Raman Spectroscopy*, 30(4), p. 347-354.
- SMITH M.A.**, 1985, « A morphological comparison of central Australian seedgrinding implements and Australian Pleistocene-age grindstones », *Beagle: Records of the Museums and Art Galleries of the Northern Territory*, The, 2(1), p. 23-38.
- SMITH M.A., PELL S.**, 1997, « Oxygen-isotope ratios in quartz as indicators of the provenance of archaeological ochres », *Journal of archaeological science*, 24(9), p. 773-778.
- SMITH M.A., FANKHAUSER B.**, 2009, « Geochemistry and identification of Australian red ochre deposits », *Palaeoworks Technical Papers* 9, 147 p.
- SMITH M.A., HAYES E., STEPHENSON B.**, 2015, « Mapping a millstone: The dynamics of use-wear and residues on a Central Australian seed-grinding implement », *Australian Archaeology*, 80, p. 70-79.
- SOLÉ V.A., PAPILLON E., COTTE M., WALTER Ph., SUSINI J.**, 2007, « A multiplatform code for the analysis of energy-dispersive X-ray fluorescence spectra », *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*, 62(1), p. 63-68.
- SORESSI M., D'ERRICO F.**, 2007, « Pigments, gravures, parures : les comportements symboliques controversés des Néandertaliens », In : *Les Néandertaliens : Biologie et cultures, Documents préhistoriques*, 23. Éditions du CTHS, p. 297-309.
- SORO N.S.**, 2003, *Influence des ions fer sur les transformations thermiques de la kaolinite*, Ph.D. thesis, Université de Limoges, 176 p.

SWEET I.P., BRAKEL A.T., CARSON L., 1999, « The Kombolgie Subgroup a new look at an old formation », *Journal of Earth Sciences*, 45(219), p. 232-234.



TAÇON P.S.C., 1989, « From the Dreamtime 'to the present: the changing role of Aboriginal rock paintings in western Arnhem Land, Australia », *the Canadian Journal of Native studies*, 9(2), p. 317-339.

TAÇON P.S.C., 1993, « Regionalism in the recent rock art of western Arnhem Land, Northern Territory », *Archaeology in Oceania*, 28(3), p. 112-120.

TAÇON P.S.C., 2004, « Ochre, clay, stone and art », *Soils, stones and symbols: Cultural perceptions of the mineral world*, p. 31-42.

TAÇON P.S.C., BROCKWELL S., 1995, « Arnhem Land prehistory in landscape, stone and paint », *Antiquity*, 69(265), p. 676-695.

TAÇON P.S.C., CHIPPINDALE C., 1998, « Introduction: an archaeology rock art through informed methods and formal methods », in Chippindale C. & Taçon P.S.C. (éds.), *The archaeology of rock-art*, Cambridge University Press, p. 1-10.

TAÇON P.S.C., LANGLEY M., 2010, « Rock art dating in Australia and beyond: what does it tell us », *L'art pléistocène dans le monde. Actes du Congrès Ifrao*, p. 1129-1156.

TAÇON P.S.C., WEBB S., 2017, « Art and megafauna in the Top End of the Northern Territory: Illusion or reality? », *Terra Australis*, 47, p. 145-161.

TAÇON P.S.C., MULVANEY K., OUZMAN S., FULLAGAR R., HEAD L., CARLTON P., 2003, « Changing ecological concerns in rock-art subject matter of north Australia's Keep River region », *Before Farming*, 2003(3), p. 1-14.

TAÇON P.S.C., MAY S.K., FALLON S.J., TRAVERS D., WEESLEY D., CLAMILAMI R., 2010, « A minimum age for early depictions of Southeast Asian praus in the rock art of Arnhem Land, Northern Territory », *Australian Archaeology*, 71, p. 1-10.

TAÇON P.S.C., BRENNAN W., LAMILAMI R., 2011, « Changing Perspectives in Australian Archaeology, part XI. Rare and curious thylacine depictions from Wollemi National Park, New South Wales and Arnhem Land, Northern Territory », *Technical Reports of the Australian Museum, Online*, 23, p. 165-174.

TAÇON P.S.C., AUBERT M., GANG L., DECONG Y., HONG L., FALLON S., XUEPING J., CURNOE D., HERRIES A.I.R., 2012, « Uranium-series age estimates for rock art in southwest China », *Journal of Archaeological Science*, 39, p. 492-499.

TAYLOR J.M., MYERS R.M., WAINWRIGHT I.N.M., 1974, « Scientific studies of Indian rock paintings in Canada », *Bulletin of the American Institute for Conservation of Historic and Artistic Works*, 14(2), p. 28-43.

THIERY C., 2013, « Tomographie à rayons X », Éd. Techniques de l'Ingénieur, p. 950v3-1-950v3-30.

THORNE A., GRÜN R., MORTIMER G., SPOONER N.A., SIMPSON J.J., MCCULLOCH M., TAYLOR L., CURNOE D., 1999, « Australia's oldest human remains: age of the Lake Mungo 3 skeleton », *Journal of Human Evolution*, 36(6), p. 591-612.

TOMASINI E.P., FAVIER DUBOIS C.M., LITTLE N.C., LCENTENO S.A. MAIER M.S., 2015, « Identification of oxyroxene minerals used as black pigments in painted human bones excavated in Northern Patagonia by Raman spectroscopy and XRD », *Microchemical Journal*, 121, p. 157-162.

TOURNIÉ A., PRINSLOO L.C., PARIS C., COLOMBAN P., SMITH B., 2011, « The first in situ Raman spectroscopic study of San rock art in South Africa: procedures and preliminary results », *Journal of Raman Spectroscopy*, 42(3), p. 399-406.

TRIAT J.-M., 2010, *Les ocres*, CNRS Éditions.

TWIDALE C.R., BOURNE J.A., 2011, « The Lochiel landslip in 2010 and the significance of reinforcement mechanisms », *Australian Geographer*, 42(1), p. 69-78.



VALLADAS H., MERCIER N., FROGET L., JORON J.-L., REYSS J.-L., KARKANAS P., PANAGOPOULOU E., KYPARISSI-APOSTOLIKA N., 2007, « TL age-estimates for the Middle Palaeolithic layers at Theopetra cave (Greece) », *Quaternary Geochronology*, 2(1-4), p. 303-308.

VARIOLA A., AUGUSTE D., BLIN A., BONIS J., BOUAZIZ S., BRUNI C., CASSOU K., CHAIKOVSKA S., CHANCÉ S., CHAUMAT V., et al., 2014, « The ThomX project status », *5th International Particle Accelerator Conference IPAC'14*, Dresden, Germany, p. 2062-2064.

VETH P., O'CONNOR S., 1996, « A preliminary analysis of basal grindstones from the Carnarvon Range, Little Sandy Desert », *Australian Archaeology*, 43(1), p. 20-22.

VIGNAUD C., SALOMON H., CHALMIN E., GENESTE J.-M., MENU M., 2006, « Le groupe des « bisons adossés » de Lascaux. Étude de la technique de l'artiste par analyse des pigments », *L'Anthropologie*, 110(4), p. 482-499.

