HAL
open science

# Approche archéologique et expérimentale des structures de combustion au Paléolithique supérieur ancien : analyse multiscalaire (micromorphologie et géochimie organique) appliquée aux sites de Régismont-le-Haut et des Bossats

Mathieu Lejay

**To cite this version:**

Mathieu Lejay. Approche archéologique et expérimentale des structures de combustion au Paléolithique supérieur ancien : analyse multiscalaire (micromorphologie et géochimie organique) appliquée aux sites de Régismont-le-Haut et des Bossats. Histoire. Université Toulouse le Mirail - Toulouse II, 2018. Français. NNT : 2018TOU20005 . tel-02364931

**HAL Id: tel-02364931**

**https://theses.hal.science/tel-02364931**

Submitted on 15 Nov 2019

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

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

Université Fédérale
Toulouse Midi-Pyrénées

# THÈSE

**En vue de l'obtention du**

## DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

**Délivré par :**

Université Toulouse - Jean Jaurès

---

**Présentée et soutenue par :**

**Mathieu LEJAY**

Le mardi 20 février 2018

## Approche archéologique et expérimentale des structures de combustion au Paléolithique supérieur ancien.

*Analyse multiscalaire (micromorphologie et géochimie organique) appliquée aux sites de Régismont-le-Haut et des Bossats.*

---

**École doctorale et discipline ou spécialité :**

ED TESC : Préhistoire

**Unité de recherche :**

UMR 5608 TRACES

**Directeur/trice(s) de Thèse :**

François BON, Farid SELLAMI et Marie ALEXIS

**Jury :**

| | |
|---|---|
| Mme **Marie ALEXIS**, Maître de conférences à l'Université Pierre et Marie Curie | *Co-directeur* |
| M. **Pierre BODU**, Chargé de recherche au CNRS | *Examinateur* |
| M. **François BON**, Professeur à l'Université de Toulouse-Jean Jaurès | *Directeur* |
| M. **Paul GOLDBERG**, Professeur émérite à l'Université de Boston | *Rapporteur* |
| Mme **Michèle JULIEN**, Directrice de recherche émérite au CNRS | *Examinateur* |
| Mme **Martine REGERT**, Directrice de recherche au CNRS | *Rapporteur* |
| M. **Farid SELLAMI**, Chargé d'opération et de recherche à l'INRAP | *Co-directeur* |

Université Fédérale
Toulouse Midi-Pyrénées

# THÈSE

**En vue de l'obtention du**

## DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

**Délivré par :**

Université Toulouse - Jean Jaurès

---

**Présentée et soutenue par :**

**Mathieu LEJAY**

Le mardi 20 février 2018

## Approche archéologique et expérimentale des structures de combustion au Paléolithique supérieur ancien.

*Analyse multiscalaire (micromorphologie et géochimie organique) appliquée aux sites de Régismont-le-Haut et des Bossats.*

---

**École doctorale et discipline ou spécialité :**

ED TESC : Préhistoire

**Unité de recherche :**

UMR 5608 TRACES

**Directeur/trice(s) de Thèse :**

François BON, Farid SELLAMI et Marie ALEXIS

**Jury :**

| | |
|---|---|
| Mme **Marie ALEXIS**, Maître de conférences à l'Université Pierre et Marie Curie | *Co-directeur* |
| M. **Pierre BODU**, Chargé de recherche au CNRS | *Examinateur* |
| M. **François BON**, Professeur à l'Université de Toulouse-Jean Jaurès | *Directeur* |
| M. **Paul GOLDBERG**, Professeur émérite à l'Université de Boston | *Rapporteur* |
| Mme **Michèle JULIEN**, Directrice de recherche émérite au CNRS | *Examinateur* |
| Mme **Martine REGERT**, Directrice de recherche au CNRS | *Rapporteur* |
| M. **Farid SELLAMI**, Chargé d'opération et de recherche à l'INRAP | *Co-directeur* |

# Remerciements

Je tiens tout d'abord à exprimer toute ma gratitude à François Bon pour la confiance qu'il m'a accordée durant ces dernières années et la bienveillance avec laquelle il a supervisé ce doctorat. Je le remercie sincèrement pour nos échanges, sur le terrain comme au laboratoire, qui m'ont été d'une grande aide dans la réalisation de ce travail. Je lui suis très reconnaissant pour la chance qu'il m'a offerte en 2011 en acceptant de me confier l'étude des structures de combustion de Régismont-le-Haut, et j'espère que ce travail répond, au moins en partie, à ses attentes à ce propos.

Tous mes remerciements vont à Marie Alexis qui a encadré l'aspect géochimique de ce travail. Elle a pris beaucoup de son temps pour m'initier à la géochimie organique et assurer ma formation à ses différentes méthodes d'analyse, ce pour quoi je lui suis redevable. Ses relectures, nombreuses et attentives, et nos discussions m'ont été d'un grand secours dans la réalisation de ce travail.

Un grand merci à Farid Sellami, à la fois pour son encadrement et ses relectures concernant l'aspect micromorphologique de ce travail, mais aussi pour son implication déterminante dans l'élaboration de ce sujet de recherche. Ses travaux et ses réflexions à Régismont-le-Haut comme aux Bossats ont en effet servi de base aux problématiques de ce travail, mais c'est également lui qui a mis en place la collaboration fructueuse avec le laboratoire METIS. Je le remercie également pour son accueil et nos discussions en Dordogne.

Pierre Bodu m'a confié avec une grande bienveillance, et pour ainsi dire sans me connaître, l'étude des structures de combustion des Bossats. Je le remercie vivement pour la confiance qu'il m'a accordée alors et pour les échanges que nous avons eus depuis entre Ormesson, Pincevent et Nanterre. Je le remercie également de me faire l'honneur d'avoir accepté de participer au jury de cette thèse.

Je tiens également à remercier vivement Michèle Julien, Martine Regert et Paul Goldberg qui ont également accepté de siéger dans ce jury de cette thèse. C'est un honneur pour moi de soumettre le résultat de ce travail à leur examen attentif. Je suis particulièrement reconnaissant à Martine Regert et Paul Goldberg qui ont bien voulu assumer le rôle de rapporteur.

Une part importante de ce travail repose sur les données issues du site de Régismont-le-Haut. Outre à François Bon et Farid Sellami, je tiens à exprimer tous mes remerciements à Romain Mensan qui assure la codirection de la fouille. Leur travail avec le reste de l'équipe scientifique, au premier rang de laquelle Lars Anderson, Sandrine Costamagno, Isabelle Théry-Parisot et Hélène Salomon, et les publications et rapports qui en découlent ont été pour moi une mine d'informations de grande qualité. Sur le terrain, les quelques semaines ou jours passés chaque année à fouiller, prélever, expérimenter et surtout échanger avec eux sont pour moi des souvenirs privilégiés. J'en profite pour remercier les nombreux fouilleurs, rencontrés ou non sur terrain, pour la patience et l'abnégation avec lesquelles ils ont travaillé depuis 2000 à Poilhes sous le soleil. Sans la confiance et l'intérêt dont fait preuve Éric Bouscaras, le propriétaire actuel du site découvert par son père

André, l'étude du site n'aurait pu se poursuivre sur un si long temps. Un grand merci à lui pour sa patience et son accueil bienveillant. Tous mes remerciements vont également à Sarah et Jean-Luc Pujol, propriétaires du gîte hébergeant l'équipe chaque année, ainsi qu'à leur famille, pour leur hospitalité sans failles et l'amitié qu'ils nous témoignent.

Les Bossats constituent l'autre terrain d'enquête de ce travail, et là aussi tous mes remerciements vont à l'équipe scientifique et aux fouilleurs qui ont rendu cela possible. En plus de Pierre Bodu, mes remerciements vont en particulier à Gaëlle Dumarçay, Henri-Georges Naton, Jessica Lacarrière et Olivier Touzé pour nos discussions et pour leur aide. Un grand merci aux membres du « noyau dur » de l'équipe de fouille pour le temps qu'ils ont, et continue de, consacrer à la post-fouille. Je pense notamment à Julie Martin-Cote, Natacha Caurette, Sacha Bonzom, Grégoire Boisard, Quentin Lorin-Dardaillon et Rémy Thomas. Les autres ne sont bien sûr pas oubliés, et je remercie de plus ici toutes ces personnes pour les bons moments passés au Centre Archéologique de Pincevent en leur compagnie. Aux Bossats également c'est la bonne volonté et la bienveillance du propriétaire du terrain qui a permis à ce travail d'exister. Un grand merci donc à Didier Lebègue pour son accueil et pour l'intérêt qu'il témoigne à nos travaux.

Ce travail a en grande partie été effectué au sein du Laboratoire TRACES à l'Université de Toulouse 2 Jean Jaurès. Je tiens à remercier ses directeurs successifs, Pierre Moret, François-Xavier Fauvelle et Nicolas Valdeyron pour leur soutien constant. Le « staff » administratif du laboratoire m'a été d'une grande aide et je tiens à remercier ici Philippe Miroux, Josiane Ratsimbazafy, Cyril Guillot-Lechauve, Patrick Constans et Stéphanie Delaguette pour leur assistance. Les années passées à fréquenter les chercheurs, enseignants-chercheurs et étudiants du laboratoire ont été pour moi d'une grande richesse et il serait difficile de remercier ici chacun d'entre eux séparément. Malgré tout, je tiens à remercier Luc Robbiola pour son investissement dans l'équipement du laboratoire, en particulier en ce qui concerne la microscopie optique, dont j'ai directement bénéficié. Mes remerciements vont également à Thomas Perrin pour ses conseils avisés en matière de statistiques et à François Baleux pour ses éclairages en matière de SIG.

C'est dans l'équipe SMP3C que j'ai eu la chance d'être intégré dès les débuts de mes recherches. Ses codirecteurs successifs - Sandrine Costamagno, Nicolas Teyssandier, Caroline Renard et Jean-Marc Pétillon - ont fait preuve à mon égard de beaucoup de bienveillance et je les en remercie très sincèrement. C'est grâce à eux et au reste des membres de l'équipe que j'ai pu découvrir les multiples facettes du métier d'archéologue et de chercheur. Les discussions et les axes de recherche qui animent cette équipe ont été pour moi une source constante de réflexion et constituent, à mon sens, le cœur de la formation à la recherche en préhistoire que j'ai reçue dans le cadre de ce doctorat. Je tiens à remercier plus spécialement Caroline Renard et Nicolas Teyssandier qui sont, pour beaucoup, responsables de mon arrivée à Toulouse et ont grandement facilité mon intégration au laboratoire TRACES, ce pour quoi je leur suis plus que redevable.

Une autre part significative de ce travail s'est déroulée dans les locaux du Laboratoire METIS à l'Université Pierre et Marie Curie à Paris. L'accueil qui m'a été réservé au sein du Département de Biogéochimie fut particulièrement bienveillant. Je tiens en particulier à remercier Sylvie Derenne, la responsable de ce département, pour l'intérêt qu'elle a porté à mes travaux et le temps qu'elle a bien voulu consacrer à diverses relectures. En plus de Marie Alexis, de nombreux chercheurs, enseignants-chercheurs, ingénieurs et techniciens m'ont apporté leur aide et leurs conseils à

un moment ou un autre ; qu'ils en soient tous remerciés. En grand merci en particulier à Katell Quénéa, Véronique Vaury et Christelle Anquetil pour le temps passé avec moi et/ou sur mes échantillons et leurs nombreuses et judicieuses suggestions. Je tiens également à adresser mes sincères remerciements à Véronique Marciat et Jean-Robert Gowe, gestionnaires du département, pour leur assistance dans la mise en place de mes séjours parisiens.

À la Base de Campagne et lors de mes séjours en Dordogne, les nombreux archéologues, de l'INRAP ou non, que j'ai rencontrés m'ont tous témoigné un accueil bienveillant, ce pour quoi je les remercie sincèrement. Merci en particulier à Luc Detrain, Frederic Prodeo et Michel Brenet pour l'intérêt qu'ils ont porté à mes travaux. David Colonge est ici mille fois remercié pour son hospitalité et son amitié.

Au Laboratoire GET de l'Université Paul Sabatier, j'ai pu bénéficier de l'aide et des conseils de l'atelier ROCHES en ce qui concerne la préparation de lames minces. Un grand merci donc à Fabienne de Parseval, Jean-François Mena et Ludovic Menjot pour leur assistance et à Philippe Olivier pour l'intérêt qu'il a porté à mes recherches.

Mes remerciements vont également à tous mes collègues archéologues et préhistoriens de Toulouse qui, avec leurs proches, sont devenus des amis : Lars et Élisa, Marianne, Caroline, Nicolas, Clément et Amy, Nathy et Romain, Guillaume, Claire et Damien, Delphine et Mathieu, Marie-Cécile, Jessica, Manu, Sébastien et les autres. Toute ma gratitude à ceux d'entre eux qui m'ont aidé à un moment ou un autre dans le déroulement de cette thèse. Je pense en particulier à Lars pour nos nombreuses discussions et pour ses corrections et traductions en anglais et à Manu pour ses conseils lors de la mise en page du manuscrit. Je les remercie toutes et tous pour leur amitié qui a permis de faire de ces dernières années une suite de bons moments. Que ceux qui ne figurent pas dans cette courte liste ne se vexent pas, ils ne sont pas vraiment oubliés !

Malgré la distance et les années, je tiens ici à saluer celles et ceux qui, à l'Université de Nantes et de Rennes ainsi qu'au CReAAH, m'ont donné le goût de l'archéologie. Un grand merci donc à Catherine Bizien-Jaglin, Jean-Noël Guyodo et Luc Laporte, rencontrés sur ma première fouille à Lillemer, et qui ont su me transmettre leur passion. Bien entendu, mes pensées vont également aux amis restés là-haut dans le « Grand Nord » : Chloé, Audrey, Thibault, Julien, Adrien, Sébastien et les autres. Plus récemment, j'ai eu l'occasion de rencontrer à Bordeaux une bande de joyeux lurons, et pour une fois pas tous archéologues ! Un grand merci à Nicolas, Younes, Alberto, Floréal et les autres pour leur amitié et leur soutien. Une pensée également pour les nouveaux amis dits « du Museum » et en particulier Emma (et Maxime), Roland, Mathieu et Laurent. Merci pour les bons moments passés à Paris, à Lardy et à Toulouse.

Je ne saurais évidemment oublier les membres de la diaspora vendéenne, qu'ils soient en exil à Toulouse ou ailleurs, parmi lesquels Antoine, Lucas et Simon constituent les plus beaux spécimens. Toute mon admiration va à Dalila, Margot et Chloé qui, avec persévérance, les supportent. Un grand merci à tous pour leur amitié sans failles et leur soutien depuis maintenant de longues années. J'espère que l'achèvement de cette thèse me permettra de m'investir plus sérieusement dans le prochain Tournoi International de Palet en Extérieur.

Je suis cent fois redevable à Annick Campmas pour le temps qu'elle a gracieusement accepté de consacrer à la relecture de ce manuscrit. Sa détermination à masquer mes piètres compétences en ce qui concerne l'orthographe et la grammaire mérite d'être saluée. J'assume l'entière responsabilité des fautes et coquilles restantes qui ont depuis été rajoutées par mes soins…

Un grand merci à mes parents qui, chacun de leur côté, m'ont laissé depuis longtemps aller au bout de mes choix. Ces longues études, et la thèse qui en découle, n'auraient pu avoir lieu sans la confiance et le soutien qu'ils m'ont offerts et pour lesquels je leur suis à jamais redevable. Toutes mes pensées vont également à ma sœur Marion et à ma grand-mère Micheline qui, chacune à sa façon, m'ont toujours témoigné une tendresse sans limites.

Finalement, un grand merci à Émilie pour sa patience et son affection durant les dernières années. C'est grâce à elle que je termine ce travail en râlant, mais avec le sourire !

# Résumé / *Abstract*


**Approche archéologique et expérimentale des structures de combustion au Paléolithique supérieur ancien.**

*Analyse multiscalaire (micromorphologie et géochimie organique) appliquée aux sites de Régismont-le-Haut et des Bossats.*

Ce travail aborde l'étude d'une sélection de structures de combustion provenant de Régismont-le-Haut (Hérault, France) et des Bossats (Seine-et-Marne, France) en suivant une méthode multiscalaire. Ces deux sites de plein air livrent une documentation archéologique riche permettant de renseigner pour le premier une phase récente de l'Aurignacien et une phase ancienne du Gravettien, entre autres, pour le second. Du point de vue méthodologique, la démarche retenue implique de débuter par l'analyse des données de terrain (échelle macroscopique), de poursuivre les investigations grâce à la micromorphologie (échelles méso- et microscopique) et finalement d'avoir recours à la géochimie organique (échelle moléculaire). Afin d'affiner les clefs de lecture des résultats archéologiques et de proposer de nouvelles pistes de réflexion, un programme d'expérimentation a également été conduit. La mise en œuvre conjointe de ces différentes approches complémentaires dans l'optique de croiser leurs résultats et leurs hypothèses interprétatives fait notamment la part belle à la prise en compte de la matière organique présente dans les sédiments des structures de combustion. Les résultats obtenus permettent à la fois de mieux cerner les modes de fonctionnement et d'utilisation des différentes structures tout en prenant en compte leur évolution taphonomique. Les questions des aménagements, de l'intensité du fonctionnement, des types de combustible et de la fonction sont abordées dans le cas des structures primaires, les foyers, mais les structures secondaires apportent également des informations en ce qui concerne les activités d'entretien. La mise en perspective de ces résultats acquis sur deux sites particulièrement bien préservés permet une discussion plus large de la place des structures de combustion au début du Paléolithique supérieur, période pour laquelle les pyrotechnologies demeurent un domaine encore trop méconnu des comportements humains.



Mots clefs : Paléolithique supérieur ; Micromorphologie : Géochimie organique ; Régismont-le-Haut ; Les Bossats.

**An archaeological and experimental approach to combustion structures in the Early Upper Palaeolithic.**

*Applied multiscalar analyses (micromorphology and organic geochemistry) at Régismont-le-Haut and les Bossats.*

This study treats a selection of combustion structures from Régismont-le-Haut (Hérault, France) and les Bossats (Seine-et-Marne, France) using a multiscalar approach. These two open-air sites provide an extremely rich archaeological documentation of, respectively, a recent phase of the Aurignacian and an early phase of the Gravettian (among others). Methodologically the study entails treating three scales of analysis, beginning with field data (macroscopic scale), followed by micromorphological investigation (meso- and microscopic scales), and finishing with geochemical analyses (molecular scale). An experimental program was also developed in order to refine our tools for interpreting our archaeological datasets, as well as to propose novel avenues of reflexion. The concomitant application of these complementary approaches and subsequent cross-examination of their respective results underlines the important role of organic matter in the combustion structure sediments. The results obtained allow for a better understanding of fire structure operation and use, as well as the taphonomic evolution. For primary structures questions regarded additional construction of the structures, intensity of use, types of fuel, and their function, while secondary structures brought to the table information regarding maintenance activities. The contextualization of results obtained from these two particularly well-preserved sites allows us to reflect more widely upon the role of combustion structures in the Early Upper Palaeolithic, a period during which pyrotechnology remains a little explored sphere of human behaviour.

Keywords : Upper Palaeolithic ; Micromorphology ; Organic geochemistry ; Régismont-le-Haut ; Les Bossats

# Sommaire

Remerciements ..... I

Résumé / *Abstract* ..... V

Sommaire ..... VII

Partie I. Introduction ..... 1

Partie II. État de l'art ..... 15

Partie III. Méthodologie ..... 45

Partie IV. Référentiel expérimental ..... 89

Partie V. Régismont-le-Haut ..... 221

Partie VI. Les Bossats ..... 387

Partie VII. Discussion et Conclusion ..... 545

Références bibliographiques ..... 587

Annexes ..... 619

Tables des illustrations ..... I

Table des matières ..... XXI

# Partie I. Introduction

L'usage du feu par les populations préhistoriques a, dès les débuts de la discipline archéologique au XIXe siècle, constitué un thème de recherche récurrent et fécond. En effet, qu'il se soit agi d'affirmer le caractère anthropique de vestiges anciens, de dater sa domestication par l'Homme ou d'explorer l'organisation des espaces de vie, le feu a régulièrement suscité l'intérêt des préhistoriens. Malgré cette attention précoce, une situation relativement paradoxale affecte les vestiges liés à l'utilisation du feu. Bien que les méthodes descriptives et analytiques permettant de les étudier soient nombreuses et fréquemment mises en œuvre, il faut reconnaître que la compréhension de leurs différentes fonctions demeure inégale. Par ailleurs, les études existantes pour les périodes paléolithiques se sont concentrées sur des gisements attribués à deux champs chronologiques en particulier : de la seconde moitié du Pléistocène moyen à la première moitié du Pléistocène supérieur (*i.e.* Paléolithique moyen en Europe et *Middle Stone Age* en Afrique) et l'extrême fin du Pléistocène supérieur (*i.e.* fin du Paléolithique supérieur en Europe). De fait, une large part du Paléolithique supérieur demeure dans ce domaine très peu documentée.

Afin de participer au comblement de ces lacunes, ce travail propose de conduire l'étude d'une sélection de structures de combustion provenant des sites de Régismont-le-Haut et des Bossats en suivant une méthode multiscalaire. Ces deux sites de plein air livrent une documentation archéologique riche permettant de nous renseigner pour le premier sur une phase récente de l'Aurignacien et sur notamment une phase ancienne du Gravettien pour le second. Du point de vue méthodologique, la démarche retenue implique de débuter par l'analyse des données de terrain (échelle macroscopique), de poursuivre les investigations grâce à la micromorphologie (échelles méso- et microscopiques) et finalement d'avoir recours à la géochimie organique (échelle moléculaire). Afin d'affiner les clefs de lecture des résultats archéologiques et de proposer de nouvelles pistes de réflexion, un programme d'expérimentation a également été mis en œuvre dans le cadre de ce travail. Le développement conjoint de ces différentes approches complémentaires dans l'optique de croiser leurs résultats et leurs hypothèses interprétatives nourrit notamment l'objectif de traiter la question de la matière organique présente dans les sédiments des structures de combustion.

Dans la **partie introductive (Partie I)** ci-dessous, le cadre général dans lequel ce travail s'insère est présenté. L'importance des structures de combustion dans les études préhistoriques est notamment soulignée, ainsi que le potentiel informatif de la matière organique. Les principales caractéristiques et l'intérêt particulier des deux sites archéologiques considérés sont indiqués avant de préciser la démarche analytique qui a été suivie. Ces éléments sont ensuite mis en relation afin de problématiser ce travail en soulignant quels sont les enjeux sur le plan méthodologique et les attentes en termes archéologiques.

La **seconde partie (Partie II)** se propose de dresser un bilan des travaux ayant concerné les structures de combustion paléolithiques. Il s'agit notamment de rappeler les grands principes de l'étude et de l'interprétation de ce type de vestiges et de faire une synthèse des différentes méthodes et démarches qui ont été adoptées pour ce faire. Une part importante est réservée à une revue des approches expérimentales, micromorphologiques et géochimiques qui ont concerné l'étude de ces structures.

Les principes de l'analyse micromorphologique des sols sont ensuite rappelés dans une **partie méthodologique (Partie III)**, laquelle précise la démarche suivie ainsi que les principaux éléments de vocabulaire utilisés. Cette partie introduit également les notions élémentaires

permettant d'appréhender la démarche employée pour l'analyse géochimique. Les principaux groupes de composés rencontrés dans la suite du travail sont présentés ainsi que les procédures analytiques utilisées. Une synthèse précise finalement les principaux concepts et outils déployés pour l'interprétation des résultats obtenus.

La partie suivante regroupe les données issues du **référentiel expérimental (Partie IV)** constitué à l'occasion de ce travail. La présentation et la discussion des résultats suivent une diminution progressive des échelles d'observation. Après un rappel des paramètres expérimentaux, les observations conduites sur le terrain et à l'échelle macroscopique sont développées. S'ensuit une présentation des résultats de l'étude micromorphologique puis de l'analyse géochimique. Ces résultats complémentaires sont ensuite mis en relation, discutés et synthétisés.

L'étude des structures provenant du site de **Régismont-le-Haut (Partie V)** fait l'objet de la partie suivante. Une partie introductive détaille le contexte archéologique et géologique dans lequel s'inscrit le gisement puis rappelle les principales conclusions des études conduites sur le site qui seront mobilisées en discussion. La présentation des résultats qui vient ensuite correspond là aussi à un affinement progressif des échelles d'observation (terrain et macroscopie, micromorphologie puis géochimie). Une synthèse croise enfin les apports de ces différentes analyses entre elles et tâche de les mettre en perspective dans l'interprétation plus générale du site.

Vient ensuite la présentation de l'étude du gisement des **Bossats (Partie VI**) qui suit la même organisation. Après une présentation des cadres archéologique et géologique et une synthèse de principales informations disponibles concernant l'interprétation du gisement, les sections suivantes détaillent les résultats des différentes analyses conduites dans ce travail. Finalement, après le croisement de ces différents registres d'information, les conclusions de cette étude sont discutées dans le cadre de l'interprétation du site.

L'intégralité de ces résultats fait ensuite l'objet d'une **discussion (Partie VII)** dont l'objectif est de dépasser l'échelle des études de cas. Les données expérimentales et archéologiques sont mises en perspective dans le cadre de questionnements et de propositions diversifiés en relation avec les tendances actuelles de la recherche dans le domaine. Les interrogations soulevées par ce travail, ses limites ainsi que des considérations méthodologiques sont également abordées dans cette section. Finalement, la **conclusion** permet de résumer ces réflexions et les perspectives de recherche qui émergent à l'issue de cette étude.

# 1. Cadres de l'étude

## 1.1. Contexte archéologique

Les débuts du Paléolithique supérieur en Europe de l'Ouest sont jalonnés, dans le registre archéologique, d'importants changements touchant les sphères économiques, techniques et sociales des populations (*e.g.* Clottes, 2010). Les profonds bouleversements qui s'articulent autour de 45/40 ka cal. BP marquent en particulier la « transition » du Paléolithique moyen au Paléolithique supérieur. Les mécanismes de cette transition suscitent encore de nombreuses interrogations, puisqu'aux modifications d'ordre biologique induites par l'arrivée de populations allochtones (*i.e. Homo sapiens*), s'ajoutent d'importantes transformations dans la culture matérielle, les pratiques symboliques et sans doute les comportements sociaux (*e.g.* Zilhão, 2013). Les nombreux travaux qui se sont consacrés à cette période se sont classiquement concentrés sur les différentes industries, les pratiques alimentaires et les expressions artistiques afin d'établir une distinction entre Paléolithique moyen et supérieur. Les recherches récentes ont néanmoins mis en évidence le caractère quelque peu artificiel de ce grand découpage et contribuent, notamment, à la réhabilitation de l'homme de Néandertal en mettant en avant la complexité (« modernité » ?) de certains de ses comportements. La prise en compte d'interactions et d'influences mutuelles entre Néandertaliens et Sapiens durant plusieurs millénaires en Europe de l'Ouest constitue désormais un thème central des travaux conduits sur cette période.

Une fois consommée cette phase dite de « transition », les groupes humains occupant l'Europe au début du Paléolithique supérieur développent des modes de vie qui ont été englobés au sein de deux techno-complexes successifs : l'Aurignacien (~40-32 ka cal. BP) et le Gravettien (~32-25 ka cal. BP ; Clottes, 2010). Une large part de cette distinction repose sur les industries lithiques et osseuses, en particulier les pointes de projectiles, mais des différences notables existent également dans le domaine de l'exploitation des ressources animales et des expressions symboliques. Les travaux concernant ces périodes abordent, en France du moins, des thématiques diverses et souvent complémentaires englobant les approches techno-économiques des productions matérielles, les questions anthropologiques et génétiques, la problématique de l'art pariétal et mobilier. Ce faisceau d'informations est, lorsque cela est possible, mobilisé dans une interprétation palethnographique de l'organisation des sites, le tout étant intégré dans des approches dynamiques de l'occupation et de l'exploitation des territoires. En revanche, la question des structures d'habitat demeure relativement peu documentée et quoi qu'il en soit faiblement débattue.

Pour aborder ce dernier point, ce sont majoritairement les sites de plein air qui sont considérés (*e.g.* Bodu *et al.*, in prep : Actes du Congrès Préhistorique de France d'Amiens 2016). En effet, les sites en grotte et les abris sous roche, bien que livrant une documentation généralement riche et permettant une approche diachronique, présentent des successions d'occupations et des conditions de sédimentation qui conduisent à des dépôts archéologiques dont le caractère de palimpseste est souvent délicat à interpréter. Dans ce cadre, l'approche palethnographique est, au mieux, nécessairement limitée. Pour ce qui est des sites de plein air, la nature des dépôts et les études archéologiques permettent plus fréquemment de vérifier, ou au moins de postuler,

l'unicité d'un niveau d'occupation et de raisonner en termes de « sol archéologique », mais il faut reconnaître que les exemples bien documentés sont rares pour les phases anciennes du Paléolithique supérieur d'Europe occidentale comme l'Aurignacien et le Gravettien.

Dans cette situation, ce sont les répartitions des différents types d'artefacts qui sont prises en considération à la fois dans une optique « statique » afin de définir des structures ou des aires d'activité, mais aussi selon une perspective plus « dynamique » pour tenter de reconstituer les interactions entre différents espaces. Il faut dès lors souligner que, dans ce cadre, et souvent en l'absence de traces évidentes de constructions ayant pu participer à la structuration de l'espace, les structures de combustion, et notamment les foyers, jouent un rôle déterminant dans la lecture qui est faite de la distribution des artefacts.