VILHENA-VIALOU A., BADU H., D'ERRICO F., VIALOU D., 1996, « Les colorants rouges de l'habitat rupestre de Santa Elina, Mato Grosso (Brésil) », *Techne*, 3, p. 91-97.



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), p. 587-601.

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), p. 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 », *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 106(24), p. 9590-9594.

WAINWRIGHT I.N.M., HELWIG K., PODESTÁ M.M., BELLELLI C., 2000, « Analysis of pigments from rock painting sites in Rio Negro and Chubut provinces », p. 203-206.

WALLIS L.A., HUNTLEY J., MARSH M., WATCHMAN A.L., EWEN A., STRANO A., 2016, « pXRF analysis of a yellow ochre quarry and rock art motifs in the central Pilbara », *Journal of the Anthropological Society of South Australia*, 40, p. 134-155.

WALSTON S., DOLANSKI J., 1976, « Two Painted and Engraved Sandstone Sites in Australia », *Studies in Conservation*, 21(1), p. 1-17.

WALTER P., 2010, « Aglaé, ou la Beauté vue par la Science : un accélérateur de particules au Louvre depuis 20 ans », *La Chimie et l'art, le génie au service de l'homme*, p. 13-40.

WARD I.A.K., WATCHMAN A.L., COLE N., MORWOOD M.J., 2001, « Identification of minerals in pigments from Aboriginal art in the Laura and Kimberley regions, Australia », *Rock Art Research*, 18(1), p. 15-23.

- WATCHMAN A.L.**, 1987, « Preliminary determinations of the age and composition on mineral salts on rock surfaces in the Kakadu National Park », In Ambrose W.R. and Mummery J.M.J. (éds.), *Archaeometry: Further Australasian Studies*. Canberra : Australian National University, p. 36-42.
- WATCHMAN A.L.**, 1990, « A review of studies into the composition of pigments used on Australian rock paintings », In 50 ans après la découverte de Lascaux : Journées internationales d'étude sur la conservation de l'art rupestre : Dordogne-Périgord (France), 20-23 août 1990 : actes », Atelier de recherches et d'études en Périgord (éds.), p. 57-64.
- WATCHMAN A.L.**, 1991, « Age and Composition of Oxalate-Rich Crusts in the Northern Territory, Australia », *Studies in Conservation*, 36(1), p. 24-32.
- WATCHMAN A.L.**, 1997, « Kimberley and Hann River paint and accretion compositions », unpublished report, Australian Institute of Aboriginal and Torres Strait Islander Studies.
- WATCHMAN A.L.**, 2001, « Wargata Mina to Gunbilmurrung: The direct dating of Australian rock art », In Anderson A., Lilley I. and O'Connor S. (éds.), *Histories of Old Ages: Essays in Honour of Rhys Jones*. Canberra: Pandanus Book, p. 313-325.
- WATCHMAN A.L.**, 2004, « Minimum age for a petroglyph on a boulder of significance in southern Kakadu National Park, Northern Territory, Australia », *Rock Art Research: The Journal of the Australian Rock Art Research Association (AURA)*, 21(2), p. 187-195.
- WATCHMAN A.L., JONES R.**, 2002, « An independent confirmation of the 4 ka antiquity of a beeswax figure in western Arnhem Land, northern Australia », *Archaeometry*, 44(1), p. 145-153.
- WATCHMAN A.L., FLOOD J., CHIPPINDALE C.**, 2004, « Dating of rock images in Wardaman country, Northern Territory, Australia », *Rock Art Research: The Journal of the Australian Rock Art Research Association (AURA)*, 21(2), p. 173-182.
- WATTS I.**, 2009, « Red ochre, body painting, and language: interpreting the Blombos ochre », in Botha R., Knight C. (éds.), *The Cradle of Language, Studies in the Evolution of Language*. Oxford, University Press, p. 62-92.
- WATTS I.**, 2010, « The pigments from Pinnacle Point Cave 13B, Western Cape, South Africa », *Journal of Human Evolution*, 59(3-4), p. 392-411.
- 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), p. 461-467.
- WESLEY D.**, 2013, « Firearms in rock art of Arnhem Land, Northern Territory, Australia », *Rock Art Research*, 30(2), p. 235-247.
- WESLEY D., LITSTER M.**, 2015, « 'Small, individually nondescript and easily overlooked': Contact beads from northwest Arnhem Land in an Indigenous-Macassan-European hybrid economy », *Australian Archaeology*, 80, p. 1-16.
- WESLEY D., MCKINNON J.F., RAUPP J.T.**, 2012, « Sails set in stone: a technological analysis of non-indigenous watercraft rock art paintings in North Western Arnhem Land », *Journal of Marine Archaeology*, 7, p. 245-269.
- WESLEY D., JONES T., REEPMAYER C.**, 2014, « Pigment geochemistry as chronological marker: The case of lead pigment in rock art in the Urrmarning 'Red Lily Lagoon' rock art precinct, western Arnhem Land », *Australian Archaeology*, 78(1), p. 1-9.
- WESLEY D., JONES T., WHITAU R., O'CONNOR S.**, 2017, « People and fish: Late Holocene rock art at Wulk Lagoon, Arnhem Land », *Terra Australis*, 47, p. 21-50.
- WHITE C.**, 1967, *Plateau and Plain: Prehistoric Investigations in Arnhem Land, Northern Territory*, Ph.D. thesis, Australian National University, Canberra.
- WILSON M.**, 2002, Late Holocene stone tool technology in Arnhem Land: the view from Droopney Cave. Unpublished Hons thesis, Dept of Archaeology, University of Western Australia, Perth.
- WILSON M.J., BAIN D.C.**, 1976, « Occurrence of leucophosphite in a soil from Elephant Island, British Antarctic Territory », *American Mineralogist*, 61(9-10), p. 1027-1028.

WROE S., FIELD J., ARCHER M., GRAYSON D.K., PRICE G.J., LOUYS J., FAITH J.T., WEBB G.E., DAVIDSON I., MOONEY S.D., 2013, « Climate change frames debate over the extinction of megafauna in Sahul (Pleistocene Australia-New Guinea) », *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 110(22), p. 8777-8781.



YACOBACCIO H.D., SOLÁ P., ALONSO M.S., MAIER M.a, ROSENBUSCH M., VÁZQUEZ C., CATÁ M.P., 2012, « Pinturas Rupestres del Pleistoceno/Holoceno en la Puna de Atacama (Jujuy, Argentina) », *L'art pléistocène dans le monde/Pleistocene art of the world/Arte pleistoceno en el Mundo*, p. 2010-2011.

YANG Y., WANG T., 1997, « Fourier transform Raman spectroscopic characterization of humic substances », *Vibrational spectroscopy*, 14(1), p. 105-112.

YATES A.B., SMITH A.M., BERTUCH F., 2015, « Residue radiocarbon AMS dating review and preliminary sampling protocol suggestions », *Journal of Archaeological Science*, 21, p. 223-234.



ZHOU H., QIAO X.C., YU J.G., 2013, « Influence of quartz and muscovite on the formation of mullite from kaolinite », *Applied Clay Science*, 80-81, p. 176-181.

ZINNEN M., 2004, « Les pigments rouges au Paléolithique. Techniques et symboles », Mémoire de Licence, Université de Liège.

ZIPKIN A.M., HANCHAR J.M., BROOKS A.S., GRABOWSKI M.W., THOMPSON J.C., GOMANI-CHINDEBVU E., 2015, « Ochre fingerprints: Distinguishing among Malawian mineral pigment sources with Homogenized Ochre Chip LA-ICPMS: Distinguishing among ochre fingerprints with HOC LA-ICPMS », *Archaeometry*, 57(2), p. 297-317.

ZOPPI A., SIGNORINI G.F., LUCARELLI F., BACHECHI L., 2002, « Characterisation of painting materials from Eritrea rock art sites with non-destructive spectroscopic techniques », *Journal of Cultural Heritage*, 3(4), p. 299-308.

ZOPPI A., LOFRUMENTO C., CASTELLUCCI E.M., MIGLIORINI M.G., 2005, « The Raman Spectrum of hematite: Possible indicator for a compositional or firing distinction among Terra Sigillata Wares », *Annali di chimica*, 95(3-4), p. 239-246.

ZOPPI A., LOFRUMENTO C., CASTELLUCCI E.M., SCIAU P., 2008, « Al-for-Fe substitution in hematite: the effect of low Al concentrations in the Raman spectrum of Fe₂O₃ », *Journal of Raman Spectroscopy*, 39(1), p. 40-46.

Table des figures

CHAPITRE I ÉTAT DE L'ART

Figure I-1 : Panneau de l'abri Nawulandja Blue Paintings (Nourlangie, Terre d'Arnhem)	13
Figure I-2 : Peintures de <i>Namarrgon</i> (droite), <i>Namarnjolg</i> (centre) et <i>Barrginj</i> (compagne de <i>Namarrgon</i> , bas gauche) à Nourlangie (Terre d'Arnhem)	13
Figure I-3 : Exemples des styles d'art rupestre décrits par Mountford	14
Figure I-4 : Division de la période « Mimi » selon Brandl	14
Figure I-5 : Exemples illustrés des types de style « X-ray » selon Brandl	15
Figure I-6 : Exemples illustrés des périodes artistiques définies par Lewis	15
Figure I-7 : Illustration du style <i>Northern Running Figures</i> (région de l'East Alligator River, ouest de la Terre d'Arnhem)	16
Figure I-8 : Tortue en cire d'abeille dans l'abri de Gunbilngmurrung (Terre d'Arnhem)	25
Figure I-9 : Panneau principal de l'abri JSARN-124 (Terre d'Arnhem)	26
Figure I-10 : Diagramme de Pourbaix du fer	30
Figure I-11 : Représentation schématique des transformations majeures des principaux oxydes et hydroxydes de fer	31
Figure I-12 : « Crayon de Lascaux »	38
Figure I-13 : Peintures d'anthropomorphes en style <i>Stick</i> à l'abri EXF3 (Terre d'Arnhem)	39
Figure I-14 : « Palette » préhistorique retrouvée dans la grotte de Lascaux	42
Figure I-15 : Écaille colorée provenant de la grotte aux Points (Aiguèze, Gard)	44
Figure I-16 : Peintures polychromes de poissons en style <i>X-ray</i> à Dalakngalarr 1 (Terre d'Arnhem)	48

CHAPITRE II NAWARLA GABARNMANG

Figure II-1 : Localisation du Pays Jawoyn et de Nawarla Gabarnmang	61
Figure II-2 : Entrée nord de l'abri sous roche de Nawarla Gabarnmang	63
Figure II-3 : Localisation des abris fouillés sur le plateau de la Terre d'Arnhem	66
Figure II-4 : <i>Dreaming Beings</i> sous forme d'hiboux peints en style <i>Bula</i> (Bulajang, ouest de la Terre d'Arnhem)	68
Figure II-5 : Éventail des environnements physiques du plateau de la Terre d'Arnhem	70
Figure II-6 : Évolution paléo-climatique pour l'ouest de la Terre d'Arnhem	73
Figure II-7 : Représentation probable d'un thylacine sur un site à proximité de Nawarla Gabarnmang	74
Figure II-8 : Peinture du <i>Rainbow Snake</i> à Ubirr (Kakadu National Park, Terre d'Arnhem)	75
Figure II-9 : Exemples de formes d'art rupestre propre aux Jawoyn	77
Figure II-10 : Motif <i>Jawoyn Lady</i> , Panneau C, Nawarla Gabarnmang	78
Figure II-11 : Principaux styles artistiques de la période <i>Mimi</i>	79
Figure II-12 : Photographie de l'intérieur du site de Nawarla Gabarnmang	81
Figure II-13 : Pierre dressée à proximité du site de Nawarla Gabarnmang	82
Figure II-14 : Carte géologique de l'environnement immédiat de Nawarla Gabarnmang	83
Figure II-15 : Photographie du sol de Nawarla Gabarnmang	84
Figure II-16 : Abri rocheux aménagé ARN-120/1	86
Figure II-17 : Cartographie des éléments sur le sol sous et à l'extérieur de Nawarla Gabarnmang	87
Figure II-18 : Cupules et pétroglyphes portés par les piliers 28 (A) et 25 (B)	90

Figure II-19 : Main négative 3MF (motif A-9, Panneau A2, Nawarla Gabarnmang).....	92
Figure II-20 : Relevé du tracé du cheval peint (Panneau D, Nawarla Gabarnmang).....	92
Figure II-21 : Séquence stratigraphique du Carré A.....	97
Figure II-22 : Fragment de hache à tranchant poli retrouvé dans le Carré A.....	98
Figure II-23 : Motif noir dessiné au charbon sur un fragment rocheux retrouvé dans le Carré E.....	99