### 1.2. Les structures de combustion : un sujet central

Par bien des aspects, le feu et ses manifestations durant la préhistoire ont suscité un nombre important d'interrogations et, en conséquence, de travaux. Une part importante de ces recherches a en particulier concerné la reconnaissance et l'authentification des traces anciennes de l'utilisation du feu durant les Paléolithiques ancien et moyen, avec dernièrement de nombreux débats autour de la question du contrôle et de l'emploi régulier du feu par les groupes néandertaliens (*e.g.* Roebroeks et Villa, 2011 ; Sandgathe *et al.*, 2011 ; Dibble *et al.*, 2017 ; Sandgathe, 2017).

Il ne semble cependant faire aucun doute qu'à partir du Paléolithique supérieur, au moins, l'utilisation du feu est devenue une activité banale (Sandgathe et Berna, 2017). À ce titre, les structures qui en résultent ont donc fréquemment servi de point de repère afin de présenter, discuter ou comparer l'organisation d'une partie ou de l'ensemble d'un site. Cependant, les termes couramment employés dans ce domaine (« foyer domestique », « foyer annexe », « foyer spécialisé », etc.) dénotent à ce titre d'une certaine confusion entre le vocabulaire et ce qui est réellement décrit. En effet, lorsqu'il est par exemple fait mention d'un « foyer domestique » il faut garder à l'esprit que ce sont généralement les activités ayant lieu autour du foyer qui sont considérées comme « domestiques » et pas nécessairement les caractéristiques propres de la structure « foyer » en elles-mêmes. Cette situation résulte d'un double état de fait : 1/ les concepts interprétatifs mis en œuvre placent le foyer au centre de l'organisation des espaces occupés par les paléolithiques et 2/ les données à propos des foyers sont bien moins abondantes que celles concernant leurs abords et le mobilier qu'ils livrent.

Il est vrai que le foyer est la structure « évidente » par excellence dans les contextes paléolithiques et que sa reconnaissance pose, *a priori*, peu de problèmes (Coudret *et al.*, 1989). Cet élément récurrent au sein des sites à partir du Paléolithique supérieur a, de fait, servi à structurer les informations relatives à un espace organisé autour de celui-ci afin de permettre des comparaisons intra- et intersites. Mais il faut conserver à l'esprit que le choix de placer le foyer au cœur de l'organisation des espaces et des activités résulte aussi sans doute en partie de l'indigence des autres traces claires de structure d'habitat. Il ne faut cependant pas négliger l'importance dans ce cadre des points de comparaisons ethnographiques. En effet, la perception des sociétés préhistoriques est irrémédiablement influencée par le recours à des références ethnographiques actuelles ou subactuelles (*e.g.* Binford, 1983). Il est vrai que les informations de cet ordre concernant des groupes de chasseurs-cueilleurs-collecteurs, tels que ceux du Paléolithique supérieur, illustrent

régulièrement l'importance du feu dans l'organisation matérielle et sociale de ce type de société. Il ne faut cependant pas minimiser les biais qui affectent cette documentation et les risques d'une approche analogique non raisonnée (Testard, 2006).

Les foyers sont cependant des structures dont l'interprétation du fonctionnement et de la fonction est une tâche complexe. Sur ces deux points, la nature même des traces conservées dans le registre archéologique limite en effet les possibilités et les résultats des approches descriptives « classiques » en archéologie (*e.g.* stratigraphie, morphologie, etc.). Le caractère ubiquiste d'une partie des vestiges, l'équifinalité de plusieurs fonctionnements et fonctions ainsi que les importants phénomènes taphonomiques affectant régulièrement ce type de structure sont autant de paramètres qui rendent ardue leur interprétation (Coudret *et al.*, 1989 ; Taborin, 1989). Pour pallier cette situation, comme cela sera vu plus loin, un certain nombre de démarches analytiques ont été mises en œuvre (*e.g.* Mentzer, 2017). Celles-ci ont notamment montré qu'avec une diminution de l'échelle d'observation, l'apparente homogénéité de ces structures s'effaçait et qu'il était possible d'apporter des informations riches et diversifiées concernant les modes de fonctionnement et de progresser sensiblement sur la question de l'utilisation de ces structures. Cela étant, il faut constater que ces approches sont inégalement mises en œuvre, ce qui conduit à une documentation où les études de cas approfondies sont peu fréquentes et à partir de laquelle les synthèses sont donc difficiles à établir.

De ce constat ambivalent, il ressort que s'il paraît acceptable, moyennant discussions, de continuer à accorder une place déterminante au feu et à ses structures dans l'interprétation des sites paléolithiques, la nécessité de mieux les comprendre intrinsèquement demeure un préalable sur lequel repose la suite des raisonnements. La réflexion autour du foyer, compris comme un espace incluant une structure de combustion et les aires d'activités qui lui sont proches, ne peut en effet s'envisager que si à la fois cette structure, ses abords et leurs relations sont tous, sinon parfaitement compris, au moins questionnés simultanément. Ce vaste travail correspond à un programme de recherche collectif, mobilisant les résultats de disciplines complémentaires et dépassant largement le cadre de cette seule thèse. En conséquence, c'est ici principalement la question du fonctionnement et de l'utilisation des structures de combustion qui sera explorée. Malgré tout, à l'aide de la documentation disponible, l'interprétation plus générale du foyer en tant qu'espace sera discutée dans la mesure où cette application palethnographique constitue l'un des objectifs finaux de cette analyse.

### 1.3. La matière organique comme marqueur des activités passées

Un des aspects particuliers des structures de combustion, à l'échelle d'un site archéologique préhistorique, est leur propension à concentrer les témoins de nature organique. D'un point de vue chimique, le terme organique se rapporte aux matériaux majoritairement composés de carbone, d'hydrogène et d'oxygène auxquels s'ajoutent parfois l'azote, le soufre et le phosphore. Les plus évidents d'entre eux dans le cadre du Paléolithique sont naturellement les résidus de combustion, en particulier des charbons de bois et d'os. Mais, depuis les années 1990 (*e.g.* Olive et Taborin, 1989 ; March, 1995 et 1999), l'importance de témoins « invisibles » sous forme de matières organiques amorphes préservées dans les sédiments ou les roches a régulièrement été soulignée.

Le premier ensemble regroupe des matériaux dont l'origine naturelle peut, le plus souvent, être déterminée au moyen d'approches naturalistes désormais courantes en archéologie : archéozoologie, anthracologie, carpologie et dans une certaine mesure l'étude des phytolithes et des cendres. En effet, leur morphologie initiale est, au moins en partie, préservée ce qui permet leur reconnaissance. Au-delà de cette identification, les applications se concentrent à la fois sur leur potentiel informatif en termes de paléoenvironnement, de datations, mais aussi dans le cadre d'une démarche techno-économique. Dans le cas des structures de combustion, bon nombre d'études s'intéressent particulièrement à la question des combustibles en tachant de reconstruire le milieu naturel, en questionnant l'acquisition et la gestion des ressources puis en s'appliquant à intégrer ces données à l'analyse fonctionnelle des structures (*e.g.* Théry-Parisot, 2001).

Le second groupe de matériaux regroupe des témoins dont le caractère amorphe peut être primaire ou secondaire. Il s'agit à la fois de matériaux initialement dépourvus de structure (de la résine ou de la graisse par exemple), ou bien ayant subi une forte transformation ayant oblitéré leur morphologie initiale (carbonisats ou des goudrons par exemple). Dans tous les cas, ces matériaux ne pourront pas être analysés par les approches naturalistes habituellement adoptées et ce sont leurs propriétés élémentaires et moléculaires qui permettront de les caractériser. Une fois ce travail fait, l'interprétation relèvera potentiellement là aussi des thématiques paléoenvironnementales et/ou techno-économiques. En effet, pour ce qui est des structures de combustion, ces matériaux sont susceptibles de documenter à la fois les propriétés du milieu naturel environnant, mais également les actions anthropiques qui ont conduit à leur présence dans le registre archéologique (*e.g.* March, 1995 ; Lucquin, 2007).

Du fait, principalement, des contraintes analytiques qui les distinguent, les matières organiques amorphes ont fait l'objet d'une prise en compte irrégulière dans le cadre de l'étude des structures de combustion paléolithiques. D'une part, les protocoles de fouilles et d'échantillonnage couramment mis en œuvre lors des opérations de terrain ne permettent généralement pas de conduire *a posteriori* les analyses nécessaires pour étudier ces vestiges. Par ailleurs, les analyses géochimiques effectuées et les résultats qu'elles produisent pâtissent d'un coût pouvant paraître élevé. Finalement, les résultats obtenus, s'ils ne sont pas clairement explicités, demeurent au mieux sous-exploités dans l'interprétation globale des sites. Sans rentrer ici dans le détail, il faut admettre que, comme pour beaucoup de modes d'investigation englobés dans les archéosciences, une bonne part de cette situation est le résultat d'un manque de compréhension mutuelle entre les « producteurs/spécialistes » et les « consommateurs/archéologues » (*e.g.* Nigra *et al.*, 2015). À cet égard, il est tenté dans ce travail de répondre à cette difficulté par une démarche analytique prenant en compte les spécificités de la pratique de l'archéologie préhistorique et en tâchant d'expliciter et de synthétiser les résultats analytiques sous une forme accessible et mobilisable dans le cadre de discussions portant sur les problématiques archéologiques.

### 1.4. Spécificités et intérêts des sites de Régismont-le-Haut et des Bossats

Les deux sites archéologiques considérés ici correspondent à deux gisements de plein air français dont de nombreuses caractéristiques ont justifié la sélection.

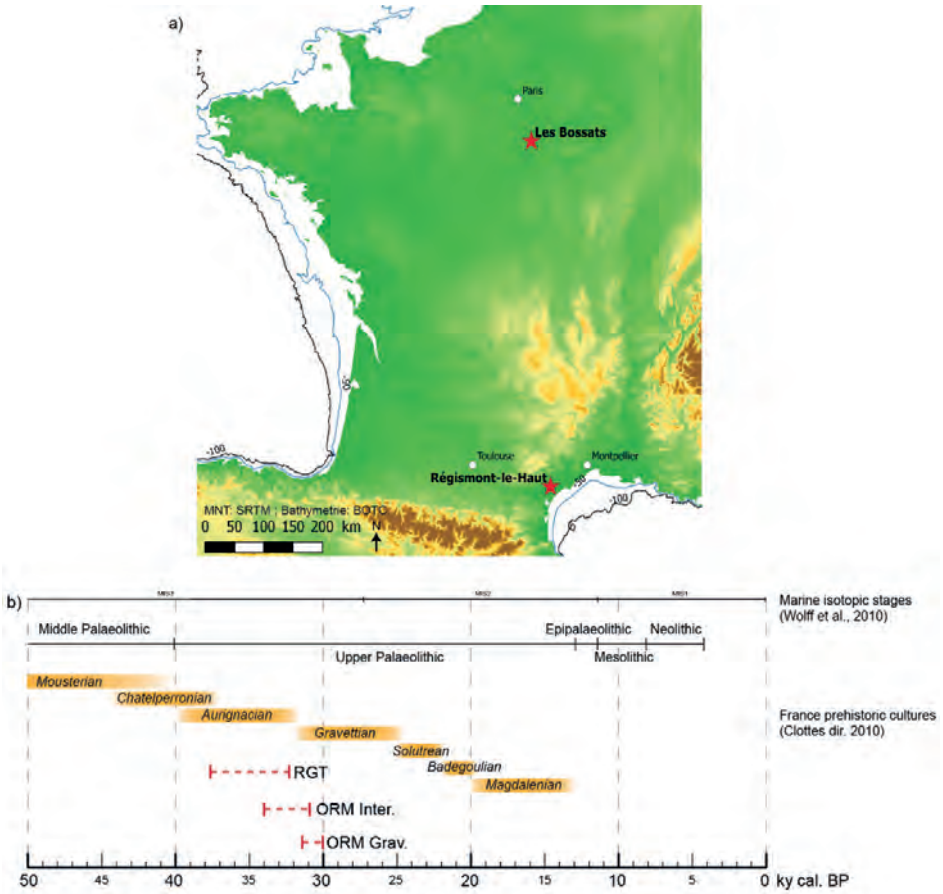



**Figure I.1:** Localisation (a) et datation (b) des sites de Régismont-le-Haut et des Bossats.

Le site de Régismont-le-Haut (Poilhes, Hérault ; Figure I.1a ; Bon et Mensan, 2007 ; Bon *et al.*, sous presse), situé dans le sud la France, correspond à un campement daté de l'Aurignacien. Les quelques éléments de datation disponibles semblent indiquer un rattachement à la seconde moitié de ce techno-complexe (Figure I.1b : RGT) daté entre 40 et 32 ka cal. BP et classiquement considéré à l'échelle européenne comme résultant de sociétés marquant le plein épanouissement du Paléolithique supérieur. Le gisement de Régismont-le-Haut, connu partiellement depuis les années 1960, fait l'objet d'une fouille programmée sous la conduite de F. Bon et R. Mensan depuis 2000. La surface actuellement explorée s'étend sur plus de 400 $m^2$ et a livré une trentaine de structures de combustion (voir Partie V.1).

Le site des Bossats (Ormesson, Seine-et-Marne ; Figure I.1a ; Bodu *et al.*, sous presse) est lui aussi un site de plein air, mais il est situé au sud du Bassin Parisien et est pluristratifié. C'est en particulier le niveau attribué au Gravettien ancien (Figure I.1b : ORM Grav. ; Bodu *et al.*, 2011 ; Lacarrière *et al.*, 2015), autour de 31 ka cal. BP, qui a été pris en compte dans ce travail. Une structure provenant d'un niveau plus profond et daté autour de 31/34 ka cal. BP (Figure I.1b : ORM Inter.) est également incluse. Ce gisement, formellement reconnu en 2007, fait depuis l'objet d'une opération de fouille programmée dirigée par P. Bodu et motivée par la conservation exceptionnelle de chacun des niveaux et les perspectives qu'offre leur comparaison (voir Partie VI.1).

Dans un cas comme dans l'autre, ces deux sites ont bénéficié de conditions morpho-sédimentaires ayant permis une excellente conservation des niveaux archéologiques. La préservation de l'organisation spatiale de catégories de vestiges diversifiées (*e.g.* industrie lithique, restes de faune, éléments de parure) et l'identification de structures, en particulier de combustion, ont justifié sur ces deux sites l'adoption d'une méthodologie de fouille orientée, à terme, vers des réflexions d'ordre palethnologique. Outre l'enregistrement en trois dimensions d'un maximum d'artefacts et un tamisage systématique, des protocoles de relevé et d'échantillonnage adaptés aux structures rencontrées ont permis de rassembler une documentation considérable.

À Régismont-le-Haut, les interprétations actuelles s'orientent vers la mise en avant d'un vaste campement organisé en deux locus principaux. Le premier regroupe ce qui est compris comme plusieurs unités « domestiques » en raison des fortes densités de vestiges diversifiés qui y ont été reconnues. Le second paraît en revanche correspondre à un espace résultant de la proximité de plusieurs aires aux fonctions apparemment plus spécialisées. Dans ce cadre, la mise en évidence de nombreuses structures de combustion, d'apparences relativement hétérogènes, pose question quant à leurs modes de fonctionnement et sur leurs rôles précis dans les différents registres d'activités reconnus ou suspectés.

Aux Bossats, l'occupation gravettienne, telle qu'elle nous est parvenue, correspond à un espace plus restreint autour d'un seul locus. Il faut cependant sans doute y voir la succession de plusieurs épisodes d'occupation rapprochés dans le temps pouvant correspondre à des réaménagements successifs. Les activités conduites sont extrêmement diversifiées et contribuent à proposer que ce locus puisse représenter une unité domestique. Dans ce cadre, l'implantation des structures de combustion et leur entretien ont fortement marqué la structuration de l'espace et sont à même d'apporter des informations sur cette chronologie interne. Par ailleurs, l'observation d'importantes concentrations de résidus organiques laisse présager d'un potentiel informatif élevé en ce qui concerne les modes de fonctionnement et les fonctions de ces structures. La structure provenant d'un niveau plus ancien ne bénéficie malheureusement pas d'un cadre archéologique aussi riche. En effet, elle est pour le moment parfaitement isolée et son interprétation est donc inévitablement limitée. Malgré tout, celle-ci est située dans une formation sédimentaire très proche de celle formant l'encaissant du niveau gravettien ce qui ouvre des perspectives de comparaison intéressantes. Même, et peut-être à plus forte raison, si elle est isolée, cette structure offre par ailleurs une occasion de voir ce que la méthodologie retenue ici peut proposer en termes d'interprétation fonctionnelle pour un cas de ce type.

### 1.5. La démarche analytique

Compte tenu des questionnements archéologiques spécifiques et d'une revue de la littérature portant sur l'étude des structures de combustion, la démarche suivie dans ce travail consiste à croiser les résultats d'observations conduites à différentes échelles d'analyse.

Celles-ci correspondent en premier lieu aux observations conduites sur le terrain durant la fouille. Lorsque c'était possible, cet examen a été effectué par nos soins, mais pour certaines structures du site de Régismont-le-Haut, dont la fouille était antérieure à 2012, l'essentiel des informations provient des archives et rapports de fouille. Cette étape fondamentalement descriptive cherche à synthétiser les informations contextuelles permettant de définir de quelles

façons orienter les analyses ultérieures. La prise en compte des variations planimétriques et stratigraphiques offre également une première lecture de l'organisation de chaque structure qui permet d'organiser les échantillonnages.

Une analyse micromorphologique est ensuite conduite à partir de prélèvements de sédiments en blocs non perturbés. Celle-ci emprunte la plupart de ses principes fondamentaux à la micromorphologie des sols développée dans le cadre de la pédologie. Néanmoins, du fait des objectifs de l'étude et de la nature même des échantillons ce sont essentiellement les aspects anthropiques et post-dépositionnels qui ont été explorés. Les recherches conduites se sont notamment attachées à la caractérisation des traces d'altération thermique des constituants minéraux et à la prise en compte de la matière organique, sous toutes ses formes. Dans ce cadre, les données issues du référentiel expérimental réalisé spécialement ont été mobilisées afin de préciser les critères descriptifs et interprétatifs. Conjointement, une analyse détaillée de la microstratigraphie a permis d'approfondir la description des structures en prenant notamment en compte les processus taphonomiques.

Enfin, une partie des faciès caractérisés au moyen de l'analyse micromorphologique a fait l'objet d'analyses géochimiques portant sur leurs contenus organiques. Tout d'abord, des analyses élémentaires (AE) ont été conduites afin de quantifier le carbone organique contenu dans les sédiments et notamment de suivre des variations de teneur. Le contenu lipidique a ensuite été analysé par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG-SM) dans une optique qualitative (détermination des composés) et semi-quantitative (analyse de la distribution des acides gras). Finalement, la matière organique totale, y compris de potentiels composés récalcitrants à l'extraction, a été étudiée qualitativement par pyrolyse avec dérivatisation *in situ* couplée à la CG-SM (py[TMAH]-CG-SM). L'application de ces différentes méthodes aux échantillons archéologiques a, elle aussi, bénéficié des résultats obtenus à partir du référentiel expérimental. Cette partie des analyses avait notamment pour objet, moyennant une prise en compte du bruit de fond local, de mettre en évidence des signatures géochimiques pouvant refléter des modes de fonctionnement et d'utilisation spécifique.

Finalement, la mise en perspective de ces différents faisceaux d'informations — macroscopique, microscopique et moléculaire — permet de proposer pour les structures de combustion des sites des Bossats à Ormesson et de Régismont-le-Haut des éléments d'interprétation qui leur sont propres avant de tenter de les confronter au reste du registre archéologique disponible.

# 2. Problématique

Ce travail est en premier lieu sous-tendu par des problématiques archéologiques se rapportant spécifiquement aux structures archéologiques des sites des Bossats et de Régismont-le-Haut, mais il vise à s'intégrer plus largement dans les questionnements actuels sur la place du feu et de ses structures dans les sociétés préhistoriques. Pour aborder ces questions, les considérations méthodologiques se sont néanmoins révélées déterminantes et ont justifié à la fois d'importants développements sur les méthodes mises en œuvre et la constitution d'un référentiel expérimental. Il en résulte une double orientation de ce mémoire, tâchant à la fois de répondre à des objectifs archéologiques tout en plaçant au cœur de ses considérations des enjeux méthodologiques.

## 2.1. Les objectifs archéologiques

Pour les deux sites archéologiques inclus dans l'étude, les interrogations peuvent être regroupées en trois principaux domaines dont les aspects et l'analyse sont étroitement liés :

– Évaluation des processus taphonomiques et de l'évolution post-dépositionnelle.

Pour ces deux sites de plein air, la prise en compte de l'influence des agents naturels et anthropiques sur la préservation des structures de combustion et de leurs constituants est essentielle afin de pouvoir évaluer la pertinence des interprétations proposées. La question de l'altération (anthropique) des constituants en lien avec la combustion devra donc être traitée conjointement avec celle de la dégradation (naturelle et éventuellement anthropique) des structures et de leurs contenus. Dans ces domaines, ce sont à la fois les observations de terrain et les résultats micromorphologiques qui sont attendus, mais la prise en compte de l'état de la matière organique sera également déterminante.

– Reconstitution des conditions de fonctionnement.

Au moyen des témoins de combustion minéraux et organiques, les modalités de fonctionnement des structures devront être discutées afin de mettre en avant les éventuels parallèles et divergences qui définissent chacune d'entre elles. La nature des aménagements et des combustibles ainsi que les rythmes d'utilisation et d'entretien sont les principaux points sur lesquels des réponses sont attendues. À ce titre, les différentes échelles d'analyse seront mobilisées et leurs résultats bénéficieront des clefs de lecture fournie, entre autres, par le référentiel expérimental.

– Interprétation de la fonction et utilisation.

Dans ce domaine, un premier registre d'information est susceptible d'être apporté par le mode de fonctionnement de chaque structure. Malgré tout, c'est l'analyse du contenu de ces structures à différentes échelles qui est à ce sujet la plus susceptible d'apporter des informations originales. Pour ce faire une attention particulière est portée à la matière organique, notamment amorphe, en raison de sa potentielle relation avec les produits ayant pu être exploités à l'aide des structures de combustion.

Finalement, ces axes de recherche s'inscrivent dans les questionnements plus larges portant sur l'étude de l'organisation et de la fonction des espaces. À ce titre, la contextualisation de données issues de l'étude des structures de combustion doit permettre, à terme, d'apporter de nouveaux éléments de discussion concernant des espaces qui ont pour le moment essentiellement été définis à partir des éléments de la culture matérielle.

### 2.2. Les enjeux méthodologiques

Parallèlement, cette étude cherche également à mettre en place, ou plus exactement à réunir, différentes approches permettant d'analyser les structures de combustion. À cet égard, ce sont particulièrement trois aspects qui seront explorés :

– Élaboration d'une méthodologie multiscalaire.

Les méthodes permettant d'étudier les différentes facettes des structures de combustion sont extrêmement nombreuses et diversifiées. Les choix qui ont été faits dans cette étude s'appuient notamment sur une revue de la littérature et des résultats qui y sont obtenus. Ils correspondent également à la volonté de pouvoir conserver un continuum entre les différentes échelles d'observation et d'orienter une part importante de la recherche sur la matière organique. L'un des objectifs de ce travail est donc de tester cette démarche tâchant d'intégrer plusieurs outils ayant déjà fait leurs preuves séparément dans le domaine de l'étude des structures de combustion (micromorphologie et CG-SM) ou moins habituelles dans ce cadre (analyse élémentaire C/N et py[TMAH]-CG-SM).

– Évaluation des différentes méthodes d'analyses géochimiques.

En ce qui concerne plus spécifiquement les analyses géochimiques, la combinaison de deux méthodes documentant différents pools de matières organiques est appliquée afin de tester leur complémentarité. Au côté de la CG-SM, relativement « classique » de nos jours pour ce qui est de son application en contexte archéologique, l'emploi de la py[TMAH]-CG-SM a pour objectif d'explorer les composés organiques récalcitrants pouvant, *a priori*, faire l'objet d'une conservation sur le temps long. Une réflexion est également conduite sur l'emploi des distributions d'acide gras en guise de proxies pour la caractérisation de la matière organique des structures de combustion. Sur ces deux aspects, l'exploitation des résultats expérimentaux, pour lesquels les variables sont mieux maîtrisées que dans le cas des échantillons archéologiques, doit notamment permettre une approche critique.

– Enrichissement du cadre interprétatif par l'expérimentation.

La constitution et l'analyse d'un corpus de données expérimentales répondent également au besoin d'affiner les critères macroscopiques, microscopiques et moléculaires permettant de proposer des hypothèses interprétatives pour les résultats archéologiques. À cet égard, les recherches effectuées se sont essentiellement intéressées aux questions de la différentiation des types de combustible et des rythmes de fonctionnement à partir du registre sédimentaire. Bien qu'initialement conçues pour répondre aux questionnements propres au site de Régismont-le-Haut, les conclusions et les ouvertures de cette démarche expérimentale dépassent ce cadre, comme le montre leur applicabilité au cas des Bossats, et sont donc discutées à une échelle plus large.

Afin de mieux restituer ces différentes interrogations dans leurs contextes, la partie suivante tâche de dresser une synthèse des approches mises en œuvre et des résultats des travaux antérieurs. La critique des méthodes d'analyses employées sert également de justification au choix fait dans ce travail.

# Partie II. État de l'art

## 1. Feu et foyers au Paléolithique : une brève historiographie

Cette courte synthèse est en grande partie basée sur les quelques publications qui se sont penchées sur l'histoire des recherches concernant les témoins de l'utilisation du feu par les Hommes préhistoriques. Citons pour mémoire l'ouvrage fondateur de Perlès, *La Préhistoire du feu* (1977), le bilan de Gascó et Muller-Pelletier (2007) lors du XXVIe Congrès préhistorique de France en 2004, la récente notice de Mentzer pour l'*Encyclopedia of Geoarchaeology* (Mentzer, 2017) ou dernièrement les articles de Sandgathe et Berna (2017) et Sandgathe (2017).

Les recherches sur l'utilisation du feu par l'Homme sont parmi celles qui, en Europe, ont marqué les débuts de l'archéologie préhistorique dans la seconde moitié du XIXe siècle. Les débats sont dans un premier temps axés sur la reconnaissance (et l'admission) des traces matérielles de l'existence du feu durant la Préhistoire. À ce titre, les discussions sont nombreuses, par exemple dans les *Bulletins de la Société d'anthropologie de Paris*, et nous ne retiendrons ici qu'en guise d'exemples celles autour des silex découverts à Thenay en 1867 (Bourgeois, 1868). Ces pièces, considérées selon leurs défenseurs comme « étonnées par le feu », vont alimenter plusieurs décennies de prises de position qui illustrent alors la mise en place progressive de critères permettant de diagnostiquer, entre autres, les traces de feu préhistorique (*e.g.* de Mortillet, 1883 ; d'Acy, 1885)[1]. Dans le même temps, des discussions plus théoriques abordent déjà, et malgré l'indigence des évidences matérielles, la question des modalités de la découverte et de la domestication du feu. À ce propos une intervention de Broca (1870) lors d'une séance de Société d'anthropologie de Paris fixe, à notre connaissance, les premières bases d'un processus en trois étapes toujours présent dans la littérature (*e.g.* Twomey, 2011 ; Sandgathe, 2017): 1/ connaissance du feu, 2/ utilisation du feu et 3/ production du feu. À ces discussions s'ajoute un profond intérêt pour une ethnologie naissante dont les résultats vont être repris pour appuyer des raisonnements analogiques sur la production du feu, sa place dans les habitats et plus largement dans les comportements (*e.g.* Quatrefages, 1884 ; Gascó et Muller-Pelletier, 2007).

Dans la première moitié du XXe siècle, l'entrain pour les structures de combustion s'amenuise au profit des approches plus typologiques de l'archéologie qui favorisent alors l'étude du mobilier (Perlès, 1977). Le foyer, terme ambigu désignant tour à tour la structure de combustion et le lieu de vie, sert alors à affirmer le découpage stratigraphique du site, mais les structures de combustion ne sont que rarement étudiées en détail. Durant cette période, les documents produits par les fouilles mentionnent, au mieux, la présence de foyers et les descriptions précises sont rares (*e.g.* Breuil, 1931 ; Lemarteleur, 1934 ; Pradel, 1947).

À partir des années 1960, un regain d'intérêt pour le feu coïncide avec l'essor des fouilles en aire ouverte. Le foyer devient l'un des éléments structurant la lecture des sites archéologiques suivant en France l'exemple des fouilles de Pincevent (La Grande-Paroisse, Seine-et-Marne ; Leroi-Gourhan et Brézillon, 1966 et 1972). Dans le même temps, les travaux menés lors des séminaires sur les structures d'habitat dirigés par Leroi-Gourhan (1973) ont permis de fixer un vocabulaire « d'attente » encore largement utilisé. Ces évolutions s'accompagnent par le développement de

1 Rappelons que les discussions entourant ces vestiges s'inscrivent dans les débats relatifs à l'existence d'industries très anciennes, en l'occurrence tertiaire (voir à ce propos les travaux de Dubois, 2011: 238-257).

nouvelles méthodes d'étude reposant entre autres sur la physique, la chimie et la géologie, et que nous développons plus loin (cf. Partie II.2). Le colloque qui s'est tenu à Nemours (Seine-et-Marne) en 1987 (Olive et Taborin, 1989) a eu pour vocation de rassembler les différents acteurs de cette phase de la recherche que Gascó appelle « l'apprentissage des possibles » (Gascó et Muller-Pelletier, 2007) et livre un instantané des avancées méthodologiques de l'époque.