CHAPITRE III L'ART ET LES VESTIGES DE NAWARLA GABARNMANG

Figure III-1 : Localisation des plafonds peints, des piliers décorés et des carrés de fouille à Nawarla Gabarnmang.....	107
Figure III-2 : Exemple d'interprétation de la matrice de Harris du Panneau E1, avec report des phases artistiques identifiées.....	108
Figure III-3 : Carte du plafond et des carrés de fouille, avec secteurs définis à Nawarla Gabarnmang.....	113
Figure III-4 : Photographie du Panneau E1 situé au-dessus du Carré P (face au sud) avant la fouille.....	116
Figure III-5 : (a) Photographie du Panneau E1 ; (b) Relevé des figures composant le Panneau E1.....	117
Figure III-6 : Photographie de la base du Carré P, exposant vraisemblablement une dalle tombée du plafond.....	119
Figure III-7 : Coupe stratigraphique du Carré P.....	120
Figure III-8 : Photographies du Carré P montrant les sédiments à la base de : (a) XU17 ; (b) XU18 ; (c) XU19 ; (d) Zoom sur le niveau tacheté XU18.....	121
Figure III-9 : Répartition des vestiges de matières colorantes et colorées par nombre au sein des niveaux élémentaires du Carré P.....	124
Figure III-10 : Photographies du pilier peint 20, accolé au Carré F.....	126
Figure III-11 : (a) Photographie du Panneau L ; (b) Relevé des figures composant le Panneau L.....	128
Figure III-12 : (a) Répartition des vestiges de matières colorantes et colorées par nombre au sein des niveaux élémentaires du Carré F ; (b) Répartition des vestiges de matières colorantes et colorées par nombre au sein des niveaux élémentaires du Carré ILM.....	131
Figure III-13 : (a) Photographie du Panneau B1 ; (b) Relevé des figures composant le Panneau B1.....	133
Figure III-14 : Répartition des vestiges de matières colorantes et colorées par nombre au sein des niveaux élémentaires du Carré N.....	135
Figure III-15 : Répartition des vestiges de matières colorantes et colorées par nombre au sein des niveaux élémentaires du Carré K.....	135
Figure III-16 : Répartition des vestiges de matières colorantes et colorées par nombre au sein des niveaux élémentaires du Carré G.....	136
Figure III-17 : (a) Photographie du Panneau J3 ; (b) Relevé des figures composant le Panneau J3.....	138
Figure III-18 : (a) Photographie du Panneau K5 ; (b) Relevé des figures composant le Panneau K5.....	140
Figure III-19 : Photographie du pilier peint 22 et découpage des panneaux.....	141
Figure III-20 : Relevé des figures composant le panneau 22A du pilier 22.....	143
Figure III-21 : Relevé des figures composant le panneau 22B du pilier 22.....	144
Figure III-22 : Relevé des figures composant le panneau 22D du pilier 22.....	145
Figure III-23 : Répartition des vestiges de matières colorantes et colorées par nombre au sein des niveaux élémentaires du Carré R.....	147
Figure III-24 : Répartition des vestiges de matières colorantes et colorées par nombre au sein des niveaux élémentaires du Carré Q.....	148
Figure III-25 : Photographie du pilier peint 27.....	149
Figure III-26 : (a) Photographie du Panneau H ; (b) Relevé des figures composant le Panneau H.....	151

Figure III-27 : Répartition des vestiges de matières colorantes et colorées par nombre au sein des niveaux élémentaires du Carré B.....	152
Figure III-28 : Localisation des piliers 9 et 10.....	153
Figure III-29 : Localisation des panneaux artistiques sur le pilier 9 (9A-9D).....	154
Figure III-30 : Photographies et relevés associés des figures composant les panneaux du pilier.....	156
Figure III-31 : (a) Photographie de la portion gauche-centrale du panneau 10B ; (b) Relevé des figures composant le panneau 10B.....	159
Figure III-32 : Photographie de la roche mère atteinte à la fin de la fouille du Carré A.....	161
Figure III-33 : Répartition des vestiges de matières colorantes et colorées par nombre au sein des niveaux élémentaires du Carré A.....	161
Figure III-34 : Répartition des vestiges de matières colorantes et colorées par nombre au sein des niveaux élémentaires du Carré D.....	162

**CHAPITRE IV STRATEGIE METHODOLOGIQUE :
DE L'INVENTAIRE AUX ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES**

Figure IV-1 : Dénomination initiale des vestiges archéologiques envoyés au laboratoire EDYTEM.....	170
Figure IV-2 : Types d'objets distingués à partir des critères enregistrés dans la grille de lecture.....	174
Figure IV-3 : Pistolet à fluorescence X (S1 Titan, Bruker) en configuration dite de laboratoire.....	175
Figure IV-4 : Classes de vestiges composant le corpus archéologique étudié, distinguées à partir des observations morphologiques et des analyses chimiques par pXRF.....	177
Figure IV-5 : (a) Proportion des classes de vestiges archéologiques composant le corpus archéologique (tous carrés confondus) ; (b) Proportion des classes de vestiges archéologiques composant le corpus archéologique par carré, sauf Carré P.....	180
Figure IV-6 : Planche photographique des vestiges archéologiques représentatifs de chaque classe.....	181
Figure IV-7 : Répartition des classes de vestiges par nombre le long de la séquence stratigraphique du Carré P.....	190
Figure IV-8 : Répartition des classes de vestiges par nombre le long de la séquence stratigraphique du Carré F.....	191
Figure IV-9 : Répartition des classes de vestiges par nombre le long de la séquence stratigraphique du Carré ILM.....	192
Figure IV-10 : Répartition des classes de vestiges par nombre le long de la séquence stratigraphique du Carré N.....	193
Figure IV-11 : Répartition des classes de vestiges par nombre le long de la séquence stratigraphique du Carré K.....	194
Figure IV-12 : Répartition des classes de vestiges par nombre le long de la séquence stratigraphique du Carré G.....	195
Figure IV-13 : Répartition des classes de vestiges par nombre le long de la séquence stratigraphique du Carré R.....	196
Figure IV-14 : Répartition des classes de vestiges par nombre le long de la séquence stratigraphique du Carré Q.....	197
Figure IV-15 : Répartition des classes de vestiges par nombre le long de la séquence stratigraphique du Carré B.....	198
Figure IV-16 : Répartition des classes de vestiges par nombre le long de la séquence stratigraphique du Carré A.....	199
Figure IV-17 : Répartition des classes de vestiges par nombre le long de la séquence stratigraphique du Carré D.....	200
Figure IV-18 : Protocole d'étude appliqué aux échantillons archéologiques par classe de vestiges.....	204
Figure IV-19 : Appareil EDAX EAGLE III du laboratoire IsTerre.....	208
Figure IV-20 : MEB-EDS de la plateforme ASTRE.....	210
Figure IV-21 : (a) Positionnement d'un échantillon placé devant la sortie du faisceau ; b) Préparation des échantillons pour les analyses par PIXE.....	212
Figure IV-22 : Configuration des multi-détecteurs en sortie de faisceau des analyses PIXE.....	212
Figure IV-23 : Diffractomètre INEL XRG-3000 de la plateforme ASTRE.....	215
Figure IV-24 : Diffractomètre D5000R.....	215
Figure IV-25 : Dispositif expérimental de μ -DS-CT.....	217

Figure IV-26 : Classes de vestiges sélectionnées pour les analyses physico-chimiques.....	223
--	-----

**CHAPITRE V SYNTHÈSE DES RESULTATS ANALYTIQUES OBTENUS SUR LES VESTIGES
ARCHEOLOGIQUES DE NAWARLA GABARNMANG**

Figure V-1 : Techniques d'analyses appliquées à l'étude des blocs rocheux avec résidus colorés.....	231
Figure V-2 : Photographie de la meule A74BXU7(9)	232
Figure V-3 : Résidu coloré présent sur la surface de la meule A74BXU7(9).....	232
Figure V-4 : Orientations préférentielles d'abrasion distinguées sur la meule A74BXU(9).....	234
Figure V-5 : Localisation des points de mesure sur la surface active (F1) de la meule A74BXU7(9).....	235
Figure V-6 : Photographie de la meule A74BXU7(15)	236
Figure V-7 : Localisation des résidus colorés sur la face F1 de la meule A74BXU7(15).....	237
Figure V-8 : Macrophotographies des résidus colorés sur les faces F1 et F2 de la meule A74BXU7(15).....	238
Figure V-9 : Photographie de la meule A74BXU8(12)	239
Figure V-10 : Photographie de la molette A74BXU6.....	240
Figure V-11 : Macrophotographies de l'aplat coloré sur la molette A74BXU6	241
Figure V-12 : Types de zones observées lors des analyses μ XRF sur la surface active de la molette A74BXU6.....	242
Figure V-13 : Ratio Ca/S mesuré (et théorique) sur la molette A74BXU6 lors des analyses par μ XRF.....	244
Figure V-14 : Techniques d'analyse appliquées à l'étude des pièces facettées et striées	245
Figure V-15 : Planche photographique des pièces facettées et striées retrouvées à Nawarla Gabarnmang.....	249
Figure V-16 : Proportion du degré du pouvoir colorant des pièces facettées et striées	253
Figure V-17 : Relation de proportionnalité entre la longueur et la masse des pièces facettées et striées	254
Figure V-18 : Illustration de l'histoire technologique de la pièce A74RXU11	257
Figure V-19 : Illustration de l'histoire technologique de la pièce A74RXU35N1	258
Figure V-20 : Localisation du point d'impact dans une strie sur le bord droit de la pièce A74RXU35N1	258
Figure V-21 : Cartographies chimiques de la pièce A74AXU2-1.....	263
Figure V-22 : Cartographies chimiques de la pièce A74AXU3.....	263
Figure V-23 : Cartographies chimiques de la pièce A74AXU26.....	265
Figure V-24 : Cartographies chimiques du dépôt de couleur mauve de la pièce A74MXU5(1).....	266
Figure V-25 : Cartographies chimiques de la pièce A74NXU27T2.....	268
Figure V-26 : Cartographies chimiques de la pièce A74RXU18(4).....	269
Figure V-27 : Cartographies chimiques de la pièce A74RXU21T1	270
Figure V-28 : Cartographie chimique du tungstène sur la pièce A74RXU23-1.....	271
Figure V-29 : Cercle de corrélation et ACP des éléments traces corrélés à Fe	272
Figure V-30 : Cercle de corrélation et ACP de tous les éléments traces	273
Figure V-31 : Cercle de corrélation et ACP réalisée sur une sélection de 19 éléments chimiques.....	274
Figure V-32 : Planche photographique illustrant la diversité des résidus de matière colorante.....	279
Figure V-33 : Proportion des couleurs des résidus de matière colorante.....	280
Figure V-34 : Proportion des traces colorées produites par les résidus de matière colorante.....	280
Figure V-35 : Proportion des éclats des résidus de matière colorante.....	281
Figure V-36 : Proportion des tailles des résidus de matière colorante.....	281
Figure V-37 : Proportion des résidus de matière colorante possédant des propriétés magnétiques.....	281
Figure V-38 : Techniques d'analyse appliquées à l'étude des résidus de matière colorante.....	282
Figure V-39 : Diagramme ternaire présentant les concentrations des éléments majeurs constituant les résidus de matière colorante	284

Figure V-40 : Planche photographique des résidus de matière colorante rouge analysés.....	285
Figure V-41 : Cartographies chimiques des éléments majeurs identifiés sur le résidu rouge A74PXU18R.....	286
Figure V-42 : Cartographies chimiques du résidu rouge A74GXU17.....	287
Figure V-43 : Micromorphologie des constituants du résidu rouge A74NXU27T1-4.....	289
Figure V-44 : Identification des phases majeures et mineures composant le résidu rouge A74GXU17.....	290
Figure V-45 : Identification des phases minérales majeures et mineures composant le résidu rouge A74NXU27T1-4.....	291
Figure V-46 : Planche photographique des résidus de matière colorante orange analysés.....	293
Figure V-47 : Cartographies chimiques des éléments majeurs identifiés sur le résidu orange A74PXU14R.....	294
Figure V-48 : Micromorphologies des constituants du résidu orange A74PXU10-27.....	295
Figure V-49 : Micromorphologie des constituants du résidu orange A74FXU4BT3.....	295
Figure V-50 : Micrographie des constituants du résidu orange A74FXU2T2.....	295
Figure V-51 : Identification des phases majeures et mineures du résidu orange A74PXU14R.....	296
Figure V-52 : Identification des phases minérales majeures et mineures composant le résidu orange A74PXU14-13.....	298
Figure V-53 : Identification des phases minérales majeures et mineures composant le résidu orange A74FXU4BT3.....	299
Figure V-54 : Identification des phases minérales majeures et mineures composant le résidu orange A74PXU10-27.....	300
Figure V-55 : Planche photographique des résidus de matière colorante jaune analysés.....	302
Figure V-56 : Cartographies chimiques du résidu jaune A74KXU3.....	303
Figure V-57 : Cartographies chimiques des éléments majeurs identifiés sur le résidu jaune A74PXU13R2.....	304
Figure V-58 : Micrographies des constituants du résidu jaune A74RXU2T1-2.....	304
Figure V-59 : Identification des phases majeures et mineures composant le résidu jaune A74KXU3.....	305
Figure V-60 : Identification des phases majeures et mineures composant le résidu jaune A74RXU2T1-1.....	306
Figure V-61 : Identification des phases minérales majeures et mineures composant le résidu jaune A74PXU7-19.....	307
Figure V-62 : Planche photographique des résidus de matière colorante mauve analysés.....	309
Figure V-63 : Cartographie de l'inclusion jaune au sein du résidu A74DXU2.....	310
Figure V-64 : Micrographies (a) des constituants argileux et ferrugineux et (b) des plaquettes de fer du résidu mauve A74DXU2.....	311
Figure V-65 : Identification des phases minérales majeures et mineures composant le résidu mauve A74DXU2.....	312
Figure V-66 : Résumé des transformations thermiques pour les phases minérales identifiées sur les résidus de matière colorante.....	316
Figure V-67 : Planche photographique illustrant la diversité des résidus de matière argileuse.....	319
Figure V-68 : Techniques d'analyse appliquées à l'étude des résidus de matière argileuse.....	320
Figure V-69 : Spectre global de fluorescence X de la poudre argileuse A74AXU12.....	321
Figure V-70 : Proportion des tailles des résidus de matière colorée.....	322
Figure V-71 : Proportion des couleurs des résidus de matière colorée.....	322
Figure V-72 : Proportion des éclats des résidus de matière colorée.....	323
Figure V-73 : Proportion des résidus de matière colorée possédant des propriétés magnétiques.....	323
Figure V-74 : Planche photographique de quelques résidus de matière colorée à éclat gras.....	324
Figure V-75 : Planche photographique de quelques résidus de matière colorée à éclat gras et à texture craquelée.....	325
Figure V-76 : Planche photographique de quelques résidus de matière colorée à éclat terreux.....	326