Le feu tient toujours une place importante dans l'analyse récente des sociétés paléolithiques. Notamment, la recherche de traces les plus anciennes possible de la « domestication » du feu par l'Homme est toujours un sujet fécond (voir par exemple la synthèse de Alperson-Afil et Goren-Imbar, 2007 ; Figure II.1) bien que la mise en évidence de celles-ci pour les périodes antérieures au Paléolithique moyen soit la plupart du temps problématique (*e.g.* Stahlschmidt *et al.*, 2015 ; Goldberg *et al.*, 2017). La publication récente (Current Anthropology, 2017, 58, suppl. 16) des actes du symposium *Fire and the Genus* Homo, tenu en 2015 à Sintra (Portugal), fait à ce titre la part belle aux contributions revenant sur les critères analytiques et théoriques permettant à ce jour d'aborder les structures de combustion préhistoriques au moyen de l'archéologie, de la géoarchéologie, et des approches expérimentales et ethnographiques.

**Figure II.1:** Distribution chronologique et géographique des principales traces de feu « ancien » (d'après Alperson-Afil et Goren-Imbar, 2007).

Les études actuelles qui s'intéressent aux structures de combustion préhistoriques font l'objet des paragraphes suivants. Ceux-ci présentent dans un premier temps les principes généraux qui sous-tendent l'étude et l'interprétation de ces vestiges avant d'insister sur les nombreux travaux expérimentaux qui les ont concernés. Un état des lieux des travaux, qui ont analysé des structures de combustion *via* 1/ la micromorphologie et 2/ la géochimie, est ensuite dressé. Enfin, une synthèse générale de ces recherches est formulée avant de justifier les choix méthodologiques qui ont été faits dans ce travail.

# 2. Étude des structures de combustion

## 2.1. Principes généraux de l'étude des structures de combustion préhistoriques

### *2.1.1. Du terrain ...*

C'est à partir de la seconde moitié du XXe siècle, ainsi que nous l'avons vu, que les fouilles des structures de combustion vont progressivement se multiplier, en particulier en France avec l'essor des fouilles en aire ouverte sur les sites de plein air du Bassin parisien. Malgré les efforts pour formaliser la description de ces vestiges, avec notamment les séminaires de Leroi-Gourhan au Collège de France (1973), il faut reconnaître que la méthodologie à adopter sur le terrain pour fouiller, enregistrer et échantillonner ces structures est peu évoquée. Ainsi, dans les publications méthodologiques de Leroi-Gourhan (*e.g.* 1950 et 1963) ou dans celles de présentation des recherches à Pincevent (Leroi-Gourhan et Brézillon, 1966 et 1972), l'accent est mis sur les méthodes de fouilles et d'enregistrement des artefacts, mais la question de la marche à suivre concernant les structures, dont celles de combustion, n'est pas abordée. À notre connaissance, aucune publication n'a concerné cette question avant les années 1990. Entre temps, une certaine latitude est donc laissée aux archéologues et la documentation qui en découle est donc logiquement hétérogène. Pour chaque structure, les questions sont souvent nombreuses lorsque l'on consulte la documentation disponible :

- Fouille de la structure dans son intégralité ou non ?
- Enregistrement en plan et/ou en coupe ?
- Stratigraphie interne des comblements / dépôts ?
- Enregistrement du mobilier et des blocs ?
- Tamisage des sédiments ?
- Prélèvements systématiques ? Par Unités Stratigraphiques (US) ? Dans quel(s) but(s) ?

À la fin du XXe siècle, la multiplication des études (*e.g.* Olive et Taborin, 1989 ; Wattez, 1992 ; March, 1995) conduit toutefois à une relative standardisation des pratiques sur le terrain, avec en particulier la pratique de la fouille en quarts (ou moitiés) opposés qui permet de concilier les approches horizontale et verticale tout en réservant d'éventuels prélèvements en bloc orienté par exemple. Malgré tout, ce consensus demeure informel et chaque site/archéologue l'adapte, en fonction de ses problématiques/impératifs.

Tirant parti de ces avancés, le mémoire de DEA de Muller (2001) est, à notre connaissance tout du moins, en langue française le seul exemple d'une formalisation poussée de la marche à suivre concernant la fouille et l'enregistrement des structures de combustion (en l'occurrence en contexte néolithique ; Figure II.2A). Cette méthode adopte une fouille à plat de toute la structure avec un enregistrement fin des subdivisions internes de la stratigraphie, des artefacts et de leurs relations. L'objectif de cette démarche est la reconstitution de la « micro-histoire » de chaque structure,

notamment au moyen de profils théoriques (VDP : Verticalisation des Données Planimètriques ; Figure II.2B). Plusieurs études de cas suivant cette approche ont depuis été publiées et illustrent ses potentialités (Muller-Pelletier, 2006 ; Muller-Pelletier et Pelletier, 2010).

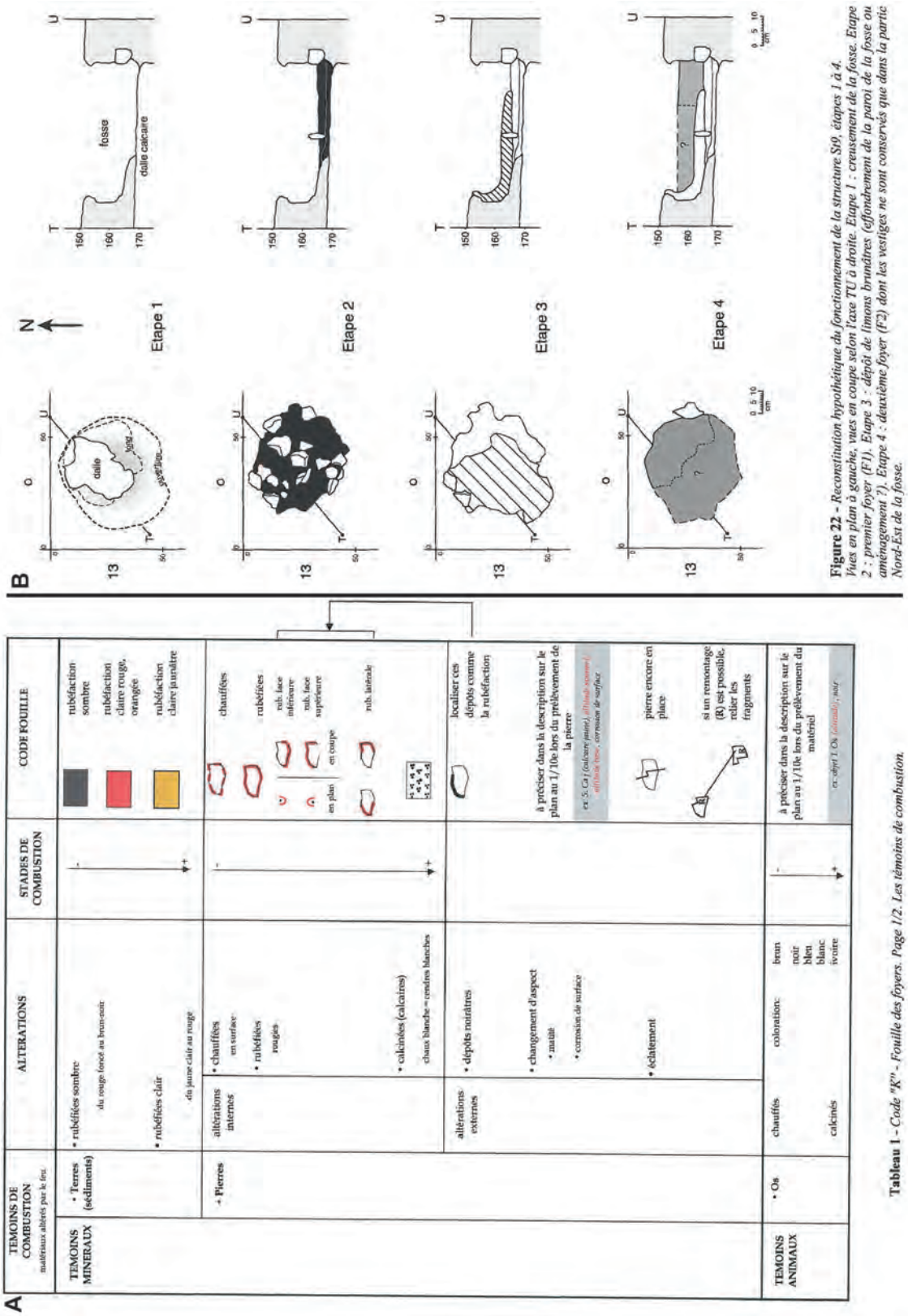



**Figure 22** - *Reconstitution hypothétique du fonctionnement de la structure S19, étapes 1 à 4. Vues en plan à gauche, vues en coupe selon l'axe TU à droite. Etape 1 : creusement de la fosse. Etape 2 : premier foyer (F1). Etape 3 : dépôt de limons brundtres (effondrement de la paroi de la fosse ou aménagement ?). Etape 4 : deuxième foyer (F2) dont les vestiges ne sont conservés que dans la partie Nord-Est de la fosse.*

**Tableau 1** - *Code "K" - Fouille des foyers. Page 1/2. Les témoins de combustion.*

**Figure II.2:** Méthode d'enregistrement et d'étude des foyers néolithiques de C. Muller (d'après Muller, 2001). A/ Extrait du « code de fouille » des foyers utilisé pour l'enregistrement sur le terrain. B/ Extrait d'un exemple de reconstitution de la micro-histoire d'un foyer.

Plus récemment, dans un manuel espagnol sur les méthodes de terrain, March et Soler Mayor (2007) signent un encart détaillant leur méthode pour la fouille « correcte » (*sic*) des structures de combustion. Il s'agit d'une variation de l'approche reposant sur la fouille en quarts à laquelle s'ajoute la préservation de bermes au sein de la structure (Figure II.3). Cette méthode implique le décapage successif des constituants de chaque quart et permet la levée de nombreuses coupes puis finalement le prélèvement des bermes. Dans le meilleur des cas, tous les sédiments et artefacts formant la structure seront localisés et conservés afin de permettre leur analyse ultérieure.

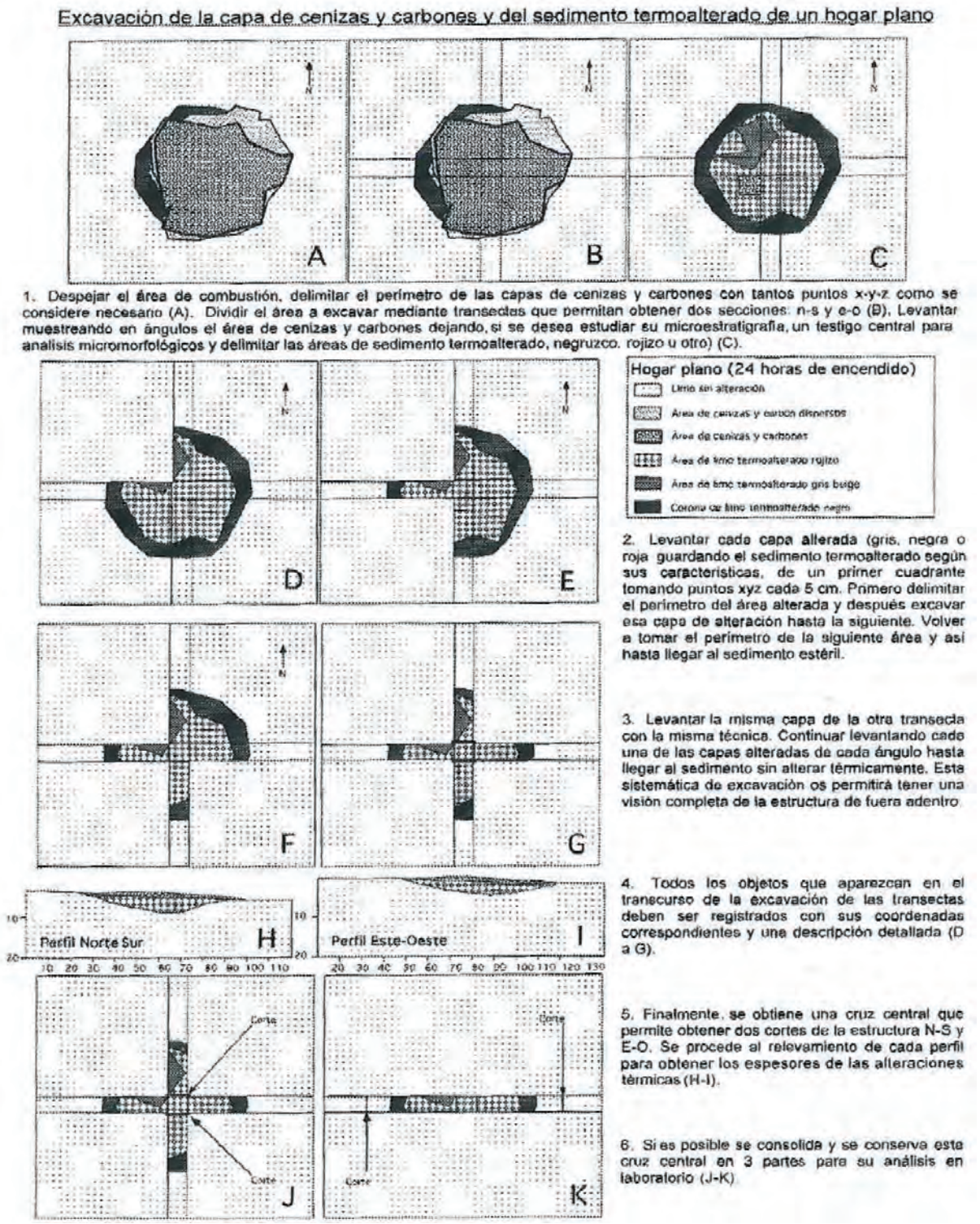



**Figure II.3:** Méthode théorique de fouille pour un foyer à plat (d'après March et Soler Mayor, 2007).

À partir de ces données de terrain, l'interprétation suit les principes classiques de l'archéologie en tentant de mettre en évidence les différentes étapes de réalisation et d'utilisation de la structure tout en prenant en compte les processus taphonomiques. Les résultats d'éventuelles études spécifiques (anthracologie, remontage de blocs, microstratigraphie, etc.) sont intégrés à cette démarche qui se veut le plus souvent interdisciplinaire et collective.

### *2.1.2. ... à l'interprétation palethnographique*

Pour approfondir les conclusions basées sur les données issues de la fouille, l'interprétation des structures de combustion fait fréquemment, explicitement ou non, appel aux informations issues de l'ethnographie et de l'anthropologie sociale.

La documentation primaire, sans aucun doute extrêmement abondante, est cependant peu fréquemment mobilisée ou détaillée et les travaux de référence mis en œuvre en archéologie préhistorique sont le plus souvent issus d'études et de synthèses faites pour et/ou par des archéologues. Une bonne part de cette documentation ethnoarchéologique est « anglo-saxonne », avec par exemple les travaux de Binford (1978a, 1983, 2001), de Yellen (1977), Kelly (1995), ou encore David et Kramer (2001) bien que des travaux francophones soient également à rapporter comme ceux de Testart (1982) ou de Gallay (2011).

#### *2.1.2.1. Organisation des campements*

A propos de l'organisation des campements, dans laquelle les structures de combustion sont généralement impliquées, au minimum au travers de leur position, ce sont sans doute les modèles de Leroi-Gourhan et de Binford qui ont, en France, le plus influencé les recherches des dernières décennies. Il est intéressant de noter qu'une fois de plus en ce qui concerne les structures de combustion paléolithiques (françaises), le débat s'initie à partir des publications de Leroi-Gourhan et Brézillon à propos de Pincevent (1966 et 1972). Dans la synthèse qu'il propose en 1983, Binford base en effet une partie de sa réflexion sur la discussion des propositions d'organisation de l'espace faite pour les occupations de Pincevent (Figure II.4.) Quoi qu'il en soit, le foyer devient dès lors un sujet d'attention particulièrement central, car il est dorénavant l'un des principaux éléments structurant les espaces que l'on cherche à décrire et interpréter.

Le modèle de Leroi-Gourhan repose sur l'opposition de part et d'autre d'un foyer (Figure II.4. A) entre un espace « retiré » (correspondant notamment au couchage et potentiellement couvert ; Figure II.4.C) et un espace d'évacuation des déchets (Figure II.4.D, E, F et G). Autour du foyer, l'espace d'activité s'organise en fonction de son incorporation ou non à un espace couvert (Figure II.4.B1 et 2). Ce modèle et ses limites ont abondamment été discutés (*e.g.* Audouze, 1987), aussi nous nous contenterons de préciser ici que ses principes sont toujours utilisés, moyennant de plus ou moins grands ajustements, dès lors que l'on tente de préciser l'organisation des unités domestiques des sites magdaléniens du bassin parisien (Julien *et al.*, 1987 ; Olive, 1997 ; Bodu *et al.*, 2006 ; Julien et Karlin, 2014). Un paradoxe, déjà souvent souligné, réside dans le fait que ce modèle établi par le père de l'ethnologie préhistorique ne renvoie à aucune source ethnographique explicite. Comme le résume Audouze (1987), ce « *modèle est la synthèse d'observations archéologiques pratiquées sur un site unique* » (p. 346). Leroi-Gourhan souligne lui-même que ce modèle est avant tout un « *portrait-robot de l'habitation magdalénienne de Pincevent* » (Leroi-Gourhan et Brézillon, 1972 : p. 247) et, en conséquence, n'a pas eu comme ambition première d'être appliqué, parfois au forceps, à tous les sites préhistoriques découverts depuis.

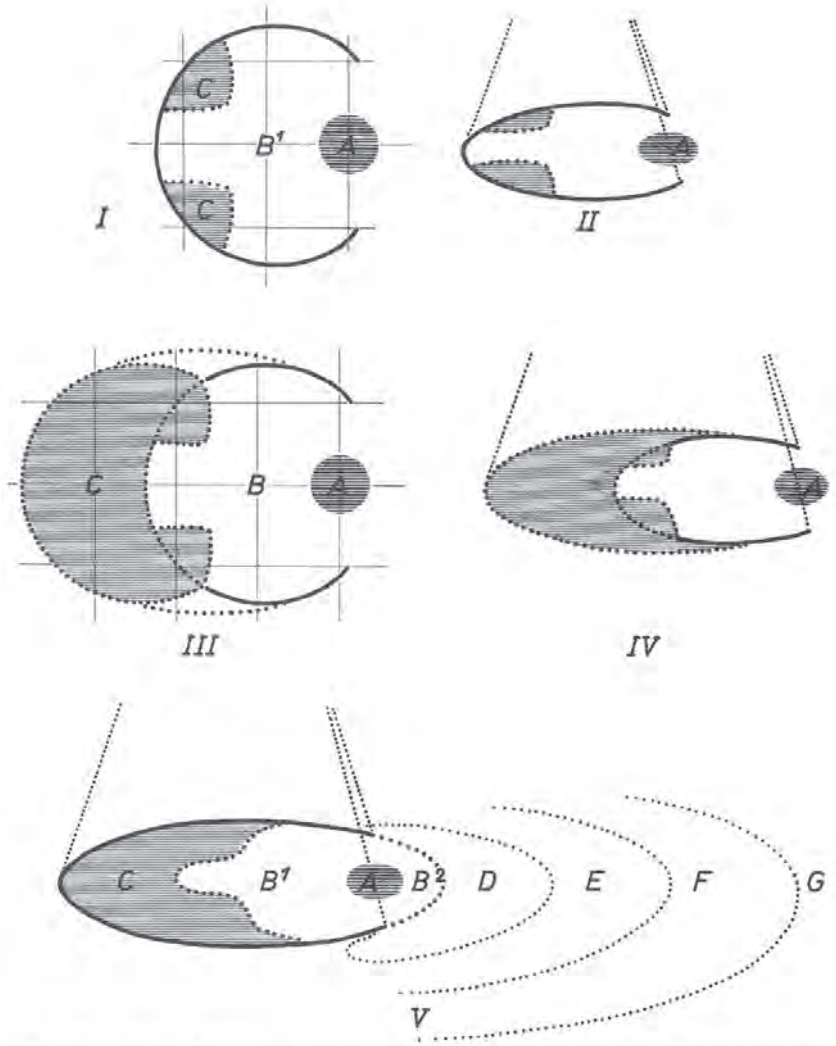



FIG. 174. — Modèle théorique des habitations de la section 36. I : modèle conforme à celui de l'habitation n° 1. La partie libre de vestige et d'ocre (C) est réduite à deux surfaces de dimensions restreintes. II : vue oblique. III : modèle développé, dans lequel la surface couverte est ovale et ménage une large surface C délimitée par une cloison avec ouverture sur B ou par une couchette en croissant, surélevée. IV : vue oblique. V : vue oblique du modèle complet d'une unité d'habitat; A : foyer; B¹ : espace interne d'activité domestique; B² : espace externe d'activité domestique; C : espace réservé. D : espace d'évacuation rapprochée; E : espace d'évacuation dispersée; F : espace d'évacuation raréfiée; G : espace des découvertes isolées.

**Figure II.4:** Modèle théorique proposé en 1972 par A. Leroi-Gourhan pour l'organisation des habitations de la section 36 de Pincevent (d'après Leroi-Gourhan et Brézillon, 1972).

Dans ce cadre se construit une opposition, souvent teintée de complémentarité fonctionnelle, entre des foyers dits « domestiques », aux cœurs d'aires d'activités nombreuses et diversifiées, et des foyers annexes ou satellites correspondant à des aires d'activités spécifiques ou peu nombreuses. Un parallèle est également établi entre des structures domestiques lourdement aménagées (en creux, empierrées, avec traces d'entretien) et des structures annexes paraissant plus « expédientes » (à plat, sans aménagement de pierre).

Pour sa part, Binford se base principalement sur sa connaissance des Nunamiuts de l'Alaska (1978a et b) tout en mobilisant des références aux Bushmens du sud de l'Afrique et aux Aborigènes d'Australie. Dans la publication de *In Pursuit of the Past* (1983), il introduit deux points essentiels pour l'interprétation des foyers et des espaces qui les entourent : la notion de *drop zone* (zone de chute des déchets) et de *toss area* (zone de rejet des déchets ;Figure II.5) et l'influence de caractère abrité ou non des foyers (Figure II.5).

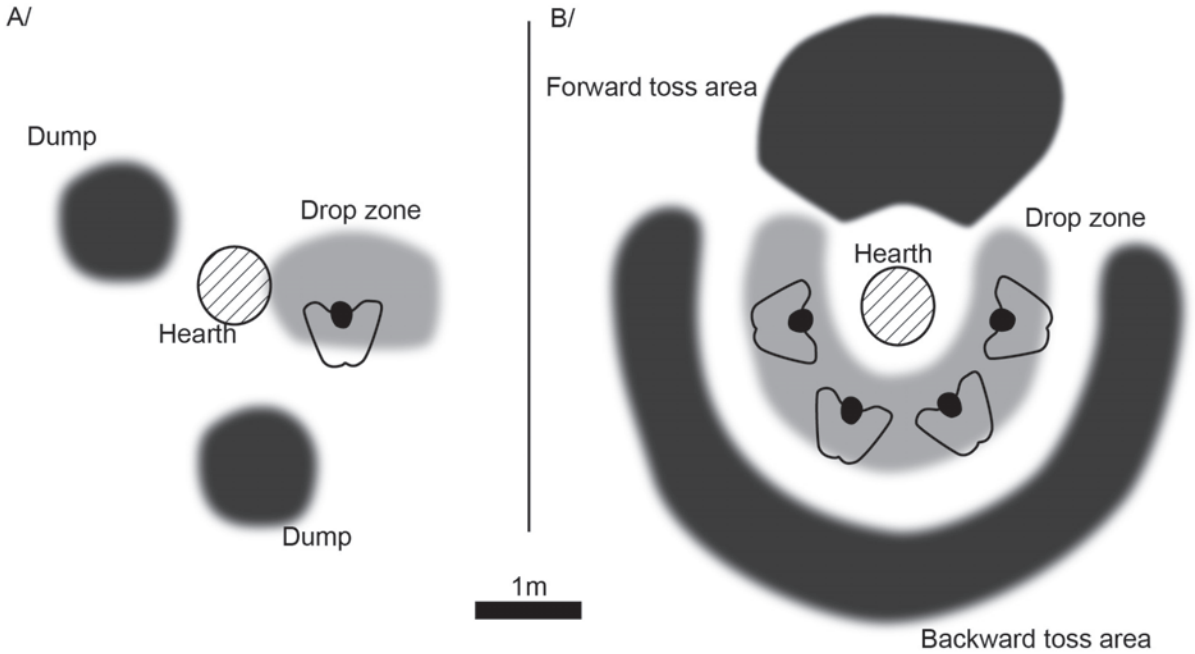
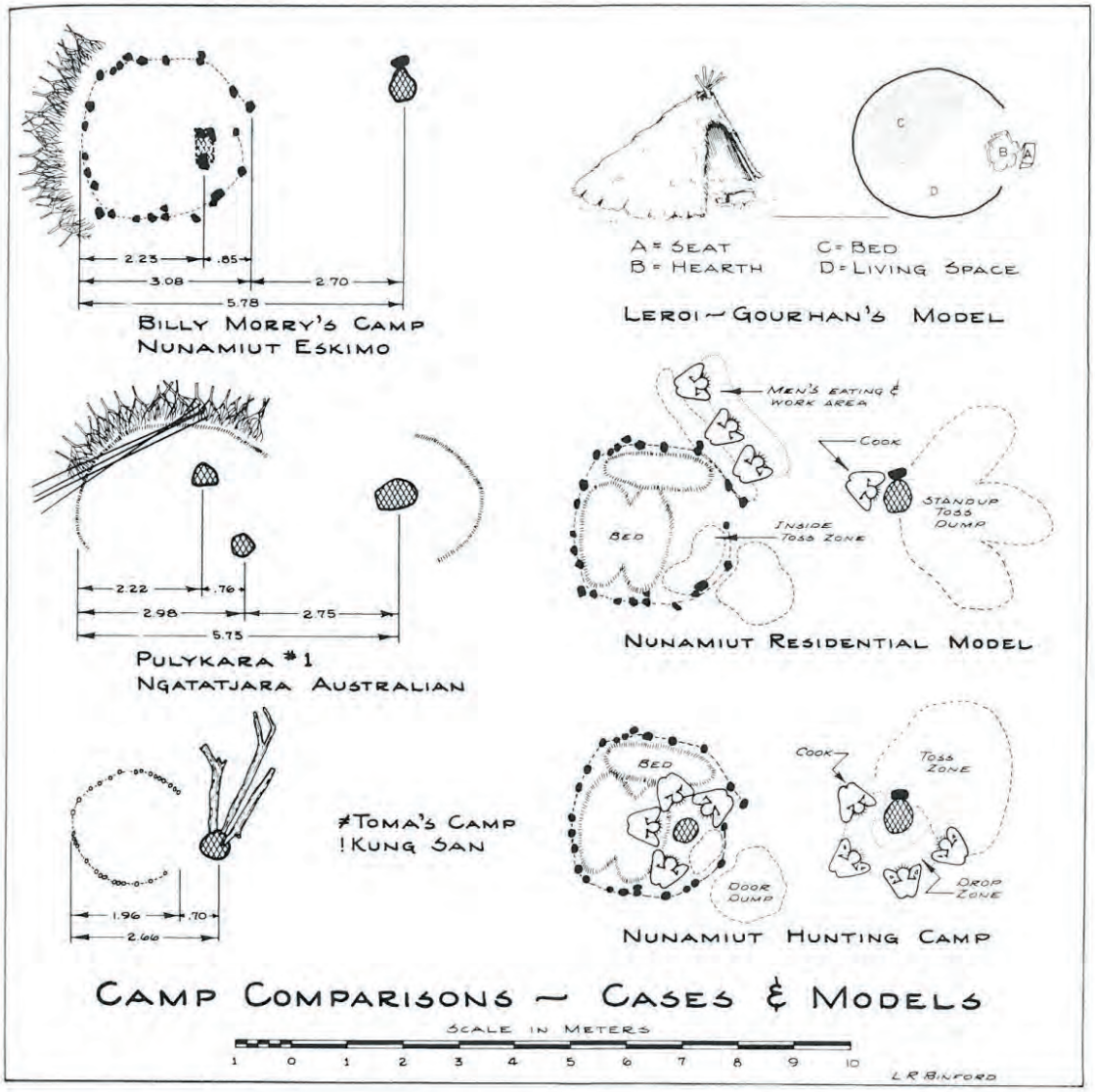



**Figure II.5:** Modèles d'organisation autour de foyers proposés par Binford. A/ Modèle hypothétique pour un foyer utilisé individuellement en extérieur à partir des descriptions de Binford (1983). B/ Modèle pour un foyer « d'hommes » utilisé collectivement en extérieur (d'après Binford, 1983 : ill. 89).

D'après ses observations ethnographiques, Binford propose en premier lieu une distinction entre des foyers utilisés individuellement ou collectivement. Dans le premier cas, ses observations l'ont conduit à souligner l'orientation perpendiculaire de l'utilisateur vis-à-vis de la structure (Binford, 1983 : p. 149-150). Les activités menées avec ou à proximité s'organisent selon un axe permettant à la fois de bénéficier d'un accès commode au feu (« *within an arm's length*»), de dégager un espace suffisant permettant d'intervenir dans celui-ci (« *work in the embers* ») et éventuellement d'aménager un espace à l'aide de pierres (enclume, support pour activités culinaires, etc.). À partir des descriptions de l'auteur et de l'exemple qu'il présente chez les Numaniuts (Binford, 1983 : pp. 153-155), nous avons dressé un schéma illustrant cette situation (Figure II.5A).