Figure V-77 : Planche photographique de quelques résidus de matière colorée présentant une surface lisse et compacte enrobant une matrice granuleuse et poreuse	327
Figure V-78 : Techniques d'analyse appliquées à l'étude des résidus de matière colorée.....	328
Figure V-79 : Photographies de la croûte à éclat gras et de la matrice composant le résidu de matière colorée A74RXU27-3.....	328
Figure V-80 : Photographies du résidu de matière colorée (a) A74RXU33-1 et (b) de son éclat analysé par MEB-EDS.....	329
Figure V-81 : Diagramme ternaire présentant les concentrations des éléments majeurs constituant les résidus de matière colorée	331
Figure V-82 : Photographie du résidu de matière colorée A74PXU10R.....	332
Figure V-83 : Cartographies chimiques du résidu de matière colorée A74PXU10R.....	333
Figure V-84 : Micrographie de la croûte du résidu de matière colorée A74RXU27-3 et spectres de fluorescence X associés aux deux types de micromorphologies analysées	334
Figure V-85 : Micrographie du cœur du résidu de matière colorée A74RXU27-3 et spectres de fluorescence X associés	335
Figure V-86 : Micrographies du résidu de matière colorée A74RXU33-1 révélant (a) le contraste chimique et (b) la micromorphologie.....	336
Figure V-87 : Photographies des résidus de matière colorée A74FXU49(5) et A74KXU2T2	338
Figure V-88 : Cartographies chimiques du résidu de matière colorée A74KXU2T2.....	339
Figure V-89 : Cartographies chimiques de la matrice du résidu de matière colorée A74KXU13.....	340
Figure V-90 : Cartographies chimiques du résidu de matière colorée A74PXU2-5	341
Figure V-91 : Cartographies chimiques du résidu de matière colorée A74PXU4-4.....	341
Figure V-92 : Cartographies chimiques du résidu de matière colorée A74RXU33-1	342
Figure V-93 : Photographies des résidus de matière colorée A74PXU2-10 et A74PXU2-13	343
Figure V-94 : Traces colorées produites par quelques résidus de matière colorante et colorée.....	343
Figure V-95 : Micrographie des constituants du résidu de matière colorée A74PXU2-10.....	344
Figure V-96 : Micrographies des constituants du résidu de matière colorée A74PXU2-13.....	344
Figure V-97 : Identification des phases cristallines majeures et mineures composant le résidu de matière colorée A74PXU2-10.....	345
Figure V-98 : Identification des phases cristallines majeures et mineures composant le résidu de matière colorée A74PXU2-13.....	346
Figure V-99 : (a) Bauxite blanche à oolites ferrugineuses ; (b) Bauxite rouge à éclat lustré.....	350
Figure V-100 : Photographie d'un <i>gibber plain</i>	351
Figure V-101 : Planche photographique illustrant les nuances des différents éclats des résidus à éclat brillant, non colorant : (a) éclat irisé ; (b) éclat submétallique ; (c) et (d) éclat métallique.....	353
Figure V-102 : Proportion des nuances d'éclats des « résidus à éclat brillant ».....	355
Figure V-103 : Proportion des résidus à éclat brillant possédant des propriétés magnétiques.....	355
Figure V-104 : Techniques d'analyse appliquées à l'étude des résidus à éclat brillant, non colorant	355
Figure V-105 : Photographie du résidu à éclat métallique A74KXU21T1	356
Figure V-106 : Cartographie chimique du résidu à éclat métallique A74KXU21T1	357
Figure V-107 : Cartographie du résidu à éclat métallique A74AXU8-4.....	358
Figure V-108 : (a) Fines plaquettes riches en Fe et ; (b) feuillettes d'aluminosilicates observés sur le résidu à éclat métallique A74AXU8-4	358
Figure V-109 : Identification de l'hématite sur le résidu à éclat métallique A74AXU8-4.....	359
Figure V-110 : Planche photographique illustrant la diversité des résidus de matériaux enrichis en CaP.....	360
Figure V-111 : Proportion des types de résidus de matériaux enrichis en CaP	361

Figure V-112 : Techniques d'analyse appliquées à l'étude des résidus de matériaux riches en CaP.....	361
Figure V-113 : Cartographies chimiques des éléments majeurs et mineurs composant le résidu A74PXU13R1.....	363
Figure V-114 : Observations des (a) particules métalliques riches en Zn et Cd ; (b) de la morphologie « cotonneuse » des amas riches en Ca et P.....	363
Figure V-115 : Identification des phases cristallines majeures et mineures composant l'échantillon A74PXU2	365
Figure V-116 : Identification des phases cristallines majeures et mineures composant l'échantillon A74PXU6/XU7.....	366
Figure V-117 : Photographies des « gouttes de peinture » après échantillonnage.....	368
Figure V-118 : Techniques d'analyse appliquées à l'étude des « gouttes de peinture »	368
Figure V-119 : Micrographie de l'échantillon A74PXU18-sed.....	369
Figure V-120 : Micrographies des (a) feuilletts argileux et (b) des grains à morphologie de boulette peluchée de l'échantillon A74PXU18(4).....	371
Figure V-121 : Micrographie de l'échantillon A74PXU18(5)	372
Figure V-122 : Micrographie de l'échantillon A74PXU18(6).....	372
Figure V-123 : Micrographie de l'échantillon A74PXU18(7).....	373
Figure V-124 : Micrographies des échantillons (a) A74PXU18(8) et (b) A74PXU18(9)	374
Figure V-125 : Proportion des tailles des écailles colorées	377
Figure V-126 : Planche photographique illustrant la diversité des écailles colorées.....	378
Figure V-127 : Proportion des couleurs des écailles colorées	379
Figure V-128 : Techniques d'analyse appliquées à l'étude des écailles colorées.....	379
Figure V-129 : Photographie de l'écaille noire A74FXU23.....	382
Figure V-130 : Identification du carbone amorphe sur la trace noire de l'écaille A74FXU23.....	382
Figure V-131 : Photographie de l'écaille rouge A74PXU2-1.....	383
Figure V-132 : Photographie de l'écaille rouge A74PXU2-2	383
Figure V-133 : Photographie de l'écaille rouge A74MXU7T2.....	384
Figure V-134 : Photographie de l'écaille orange A74MXU9T1	384
Figure V-135 : Photographie de l'écaille jaune A74DXU20.....	385
Figure V-136 : Identification des phases cristallines majeures et mineures composant le dépôt jaune recouvrant l'écaille A74DXU20.....	386
Figure V-137 : Planche photographique des sept écailles bicolores issues du Carré P.....	387
Figure V-138 : Identification des phases cristallines majeures et mineures composant les écailles A74PXU3-17, A74PXU3-18 et A74PXU3-19	390
Figure V-139 : Association des phases cristallines identifiées sur les écailles A74PXU3-17, A74PXU3-18 et A74PXU3-19.....	391
Figure V-140 : Association des phases cristallines identifiées sur les écailles A74PXU7-7 et A74PXU17-15.....	392
Figure V-141 : Identification des phases cristallines majeures et mineures composant l'écaille A74PXU7-7.....	393
Figure V-142 : Identification des phases cristallines majeures et mineures composant l'écaille A74PXU13-21	395
Figure V-143 : Identification des phases cristallines majeures et mineures composant l'écaille A74PXU17-15	396
Figure V-144 : Photographies des écailles A74AXU18-3, A74AXU30-1 et A74AXU32	398
Figure V-145 : Photographie de l'écaille blanche A74FXU24T1	399
Figure V-146 : Cartographies chimiques de l'écaille blanche A74FXU24T1	399
Figure V-147 : Identification des phases cristallines majeures et mineures sur l'écaille blanche rosée A74AXU32..	400
Figure V-148 : Photographies des écailles A74AXU5-4, A74PXU6-1, A74PXU11-30, A74PXU13-23	401
Figure V-149 : Photographies des écailles A74PXU6-2, A74PXU9-3 et A74PXU13-22	408