Dans le cas où plusieurs personnes sont amenées à utiliser le foyer en même temps, il constate un éloignement de la structure et une organisation circulaire (ou plus souvent en U selon le nombre d'individus ; Figure II.5B). Au cours des activités se déroulant dans ces conditions, il propose de distinguer les accumulations d'artefacts se formant involontairement (*Drop zone*) de celles issues d'activités volontaires de rejets (*Toss area*). Selon lui les *Drop area*, caractérisées par des artefacts de petites dimensions (esquilles de pierre ou d'os par exemple) permettent d'identifier la position des individus

Le second point des propositions de Binford concerne la reconnaissance de critères permettant de distinguer un foyer étant utilisé dans un espace fermé d'un foyer utilisé en espace ouvert. Selon lui dans le premier cas un aménagement plus important des foyers est constaté, afin d'éviter tout risque d'incendie. De plus, que ce foyer soit utilisé pour des activités culinaires ou techniques, il constate que les zones de rejet qu'il observe en extérieur (*Drop zone* et *Toss area*) sont remplacées par une zone de vidange située à l'extérieur de l'abri (*Door dump* ; Figure II.6). Ces différents éléments sont par la suite mis à profit pour discuter du modèle proposé par Leroi-Gourhan pour l'habitation 1 de Pincevent (Leroi-Gourhan et Brézillon, 1966 ; Figure II.6).




115 On the left, comparative sizes and layout of houses and hearths for three different hunter-gatherer groups, the !Kung Bushmen, Nunamiut Eskimo, and Ngatatjara Aborigines. Depicted on the right are three hypothetical models for site structure, the lower two of which are based on ethnographically documented sites.

**Figure II.6:** Exemples ethnographique et modèles d'organisation de l'habitat des Nunamiuts (d'après Binford, 1983).

Quoi qu'il en soit, que l'on considère les commentaires de Leroi-Gourhan à partir de Pincevent ou les modèles de Binford, l'application à des contextes archéologiques paléolithiques demeure un exercice complexe. Du fait de la large marge de manœuvre qui existe autour de modèles ethnographiques employés en préhistoire, chaque archéologue peut généralement trouver un moyen d'adapter son interprétation. Dans ce cadre, les structures de combustion, foyers et vidanges notamment, sont appelées à organiser les activités en des aires tantôt domestiques, tantôt spécialisées. *In fine*, le foyer et son utilisation en eux-mêmes n'auront que peu d'intérêt dans la mesure où c'est son statut d'agrégateur d'activités qui est considéré. Néanmoins, fonction et fonctionnement des foyers sont des thèmes de recherche qui continuent d'exister, et connaissent même dernièrement un véritable essor (cf. *infra*).

### 2.2. L'apport des démarches expérimentales antérieures

Comme de nombreux domaines de l'archéologie, l'étude des structures de combustion préhistoriques a fait, et continue de faire, l'objet de démarches expérimentales visant à tester des hypothèses en tâchant de contrôler un certain nombre de variables. Dans la même ligne que les autres champs de l'archéologie expérimentale, une formalisation des hypothèses de recherches et la mise en place de protocoles clairement définis sont les éléments permettant d'opérer une distinction entre les démarches strictement expérimentales vis-à-vis d'autres approches qui relèvent plus à proprement parler de la reconstitution et de la médiation scientifique (*e.g.* Reynolds, 1999 ; Outram, 2008).

Également, à l'image des autres domaines investigués *via* l'expérimentation, il est possible de séparer, d'un point de vue essentiellement théorique, les démarches expérimentales se déroulant en milieu contrôlé (en laboratoire) de celles ayant lieu en milieu réaliste, généralement dénommées approches actualistes. Loin d'être exclusives, ces deux approches sont en réalité interdépendantes comme cela sera vu plus loin. Outram (2008) souligne d'ailleurs le caractère essentiel d'un aller-retour constant entre ces deux aspects :

« *These two approaches naturally follow on from, and complement, each other. Laboratory experiments provide a sound understanding of scientific principles through the careful control of variables, while 'actualistic' experiments test out hypothetical scenarios using potentially authentic materials and conditions* » (Outram, 2008 : p. 2)

La synthèse suivante se concentre sur les travaux traitant directement des questions de fonction et de fonctionnement des foyers. Les travaux ayant trait à l'allumage du feu ont donc volontairement été écartés dans la mesure où cet aspect semblait peu pertinent dans le cadre de ce travail. Des revues de cette question ont par ailleurs récemment été publiées (Roussel, 2005 ; Sorensen *et al.*, 2014).

Il a été tenté de dresser ici un bilan des travaux antérieurs. Celui-ci, à défaut d'être exhaustif, se veut avant tout représentatif des grandes tendances qui ont motivé ces recherches. Nous avons ainsi recensé 80 publications (articles, actes de colloque, monographies, travaux universitaires, etc.) présentant des données primaires ayant trait à des expérimentations liées aux structures de combustion préhistoriques (cf. Annexe A). Les publications puisant dans ces données ou se référant à elles, mais qui ne les concernent pas directement, n'ont pas été retenues. Les thématiques sont diverses et souvent multiples au sein d'une même publication, ce qui se traduit par une grande variabilité des approches méthodologiques (Tableau II.1). Ces deux points sont donc traités successivement avant d'en dresser un bilan critique.

Notons que, d'un point de vue purement descriptif, 46.3% de ces publications sont postérieures à 2010, 27.5% datent d'entre 2000 et 2009, 13.7% d'entre 1990 et 1999, 11.3% entre 1980 et 1989 et seulement 1.2% sont antérieures à 1979. Bien que cette tendance soit sans aucun doute en partie imputable à nos recherches bibliographiques et aux évolutions des modes de publication, cela traduit malgré tout une dynamique de recherche puisant ses racines, pour la France et l'Europe notamment, dans les initiatives construites autour de A. Leroi-Gourhan durant les années 1970. À partir des années 2000, ces thématiques de recherche connaissent un nouveau souffle

accompagné d'une large diffusion internationale. Par ailleurs, la majorité de ces travaux reposent sur des expérimentations en milieu réaliste uniquement (55%), les expériences en laboratoire (24%) ou bien croisant les deux approches (21%) étant moins fréquentes.

| Méthode et approche | n | Thématique | n |
|---|---|---|---|
| Thermocouple/Thermogravimétrie | 42 | Thermodynamique | 26 |
| Observation macro | 20 | Altération artefact | 19 |
| Géochimie orga/Soil analysis/Isotopie | 15 | Fonctionnement structure | 17 |
| Micromorphologie | 15 | Propriété combustible | 17 |
| FTIR/IR | 11 | Paléothermomètre | 14 |
| Microscopie/Pétrographie/MEB | 11 | Altération sédiment | 13 |
| Archéozoologie | 10 | Détermination cendres/phytolithes | 12 |
| XRD/XRF/SAXS | 8 | Altération roche | 8 |
| Anthracologie/Phytolithe | 7 | Altération OM | 5 |
| Modélisation | 6 | Altération structure | 4 |
| Colorimétrie/Réflectance | 5 | Effet feu/sol | 4 |
| Susceptibilité magnétique | 5 | Origine OM | 4 |
| Thermoluminescence | 5 | Altération bois/charbon/végétaux | 3 |
| Ethnographie | 4 | Estimation durée | 2 |
| Taphonomie | 4 | Distinction origine naturelle/anthro | 2 |
| Raman/Spectroscopie | 3 | | |

**Tableau II.1:** Méthodes/approches employées et thématiques abordées dans les 80 articles que nous avons recensés.

### *2.2.1. Méthodes et approches employées*

Concernant les approches adoptées pour acquérir et exploiter les résultats issus de ces travaux expérimentaux, il convient de souligner l'aspect pluridisciplinaire de ces recherches. En effet, parmi les 80 publications que nous avons retenues, la majorité a recours à deux (46.25%), trois (18.75%) ou quatre (10%) méthodes différentes. Seuls 25% de ces études se contentent d'un unique axe d'analyse. Le contrecoup de ce choix est, compte tenu des formats de publication, que les données et leurs discussions sont souvent très synthétisées, ce qui peut par moment rendre délicate leur réutilisation. Par ailleurs, le manque d'homogénéité dans les démarches adoptées ou le caractère unique de certaines études peut parfois limiter la critique et l'application des résultats obtenus. Malgré tout, ces démarches pluridisciplinaires permettent d'aborder des facettes complémentaires des structures de combustion qui constituent des systèmes complexes pour lesquels il paraît difficile de se contenter d'une seule variable étudiée.

La tendance dominante est de prendre en compte l'évolution des températures en différents points des structures, ceci au moyen de thermocouples (*e.g.* Fenn *et al.*, 1976 ; Phillips *et al.*, 1987 ; Canti et Linford, 2000 ; Théry-Parisot, 2001 ; Soler Mayor, 2003a et b ; Théry-Parisot *et al.*, 2010b ; Bentsen, 2013 ; Aldeias *et al.*, 2016a), plus rarement de peinture thermosensible (Gimeno-García *et al.*, 2004). Les températures ainsi mesurées servent ensuite généralement de base pour la description des altérations thermiques subies par les matériaux et artefacts impliqués dans le fonctionnement ou l'utilisation des structures. Ceux-ci sont généralement décrits au préalable à l'échelle macroscopique (*e.g.* Fernández Peris *et al.*, 2005 ; Théry-Parisot et Costamagno, 2005 ; Kot, 2012) en suivant par exemple les principes descriptifs de l'archéozoologie (Thery-Parisot, 2001 ; Costamagno *et al.*, 2009 et 2010 ; Gerbe, 2010 ; Théry-Parisot *et al.*, 2010b ; Yravedra et

Uzquiano, 2013 ; Pérez *et al.*, 2017 ;) ou de l'anthracologie (Théry-Parisot, 2001 et 2002 ; Théry-Parisot et Costamagno, 2005 ; Fiorentino et D'Oronzo, 2010 ; Théry-Parisot *et al.*, 2010b ; Bentsen, 2014 ; Henry et Théry-Parisot, 2014). Bien souvent, une orientation taphonomique est également présente dans les travaux de ce type (Stiner *et al.*, 1995 ; Théry-Parisot, 2001 et 2002). Toujours à partir des données thermiques obtenues lors des expérimentations, plusieurs travaux ont visé à modéliser numériquement le fonctionnement des structures de combustion afin notamment d'y étudier les processus de transfert de chaleur (March et Ferrerri, 1989 ; Sergant *et al.*, 2006 ; Brodard, 2013 ; March *et al.*, 2014 ; Brodard *et al.*, 2015).

Mais une tendance de plus en plus nette voit se multiplier des analyses à des échelles bien plus fines. En effet, de nombreuses méthodes physico-chimiques et d'imagerie trouvent des applications dans ce domaine de l'altération thermique des matériaux.

Des techniques d'imageries optique ou électronique sont ainsi fréquemment mises en œuvre afin d'approfondir les observations effectuées à l'échelle macroscopique. Pour ce faire, ce sont principalement les techniques optiques qui sont employées. Une large part des travaux concerne l'étude des sédiments selon les principes de la micromorphologie des sols (Wattez, 1988 et 1992 ; Orliac et Wattez, 1989 ; Schiegl *et al.*, 1996 ; Simpson *et al.*, 2003 ; Shahack-Gross *et al.*, 2004 ; Berna *et al.,* 2007 ; Mallol *et al.*, 2007, 2013a et b ; Miller *et al.*, 2010 ; Briz-Godino *et al.*, 2011 ; Miller et Sievers, 2012 ; Aldeias *et al.*, 2016a et b) mais des travaux pétrographiques (Soler Mayor, 2003a et b) ou traitant des phytolithes (Delhon, 2010 ; Gur-Arieh *et al.*, 2013) reposent également sur l'emploi de microscopes optiques. Les travaux ayant recours à des appareillages électroniques, notamment le MEB (Microscope Electronique à Balayage), sont quant à eux moins fréquents (Wattez, 1988 et 1992 ; Bazile *et al.*, 1989 ; Schiegl *et al.*, 1996 ; Soler-Mayor, 2003b ; Shahack-Gross et Ayalon, 2013 ; Smolderen, 2016). Dans la plupart de ces travaux, l'objectif est de déterminer à différentes échelles d'observation les critères permettant de diagnostiquer les altérations thermiques subies par le ou les matériaux considérés.

Les analyses physicochimiques entreprises peuvent être divisées entre des approches plutôt issues des sciences des matériaux et un autre volet plus directement lié à la géochimie organique et la science du sol.

Dans le premier cas, l'objectif est généralement d'identifier et de décrire l'altération d'un matériau. Pour ce faire, les méthodes employées sont nombreuses, à la fois en raison de la diversité des matériaux, mais aussi des développements méthodologiques. Les analyses spectroscopiques, FTIR (*Fourier Transform InfraRed spectroscopy*) notamment, mais aussi Raman, sont ainsi particulièrement nombreuses. L'application de ces méthodes vise le plus souvent à caractériser des matériaux cendreux (Schiegl *et al.*, 1996 ; Mentzer, 2009 ; Gur-Arieh *et al.*, 2013 ; Shahack-Gross et Ayalon, 2013) ou osseux (Stiner *et al.*, 1995 ; Lebon *et al.*, 2010 ; Reiche *et al.*, 2012). Plus rarement, ce sont des sédiments (en particulier calcaires et /ou riches en cendre : Berna *et al.*, 2007 ; Aldeias *et al.*, 2016a) ou des coquilles de mollusque qui sont examinés (Aldeias *et al.*, 2016b). Ces recherches sont fréquemment couplées à des analyses utilisant les propriétés des rayons X (XRD : *X-ray Diffraction*, XRF : *X-ray Fluorescence*, SAXS : *Small Angle X-rays Scattering*) afin d'étudier les mêmes types de matériaux (March *et al.*, 1993 ; Schiegl *et al.*, 1996 ; Berna *et al.*, 2007 ; Terefe *et al.*, 2008 ; Reiche *et al.*, 2012). D'autres types d'analyse, moins fréquents, sont employés en fonction des types de matériaux ou des problématiques : susceptibilité magnétique

(Phillips *et al.*, 1987 ; Bellomo, 1993 ; Carrancho et Villalaín, 2011 ; Brodard *et al.*, 2012 ; Brodard, 2013) ou thermoluminescence par exemple (Valladas, 1981 ; Brodard *et al.*, 2012 et 2015 ; Brodard, 2013 ; Ferrier *et al.*, 2014).

Enfin, concernant les analyses géochimiques, plusieurs types d'analyses ont été employés afin de caractériser l'effet du feu sur différents types de composés principalement d'origine organique. Ces travaux ont notamment cherché à étudier la matière organique (MO) contenue dans des sédiments (Fenn *et al.*, 1976 ; Debano *et al.*, 1998 ; Gimeno-García *et al.*, 2004 ; Werts et Jarhen, 2007 ; Terefe *et al.*, 2008) au moyen d'analyses classiques en science du sol : analyses granulométriques, teneur en carbone, minéralogie, humidité, hydrophobicité, etc. Ces travaux se sont donc en particulier attachés à mesurer les modifications des propriétés physiques du sol sous l'action du feu. Dans le domaine plus spécifique des expérimentations à visées archéologiques, les analyses mises en œuvre ont plus spécifiquement abordé la question de la caractérisation de la MO liée au fonctionnement des structures de combustion (combustibles, produits cuisinés par exemple). Pour ce faire c'est en particulier la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG-SM) qui a été employée (March, 1995 ; Lucquin, 2007 ; Kedrowski *et al.*, 2009 ; March *et al.*, 2014). Plus ponctuellement, d'autres méthodes d'analyse ont été mises en œuvre (*e.g.* chromatographie en phase liquide à haute performance, CLHP : Cliquet *et al.*, 1989). Enfin, de nouvelles approches sont fréquemment testées (*e.g. direct temperature-resolved mass spectrometry,* DTMS : Reidsma *et al.*, 2016).

Finalement, des travaux plus originaux ont recours à une démarche ethnographique, associant l'observation empirique de l'utilisation de structure à la prise d'échantillon pour des analyses plus détaillées (Shahack-Gross *et al.*, 2004 ; Mallol *et al.*, 2007 ; Briz-Godino *et al.*, 2011 ; Gur-Arieh *et al.*, 2013).

### *2.2.2. Thématiques abordées*

La plus grande part des publications que nous avons consultées se rapporte à l'étude, ou à la description, des évolutions de température dans ou autour de structure de combustion (ce que nous regroupons sous le terme global de « thermodynamique », cf. *infra*). Dans bon nombre de cas, ces travaux sont menés en parallèle à des réflexions sur la formation, la morphologie et l'entretien de ces structures (« fonctionnement structure », cf. *infra*) ou sur les types de combustible ( « combustibles », cf. *infra*).

L'altération des artefacts archéologiques (os, silex, colorant, etc. ; cf. Partie II.2.2.2.2), des sédiments sous-jacents (cf. Partie II.2.2.2.4) ou des roches (le plus souvent calcaires) sous l'effet de la chaleur est également très régulièrement investiguée. Plus rarement, des travaux de taphonomie visent à mieux cerner l'évolution dans le temps des structures ainsi produites ou de certains résidus de combustion. De nombreux travaux ont également porté sur la reconnaissance de différents types de cendres ou de phytolithes.

Une autre part importante des publications aborde l'élaboration de référentiels pour estimer les températures atteintes dans les structures archéologiques ou estimer leur durée de fonctionnement (cf. Partie II.2.2.2.3).

Un ensemble non négligeable de recherches, souvent issues de travaux liés à l'étude des feux de forêt, s'intéresse particulièrement à l'impact du feu sur les propriétés du sol et sur la MO du sol (cf. Partie II.2.2.2.5). Finalement, des travaux plus ponctuels se sont penchés sur l'origine

de composés, souvent organiques, retrouvés dans les foyers. Les phénomènes à l'œuvre sont le plus souvent localement moins marqués, mais offrent néanmoins des points de comparaison pour l'interprétation des structures archéologiques.

#### *2.2.2.1. Thermodynamique, fonctionnement des structures et combustibles*

Un bon nombre de travaux expérimentaux se sont attachés à décrire de façon plus ou moins fine les variations de température durant le fonctionnement de foyers (Figure II.7), et ce depuis la fin des années 1970 (*e.g.* Fenn et al, 1976 ; Laloy, 1981 ; Phillips *et al.*, 1987 ; Orliac et Wattez, 1989). Cette pratique est depuis monnaie courante (*e.g.* March *et al.,* 1993 ; Canti et Linford, 2000 ; Théry-Parisot et Costamagno, 2005 ; Wadley 2009 ; Bentsen, 2012), bien que dans certains cas ces données semblent fournies à titre essentiellement illustratif et sont finalement peu exploitées. En effet, et ce depuis au moins les travaux de Fenn *et al.* (1976), les grandes tendances dans ce domaine semblent relativement fixes et ont récemment fait l'objet de plusieurs publications synthétiques (DeBano, 1998 ; Bentsen, 2014 ; March *et al.,* 2014 ; Aldeias *et al.,* 2016a). Ces travaux montrent qu'en fonction des paramètres de l'expérimentation, de larges gammes de température peuvent être atteintes aussi bien dans, au-dessus et au-dessous des structures de combustion. *In fine*, les paramètres à prendre en compte sont multiples (*e.g.* type de sédiment, état de celui-ci, durée, nombre et intensité de fonctionnement, morphologie de la structure, conditions météorologiques, etc.) et rendent délicates les tentatives de généralisation. Des pistes intéressantes en termes de modélisation numérique ont toutefois été ouvertes dans ce domaine (*e.g.* March et Ferreri, 1991 ; March *et al.*, 2014 ; Brodard *et al.*, 2015).

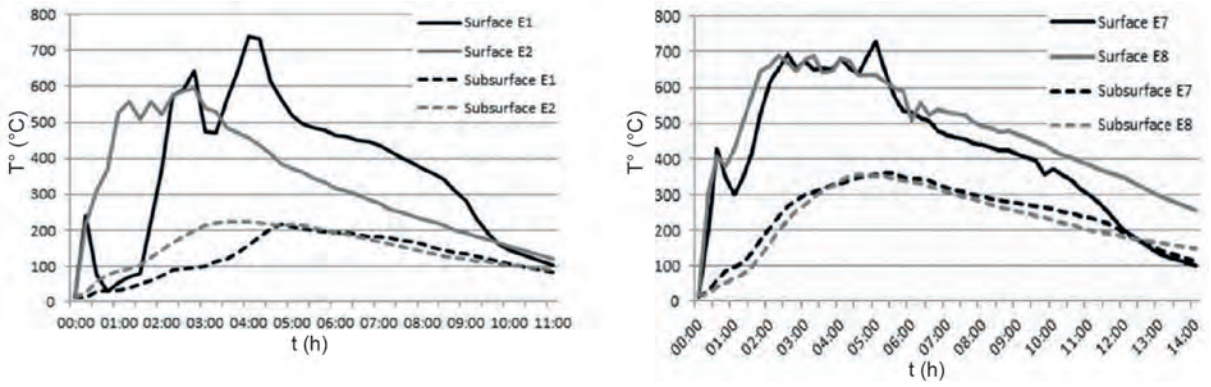



**Figure II.7:** Courbes de température de quatre foyers expérimentaux de S. Bentsen (modifiées d'après Bentsen, 2013). Tous les foyers ont été réalisés sur un substrat de sables fins compact et approvisionnés avec du mimosa (*Dichrostachys cinerea*). E1 et E2 : foyers plats simples avec 5kg de bois (approvisionnement unique et pas d'entretien). E7 et E8 : foyers plats simples avec 15kg de bois (approvisionnement étalé : 5kg au démarrage, ajout de 2kg à 1h puis 2kg toutes les 30min par la suite). Les sondes de *Surface* étaient placées au centre des foyers à la surface du substrat, les sondes de *Subsurface* étaient enterrées 5cm sous la surface.

Pour l'heure, les travaux de Aldeias *et al.* (2016a) sont sans doute ceux qui permettent le mieux de se faire une idée générale de ces recherches. Ainsi, concernant la nature et l'état du substrat, les substrats compacts conduisent visiblement mieux la chaleur, ce qui se traduit par une élévation plus rapide de la température dans les sédiments. Par contre, la teneur en eau va produire l'effet inverse, avec des montées en température dans les sédiments humides plus lentes et finalement moins élevées. Concernant les types de sédiments (graviers, sables, limons, etc.), ces auteurs ne remarquent pas de différences notables, hormis dans leurs expérimentations impliquant des sables calcaires pour lesquels les températures mesurées sont relativement basses. Ils avancent l'hypothèse qu'une plus faible conductivité des carbonates puisse expliquer ce constat. Enfin, ils

soulignent le fait que, quel que soit le type d'expérimentation qu'ils ont entrepris, les températures mesurées à 6cm de profondeur sont toujours supérieures à 200°C ce qui, comme on le verra plus loin, a d'importantes implications en terme d'altération des sédiments et des artefacts sous-jacents.

Différentes recherches se sont penchées sur le vaste thème du fonctionnement des structures de combustion, en particulier sur les questions de la morphologie, de l'entretien et de l'utilisation. A notre connaissance, les plus anciens travaux conduits explicitement en ce sens sont ceux de Beeching et Moulin (1981), de Valladas (1981), de Orliac et Wattez (1989) et de Valentin et Bodu (1991). À la suite de ces exemples, March et ses collaborateurs mettent en place des travaux plus conséquents, autour des problématiques posées sur le site magdalénien de Pincevent en particulier (*e.g.* March *et al.*, 1993 et 2014 ; March, 1995 ; Lucquin, 2007). Plus récemment enfin, Bentsen (2014) et Mallol et ses collaborateurs (2013b) ont également développé des programmes expérimentaux dans ce domaine. Les résultats obtenus sont relativement hétérogènes, et le plus souvent orientés vers l'interprétation d'un cas archéologique en particulier. Malgré tout, deux sujets nous paraissent avoir été privilégiés.

Le premier concerne l'aménagement des structures et, en particulier, l'emploi de pierres dans ce cadre que ce soit dans un but structurel à proprement parler, ou bien que ces pierres soient destinées à des fins culinaires par la suite. Le dénominateur commun de ces travaux est l'emploi de pierres en guise de calorifère, c'est-à-dire d'élément capable de stocker de la chaleur puis de la restituer. Selon les résultats de March et collaborateurs (2014), la présence ou non d'un empierrement va sensiblement affecter les phénomènes de transfert de chaleur à proximité du foyer (Figure II.8). Selon les cas, ces pierres chauffées ont pu servir soit à prolonger la durée de fonctionnement du foyer (Valladas, 1981 ; Valentin et Bodu, 1991), soit être remobilisées dans le cas d'activités techniques en particulier dans le domaine culinaire.

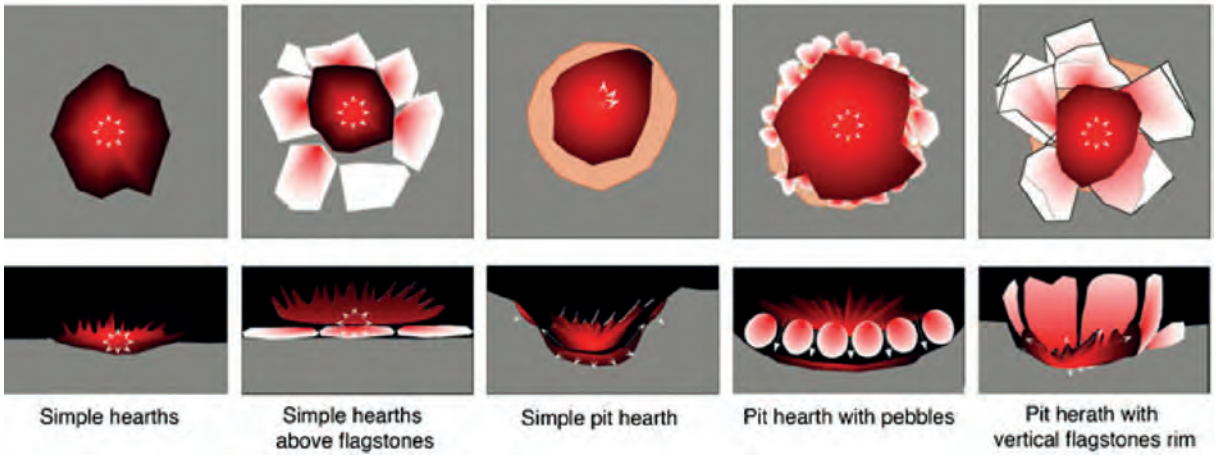



**Figure II.8:** Modélisation des transferts de chaleur en fonction de différents types d'aménagement (d'après March *et al.*, 2014).

Ce qui nous amène au deuxième domaine d'enquête qui correspond aux considérations autour des actions pouvant être entreprises à l'aide de ces foyers. Dans le registre culinaire déjà évoqué, qui constitue le principal centre d'attention, différents types de cuisson ont ainsi été testés : four à pierres chauffées de type « polynésien » (Orliac et Wattez, 1989), cuisson sur pierres chauffées ou encore cuisson par ébullition à l'aide de pierres chauffées (Lucquin, 2007). D'autres domaines

ont toutefois été explorés de façon plus ponctuelle comme par exemple l'élimination de déchets organiques comme les os ou l'impact de différentes actions d'entretien (Miller *et al.,* 2010 ; Mallol *et al.,* 2013b ; March *et al.,* 2014).

De nombreux travaux se sont penchés par ailleurs sur les différents types de combustible, leur propriété et la détermination des résidus qui en découle. Une bonne part des travaux concerne l'utilisation du bois végétal avec notamment une perspective anthracologique (*e.g.* Théry-Parisot, 2001, 2002 ; Théry-Parisot *et al.*, 2010b ; Liedgren et Östlund, 2011 ; Östlund *et al.*, 2013 ; Henry et Théry-Parisot, 2014). Mais une part importante de la recherche a également porté sur l'utilisation de l'os en guise de combustible, souvent en conjonction avec le bois (Théry-Parisot, 2001, 2002 ; Théry-Parisot et Costamagno, 2005 ; Yravedra *et al.*, 2005 ; Mentzer, 2009 ; Costamagno *et al.*, 2009, 2010 ; Bentsen, 2012). Ces différents travaux, souvent couplés avec des données de thermodynamique, ont eu pour résultats de préciser l'effet de ces différents combustibles en termes de durée de fonctionnement et de température atteinte. Sur la question de l'usage de l'os, la synthèse de Costamagno *et al.* (2009) livre un bilan contrasté, mettant à la fois en avant l'intérêt de ce combustible pour le fonctionnement des foyers, mais pointant également les contraintes qui en découlent. Il en ressort que l'os, loin d'être une ressource utilisée de façon expédiente, induit un véritable choix et des techniques spécifiques dans la gestion du combustible (approvisionnement, fracturation, alimentation, etc.).

##### *2.2.2.2. Altération thermique des artefacts*

La question de l'altération thermique des artefacts archéologiques a également fait l'objet de nombreuses recherches expérimentales, et ce pour plusieurs raisons. D'une part, afin de caractériser ces altérations pour pouvoir les reconnaître et les expliquer et, d'autre part, afin de les envisager dans une perspective taphonomique. La prise en compte de l'altération thermique des artefacts joue de plus un rôle déterminant dans la mise en évidence de structures de combustion n'ayant pas laissé de traces directes, comme dans l'exemple du site levantin de Gesher Benot Ya'aqov (Alperson-Afil et Goren-Inbar, 2010), et a donc justifié l'établissement de référentiels de matériaux thermoaltérés relativement diversifiés.

En préhistoire, les travaux expérimentaux se sont principalement concentrés sur la question de l'os (*e.g.* Stiner, 1995 ; Fernandez Peris *et al.*, 2005 ; Lebon *et al.*, 2010 ; Reiche *et al.*, 2012 ; Reidsma *et al.*, 2016 ; Smolderen, 2016 ; Pérez *et al.*, 2017 ;Figure II.9) et du silex (*e.g.* Fernández Peris *et al.*, 2005 ; Sergeant *et al.,* 2006 ; Ortiz Nieto-Marquez et Baena Preysler, 2015) du fait de leur importance numérique sur la plupart des gisements. Dans le cas de l'os, il n'est pas rare que ces recherches aient été menées en parallèle à des réflexions sur son usage comme combustible (Théry-Parisot et Costamagno, 2005 ; Costamagno *et al.,* 2009 et 2010 ; Mentzer, 2009). Plus rarement, d'autres types de matériaux ont pu être considérés : matière colorante (Wadley, 2009) ou coquillage par exemple (March *et al.*, 1989 ; Briz-Godino *et al.*, 2011 ; Aldeias *et al.*, 2016b). Le dernier type de matériaux regroupe les roches autres que celles supposément destinées à la taille, telles que des blocs calcaires et gréseux ou des galets métamorphiques (Phillips *et al.*, 1987 ; Pagoulatos, 1992 ; Soler Mayor, 2003a et b ; Fernandez Peris *et al.*, 2005).

Ces travaux ont eux pour premier objectif d'établir des critères diagnostiques de la durée et/ou température auxquels les artefacts ont été exposés aux chaleurs afin de pouvoir, dans une certaine mesure, servir de base à d'éventuels paléothermomètres. Les résultats se présentent donc souvent

sous la forme de catégorie de traces macroscopiques ou de critères analytiques permettant d'attribuer à un artefact un intervalle de température auquel il a été soumis. Ces résultats ont récemment été comparés à des observations de température atteinte dans des sédiments, rappelant ainsi qu'un contact direct entre structure de combustion et artefact n'est pas toujours nécessaire pour obtenir des traces d'altération thermique (Aldeias *et al.*, 2016a). Un autre volet important, en particulier en ce qui concerne les os, a été l'établissement de critères distinctifs des traces d'altération thermique permettant de les différencier de celles résultant de processus diagénétiques (Shahack-Gross *et al.*, 1997)

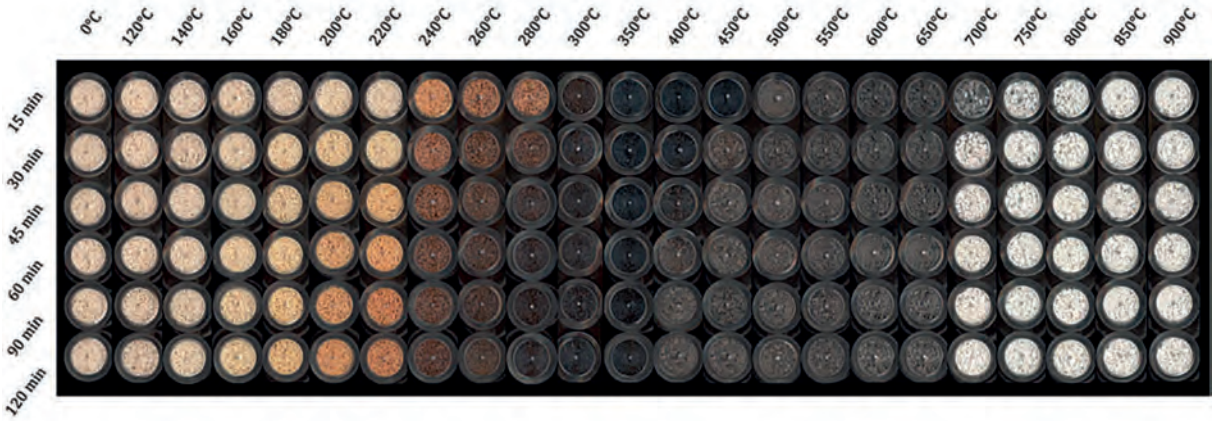



**Figure II.9:** Référentiel d'os de bœuf moderne chauffé à différentes températures et différentes durées (d'après Reiche *et al.*, 2012).

#### *2.2.2.3. Paléothermomètre*

Plusieurs travaux se sont concentrés sur l'établissement de référentiels permettant d'évaluer les températures atteintes lors du fonctionnement des structures de combustion. Pour la plupart, ces travaux se sont intéressés aux roches chauffées (Valladas, 1981 ; Phillips *et al.*, 1987 ; Bazile *et al.*, 1989 ; Soler-Mayor, 2003a ; Ferrier *et al.*, 2014) et aux sédiments (Lugassi *et al.*, 2009 et 2010 ; Brodard *et al.*, 2012 et 2015 ; Brodard, 2013), mais des recherches plus ponctuelles ont concerné les cendres (Wattez, 1988 ; Shahack-Gross et Ayalon, 2013) et la MO (Werts et Jarhen, 2007). Les résultats sont toutefois rarement directement, ou aisément, transposables à des contextes archéologiques autres que ceux pour lesquels ces référentiels ont été conçus. La variabilité des types de roche, de sédiment ou de combustible utilisés a en effet un impact déterminant. Un important travail expérimental est nécessaire pour chaque nouveau matériau, et donc *a priori* pour chaque nouveau site à étudier (Brodard *et al.*, 2012). Malgré tout, ce type de travaux a permis l'obtention des résultats expérimentaux exploitables en contexte archéologique, où ils permettent d'identifier les zones où les artefacts ont été thermoaltérés (*e.g.* Phillips *et al.*, 1987 ; Brodard *et al.*, 2012) et d'amorcer des réflexions sur l'intensité de fonctionnement de certaines structures (*e.g.* Brodard *et al.*, 2015).

#### *2.2.2.4. Effets du feu sur le sol*

La question de l'effet sur le sol trouve d'assez nombreux échos dans le domaine des sciences de l'environnement et en particulier dans les travaux abordant la question des feux de forêt. Ces recherches se concentrent, entre autres, sur l'impact du feu sur la stabilité des sols (facteurs

favorisant l'érosion) et sur la MO (variations du stock de carbone). Dans ce cadre, nous avons identifié quelques travaux expérimentaux représentatifs (Debano *et al.*, 1998 ; Gimeno-García *et al.*, 2004 ; Terefe *et al.*, 2008), mais la littérature dans ce domaine est en réalité bien plus étoffée.

##### *2.2.2.5. La question de la matière organique*

Un dernier aspect de ces recherches expérimentales concerne la question de la MO en lien avec la combustion au sens large. Deux orientations se dégagent des travaux conduits à ce sujet.

La première, directement influencée par l'archéologie préhistorique, vise à la constitution de référentiels de MO affectée par le fonctionnement de structures de combustion afin de pouvoir discuter les résultats obtenus en contexte archéologique. Les travaux de March et de son équipe sont sans doute les plus avancés dans ce domaine (*e.g.* March, 1995 ; Lucquin, 2007 ; March *et al.*, 2014), mais d'autres initiatives plus isolées méritent également d'être mentionnées (Cliquet *et al.*, 1989 ; Kedrowski *et al.*, 2009). Plus récemment, cette question a fait l'objet de nouveaux travaux de la part de Mallol et collaborateurs (2013a) qui se poursuivent sous la forme d'un projet à large échelle (ERC PALEOCHAR). Dans ce domaine, l'un des principaux objectifs a été d'identifier des signatures liées à différents types de produit ayant été impliqués dans le fonctionnement ou l'utilisation de structure de combustion. En particulier, des activités culinaires variées impliquant des aliments diversifiés ont fait l'objet d'une étude détaillée par Lucquin (2007). Il propose alors des signatures pour différents types de matière animale et végétale. Les travaux de Kedrowski et collaborateurs (2009) et de Reidsma et collaborateurs (2016) ont quant à eux concerné la signature de l'utilisation d'os en guise de combustible et l'effet de la combustion sur la MO qu'ils contiennent.

Par ailleurs, des recherches plus directement liées à la science du sol ont visé à mieux cerner l'effet de la combustion sur la MO du sol (*e.g.* Fenn *et al.*, 1976 ; Terefe *et al.*, 2007 ; Werts et Jarhen, 2007). Ces travaux n'étant pas directement conçus pour une application à des contextes archéologiques, il n'est pas toujours aisé d'en extraire des informations exploitables. Malgré tout, ils fournissent des clefs importantes pour la compréhension de l'impact de la thermoaltération sur la MO et ouvrent des perspectives sur les phénomènes taphonomiques susceptibles d'être rencontrés dans un cadre archéologique.

### 2.3. Micromorphologie des structures de combustion

Bien que les premiers exemples remontent à la fin des années 1950 (*e.g.* Dalrymple, 1958), il faut attendre le début des années 1980 pour que se formalisent et se multiplient les études micromorphologiques appliquées à des problématiques archéologiques. À ce titre, plusieurs publications de Fedoroff (1986) ou de Goldberg (1979 et 1980) font office de manifeste. Dans ce cadre, les recherches abordant la question des structures de combustion vont rapidement occuper une place importante.

C'est, à notre connaissance, Courty qui va appliquer la première la micromorphologie à l' « interprétation des aires de combustion » (Courty, 1983 : p. 169). Dans sa thèse (1982), elle s'intéresse notamment à la détermination de différents types de cendres, au degré d'altération des sédiments et aux processus taphonomiques. Un exemple de cette approche appliquée à un site paléolithique est donné pour un niveau Puyjarrigue 2 (Courty, 1984). À sa suite, Wattez va dans un premier temps se concentrer sur la détermination des cendres (Wattez, 1988) avant d'élargir

sensiblement ses problématiques durant sa thèse de doctorat (Wattez, 1992). Des exemples de son approche appliquée aux sites magdaléniens du bassin parisien (Wattez, 1994) permettent de se faire une meilleure idée des potentialités de la méthode.

Par la suite, et malgré un nombre de spécialistes qui demeure relativement faible, les études vont se multiplier en France (*e.g.* Rigaud *et al.*, 1995 ; Foucher *et al.*, 2000 ; Wattez, 2000 ; Sellami et Marchand, 2009) et surtout à l'étranger (*e.g.* Schiegl *et al.*, 1996 et 2003 ; Karkanas *et al.*, 2007 ; Berna et Goldberg, 2008 ; Goldberg, *et al.*, 2009 et 2012 ; Aldeias, 2012 ; Aldeias *et al.*, 2012 ; Vallverdù *et al.*, 2012 ; Mallol *et al.*, 2013a ; Friesem *et al.*, 2014 ; Stahlschmidt *et al.*, 2015).

Les thématiques de recherche se multiplient également. La présentation qui suit tâche d'en faire une synthèse volontairement succincte dans la mesure où ces travaux recoupent souvent les démarches expérimentales présentées plus haut (cf. Partie II.2) et dont plusieurs publications récentes donnent un aperçu déjà très complet (*e.g.* Mentzer, 2011, 2014 et 2017).

##### *2.3.2.1. Identification et caractérisation de résidus de combustion*

Les travaux concernant la reconnaissance et l'étude des cendres de végétaux sont fréquents dans la mesure où ces résidus permettent d'attester de l'utilisation de bois comme combustible. Du fait de leur caractère minéral (carbonate de calcium et matériaux siliceux notamment), les cendres bénéficient d'un potentiel de préservation important en milieu relativement aride. Les travaux de Wattez (1988 et 1992) puis de Canti et Piearce (2003) ont permis de jeter les bases de ces études qui ont depuis été multipliées, notamment au Proche-Orient (*e.g.* Schiegl *et al.*, 1996 ; Karkanas *et al.*, 2007 ; Friesem *et al.*, 2014), en Afrique australe (*e.g.* Wadley *et al.*, 2011) et en Europe (*e.g.* Rigaud *et al.*, 1995 ; Cabanes *et al.*, 2010 ; Fernández Peris *et al.*, 2012 ; Goldberg *et al.*, 2012 ; Mallol *et al.*, 2013a ; Figure II.10). Dans la plupart des cas, des charbons de bois sont également repérés, mais leur analyse détaillée fait le plus souvent l'objet d'études anthracologiques séparées.

L'observation d'os brûlés, et la question sous-jacente de leur utilisation comme combustible, font également l'objet d'une attention importante. Les mentions de tels artefacts sont fréquentes (*e.g.* Aldeias *et al.,* 2012 ; Berna *et al.,* 2012 ; Baykara *et al.*, 2015 ; Figure II.10), mais il est rare que ces observations dépassent le stade descriptif. De la même façon, l'observation d'artefacts lithiques, de fragments de roche ou de coquille plus ou moins thermoaltérés sont monnaies courantes dans les descriptions, mais, du fait de la nature sélective de la méthode, il est généralement difficile d'extrapoler à partir de ces seules observations.

##### *2.3.2.2. Taphonomie des structures*

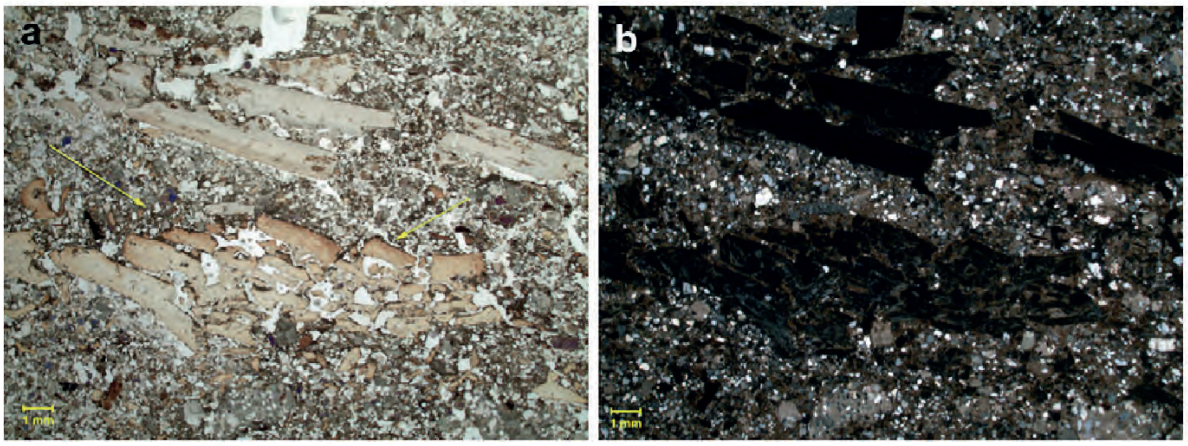
La plupart des travaux intègrent une dimension taphonomique dans leur analyse. En effet, la micromorphologie est particulièrement adaptée pour identifier les processus post dépositionnels, naturels ou anthropiques, qui affectent les dépôts archéologiques. Dans le cas des gisements paléolithiques et des structures de combustion, leur prise en compte est particulièrement déterminante pour apprécier la position primaire ou non des résidus de combustion avant de les intégrer, par exemple, dans l'interprétation générale du site.

Mentzer (2011) propose une synthèse détaillée de cette question en s'intéressant en particulier aux sites MSA du Levant. Elle considère, à la suite de Wattez (1992), que l'observation de la superposition plus ou moins stricte de sédiments rubéfiés, de charbons et de cendres était le cas idéal dans lequel le statut primaire d'une structure de combustion peut être assuré (Tableau

II.2:*Intact Combustion features*). Cependant, les phénomènes naturels et anthropiques susceptibles de venir perturber cet état sont nombreux et peuvent compliquer la lecture micromorphologique comme par exemple une absence d'altération du substrat (Canti et Linford, 2000 ; Mallol *et al.*, 2007) ou une forte perturbation des résidus de combustion (Goldberg *et al.*, 2009).

Cependant, dans de nombreux cas, les observations micromorphologiques conduisent à interpréter les résidus et structures de combustion comme résultant strictement de processus secondaires (Tableau II.2: *Reworked combustion materials*). L'enjeu est alors de déterminer quels sont les agents à l'œuvre (naturels ou anthropogéniques ?) et dans quelle mesure ces perturbations font obstacle à l'interprétation des structures liées à la combustion.

Finalement un dernier type d'indice regroupe les traces ponctuelles de matériaux altérés thermiquement (Tableau II.2: *Presence of combustion*). Ces constituants erratiques ne peuvent au mieux qu'indiquer un éventuel épisode de combustion sans permettre d'en apprécier la nature ou l'origine.




Photomicrographs of Pech de l'Azé IV sample 52, from Layer 8.
(a) Photomicrograph at contact between subunit 1 below and overlying subunit 2 between the two bone fragments (arrows). Note the crushed appearance of the lower bone, a result of trampling and the fine grained capping of calcite (ash) and clayey material at its upper surface. The lower brown bone is slightly heated, whereas the whitish upper bone at the top has been calcined. Plane-polarized light (PPL).
(b) Same as at left but in cross-polarized light (XPL).

**Figure II.10:** Microphotographies d'une lame mince riche en matériaux cendreux et en os brûlés. Pech de l'Azé IV (Dordogne, France), Niveau 8 (d'après Goldberg *et al.*, 2012).

| Middle Palaeolithic & Middle Stone Age | Upper Palaeolithic |
|---|---|
| ***Intact combustion features*** | |
| Kebara Cave (Meignen *et al.,* 1989, Bar-Yosef *et al.,* 1992, Albert *et al.,* 2000, Meignen *et al.,* 2001, 2007, Berna and Goldberg 2008 | Klissoura Cave (Karkanas *et al.,* 2004, Karkanas 2010) |
| Pech de l'Azé IV (Dibble *et al.,* 2009) | Üçağızlı I Cave (Goldberg 2003) |
| Hayonim Cave (Goldberg 1979, Goldberg and Bar-Yosef 1998) | Abric Romani (Vallverdú 2002) |
| Abric Romani (Vallverdú *et al.,* 2005, Pasto *et al.,* 2000, Courty *et al.,* 2011) | Theopetra (Karkanas 2001) |
| Lakonis Cave (Karkanas 2002) | Gorham's Cave (Macphail and Goldberg 2000) |
| Klissoura Cave (Karkanas *et al.,*2004) | Kebara Cave (Bar-Yosef *et al.,* 1992) |
| Gorham's Cave (Macphail and Goldberg 2000) | Etiolles (**Wattez, 1994**) |
| Vanguard Cave (Macphail and Goldberg 2000) | Pincevent (**Wattez, 1994**) |
| Grotte XVI (Rigaud *et al.,* 1995 Karkanas *et al.,* 2002) | Verberie (**Wattez, 1994**) |
| Roc de Marsal (**Aldeias *et al.*, 2012 ; Goldberg *et al.*, 2012**) | Cova Gran (**Polo-Díaz *et al.*, 2016**) |
| Pinnacle Point site PP13B (Karkanas and Goldberg 2010) | Monruz (**Wattez, 2000**) |
| Sibudu Cave (Schiegl and Conard 2006, Goldberg *et al.,* 2009) | |
| Qafzeh (Berna and Goldberg 2008) | |
| Üçağızlı II Cave (**Mentzer, 2011 ; Baykara *et al.*, 2015**) | |
| Contrebandier Cave, Unit B et V-A (**Aldeias, 2012**) | |
| Cova Gran (**Polo-Díaz *et al.*, 2016)** | |
| El Salt, S.U. X (**Mallol *et al.*, 2013a**) | |
| Grotta di Fumane, A6 (**Peresani *et al.*, 2011**) | |
| Pinnacle Point site PP5-6 (**Karkanas *et al.*, 2015**) | |
| Diepkloof Rock Shelter (**Miller *et al.*, 2013**) | |
| ***Reworked combustion materials*** | |
| *A) Anthropogenic reworking* | |
| Kebara Cave (Bar-Yosef *et al.,* 1992, Goldberg 2001, Meignen *et al.,* 2007) | Üçağızlı I Cave (Goldberg 2003) |
| HohleFels Cave (Goldberg *et al.,* 2003, Shiegl *et al.,* 2003) | Kebara Cave (Meignen *et al.,*2007) |
| La Quina (unpublished personal observation) | Klissoura Cave (Karkanas 2010) |
| Pech de l'Azé IV (Dibble *et al.,* 2009 ; **Goldberg *et al.*, 2012**) | |
| Sibudu Cave (Goldberg *et al.,*2009) | |
| Lakonis Cave (Elefanti *et al.,*2008) | |
| Contrebandier Cave, unit D (**Aldeias, 2012**) | |
| Diepkloof Rock Shelter (**Miller *et al.,* 2013**) | |
| *B) Bioturbation* | |
| Tabun Cave, Level C (Albert *et al.,* 1999) | Gorham's Cave (Macphail and Goldberg 2000) |
| Kebara Cave (Meignen *et al.,*2007) | Verberie (**Wattez; 1994**) |
| Üçağızlı II Cave (**Mentzer, 2011 ; Baykara *et al.*, 2015**) | Klissoura Cave (Karkanas 2010) |
| La Quina (unpublished personal observation) | Üçağızlı I Cave (Goldberg 2003) |
| Grotte XVI (Rigaud *et al.,* 1995) | |
| Sibudu Cave (Goldberg *et al.,*2009) | |
| Amud Cave (Madella *et al.,*2002) | |
| Hayonim Cave (Goldberg and Bar-Yosef 1998) | |
| Contrebandier Cave, unit B, D et V-A (**Aldeias, 2012**) | |
| Pinnacle Point site PP5-6 (**Karkanas *et al.*, 2015**) | |
| CovaGran (**Polo-Díaz *et al.*, 2016**) | |

| Middle Palaeolithic & Middle Stone Age | Upper Palaeolithic |
|---|---|
| *C) Natural reworking (e.g. transport by water or wind)* | |
| Tabun Cave, Level C (Albert *et al.,* 1999) | Theopetra (Karkanas 2001) |
| Die Kelders Cave (Goldberg 2000) | Etiolles (**Wattez, 1994**) |
| HohleFels Cave (Goldberg *et al.,*2003) | Pincevent (**Wattez, 1994**) |
| Vanguard Cave (Macphail and Goldberg 2000) | Kebara Cave (Goldberg and Bar-Yosef 1992) |
| Obi-Rakhmat (Mallol *et al.,* 2009) | |
| Esquilleu Cave (Mallol *et al.,* 2010 ; **Cabanes *et al.*, 2010**) | |
| Kebara Cave (Goldberg 2001) | |
| Pinnacle Point site PP5-6 (**Karkanas *et al.*, 2015**) | |
| *D) Unspecified reworking* | |
| Qafzeh Cave (Berna and Goldberg 2008) | Klissoura Cave (Karkanas *et al.,*2004) |
| Diepkloof Rock Shelter (**Miller *et al.*, 2013**) | |
| ***Presence of combustion*** | |
| Tabun Cave, Level B (Albert *et al.,* 1999) | none |
| Pinnacle Point site PP13B (Karkanas and Goldberg 2010) | |
| N.B. Les références renvoient à la bibliographie de la thèse de S. Mentzer (2011) consultable en ligne http://hdl.handle.net/10150/204912 ; les références **en gras** renvoient à nos propres ajouts/ mises à jour et sont incluses dans notre bibliographie. | |

**Tableau II.2:** Synthèse des études de structures de combustion datant des Paléolithiques moyen et supérieur d'Afrique, du Proche-Orient et d'Europe incluant des analyses micromorphologiques (d'après Mentzer, 2011, modifié).

#### *2.3.2.3. Fonctionnement et fonction*

La micromorphologie permet par ailleurs de fournir des renseignements concernant l'utilisation et la gestion du feu. Les interventions humaines sur la structure durant ou après son fonctionnement ont particulièrement été étudiées (Mentzer, 2011). Les actions de retrait des braises, de balayage et de vidange des foyers peuvent notamment laisser des dépôts diagnostiques d'un point de vue micromorphologique comme l'ont montré les travaux expérimentaux de Miller *et al.* (2010). En contexte archéologique, les études de Kebara Cave (Mont Carmel, Israël ; Meignen *et al.*, 2000) ou de Sibudu Cave (KwaZulu-Natal, Afrique du Sud ; Goldberg *et al.*, 2009) fournissent quelques-uns des meilleurs exemples de ce type d'action déduits de l'étude de lames minces, corroborés par l'étude des autres traces matérielles. Des traces d'action anthropique *a posteriori*, comme le piétinement, sont également fréquemment documentées *via* leur impact sur la structure des sédiments et les artefacts qu'ils contiennent (*e.g.* Rigaud *et al.*, 1995 ; Schiegl *et al.*, 2003 ; Goldberg *et al.*, 2012).

Dans plusieurs cas, l'observation d'une superposition de couches de résidus de combustible a permis de supporter l'hypothèse d'un usage répété d'un même foyer. À Pincevent par exemple, Wattez (1992) met en avant la réutilisation entrecoupée de brefs apports sédimentaires de plusieurs foyers (K115 ; Leroi-Gourhan et Brézillon, 1972 et O123 ; Julien et Karlin, 2014). Sur des sites plus anciens, comme Kebara Cave et Vanguard Cave (Gibraltar, Royaumes-Unis), des utilisations polyphasées sont également suggérées pour certaines structures (Macphail *et al.*, 2000 ; Meignen *et al.*, 2000).

Plus ponctuellement, il a été possible de mettre en évidence une préparation spécifique du substrat des foyers, difficilement caractérisable d'un point de vue macroscopique. Il s'agit en particulier des foyers en cuvette tapissée d'argile du site de Klissoura Cave (Péloponnèse, Grèce ;

Karkanas *et al.*, 2004 ; Karkanas, 2010). Dernièrement, les travaux de Mallol et collaborateurs (2013a) ont, au contraire, démontré l'absence de préparation et l'établissement de foyers directement sur un horizon de sol superficiel pour le site de El Salt (Alicante, Espagne).

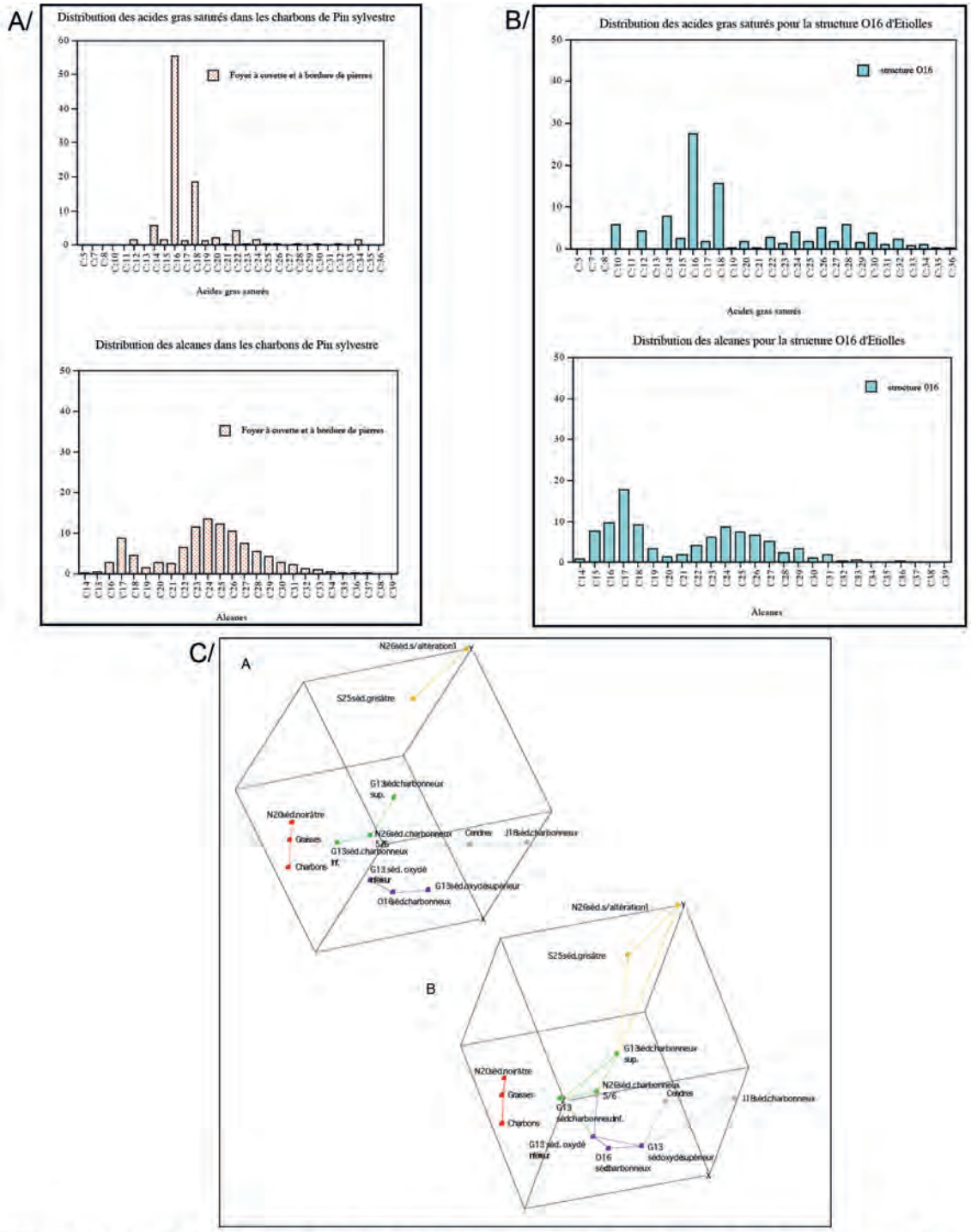
Des traces micromorphologiques en lien avec des activités spécifiques, culinaires par exemple, sont peu fréquemment identifiées. La présence d'os brûlés est courante et il est difficile à partir de la seule micromorphologie de dire s'il s'agit du résultat d'activité culinaire (cuisson) ou domestique (élimination des déchets), d'un mode d'alimentation en combustible ou d'un tout autre comportement. Dans de rares cas, des résidus organiques ont été observés sous la forme de *chars*, et ils sont généralement considérés comme résultant de la carbonisation de chair ou de graisse animale (Goldberg *et al.*, 2009).