CHAPITRE VI CONFRONTATION DES RESULTATS, VERS LA COMPREHENSION D'UNE ORGANISATION
SPATIO-TEMPORELLE A NAWARLA GABARNMANG

Figure VI-1 : Carte du plafond et des carrés de fouille, avec secteurs définis à Nawarla Gabarnmang	431
Figure VI-2 : Répartition des résidus de matières colorantes et argileuses le long de la séquence stratigraphique du Carré P	432
Figure VI-3 : Fréquence des couleurs des résidus de matières colorantes retrouvées dans le Carré P selon les « Phases Radiocarbone ».....	432
Figure VI-4 : Répartition des résidus de matière colorante le long des séquences stratigraphiques des Carrés F et ILM.....	435
Figure VI-5 : Répartition des résidus de matière colorante le long des séquences stratigraphiques des Carrés N, K et G	436
Figure VI-6 : Répartition des résidus de matière colorante le long de la séquence stratigraphique du Carré R.....	437
Figure VI-7 : Répartition des résidus de matières colorantes et argileuses le long de la séquence stratigraphique du Carré A.....	440
Figure VI-8 : Répartition des résidus de matière colorante le long de la séquence stratigraphique du Carré D.....	441
Figure VI-9 : Répartition des écailles colorées le long de la séquence stratigraphique du Carré P	443
Figure VI-10 : Photographie de l'écaille orange A74DXU27.....	444
Figure VI-11 : Âges des vestiges de matières colorantes et colorées découverts le long de la séquence stratigraphique du Carré P.....	448
Figure VI-12 : Âges des vestiges de matières colorantes et colorées découverts le long de la séquence stratigraphique du Carré F.....	449
Figure VI-13 : Âges des vestiges de matières colorantes et colorées découverts le long de la séquence stratigraphique du Carré ILM.....	450
Figure VI-14 : Âges des vestiges de matières colorantes et colorées découverts le long de la séquence stratigraphique du Carré N.....	451
Figure VI-15 : Âges des vestiges de matières colorantes et colorées découverts le long de la séquence stratigraphique du Carré K.....	452
Figure VI-16 : Âges des vestiges de matières colorantes et colorées découverts le long de la séquence stratigraphique du Carré R	453
Figure VI-17 : Âges des vestiges de matières colorantes et colorées découverts le long de la séquence stratigraphique du Carré A.....	454
Figure VI-18 : Âges des vestiges de matières colorantes et colorées découverts le long de la séquence stratigraphique du Carré D.....	455
Figure VI-19 : Figure <i>Dynamic</i> portant un boomerang sur un pilier à l'extérieur du site de Nawarla Gabarnmang...	456
Figure VI-20 : Carte de distribution des vestiges associés à l'art rupestre à Nawarla Gabarnmang	459
Figure VI-21 : Carte de distribution des résidus de matière argileuse en fonction de leur âge (cal BP) à Nawarla Gabarnmang.....	460
Figure VI-22 : Carte de distribution des résidus de matière colorante en fonction de leur âge (cal BP) à Nawarla Gabarnmang.....	461
Figure VI-23 : Carte de distribution des pièces facettées et striées en fonction de leur âge (cal BP) et de leur composition chimique à Nawarla Gabarnmang.....	462
Figure VI-24 : Carte géomorphologique du plafond de Nawarla Gabarnmang.....	464
Figure VI-25 : Carte de distribution des écailles colorées culturelles et à statut indéterminé en fonction de leur âge (cal BP) à Nawarla Gabarnmang.....	465
Figure VI-26 : Carte de distribution des écailles colorées dites naturelles à Nawarla Gabarnmang	466

Table des tableaux

CHAPITRE I ÉTAT DE L'ART

Tableau I-1 : Séquence chronologique de l'art rupestre dans le nord-ouest de la Terre d'Arnhem proposée par Chaloupka (1993).....	18
Tableau I-2 : Séquence chronologique de l'art rupestre de l'ouest de la Terre d'Arnhem proposée par Chippindale et Taçon (1998).....	19
Tableau I-3 : Synthèse des types de matériaux datés de manière « directe » par ¹⁴ C en Australie.....	24
Tableau I-4 : Propriétés des principaux oxydes et oxyhydroxydes de fer.....	32

CHAPITRE II NAWARLA GABARNMANG

Tableau II-1 : Synthèse des abris fouillés sur et aux environs du plateau de la Terre d'Arnhem.....	67
Tableau II-2 : Description des entités artistiques et de leur distribution spatiale dans le temps.....	93
Tableau II-3 : Sondages fouillés à Nawarla Gabarnmang.....	95

CHAPITRE III L'ART ET LES VESTIGES DE NAWARLA GABARNMANG

Tableau III-1 : Correspondance entre les carrés de fouille et les panneaux et/ou piliers peints.....	111
Tableau III-2 : Résumé des phases de réalisation identifiées sur le Panneau E1.....	118
Tableau III-3 : Description des constituants des SU du Carré P.....	122
Tableau III-4 : Résumé des phases de réalisation identifiées sur le Panneau L.....	130
Tableau III-5 : Résumé des phases de réalisation identifiées sur le Panneau B1.....	134
Tableau III-6 : Résumé des phases de réalisation identifiées sur le Panneau J3.....	138
Tableau III-7 : Résumé des phases de réalisation identifiées sur le Panneau K5.....	139
Tableau III-8 : Résumé des phases de réalisation identifiées sur le pilier 22.....	142
Tableau III-9 : Corrélation des phases de réalisation sur le pilier 22.....	146
Tableau III-10 : Résumé des phases de réalisation identifiées sur le Panneau H.....	152
Tableau III-11 : Résumé des phases de réalisation identifiées sur le pilier 9.....	155
Tableau III-12 : Corrélation des phases de réalisation sur le pilier 9.....	157
Tableau III-13 : Résumé des phases de réalisation identifiées sur le panneau 10B.....	158
Tableau III-14 : Évolution des couleurs appliquées sur les Panneaux E1, L, B1, J3, K5 et H.....	164