### 2.4. Géochimie organique et structures de combustion

Les analyses en géochimie organique sont relativement peu répandues en ce qui concerne l'étude des structures de combustion, malgré un potentiel précocement mis en évidence (Olive et Taborin, 1989). Les premiers travaux ont été menés par Rottländer dans les années 1980 en utilisant uniquement la chromatographie (GC et TLC). Ce faisant, il a mis en évidence la conservation de lipides, interprétés comme étant de la graisse d'origine animale, dans plusieurs niveaux de sols et foyers paléolithiques (Tautavel, Lommersum et GeissenKlösterle ; Rottländer, 1983 et 1989). L'identification spécifique se base sur une approche comparative avec des références actuelles et archéologiques d'origines connues. Toutefois, peu de cas est fait de la question de potentiels mélanges et les considérations taphonomiques sont peu développées.

March pose un second jalon en se consacrant beaucoup plus spécifiquement au cas des foyers qu'il propose d'aborder, entre autres, par le regard de la chimie organique. Il analyse par CG-SM un nombre important de prélèvements archéologiques (March *et al.*, 1989 ; March, 1995) provenant de plusieurs sites archéologiques, dont Pincevent, Etiolles et Fontgrasses pour la France. L'interprétation des données se fait là aussi à partir de références d'origines connues, mais issues, entre autres, de travaux expérimentaux (Figure II.11). Elle implique de plus la prise en compte des rapports entre différents acides gras et différents alcanes. March introduit également dans son analyse le recours à différents outils statistiques afin de préciser d'une part la dégradation des groupes de composés (CPI des alcanes et des acides gras, cf. Partie III.3.3.2) et d'autre part d'objectiver les comparaisons entre les échantillons archéologiques et avec les données expérimentales (analyses factorielles et recherche des plus proches voisins par exemple ; Figure II.11C).

Ces recherches lui permettent de mettre en évidence différentes catégories fonctionnelles de structures de combustion à partir de leur contenu organique, ces catégories illustrant parfois des décalages avec les hypothèses basées sur la morphologie ou le mobilier associés. Pour Etiolles par exemple, l'étude de 6 foyers met en évidence une importante diversité en termes de contenu lipidique. Certains livrent à la fois des graisses animales et de déchets de combustible (foyers G13, N26 et N20), d'autres uniquement des graisses animales (S25) tandis que d'autres ont uniquement montré des déchets de combustible végétaux (O16 et J18). Cette variabilité, difficilement perceptible par l'analyse formelle des structures, implique selon l'auteur une importante diversité fonctionnelle des foyers de ce site (March, 1995).




A/ March, 1995 ; Fig. 27: Distribution des acides gras saturés et des alcanes dans les charbons de pin sylvestre (échantillons en provenance de l'expérience n° 49 (foyer à cuvette et à bordure de pierres)
B/ March, 1995 ; Fig. 182: Distribution des acides gras saturés et des alcanes pour l'échantillon provenant de la structure O16 d'Etiolles
C/ March, 1995; Fig. 191: Représentation 3D des données de l'analyse factorielle par composantes principales et test du voisin le plus proche pour les échantillons provenant des foyers d'Etiolles et des échantillons expérimentaux. (A: liaison avec le plus proche voisin , B : liaison avec les deux plus proches voisins)

**Figure II.11:** Exemples de résultats géochimiques obtenus pour les foyers d'Etiolles et croisement avec les données expérimentales (d'après March, 1995 ; modifié).

Par la suite, différents travaux se sont penchés sur la MO dans les soles, mais également dans les pierres qui structurent ou sont utilisées avec les foyers (Buonasera, 2005 ; March *et al.*, 2006 et 2008 ; Lucquin, 2007 ; Kedrowski *et al.*, 2009 ; Hérisson, 2012 ; Sistiaga Gutiérrez *et al.*, 2010 ; Azemard *et al.*, 2013 ; Hérisson *et al.*, 2013 ; March, 2013). La prise en compte progressive de la modification du signal chimique par le biais combiné de l'action de l'homme (mélange, chauffe) et de la taphonomie tend à rendre l'interprétation délicate, mais ce problème est commun à toute la chimie archéologique (Barnard *et al.*, 2007). Il n'en demeure pas moins que ces différents travaux ont permis de mettre en avant la conservation de MO provenant à la fois du fonctionnement (*e.g.* combustibles), mais aussi de l'utilisation (*e.g.* résidus « alimentaires ») dans ces structures de combustion. L'essentiel de ces travaux repose toujours essentiellement sur l'étude des distributions d'acides gras et d'alcanes, mais la prise en compte de biomarqueurs plus spécifiques (*e.g.* stérols, terpènes) a permis dans certains cas de préciser les hypothèses quant à l'origine des lipides étudiés. L'étude récente des foyers du site Paléolithique moyen de Therdonne (Oise ; Hérisson, 2012, Hérisson *et al.*, 2013) constitue à ce titre un bon exemple des démarches actuelles, en France tout du moins. L'étude d'échantillons archéologiques, avec l'appui d'un référentiel expérimental, a permis aux auteurs de mettre évidence l'utilisation de bois de conifère comme combustible tandis que du point de vue fonctionnel la détection de plusieurs indices de matières d'origines animales oriente les interprétations vers la cuisson de viande.

Dernièrement, les recherches dans le domaine des matières organiques associées aux structures de combustion ont bénéficié de l'apport des techniques isotopiques, $\delta^{13}C$, mais aussi $\delta^{15}N$, sur du bulk (Heron *et al.*, 2010), sur des composés spécifiques (March, 2013 ; Buonasera *et al.*, 2015) ou sur les deux (Choy *et al.*, 2016 ; Figure II.12). Dans leur étude, Choy et collaborateurs (2016) mettent en œuvre ce type d'analyse afin de préciser les différentes sources de la MO retrouvée dans 17 foyers alaskiens (datés entre 13200 et 11500 cal. BP et répartis en trois ensembles : Comp. 1, 2 et 3). Les résultats obtenus sont croisés avec un référentiel actualiste (Figure II.12: 1 et 2) et les données archéozoologiques, ce qui a notamment permis de mettre en évidence l'importance de la contribution du saumon migrateur (le site est situé à plus de 1000km des côtes). Un traitement statistique (modélisation bayésienne ; Figure II.12: 3) leur a par ailleurs permis de suivre les variations de cette exploitation sur le plan diachronique (seuls les deux ensembles les plus récents montrent une importante contribution de saumon) et sur le plan synchronique (probable spécialisation dans ce domaine de l'Area 1 de l'ensemble Comp. 3).

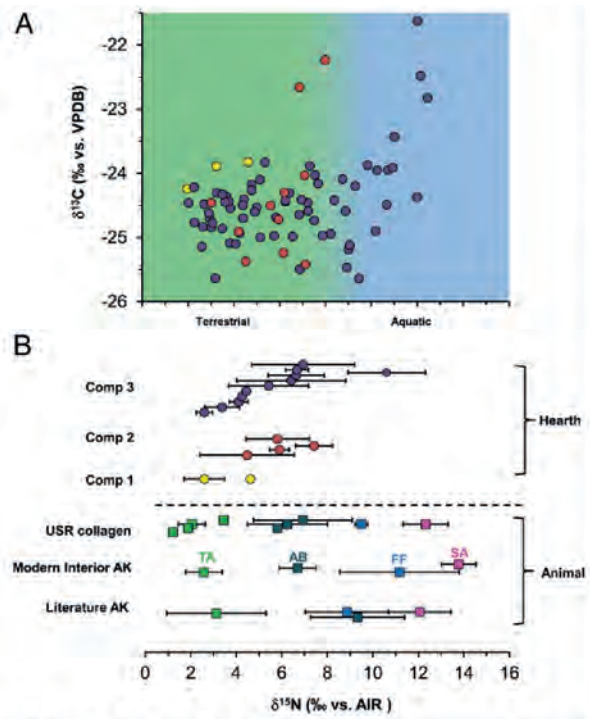



**Fig. 2.** Bulk $\delta^{13}C$ and $\delta^{15}N$ values from hearths in component 1 (yellow circle), component 2 (orange circle), and component 3 (dark circle) from USR site. (*A*) Distribution of $\delta^{15}N$ values of components 1, 2, and and 3 in USR hearths and reference samples. (*B*) Animal muscles from Alaska in literature (28–36), from modern interior Alaska (in this study), and bone collagen from USR fauna (in this study), and other ancient salmon in Alaska (23, 37–39). AB, aquatic bird (red square); FF, freshwater fish (blue square); SA, salmon (pink square); TA, terrestrial animals (green square).

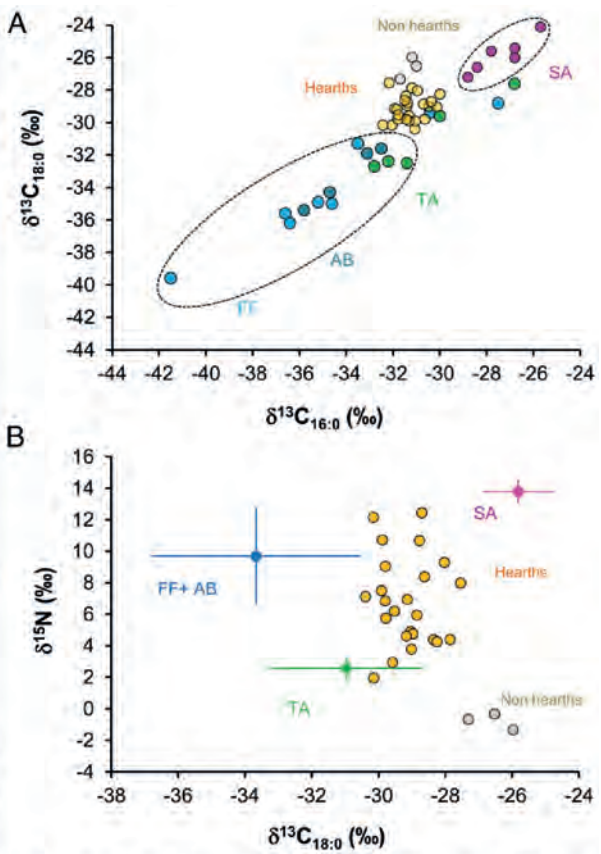



**Fig. 3.** $\delta^{13}C_{16:0}$ and $\delta^{13}C_{18:0}$ values of lipids from USR hearth residues and modern reference animals (*A*) and $\delta^{15}N$ vs. $\delta^{13}C_{18:0}$ values from USR hearths and modern animals in Alaska (*B*). AB, aquatic bird; FF, freshwater fish; SA, salmon; TA, terrestrial animals. To allow comparisons between modern and archaeological data, $\delta^{13}C$ values of all modern samples were adjusted for the addition of the effects of postindustrial carbon (Table S2 and refs. 40–42).

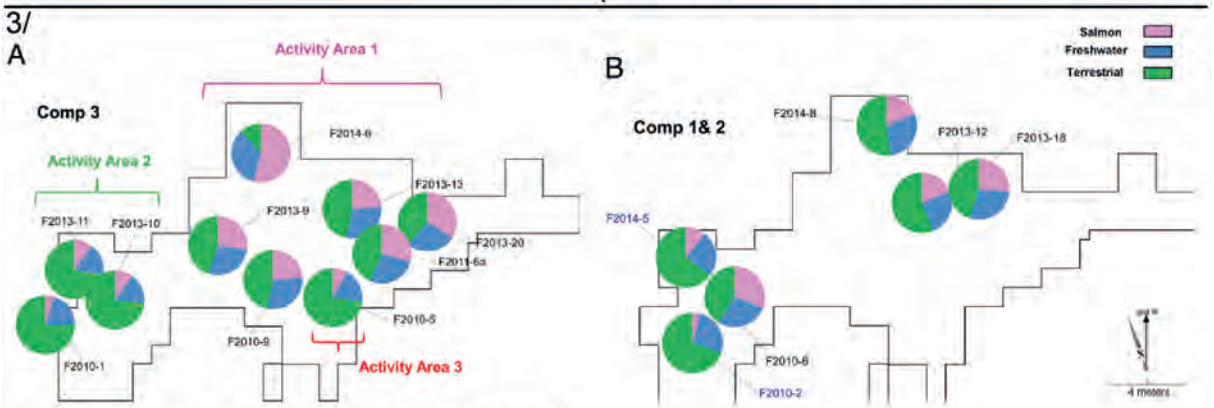



**Fig. 4.** The proportional contribution of three different food groups (terrestrial, freshwater, and salmon) to hearths in component 3 (*A*) and components 1 and 2 (*B*) in USR site. The pie chart represents mean values of the proportional contribution in case of multiple measured hearths and the contribution of hearth F2010-09 is estimated mean value based on only bulk $\delta^{15}N$ values. Three hearths (F2014-06, F2013-20, and F2013-09) in component 3 (≥45%) and one hearth (F2010-06) in component 2 (31%) have the highest contribution of salmon. There are three distinct activity areas in component 3: (*i*) salmon processing/disposal in hearths, (*ii*), terrestrial mammal processing/disposal, and (*iii*) both mammal and salmon processing at the indoor hearth F2010-05.

**Figure II.12:** Résultats de l'analyse isotopique des foyers du site Upward Sun River (USR ; Alaska) et comparaison avec les données de plusieurs groupes d'animaux actuels (AB : oiseaux marins, FF : poissons d'eau douce, SA : saumon, TA : animaux terrestres ; d'après Choy *et al.*, 2016, modifié). 1/ analyse isotopique ($\delta^{13}C$ et $\delta^{15}N$) de tous les lipides extraits (*bulk* ; *EA-IRMS*). 2/ analyse isotopique ($\delta^{13}C_{16:0}$ et $\delta^{13}C_{18:0}$) sur les deux principaux acides gras extraits (*compound specific* ; *GC-C-IRMS*). 3/ Modèle bayésien (SIAR) pour évaluer la contribution des différentes sources de MO dans chaque foyer.

## 3. Bilan critique et approches retenues

L'étude des structures de combustion est l'un des thèmes récurrents de l'archéologie préhistorique à la fois en raison de la place que tient le feu dans notre perception de l'évolution humaine et de celle qu'occupent les foyers dans notre interprétation des sites et de leur structuration. Toutefois, il est paradoxal de constater que cet intérêt n'a eu que peu de répercussions sur la compréhension fine des technologies du feu pour ces périodes anciennes. En effet, une bonne part de nos discussions dans ce domaine se sont fondées, dès le XIXe siècle, sur des analogies ethnographiques dont la validité peut être discutée.

Ce n'est qu'au cours des dernières décennies qu'une véritable approche techno-économique du feu a commencé à se mettre en place et a progressivement permis de mieux cerner la forme, le fonctionnement et la fonction de ces vestiges. Dans ce cadre, le développement de nombreux travaux expérimentaux se révèle déterminant, aussi bien d'un point de vue méthodologique qu'interprétatif. En effet, face à des vestiges souvent difficilement interprétables selon les méthodes « classiques » de l'archéologie s'est développé un grand nombre d'approches issues des sciences de la vie et de celles de la Terre. À l'heure actuelle, l'étude des structures de combustion correspond donc le plus souvent à une démarche pluridisciplinaire et collective.

Parmi ces approches, l'intérêt de deux d'entre elles a été souligné : la micromorphologie et la géochimie organique. Ce choix se justifie par un constat ambivalent. Chacune de ces méthodes, mises en place et testées en contexte archéologique durant les années 1980/1990, a fait preuve d'un très fort potentiel informatif pour ce qui est des structures de combustion. Cependant, il faut reconnaître qu'elles paraissent relativement sous-employées, notamment si l'on compare le nombre d'études concernant les Paléolithiques supérieur et moyen, et surtout leur application conjointe n'a, à notre connaissance, pas été tentée[2].

En conséquence, il a été choisi dans ce travail d'aborder la question des structures de combustion en nous reposant à la fois sur :

- l'élaboration d'un référentiel expérimental adapté à nos contextes et problématiques archéologiques ;

- une orientation analytique croisant les points forts de la micromorphologie des sols (*e.g.* altération des artefacts/sédiments, combustible, microstratigraphie, taphonomie) à ceux de la géochimie organique (*e.g.* identification de marqueurs du fonctionnement et de la fonction des structures).

Cette démarche correspond à une volonté de mieux contextualiser les observations qui sont faites à chaque échelle d'analyse, notamment en ce qui concerne les analyses géochimiques. De fait, les observations réalisées dans un premier temps sur le terrain (échelle macroscopique) puis sur lames minces en laboratoire (échelles méso- et microscopiques) doivent permettre de définir des ensembles de sédiments (faciès et microfaciès) dont la caractérisation à l'échelle moléculaire sera ensuite entreprise. La mise en perspective de ces résultats, en prenant en compte l'influence des

2 Notons tout de même la mise en place en 2014 de l'ERC PALEOCHAR (Tenerife, Espagne ; C. Mallol dir.) précisément sur cette question.

processus anthropiques et taphonomiques, doit en définitive permettre la proposition de modèle interprétatif abordant les questions de fonctionnement et de fonction des structures considérées. L'intégration dans cette réflexion des résultats expérimentaux doit permettre à la fois d'affiner les clefs de lecture des différentes méthodes analytiques et d'enrichir les hypothèses d'interprétation.

Finalement, la perspective de ce travail est de restituer les informations obtenues dans le cadre plus large de l'interprétation des espaces et des sites. Ce point sera abordé à partir des données archéologiques disponibles. Cette discussion dépasse cependant largement le cadre de cette étude, elle est en effet intrinsèquement pluridisciplinaire et collective, et correspondra sans doute plus à une contribution à d'éventuelles synthèses ultérieures qu'à une véritable conclusion.

# Partie III. Méthodologie

# 1. Remarques sur les observations de terrain et le vocabulaire descriptif

## 1.1. Démarche adoptée sur le terrain

Les opérations de terrain constituent l'étape primordiale de l'acquisition des données archéologiques. C'est en effet à cette occasion qu'un maximum de renseignements doit être consigné afin de permettre la contextualisation des vestiges découverts. Les structures telles que celles liées à la combustion n'échappent pas à cette règle, et il a été vu que plusieurs propositions méthodologiques ont été faites à ce sujet (cf. Partie II.2 : Muller, 2001 ; March et Soler Mayor, 2007). Dans ce domaine, une des difficultés réside généralement dans la forte promiscuité entre les vestiges archéologiques, le « mobilier », et les structures de combustion (Figure III.1). Un équilibre doit donc être maintenu entre l'enregistrement des artefacts, la nécessité d'observations en plan et en coupe des structures et le prélèvement des échantillons nécessaires aux différentes analyses envisagées. Dans cette étude, il a été tenté dans la mesure du possible de concilier ces différents aspects en adaptant au cas par cas, et après concertation, la conduite de la fouille des secteurs où des résidus de combustion étaient identifiés.

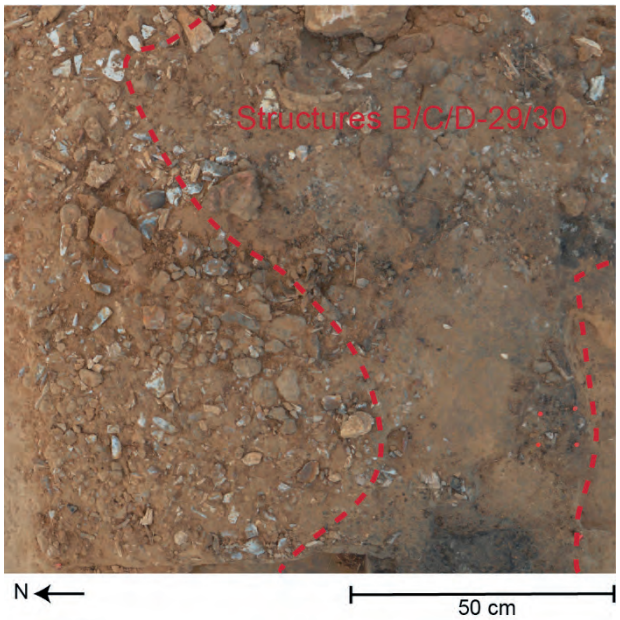



**Figure III.1:** Les Bossats, Locus gravettien, m$^2$ C29 (état en 2013). Vue des abords des structures de combustion de B/C/D-29/30 et de l'abondant matériel lithique et osseux qui les caractérisent.

Dans les faits, l'exploration de structures de combustion a été effectuée en parallèle au démontage du mobilier suivant le protocole de chaque site (*e.g.* localisation des artefacts en trois dimensions, tamisage systématique, relevé en plan ou sur photographie, etc.). La fouille a été effectuée le plus souvent en quarts opposés, afin de pouvoir réaliser des observations planimétriques et stratigraphiques tout en préservant des zones de prélèvement intactes. Les observations de terrains ont été consignées sous la forme de notes manuscrites et augmentées

de nombreux clichés photographiques. Ceux-ci ont, le cas échéant, été imprimés afin de servir de support aux relevés en plan et en coupe. Ces données de terrain ont par ailleurs été régulièrement synthétisées dans les rapports d'opération.

### 1.2. Vocabulaire pour la description des « structures de combustion »

Il est ici utile de préciser quelques points de vocabulaire concernant le sujet de cette étude. En effet, il demeure difficile d'ignorer la certaine confusion qui règne dans les dénominations appliquées sur le terrain et reprises ensuite dans les écrits et les discours[1]. « Foyer », « structure de combustion », « zone foyère » et « aire de vidange » sont autant d'exemples d'un vocabulaire qui, malgré des initiatives précoces (Leroi-Gourhan, 1973), demeurent encore peu standardisés.

Il a été tenté ici de suivre les bases d'un vocabulaire avant tout descriptif sur le terrain. En effet, il faudrait dans l'idéal s'abstenir de présupposer à la fouille le caractère primaire ou non d'une structure en cours d'exploration. Plusieurs exemples dans ce travail montreront que dans certains cas cette détermination ne peut être établie qu'après une analyse détaillée, et que parfois même il est à terme difficile de trancher. Malgré tout, par souci de cohérence avec les appellations de terrain préexistantes, il est fréquent qu'une structure soit désignée sous le terme de « foyer » alors même que ce statut fait justement l'objet de l'étude.

Théoriquement, le vocabulaire descriptif hérité des travaux de Leroi-Gourhan et ses collaborateurs repose sur la dialectique entre « témoins » et « structures » de combustion. Les premiers regroupent les traces matérielles liées à la combustion : sédiments, roches et restes de combustible notamment. Les secondes regroupent différents témoins dans des ensembles cohérents et tachants de préciser si l'organisation de ceux-ci est primaire (« en place »), secondaire (« remaniée » ou « déplacée »). C'est une fois cette détermination assurée qu'il devient possible de parler par exemple de foyer (structure de combustion en position primaire) ou de vidange (structure de combustion secondaire anthropique). Il semble judicieux d'ajouter à ces deux éléments structurants un troisième niveau d'organisation, celui de l' « aire » de combustion. Ce terme désigne le cas de plusieurs structures dont le fonctionnement conjoint est reconnu et s'applique par exemple au cas d'un foyer associé à sa vidange ou bien de plusieurs foyers ayant fonctionné au sein d'un même espace.

Concernant le détail du vocabulaire de chaque type de structure, une abondante documentation existe sur le sujet (voir par ex. les travaux de Gascó : 1985, 2002 et 2003). Il a été tenté dans ce travail d'adopter des termes communément admis et explicites, en en précisant si besoin le sens retenu.

1 Nous admettons volontiers en être nous même coupable.

# 2. Micromorphologie

## 2.1. Principes méthodologiques

La micromorphologie des sols repose sur l'observation à l'échelle microscopique de lames minces préparées à partir d'échantillons non perturbés. Ce dernier point offre l'avantage de permettre des observations sur des matériaux dont l'organisation initiale est préservée. Par certains aspects méthodologiques, elle recoupe donc la pétrographie, des roches sédimentaires notamment, mais de par ses problématiques bon nombre de ses principes sont ancrés dans la pédologie et la géomorphologie (Bullock *et al.*, 1985 ; Stoops, 2003 ; Stoops *et al.* 2010). Les principes de l'application de cette méthode d'observation aux sédiments archéologiques a fait l'objet de plusieurs publications de synthèse (i.e. Courty *et al.*, 1989 ; Courty et Fedoroff, 2002 ; Goldberg et Macphail, 2006, Wattez *in* Bravard, 2009 ; Macphail et Goldberg, 2010) aussi ses principes maintenant généralement admis ne seront pas détaillés ici. Malgré tout, il faut noter certaines publications récentes où l'emploi de nouvelles méthodes connexes (*e.g.* Mentzer, 2014) ou la clarification de certains points de méthode ou de présentation des résultats (Goldberg et Aldeias, 2016) contribuent à actualiser cet outil dorénavant bien établi au sein de la géoarchéologie.

Les lames minces étudiées ici ont été réalisées pour la plupart à l'INA-PG de Grignon ou au laboratoire EPOC de Bordeaux. Il s'agit de lames de grandes dimensions (140*70mm) réalisées après imprégnation par une résine polyester des blocs de sédiments selon la méthode établie par Guilloré (1980) et reprise par Le Lay (1997). Exceptionnellement, certaines lames de plus petites dimensions (60*40mm) ont été réalisées selon les mêmes principes au laboratoire GET de Toulouse.

L'observation se fait dans un premier temps à l'œil nu afin de distinguer les caractères généraux de l'échantillon et son organisation. Ces observations préliminaires peuvent être complétées par l'emploi d'outil à faible grossissement (échelle macroscopique, x1-20). L'utilisation de lecteurs de microfilm (Courty 1989, Wattez, 1992), en voie de disparition, est remplacée par l'utilisation d'images numériques obtenues au scanner (Arpin *et al.* 2002), qui permettent aujourd'hui une résolution suffisante.

Le passage à l'échelle microscopique est permis par l'emploi d'un microscope optique polarisant. Compte tenu du type d'échantillon, une gamme de grossissement échelonnée entre x20 et x400 est suffisante. Des grossissements plus importants sont souvent rendus inopérants du fait de l'épaisseur des lames minces. Par ailleurs, la possibilité d'observer en lumière transmise naturelle (LN), polarisée non analysée (*Plane Polarized Light*, PPL) ou bien polarisée et analysée (*Cross Polarized Light*, XPL) permet d'avoir recours aux principes de la pétrographie pour l'identification des constituants minéraux. L'emploi d'un éclairage supplémentaire, utilisé pour fournir une lumière incidente, peut permettre des observations en lumière oblique (*Oblique Incident Light*, OIL), utile pour l'observation de certains matériaux opaques en lumière transmise comme les oxydes de fer et la MO.

Dans le cadre de cette étude nous avons utilisé le plus souvent un microscope Zeiss Axio Imager A2m permettant des observations en LN, PPL, XPL et OIL entre x25 et x500. Les observations en OIL ont été effectuées à l'aide d'un éclairage additionnel Leica de type fibres optiques en col de cygne. Les microphotographies ont été effectuées à l'aide d'une caméra numérique Zeiss Axiocam ICc5 pilotée par le logiciel Zeiss Axiovision et, dans certains cas, assemblées à l'aide du module Photomerge du logiciel Adobe Photoshop.

## 2.2. Principes descriptifs

Les principes descriptifs de la micromorphologie trouvent leur origine dans les travaux précurseurs de Kubiena et de Brewer du milieu du XXe siècle (*e.g.* Brewer, 1964 ; Kubiena, 1938 et 1970). Différents auteurs ont depuis cherché à fixer des principes et un vocabulaire descriptifs afin de faciliter la compréhension et la diffusion des résultats. Les travaux de Fitzpatrick (1984) puis de Bullock *et al.* (1985) ont ainsi permis d'élaborer les grands principes qui sont toujours suivis actuellement. Une version actualisée a été publiée par Stoops en 2003 et fait actuellement office de manuel. Enfin, l'ouvrage de synthèse de Stoops *et al.* (2010), bien qu'axé principalement sur l'interprétation des données, donne également des informations sur les grands principes d'analyse (Chapter 2 particulièrement).

Les termes descriptifs suivis sont ceux de Stoops (2003) en essayant de rester fidèle aux traductions françaises indiquées dans Stoops (1986) et les ouvrages de langue française (*e.g.* Courty et Fedoroff, 2002 ; Wattez *in* Bravard, 2009 ; Sordoillet, 2009). Cependant, dans certains cas où le terme anglais est devenu d'usage courant il a été conservé tel quel.

Les principes descriptifs suivis sont également ceux de ces différents travaux et notamment Stoops, (2003), Goldberg et Macphail (2006) et plus récemment Goldberg et Aldeias, (2016). Cette organisation correspond en outre, dans ses grandes lignes, à une observation à des échelles de plus en plus réduites. Il s'agit d'observer dans un premier temps la structure du sédiment. Les observations suivantes concernent l'assemblage des différentes fractions, les vides, les agrégats et enfin la microstructure. Les constituants sont ensuite précisés : rapport entre la fraction fine et la fraction grossière, nature, dimension et état des différentes fractions. Enfin les traits, qu'ils soient pédologiques ou anthropiques sont décrits.

Il est important que cette étape descriptive soit conduite sans a priori interprétatif, qui viendrait biaiser le caractère systématique de l'approche (Goldberg et Macphail, 2006). L'interprétation des résultats obtenus n'intervenant, logiquement que dans un second temps. Rien n'empêche alors de nouvelles observations afin de tester les hypothèses ainsi formulées.

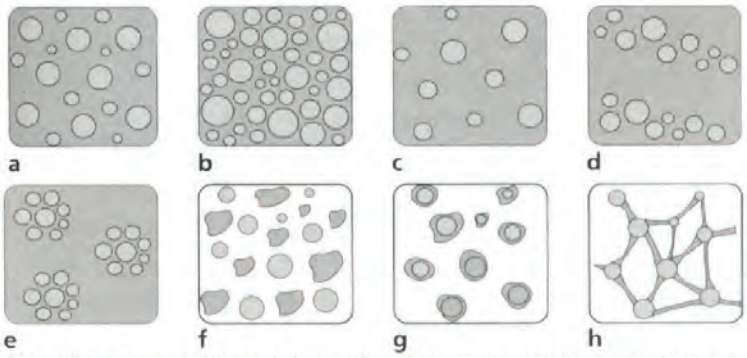
### *2.2.1. Microstructure et assemblage*

La structure du sol, tel qu'elle est définie en micromorphologie, concerne les relations entre sa part solide et sa porosité. Le terme de microstructure est employé afin de différencier les observations faites au microscope de celles sur le terrain.

Différents paramètres sont à prendre en compte avant de déterminer la microstructure d'un échantillon : les agrégats, la porosité et la distribution relative des fractions grossières et fines (ou assemblage). Ces principaux points sont résumés ci-dessous, plus de détails pouvant être consultés dans les manuels de référence (*e.g.* Bullock *et al.*, 1985 ; Stoops, 2003).

#### 2.2.1.1. *Assemblage*

La structuration des constituants, ou assemblage, est dite « relative » puisqu'elle repose sur la relation entre les éléments fins et grossiers. En fonction de leur organisation dans l'espace, différents types sont ainsi définis : porphyrique, chitonique, enaulique, *etc*. (Bullock *et al.,* 1985 ; Stoops, 2003 ; Figure III.2)

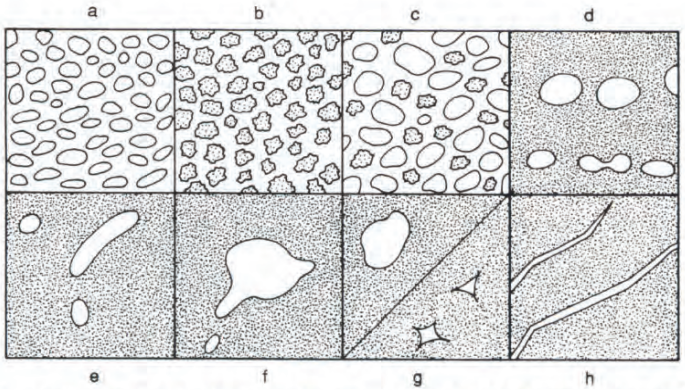



b - Différents types d'assemblages (d'après Sordoillet, 2009). a : porphyrique, b : porphyrique dense, c : porphyrique lâche, d : en bandes, e : en plages, f : enaulique, g : chitonique, h : ponté.

**Figure III.2:** Différents types d'assemblage (d'après Sordoillet, 2009).

#### 2.2.1.2. *Vides et porosité*

Concernant la description de la porosité, plusieurs critères rentrent en ligne de compte. L'origine, le développement, la morphologie et la répartition des vides sont considérés afin de définir différentes catégories (Bullock *et al.,* 1985 ; Stoops, 2003 ; Figure III.3)




a - Différents types de vides (d'après Stoops, 2003). a : vides d'entassement simple, b : vides d'entassement composite, c : vides d'entassement complexe, d : vésicules, e : chenaux, f : chambres, g : vides irréguliers (*vughs*), h : fissures.

**Figure III.3:** Différents types de vide (d'après Stoops, 2003).

Une estimation de la porosité peut être obtenue à partir des lames minces (*2D porosity*) bien que celles-ci ne reflètent que partiellement la porosité réelle du sol (Ringrose-Voade, 1996).

Pour ce faire, il a été défini sur chaque scan numérique des zones d'intérêt représentatives de chaque faciès (Figure III.4). Ces sélections sont ensuite recadrées et converties en niveaux de gris à l'aide du logiciel Adobe Photoshop. L'image obtenue est analysée avec le logiciel ImageJ afin de

quantifier la porosité (fonctions Adjust > Threshold et Analyse > Measure %Area). Le pourcentage d'aire obtenu reflète les zones de vide sélectionnées lors de l'ajustement du seuil relativement à la surface de l'image[2].

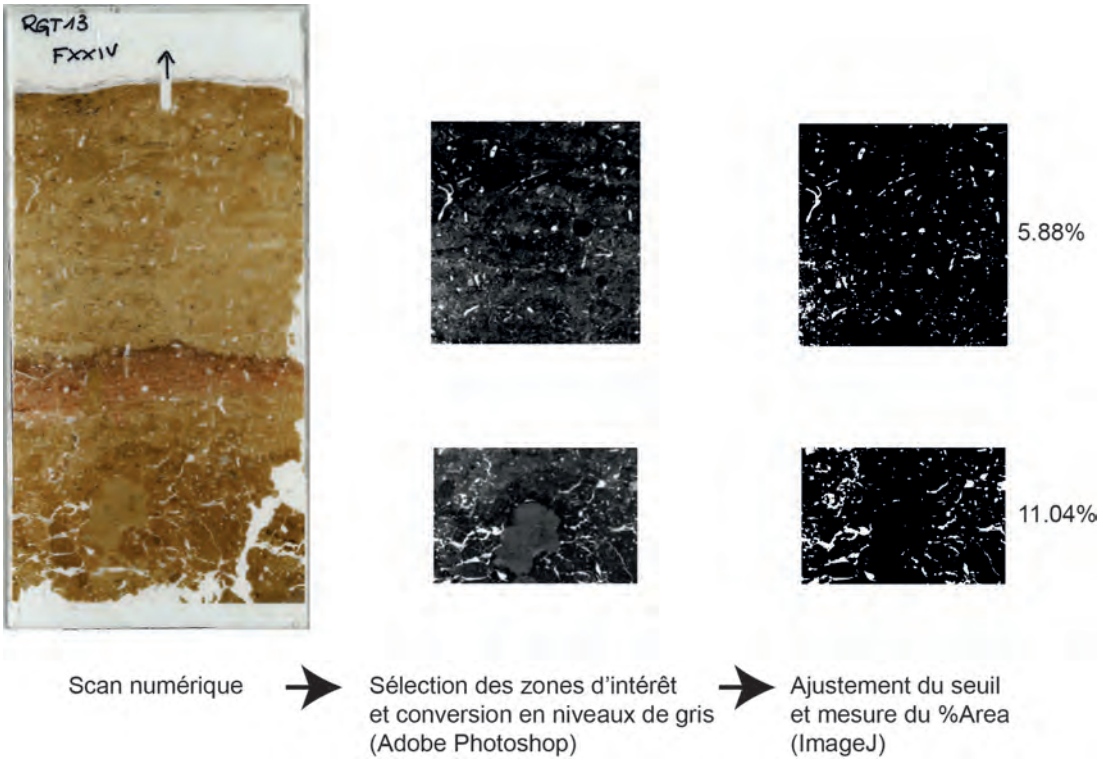


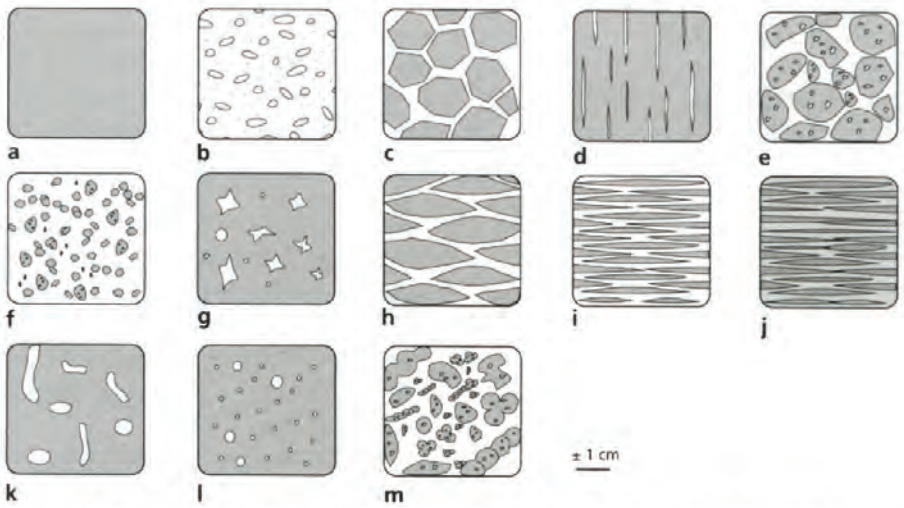

**Figure III.4:** Mesure approximative de la porosité à partir d'un scan numérique et des logiciels Photoshop et ImageJ.

Ces données sont avant tout employées ici dans une perspective de comparaison d'un faciès à l'autre et d'un échantillon à l'autre plutôt que dans une optique quantitative absolue (Goldberg et Macphail, 2006 ; Mentzer, 2011). En effet, plusieurs biais rendent relativement imprécise cette méthode, notamment l'ajustement manuel du seuil qui reste un exercice subjectif.

#### *2.2.1.3. Microstructure*

La microstructure correspond à l'organisation dans l'espace de différents éléments, en particulier les pleins (constituants des fractions fines et grossières) et les vides (porosité), mais également au degré d'évolution des sédiments (agrégation par exemple ; Bullock *et al.,* 1985 ; Stoops, 2003). De nombreux types et sous-types peuvent en conséquence être définis en fonction de différents critères (voir Stoops, 2003 ; Figure III.5).

2 Un tutoriel de C. Liner (Univ. Arkansas) décrivant la méthode suivit peut être consultée ici : https://www.youtube.com/watch?v=2eYUSXZZ6lY




c - Différents types de microstructures (d'après Sordoillet, 2009). a : massive, b : granulaire, c : polyédrique, d : prismatique, e : grumeleuse , f : microagrégée, g : spongieuse, h : lenticulaire, i : feuilletée, j : microlitée, k : canliculaire , l : vésiculaire, m : excrementale ou bioturbée.

**Figure III.5:** Différents types de microstructure (d'après Sordoillet, 2009).

### *2.2.2. Constituants*

Les constituants observés se distinguent généralement en deux grandes catégories : la fraction grossière (C, *coarse*) et la fraction fine (f). La distinction entre fractions grossière et fine est bien entendu d'ordre granulométrique. Leur classement et description suit les règles généralement admises en sédimentologie et en pédologie bien que celles-ci soient assez variables dans les faits et/ou dans les termes selon les auteurs et les pays. Nous avons suivi dans ce travail la classification de Stoops (2003), complétée pour les éléments les plus gros par celle de Cailleux (1954) qui est encore fréquemment utilisée en France (Tableau III.1). Dans le cadre de cette étude, compte tenu des matériaux observés et des objectifs, cette limite se situe aux alentours de 20 µm, c'est dire entre les limons et les sables très fins.

#### *2.2.2.1. Fraction grossière*

La fraction grossière se compose généralement en grande majorité d'éléments minéraux, mais peut parfois contenir des éléments organiques. Ces derniers se rapportent le plus souvent à des matériaux intégrés à la masse du sédiment lors de son dépôt (fragments de végétaux dans un matériel colluvial par exemple). Dans le cas où ces éléments organiques sont liés aux processus pédologiques (*e.g.* racine dans un chenal), il convient alors les décrire comme des traits. Parfois la distinction n'est cependant pas aisée, par exemple dans le cas de matériaux organiques incorporés par bioturbation dans un sédiment progressivement homogénéisé.

Les éléments minéraux sont susceptibles de livrer des informations essentielles sur la nature du matériau parental et sur les propriétés du sol (Stoops, 2003). Les critères essentiels pour la description de ces éléments sont : leurs natures, leurs tailles, leurs formes et leur tri.

- *Nature :*

Les éléments minéraux rencontrés dans cette étude sont de 3 ordres : minéraux monocristallins, minéraux polycristallins ou fragments de roche et enfin résidus minéraux d'origine biologique.

L'identification de ces éléments se fait selon les principes de la pétrographie. Les éléments qui permettent l'identification d'un minéral sont nombreux et complémentaires : forme, couleur en LN, propriété optique en lumière polarisée. Le recours à des atlas de référence (*e.g.* Adams *et al.*, 1984 ; MacKenzie et Guilford, 1980) peut dans ce cadre s'avérer précieux.

- *Taille*

La taille des éléments peut être mesurée à l'aide des outils de mesure inclus dans le logiciel de prise de vue microphotographique. Les éléments identifiés sont ensuite regroupés selon leur classe granulométrique (Tableau III.1).

| Dimension | Classification |
|---|---|
| *> 200 mm* | Blocs |
| *20-200 mm* | Galets |
| *2 - 20 mm* | Graviers |
| *1 - 2 mm* | Sables très grossiers |
| *1000 - 500 µm* | Sables grossiers |
| *500 – 200 µm* | Sables moyens |
| *200 - 100 µm* | Sables fins |
| *100 - 20 µm* | Sables très fins |
| *2 - 20 µm* | Limons |
| *< 2 µm* | Argiles |

**Tableau III.1:** Classes granulométriques (d'après Stoops, 2003).

- *Tri*

Il est alors intéressant de préciser quelles sont les proportions de chaque classe. Une estimation visuelle est alors suffisamment précise pour déterminer les grandes tendances (Tableau III.2). Le degré de tri, qui indique la variabilité dimensionnelle dans un échantillon, peut être notamment indicatif des processus de mise en place.

| Niveau de tri | Critères |
|---|---|
| *Parfaitement trié* | Une seule taille d'élément |
| *Bien trié* | 5 à 10% de particules de tailles autres que les éléments triés |
| *Modérément trié* | 10 à 30% de particules de tailles autres que les éléments triés |
| *Peu trié* | Les éléments triés ne sont pas dominants |
| *Non trié* | Les éléments sont de toutes tailles, il n'y pas de fraction mieux triée qu'une autre |

**Tableau III.2:** Classes de tri (d'après Stoops, 2003).

- *Forme et rugosité*

La forme et l'état de surface sont également à prendre en compte. Ils permettent bien souvent de préciser l'origine et les mécanismes de mise en place de ces éléments. Les critères de morphologie permettent de définir les formes générales tandis que la rugosité permet de préciser le relief de la surface (Figure III.6).

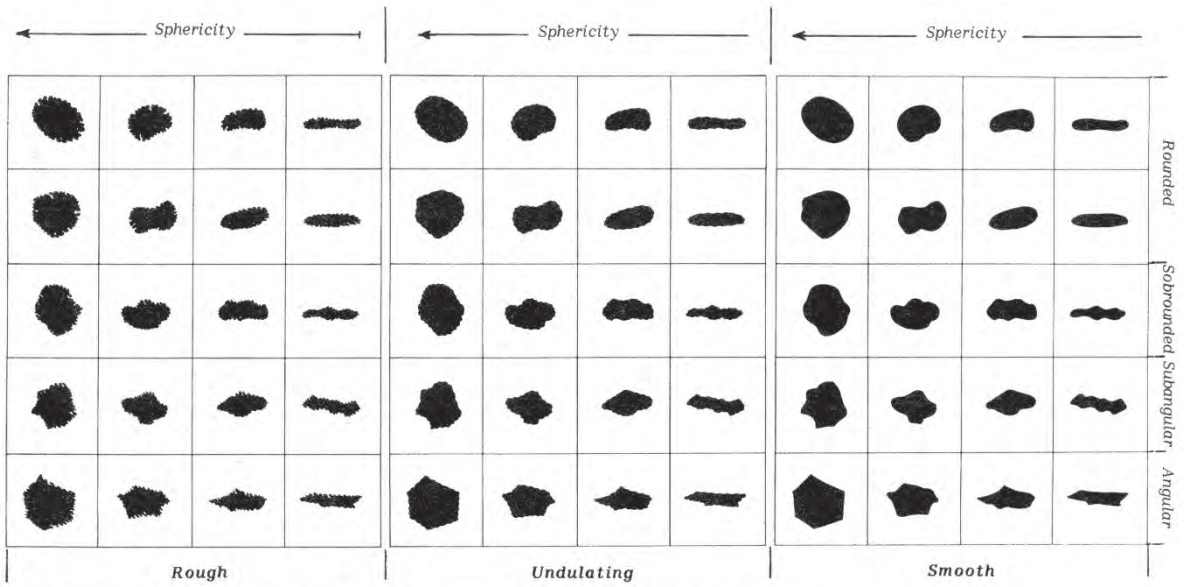



Fig. 4.14. Sphericity and roundness charts combined with roughness–smoothness grades (from Bullock et al., 1985).

**Figure III.6:** Sphéricité et « arrondissement » (d'après Stoops, 2003).

#### *2.2.2.2. Fraction fine*

La fraction fine, tout comme la fraction grossière, se compose d'éléments minéraux et organiques intimement liés. Il faut cependant admettre que, du fait de la méthode d'étude, c'est pour cette fraction que la micromorphologie est la plus limitée (Fitzpatrick, 1984). En effet l'identification des particules limoneuses et argileuses est ardue au microscope optique et, dans l'idéal, une étude où cet aspect est essentiel devrait comporter un volet d'analyses complémentaires (MEB par exemple, Goldberg et Macphail, 2006). La fraction fine est ainsi souvent décrite sous le terme de micromasse puisque la distinction de ses éléments constitutifs est souvent délicate.

| Couleur | Critères |
|---|---|
| *Rouge* | Présence probable d'hématite finement dispersée, mais possiblement aussi de gel amorphe riche en Fe. Certaines matières organiques peuvent aussi avoir une teinte rouge (Eg excrément) |
| *Brun jaunâtre* | Présence de goethite finement dispersée, mais aussi de gel amorphe riche en Fe, de jarosite ou de lepidocrite |
| *Brun à brun clair* | Principalement lié à la présence de matière organique en partie oxydée |
| *Gris* | Couleur naturelle de la plupart des argiles et des limons siliceux ou carbonatés en lames minces. |
| *Vert à gris verdâtre* | Présence de minéraux tels que de la chlorite ou de la glauconite |
| *noir* | Matériaux opaques, souvent métalliques (Manganèse) ou bien concentration de matériaux finement dispersés (pyrite, charbon, etc.) |
| *b-fabric* | Critères |
| *Indifférenciée* | Pas d'interférence visible |
| *Cristallique* | Interférence liée à la présence de cristaux ou de petits fragments minéraux (calcite, mica) |
| *Strial* | Interférence orientée en bandes parallèles sur tout l'échantillon |
| *Striée* | Différentes plages (> 30µm) d'interférences allongées |
| *Pailletée* | Plages d'interférences (< 30µm) sans orientation particulière |

**Tableau III.3:** Critères descriptifs de la fraction fine basés sur les couleurs et sur la b-fabric (Stoops, 2003).

- *Couleur*

Observée en PPL, elle est très variable en fonction de l'épaisseur de lame et de la lumière utilisée. Elle permet malgré tout l'identification de caractères utiles pour l'étude de la fraction fine (Tableau III.3).

- *B-fabric*

La notion d'assemblage de biréfringence (b-fabric) recouvre les modes d'orientation et de distribution des couleurs d'interférence au sein de la micromasse (Stoops, 2003). Les variations dans ce domaine s'expliquent par les différences de constituant et d'organisation de la micromasse.

*2.2.2.3. Le rapport C/f*

Ce rapport correspond à l'abondance de la fraction grossière par rapport à la fraction fine. Il s'exprime sous la forme du ratio C/f x:y, la fraction grossière représentée par x et la fraction fine par y. Dans la pratique cependant ce ratio est peu standardisé : un sédiment comportant 80 % de fraction grossière et 20% de fine aura un ratio C/f 80:20 ou bien 4:1. Dans la mesure du possible nous avons favorisé la première forme, plus intelligible à notre sens et plus directement applicable lorsque la quantification est effectuée au moyen de figures de référence (Stoops 2003 p. 48 ; Figure III.7)

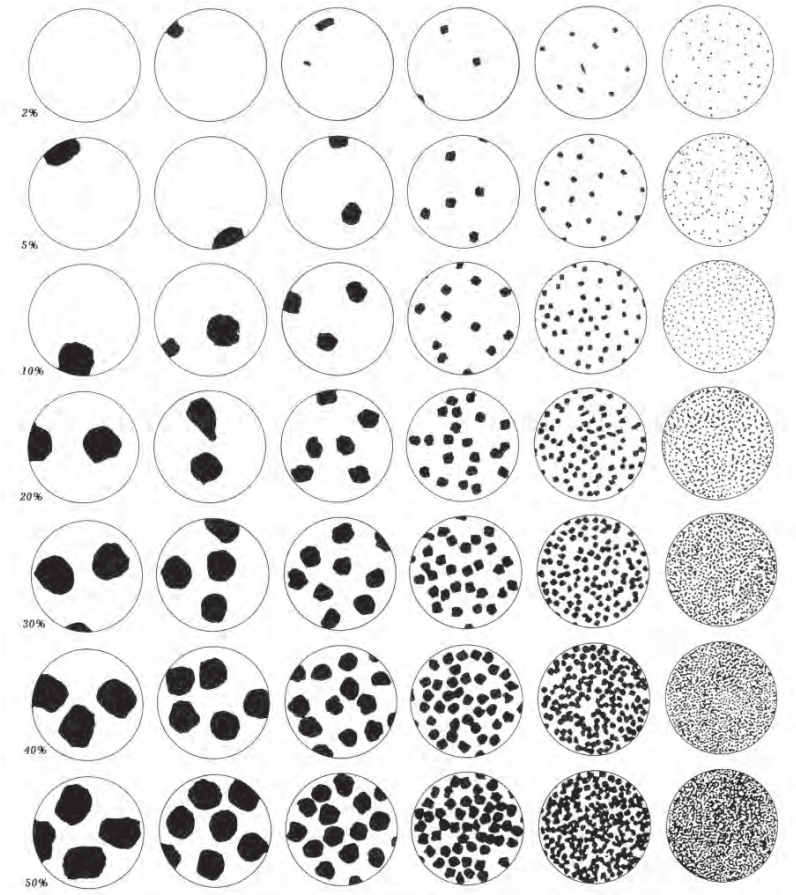



Fig. 4.11. Abundance of black objects as a percentage of visual fields with various particle sizes. Abundances >50% are estimated from the white areas of the complementary fields (after FitzPatrick, 1980; from Bullock et al., 1985).

**Figure III.7:** Exemple d'abaque d'estimation du rapport C/f à différents grossissements (d'après Stoops, 2003).

### *2.2.3. Traits*

La plupart des traits d'origine anthropique ont été décrits une première fois en contexte archéologique par Courty *et al.* (1989) mais des synthèses plus récentes (*e.g.* Courty et Fedoroff, 2002, Macphail et Goldberg, 2010) les détaillent également. Dans le cas de la description de traits d'origine naturelle, le plus souvent pédologique, nous avons suivi les critères de Stoops *et al.*, (2010) et en particulier Mücher *et al.* (2010) pour les traits liés aux dynamiques sédimentaires, Durand *et al.* (2010) pour les traits calcitiques ainsi que Kooistra et Pulleman (2010) pour les traits en lien avec la faune du sol.

## 2.3. Interprétation

L'interprétation des résultats de l'analyse micromorphologique repose généralement sur la mise en relation 1) des caractères primaires 2) des caractères secondaires et finalement 3) la synthèse comparative de ces observations entre plusieurs prélèvements/lames minces (Courty et aL, 1989 ; Goldberg et Macphail, 2006).

Les caractères primaires renseignés par la nature et les processus de mise en place des sédiments sont généralement d'origine naturelle (géogénique ou biogénique ; Mentzer, 2011). Dans le cadre d'une étude micromorphologique en contexte archéologique cependant, la prise en compte des facteurs anthropiques est essentielle, dans la mesure où ceux-ci peuvent également conduire à la formation de dépôts purement anthropogéniques.

Les caractères secondaires correspondent aux phénomènes d'évolution et de transformation des dépôts. Les processus pédologiques sont déterminants à cet égard, mais, une fois encore, en contexte archéologique la prise en compte des facteurs anthropiques est essentielle. La nature et l'origine de ces caractères constituent, entre autres, une des principales sources d'informations permettant de reconstituer les actions anthropiques et de prendre en compte l'évolution taphonomique des dépôts.

Finalement, la mise en relation des observations effectuées sur plusieurs échantillons, par exemple en ayant recours à des regroupements sous forme de faciès-type, permet d'obtenir une vision à plus large échelle des phénomènes naturels et anthropiques et de retracer l'histoire pre-, sin- et post-dépositionnelle des dépôts concernés. Il peut s'agir, entre autres, des conditions de sédimentation, du fonctionnement d'aires d'activités ou bien des processus taphonomiques à l'œuvre (Mentzer, 2011).

Dans le cadre de ce travail, le principe des *Micro-Facies Types (MFTs)* de Courty (2001) repris par Goldberg et Macphail (2006), entre autres, a servi de base pour proposer des regroupements de faciès permettant de discuter en particulier des processus naturels de dépôts et des actions anthropiques en lien avec la combustion. Trois catégories de faciès ont principalement été considérées dans ce travail.

- *Faciès naturels :*

Correspondent aux formations encaissantes et de recouvrement des deux sites archéologiques. Celles-ci ont une origine naturelle et évoluent essentiellement sous l'influence de processus pédologiques et sédimentaires.

- *Faciès de combustion primaire :*

Il s'agit de dépôts fortement affectés par des processus causés par le fonctionnement de structures de combustion primaires. Ils englobent aussi bien des sédiments en place affectés par la chaleur que des dépôts, eux aussi en place, de résidus de combustion. Par la suite, l'évolution de ces faciès peut aussi bien refléter l'action d'agent anthropique, pédologique et/ou sédimentaire

- *Faciès de combustion secondaire :*

Ces dépôts correspondent à des sédiments et des constituants dont la formation ou l'altération est d'origine anthropique et en lien avec la combustion. Cependant l'organisation et l'état de ces éléments indiquent des remobilisations pouvant être d'origine anthropique et/ou naturelle. Ces dépôts sont également sujets à des phénomènes taphonomiques.

# 3. Géochimie organique

## 3.1. Présentation des lipides rencontrés dans cette étude

Du fait de leur un fort potentiel de conservation en contexte archéologique (Evershed, 1993 ; Evershed *et al.*, 1999 et 2001), ce sont essentiellement des lipides qui sont étudiés dans ce travail. La présence d'autres types de composés, en particulier des composés aromatiques ainsi que des composés azotés, sera néanmoins également prise en compte. Les paragraphes suivants ont donc pour objectif de présenter ces principaux groupes de composés organiques **considérés dans cette étude**. Une définition générale, des éléments de structure et de nomenclature sont ainsi apportés pour chacun de ces groupes. Cette présentation, volontairement synthétique, ne rentre donc pas les détails de la synthèse de ces composés ou de leurs différentes occurrences naturelles qui nous éloigneraient de l'objet de ce travail. De très nombreux ouvrages de chimie organique à proprement parler traitent par ailleurs de ces questions. Les paragraphes suivants se basent en particulier sur les manuels de Cuvelier *et al.*, (2004), Peters *et al.* (2005) et Christie (2014).

### *3.1.1. Définition générale*

Dans son acception commune, le terme « lipide » renvoie à la matière grasse des êtres vivants. Cependant, il ne s'agit pas à strictement parler uniquement de graisse, puisque dans un organisme vivant on retrouve des lipides aussi bien dans les membranes cellulaires (phospholipides, stérols), que comme « sécrétion » (cire épicuticulaire des végétaux) ou dans des « stocks » d'énergie (graisse ou huile : acylglycérols).

Du point de vue chimique, la famille des lipides regroupe une grande diversité de molécules partageant la caractéristique d'être insoluble dans l'eau, mais solubles dans les solvants organiques. Au-delà de ce caractère commun, les lipides sont en réalité très variés aussi bien du point de vue de leurs origines, de leurs structures que de leurs propriétés.

Les **lipides considérés dans ce travail** sont le plus souvent relativement simples, constitués de carbone, d'hydrogène et d'oxygène. Ils sont généralement linéaires (acides gras, alcanes, alcools). Cependant, ils peuvent aussi être ramifiés (acides méthylés) voire cycliques (lactones). D'autres lipides, de composition et/ou de structures plus complexes seront également considérés. Il s'agit par exemple d'ester (glycérides) de composés aromatiques (benzènes), à base d'isoprènes (terpénoïdes, stérols) ou encore comportant de l'azote (nitriles).

Nous développerons plus bas les propriétés propres à chacune de ces classes de lipides. Néanmoins, il convient de souligner que leur nature hydrophobe explique leur intérêt dans le cadre de l'archéologie. En effet, ce caractère leur permet une relativement bonne conservation dans le temps, malgré bien entendu un certain nombre de transformations/dégradations (oxydation, hydrogénation par exemple).