CHAPITRE IV STRATEGIE METHODOLOGIQUE : DE L'INVENTAIRE AUX ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES

Tableau IV-1 : Nombre de vestiges archéologiques par carrés de fouille.....	168
Tableau IV-2 : Grille de lecture des vestiges composant le matériel archéologique de Nawarla Gabarnmang.....	173
Tableau IV-3 : Classes et nombre de vestiges archéologiques identifiés macroscopiquement et chimiquement par carré de fouille.....	179
Tableau IV-4 : Nombre de pièces facettées et striées par carré de fouille.....	182
Tableau IV-5 : Nombre de résidus de matière colorante par carré de fouille.....	183
Tableau IV-6 : Nombre de résidus de matière argileuse par carré de fouille.....	183
Tableau IV-7 : Nombre de résidus de matière colorée par carré de fouille.....	184

Tableau IV-8 : Nombre de résidus à éclat brillant et non colorant par carré de fouille	185
Tableau IV-9 : Nombre de résidus de matériaux enrichis en phosphate de calcium par carré de fouille.....	185
Tableau IV-10 : Nombre de « grès quartzitiques » (tous faciès confondus) par carré de fouille	187
Tableau IV-11 : Nombre d'écailles colorées par carré de fouille.....	188
Tableau IV-12 : Statut provisoire attribué aux classes des vestiges archéologiques de Nawarla Gabarnmang.....	202
Tableau IV-13 : Conditions d'acquisition par μ XRF au laboratoire ISTerre	208
Tableau IV-14 : Condition d'acquisition et configuration adoptée pour les analyses par PIXE.....	213
Tableau IV-15 : Tableau récapitulatif des techniques employées avec leurs spécificités dans le cadre de l'étude.....	220

CHAPITRE V SYNTHÈSE DES RESULTATS ANALYTIQUES OBTENUS SUR LES VESTIGES ARCHÉOLOGIQUES DE NAWARLA GABARNMANG

Tableau V-1 : Description macroscopique des blocs rocheux et détermination de leur fonction	233
Tableau V-2 : Éléments majeurs et mineurs composant la meule A74BXU7(9), identifiés par pXRF	235
Tableau V-3 : Éléments majeurs et mineurs composant la molette A74BXU6 identifiés par μ XRF	243
Tableau V-4 : Grille de description des pièces facettées et striées de Nawarla Gabarnmang.....	250
Tableau V-5 : Résumé des caractéristiques morphologiques des pièces facettées et striées	251
Tableau V-6 : Résumé des traces des transformations mécaniques subies par les pièces facettées et striées	260
Tableau V-7 : Éléments majeurs, mineurs et traces composant dix pièces facettées et striées analysées par PIXE	264
Tableau V-8 : Éléments majeurs, mineurs et traces composant les pièces A74KXU9A(2) et A74MXU5(1) analysées par PIXE.....	267
Tableau V-9 : Synthèse des spécificités chimiques propres à chaque pièce facettée et striée	276
Tableau V-10 : Répartition des résidus de matière colorante par couleur et par carré de fouille	278
Tableau V-11 : Synthèse des techniques élémentaires et structurales mises en œuvre sur la sélection de résidus de matière colorante	283
Tableau V-12 : Éléments majeurs, mineurs et traces composant six résidus de matière colorante analysés par PIXE	288
Tableau V-13 : Résumé des analyses élémentaires et structurales pour les résidus de matière colorante rouge.....	292
Tableau V-14 : Résumé des analyses élémentaires et structurales pour les résidus de matière colorante orange.....	301
Tableau V-15 : Résumé des analyses élémentaires et structurales pour les résidus de matière colorante jaune	308
Tableau V-16 : Résumé des analyses élémentaires et structurales pour les résidus de matière colorante mauve	313
Tableau V-17 : Identification des phases cristallines au sein de quatorze résidus de matière colorante par DRX, μ -DS-CT, SR- μ DRX et μ -Raman	315
Tableau V-18 : Synthèse des techniques élémentaires et structurales mises en œuvre sur la sélection de résidus de matière colorée.....	330
Tableau V-19 : Éléments majeurs, mineurs et traces composant six résidus de matière colorée analysés par PIXE	337
Tableau V-20 : Résumé des analyses élémentaires et structurales pour les résidus de matière colorée	349
Tableau V-21 : Synthèse des éclats et propriétés magnétiques des résidus à éclat brillant, non colorant	354
Tableau V-22 : Éléments majeurs, mineurs et traces composant le résidu à éclat métallique A74KXU21T1 analysé par PIXE	357
Tableau V-23 : Résumé des analyses élémentaires et structurales pour les résidus de matériaux riches en Ca	363
Tableau V-24 : Moyenne des éléments majeurs et mineurs composant les « gouttes de peinture » et leur sédiment d'enfouissement.....	370

Tableau V-25 : Résumé des analyses élémentaires et structurales pour les « gouttes de peinture » et le sédiment d'enfouissement.....	374
Tableau V-26 : Synthèse des techniques élémentaires et structurales mises en œuvre sur les écailles colorées	381
Tableau V-27 : Résumé des analyses élémentaires et structurales pour les sept écailles bicolores issues du Carré P.....	389
Tableau V-28 : Résumé des analyses élémentaires et structurales pour les écailles colorées	405
Tableau V-29 : Résumé de la répartition des écailles colorées par carré de fouille, par couleur et par statut attribué.....	406
Tableau V-30 : Principales limites analytiques et stratégiques du protocole d'étude, et solutions proposées.....	412
Tableau V-31 : Statut final attribué aux classes des vestiges archéologiques	413

CHAPITRE VI CONFRONTATION DES RESULTATS, VERS LA COMPREHENSION D'UNE ORGANISATION SPATIO-TEMPORELLE A NAWARLA GABARNMANG

Tableau VI-1 : Synthèse des sources proposées pour les phases minérales identifiées à Nawarla Gabarnmang.....	421
Tableau VI-2 : Techniques d'application de la matière picturale à Nawarla Gabarnmang	424
Tableau VI-3 : Groupes d'âge (en cal BP) des pièces facettées et striées mis au jour dans les carrés de fouille.....	428
Tableau VI-4 : Âges et compositions chimiques des pièces facettées et striées.....	429
Tableau VI-5 : Corrélation des phases de réalisation identifiées sur le Panneau E1 et des phases radiocarbone identifiées dans le Carré P.....	434
Tableau VI-6 : Résumé des phases de réalisation identifiées sur les Panneaux K.....	438
Tableau VI-7 : Résumé des phases de réalisation identifiées sur les Panneaux J.....	439
Tableau VI-8 : Âges (en cal BP) et compositions physico-chimiques des 35 écailles colorées considérées comme culturelles et à statut indéterminé.....	445
Tableau VI-9 : Corrélations entre les phases de réalisation des peintures du Panneau E1 et les périodes artistiques définies par Gunn (2016).....	447
Tableau VI-10 : Corrélations entre les phases de réalisation des peintures du Panneau L et les périodes artistiques définies par Gunn (2016).....	450
Tableau VI-11 : Corrélations entre les phases de réalisation des peintures du Panneau B1 et les périodes artistiques définies par Gunn (2016).....	452
Tableau VI-12 : Nombre de motifs recensés par période artistique sur les grands ensembles de panneaux peints sur le plafond.....	467