### *3.1.2. Les composés aliphatiques*

#### *3.1.2.1. Les acides gras*

Les acides gras sont des acides carboxyliques présentant une chaîne carbonée de longueur variable. On parle souvent d'acide gras libre (*free fatty acid*) dans le cas où ces molécules sont retrouvées sous cette forme, puisque leur occurrence naturelle la plus fréquente est sous leur forme estérifiée dans des acylglycérols. La présence de la fonction carboxyle (COOH) rend ces molécules plus polaires.

Les chaînes carbonées des acides gras rencontrés dans cette étude sont de longueurs le plus souvent comprises entre $C_4$ et $C_{22}$. La nomenclature des acides carboxyliques se présente sous la forme $C_{n:m}$, n étant le nombre d'atomes de carbone et m le nombre d'insaturations.

Au-delà de ces caractères communs, les acides gras rencontrés dans cette étude peuvent être séparés en au moins quatre catégories :

- *Les acides gras saturés*

Ce sont les acides les plus simples, dont la chaîne carbonée ne comporte pas d'insaturation (pas de double liaison C-C ; Figure III.8)

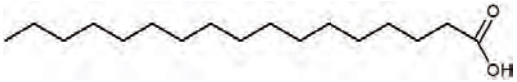



**Figure III.8:** Acide gras saturé $C_{16:0}$ (acide palmitique).

- *Les acides gras insaturés*

Ce sont les acides présentant une ou plusieurs insaturations au niveau de leur chaîne carbonée. (Figure III.9).

**Figure III.9:** Deux acides gras insaturés. a/ $C_{18:1}$ (acide oléique). b/ $C_{18:2}$ (acide linoléique).

- *Les acides gras ramifiés*

Comme leur nom l'indique, ils possèdent une ramification au niveau de leur chaîne carbonée, qui peut être saturée ou non. En fonction de la nature de cette ramification, il est possible de distinguer :

- *Les acides méthylés*

La ramification est un groupe méthyle (-$CH_3$). En fonction de la position de la ramification sur l'avant-dernier ou l'antépénultième carbone on adjoindra respectivement le préfixe iso ou antéiso au nom usuel de l'acide considéré. Un acide gras saturé dont la chaine principale comporte 15 atomes de carbone et un méthyle au niveau du 14e carbone s'écrit donc iso-$C_{15:0}$ (Figure III.10a) tandis que le même acide méthylé au niveau du 13e carbone est nommé anteiso-$C_{15:0}$ (Figure III.10b).

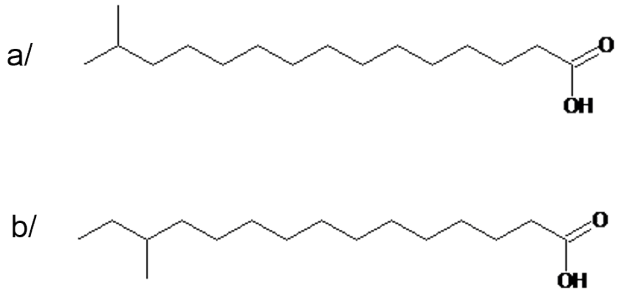



**Figure III.10:** Acides méthylés $C_{15:0}$. a/ iso-$C_{15:0}$. b/ anteiso-$C_{15:0}$.

- *Les hydroxy-acides*

La ramification est un groupement hydroxyle (-OH ; Figure III.11).

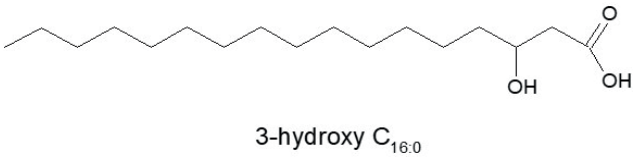



**Figure III.11:** Hydroxy-acide $C_{18:0}$.

- *Les oxo-acides*

La ramification est une double liaison avec un groupement « carbonyle » (double liaison avec un atome d'oxygène O ; Figure III.12)

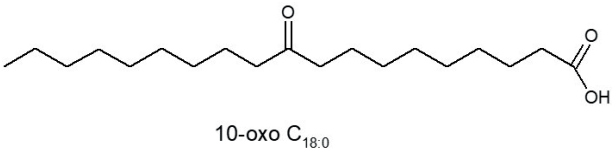



**Figure III.12:** Oxo-acide $C_{16:0}$.

- *Les acides dicarboxyliques*

Les acides dicarboxyliques rencontrés dans cette étude ont, comme leur nom l'indique, la particularité de posséder deux groupes carboxyliques, un à chacune des extrémités de leur chaîne carbonée (Figure III.13). Dans certains cas, des acides dicarboxyliques présentant une ramification (*e.g.* un groupe méthyl) ont également été observés.

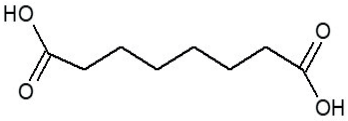



**Figure III.13:** Acide dicarboxylique $C_{8:0}$.

### *3.1.2.2. Autres composés aliphatiques*

- *Les Alcanes*

Les alcanes sont des hydrocarbures linéaires et saturés. Ils se présentent sous la forme d'une chaîne carbonée plus ou moins longue constituée exclusivement de carbone et d'hydrogène (Figure III.14).

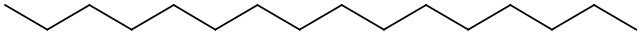


**Figure III.14:** Alcane $C_{16}$ (Hexadecane).

- *Les alcènes*

Les alcènes sont des hydrocarbures linéaires et insaturés. Ils se présentent sous la forme d'une chaîne carbonée plus ou moins longue constituée exclusivement de carbone et d'hydrogène et présentant une double liaison (Figure III.15).

**Figure III.15:** Alcène $C_{16}$ (Hexadec-1-ène).

- *Les Alcools*

Nous considérerons ici uniquement les alcools primaires, qui se présentent sous la forme d'une chaîne carbonée liée à une fonction hydroxyle (OH ; Figure III.16).

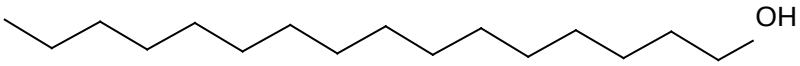



**Figure III.16:** Alcool $C_{16}$ (Hexadécanol).

- *Les cétones*

Les cétones sont des chaînes carbonées présentant un groupement carbonyle (double liaison avec un atome d'oxygène). Leur forme générale est donc du type $R_1OR_2$. Ce type de composé est illustré dans la présente étude par deux classes:

- *Méthyl cétones*

Ce sont des cétones avec le groupement carbonyle sur l'avant-dernier carbone d'une chaîne < $C_{20}$ (Lucquin 2007 : p.201 ; Figure III.17).

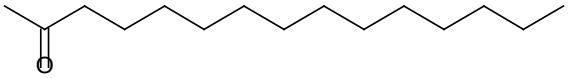



**Figure III.17:** Méthyl cétone $C_{15}$ (2-pentacosanone).

- *Cétones de milieu de chaînes*

Ces longues (> $C_{20}$) chaînes impaires de carbone portent un groupement carbonyle sur leur carbone médian (Figure III.18)

**Figure III.18:** Cétone de milieu de chaîne $C_{31}$ (hentriacontan-16-one).

#### 3.1.2.3. *Les acylglycérols (MAG, DAG et TAG)*

Ces molécules regroupent les esters de glycérol que l'on retrouve notamment dans les tissus adipeux. Ils sont formés par l'estérification d'acides gras (de un à trois) avec une molécule de glycérol (Figure III.19).

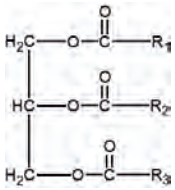


**Figure III.19:** Formule générale d'un triacylglycérol.

En fonction du nombre d'acides estérifiés, on parlera de monoacylglycérols (MAG), de diacylglycérols (DAG) ou de triacylglycérols (TAG ; Figure III.20). Si nécessaire, la position de l'acide gras estérifié est indiquée par un numéro selon sa place sur le glycérol.

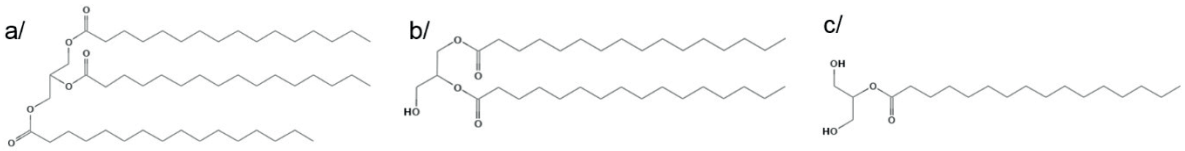



**Figure III.20:** Différents acylglycérols avec l'acide gras $C_{16:0}$. a/ TAG $C_{16:0}$ (tripalmitine). b/ DAG 1,2-$C_{16:0}$ (dipalmitine). c/ MAG 2-$C_{16:0}$ (monopalmitine).

### 3.1.3. *Les composés cycliques*

#### 3.1.3.1. *Les lactones*

Les lactones sont des composés dont la chaîne carbonée comporte un hétérocycle oxygéné. Si le cycle comporte 4 atomes de carbone et 1 d'oxygène on parle de γ-lactone (Figure III.21a). Si le cycle comporte 5 atomes de carbone il s'agit alors d'une δ-lactone (Figure III.21b).

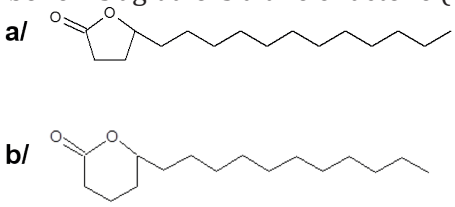



**Figure III.21:** Différentes lactones en $C_{16}$.a/ γ-lactone (γ-palmitolactone). b/ δ-lactone (δ-palmitolactone).

#### 3.1.3.2. *Composés benzéniques*

Les composés benzéniques sont des composés consitués d'un cycle de six atomes de carbone. Leur forme la plus simple est le benzène (Figure III.22a), mais plusieurs groupes fonctionnels peuvent se substituer à un atome d'hydrogène (méthyle, éthyle, carboxyle, etc. ; Figure III.22b et c) donnant ainsi une grande variété de sous types de composés.

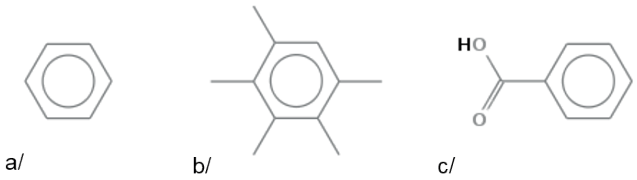



**Figure III.22:** Composés benzéniques. a/ Benzène. b/ Pentaméthylbenzène. c/ Acide benzoïque.

#### 3.1.3.3. *Les composés phénoliques*

Les composés phénoliques sont des alcools aromatiques basés sur un cycle benzénique portant une fonction hydroxyle (OH) comme leur forme la plus simple le phénol (Figure III.23a). Les composés polyphénoliques peuvent comporter plusieurs cycles et/ou plusieurs autres groupes fonctionnels. Dans le cadre de cette étude, la lignine et ses dérivés (Figure III.23b) en sont de bons représentants.

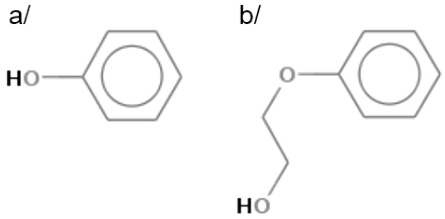



**Figure III.23:** Composés phénoliques. a/ Phénol. b/ 2-Phénoxyethanol.

#### 3.1.3.4. *Hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP)*

Les HAP regroupent, comme leur nom l'indique des composés constitués de plusieurs cycles. Il s'agit le plus souvent de cycles benzéniques (naphtalène, anthracène phénanthrène ; Figure III.24a et b) auxquels peuvent s'ajouter plusieurs groupes fonctionnels (méthyle, éthyle, etc. ; Figure III.24c). Dans certains cas des composés hétérocycliques peuvent être observés (*e.g.* azulène, indène ; Figure III.24c).

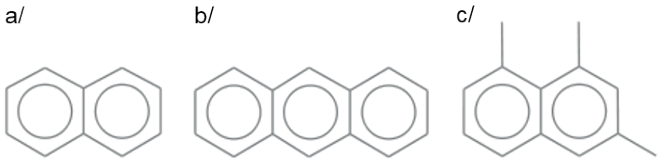



**Figure III.24:** Hydrocarbures aromatiques polycycliques. a/ Naphthalène. b/ Anthracène. c/ Triméthylnaphthalène.

### 3.1.4. *Autres types de composés*

#### 3.1.4.1. *Les terpénoïdes et les stéroïdes*

Les terpénoïdes sont formés par la polymérisation de groupes isoprènes (Figure III.25a). En fonction du nombre de carbones qu'ils contiennent, différentes classes peuvent être distinguées : monoterpènes (C10), diterpènes (C20), etc. Dans le cadre de cette étude, ce sont principalement des triterpènes (C30) que nous avons rencontrés. Ils peuvent être linéaires, comme le squalène (Figure III.25b), ou bien polycycliques, par exemple les dérivés du lupane (Figure III.25c).

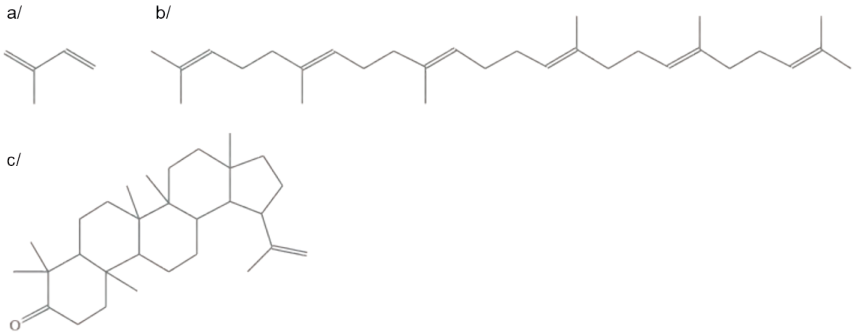



**Figure III.25:** Terpénoïdes. a/ Isoprène. b/ Squalène. c/ Lupenone.

Les stéroïdes résultent de la cyclisation des triterpènes, et notamment du squalène. Il s'agit principalement dans cette étude de molécules tétracycliques auxquelles sont liés différents groupes fonctionnels et une chaîne carbonée (Figure III.26a). L'intérêt de ces molécules réside dans leur grande spécificité qui permet par exemple de distinguer assez aisément des stérols d'origine fécale (coprostanol) ou bien végétale (phytostérol ; Figure III.26b)

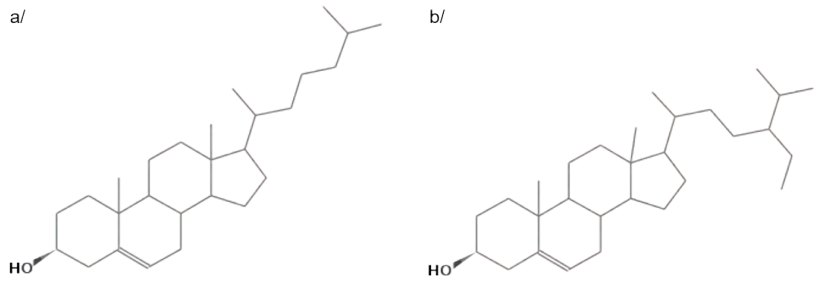



**Figure III.26:** Stérols. a/ Cholestérol. b/ Sitostérol.

*3.1.4.2. Composés azotés*

Ce sont des composés comportant un ou plusieurs atomes d'azote (N), habituellement distingués des lipides présentés plus haut. Ont été observés en particulier dans ce travail:

- *Les composés linéaires*

Il peut s'agir de composés aliphatiques simples présentant un groupe cyano (-C≡N) et dénommés nitriles (Figure III.27a), ou bien un groupement amide (-$CONH_2$) et appelés amides (Figure III.27b).

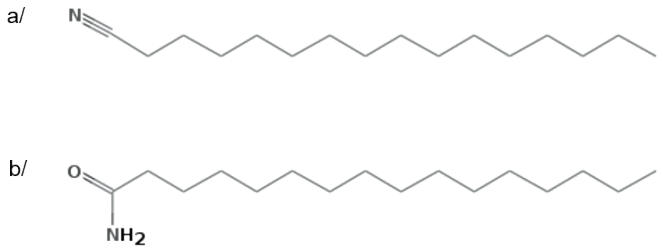



**Figure III.27:** Composés linéaires azotés. a/ Hexadecanenitrile. b/ Hexadecanamide.

- *Composés aromatiques et hétérocycles azotés*

Certains composés cycliques vont comporter un, ou plusieurs, atomes d'azote. Ceux-ci peuvent être situés dans un cycle (hétérocycles azotés, *e.g.* pyridine, pyrimidine, indole ; Figure III.28a), sur un groupe fonctionnel (aromatiques azotés, *e.g.* benzamide ; Figure III.28b) ou bien éventuellement les deux (Figure III.28c).

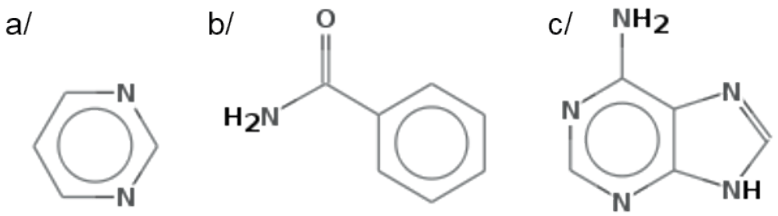



**Figure III.28:** Composés cycliques azotés. a/ Pyrimidine. b/ Benzamide. c/ Adénine.

## 3.2. Procédures analytiques

### *3.2.1. Prélèvement et préparation*

Les prélèvements destinés aux analyses géochimiques se font en vrac, la quantité nécessaire à notre chaîne d'analyse étant d'environ 10 grammes de sédiments préparés (voir plus loin). La quantité prélevée est donc de 20 à 30 grammes ce qui correspond à un volume d'environ 40 mL qui permet d'avoir en réserve suffisamment de matière pour d'éventuels réplicats ou bien pour des analyses complémentaires. Des flacons en verre préalablement rincés à l'acétone ont été utilisés à cet effet. Le matériel employé pour le prélèvement (gant, scalpel, spatule, etc.) est soit stérile à usage unique, soit nettoyé à l'acétone également afin de minimiser les risques de pollution lors de cette étape.

Ces prélèvements ont été effectués selon la même méthode, mais dans deux contextes différents :

- *Prélèvement in situ*

Le prélèvement est effectué sur le terrain, ce qui permet un échantillonnage bien contextualisé à l'échelle des unités/faciès définis sur le terrain, mais dans des conditions parfois contraignantes en termes de risques de pollution.

- *Prélèvement a posteriori :*

Nous avons eu l'occasion de prélever au laboratoire à partir de certains blocs de sédiments orientés destinés à la micromorphologie (avant leur imprégnation). En effet ceux-ci étaient suffisamment grands pour nous permettre d'en « sacrifier » une partie. Le bloc est ouvert précautionneusement afin d'éviter de le déstructurer. Le ou les prélèvements se font ensuite normalement selon la méthode décrite plus haut

L'intérêt est ici de pouvoir réaliser ces prélèvements dans des conditions matérielles plus favorables et de pouvoir réaliser un échantillonnage plus fin qui pourra ensuite être corrélé aux données micromorphologiques obtenues sur le reste du bloc.

Dans tous les cas, les échantillons ont été séchés suite au prélèvement à température ambiante jusqu'à leur arrivée au laboratoire, puis en étuve (35 °C) durant au minimum 2 jours.

#### *3.2.1.1. Broyage et tamisage*

Afin d'éliminer la fraction grossière minérale (sables grossiers, nodules carbonatés, etc.) et organique (racine, charbon, etc.) nous avons procédé à un broyage et un tamisage systématique de nos échantillons. Une homogénéisation a ensuite été réalisée afin que le prélèvement soit le plus représentatif possible :

1/ Concassage léger (mortier en agate) ; tri des éléments grossiers

2/ Concassage (mortier en agate) ; tamisage à 2mm

3/ Broyage mécanique et homogénéisation (Broyeur planétaire à billes Retsch-PM200 ; 6 min, 450rpm) ; tamisage à 250 µm

#### 3.2.1.2. Décarbonatation

Dans le cas de l'analyse élémentaire (AE) de nos prélèvements, il a été nécessaire de procéder à la décarbonatation des échantillons. En effet cette analyse AE a pour objectif de mesurer (entre autres) la quantité de carbone (C) organique contenue dans l'échantillon. Toutefois lors de la combustion de l'échantillon le carbone du $CO_2$ qui se forme provient indifféremment de la MO et de la matrice minérale (Calcite $CaCO_3$ notamment). Cela est problématique puisque le C mesuré n'est alors plus uniquement d'origine organique.

Dans le cas de nos prélèvements provenant de deux contextes pédologiques très marqués par les traits liés à la calcite (cf. Partie V.1.2 et Partie VI.1.2), la décarbonatation des échantillons s'est avérée nécessaire afin d'éliminer le carbone présent sous forme minérale.

Le protocole suivi est celui proposé par Harris *et al.* (2001) qui consiste en une attaque à l'acide chlorhydrique (HCl) par fumigation. Il présente l'avantage d'être relativement aisé à mettre en œuvre, rapide et permet de traiter un grand nombre d'échantillons en même temps.

1/Entre 30 et 31 mg de sol sont disposés et pesés précisément dans une capsule d'argent (5*9 mm). Les capsules sont ensuite disposées sur une microplaque. On ajoute ensuite dans chaque capsule 50 µL d'eau permutée pour mouiller le sédiment ;

2/La plaque est ensuite placée dans un dessiccateur à vide où l'on place également un bécher de 150 mL contenant 100 ml d'acide chlorhydrique (HCl) à 12 M (12mol/L, env. 37%) ;

3/Le dessiccateur est alors fermé, le vide est fait à l'aide une trompe à eau ou d'une pompe à palettes. La fumigation ainsi déclenchée va ensuite durer 6 heures ;

4/La microplaque est ensuite mise à l'étuve (40 °C) durant une nuit. Les capsules, fragilisées par l'acide sont placées dans de nouvelles capsules en étain (10* 10mm), puis mises en forme de boulettes prêtes à l'analyse élémentaire.

#### 3.2.1.3. Extraction, concentration et séchage

Afin d'étudier la MO des sols préhistoriques par des analyses moléculaires (*e.g.* CG-FID, CG-SM, HPLC, etc.), il est nécessaire d'extraire les composés à analyser du sédiment au moyen de solvants.

Pour cela, le solvant retenu ici a été un mélange de Dichlorométhane et de Méthanol (DCM/MeOH ; (2:1, v:v). L'extraction se fait au moyen d'un dispositif Dionex-ASE100 (*Accelerated Solvant Extractor*) réglé pour fonctionner en 1 cycle de 20 min à 60 °C avec une cellule de 10 mL contenant entre 5 et 7 grammes de sédiment complétée avec du coton de verre. On obtient ainsi un extrait d'environ 10 mL.

L'extrait recueilli est ensuite concentré au moyen d'un évaporateur rotatif sous vide. L'extrait restant est finalement séché sous $N_2$, repris dans du DCM puis stocké à 4°C dans un vial de 1.5mL avec un bouchon en PFTE en attendant son injection en CG (adapté de Quenéa *et al.*, 2012).

#### 3.2.1.4. Silylation

La silylation est une méthode de dérivatisation qui permet de diminuer la polarité de certains composés, les rendant ainsi plus facilement séparables et identifiables (*e.g.* Rontani et Aubert, 2008 ; Pollard *et al.*, 2007 ; Mirabaud, 2007). L'ajout de BSTFA (N, O-bis [trimethylsilyl] trifluoroacétamide) à l'extrait lipidique va permettre de remplacer le H des groupes hydroxyles

(-OH) par un groupe Trimethylsilyle (-Si$(CH_3)_3$ ; Figure III.29). Les composés ainsi obtenus seront donc par la suite identifiés au travers de leurs dérivés trimethylsilylés (TMS). Les acides gras, les alcools, les stérols et certains terpènes sont les principaux composés qui sont ainsi rendus plus facilement analysables.

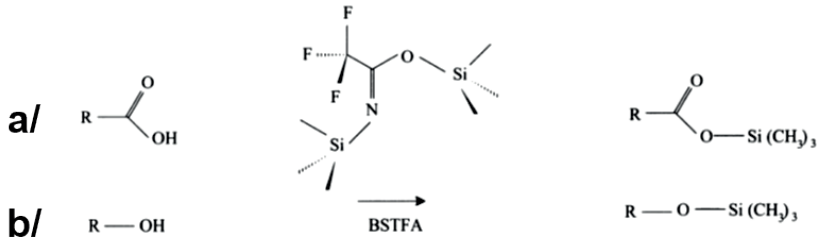



**Figure III.29:** Exemple de dérivatisation par silylation appliquée à a/ un acide gras (R-COOH) et b/ un alcool (R-OH) (d'après Pollard *et al.,* 2007).

Le protocole suivi est le suivant :

1/ ajout de 10% (v/v) de BSTFA [N, O-bis(trimethylsilyl)trifluoroacétamide]

2/ chauffe du mélange à 60 °C pendant 10 min.

### *3.2.2. Analyse élémentaire : AE*

Comme mentionné plus haut, le principe de l'AE est de quantifier un élément (en l'occurrence le carbone organique contenu dans des échantillons décarbonatés).

L'appareillage employé est un Vario PYRO Cube (Elementar). Bien que paramétré pour détecter à la fois le carbone (sous forme de $CO_2$) et l'azote (sous forme de $N_2$), nous n'avons ici considéré que les résultats concernant le carbone. Les concentrations concernant l'azote étaient en effet généralement trop basses pour pouvoir être exploitées. Celui-ci est calibré au moyen d'échantillons étalons (Tyrosine) dont le dosage en carbone est connu. Ces étalons sont analysés avant et durant chaque série d'échantillons et permettent de calibrer l'appareillage, de contrôler la répétabilité des mesures et de calculer l'incertitude afin d'assurer une marge d'erreur inférieure à 1% pour chaque série (entre 0.3 et 0.8% pour le %C dans les séries étudiées ici).

Les principes généraux sont les suivants (Rouessac et Rouessac, 2004 ; Figure III.30):

- L'échantillon conditionné dans une nacelle d'argent puis d'étain est placé dans un four où il est brûlé à 1125 °C sous un flux d'$O_2$ et d'He.
- Les gaz ainsi formés (le $CO_2$ pour ce qui nous concerne) sont ensuite séparés par une colonne suivant le principe de la Chromatographie en phase Gazeuse (CG).
- Un détecteur de conductibilité thermique (TCD) à l'extrémité de la colonne permet de mesurer la quantité de gaz émis et ainsi de quantifier le carbone dans l'échantillon.

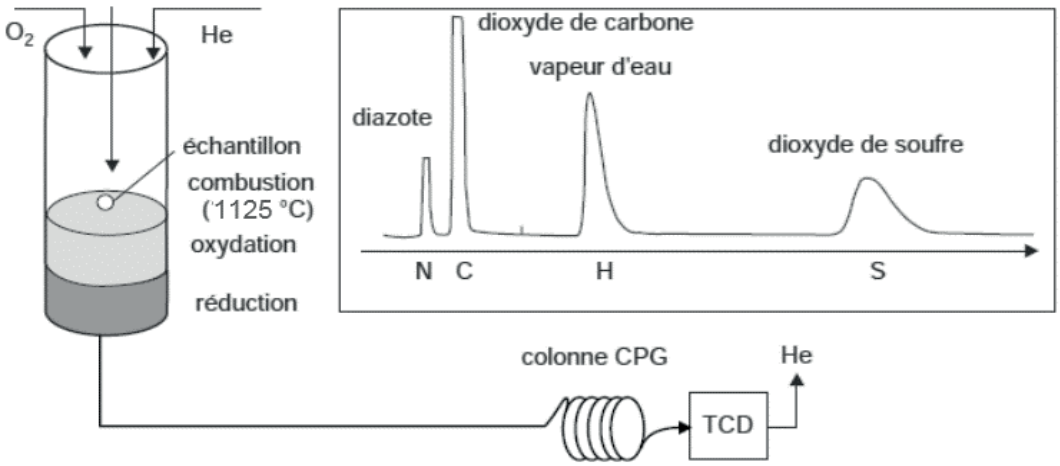



**Figure III.30:** Principes généraux de fonctionnement de l'analyseur élémentaire (d'après Rouessac et Rouessac, 2004).

### *3.2.3. La chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse: CG-SM*

Le principe de la Chromatographie en phase Gazeuse couplée à la Spectrométrie de Masse (CG-SM ou GC-MS en anglais) réside dans la conjugaison des propriétés séparatives de la CG à la capacité d'identification de la SM. En effet, les extraits lipidiques obtenus à partir des échantillons de sédiments sont composés d'un mélange de différentes familles de composés (par ex. acides gras, alcanes, stérols, etc.) au sein desquels plusieurs membres peuvent être présents (par ex. acides gras $C_{12:0}$, $C_{14:0}$, $C_{16:0}$, $C_{16:1}$, etc.). Afin de pouvoir identifier et quantifier chacun de ces composés, il est donc nécessaire de les séparer pour les analyser individuellement.

#### *3.2.3.1. Chromatographie en phase gazeuse*

La Chromatographie en phase Gazeuse (CG) repose sur les principes généraux de la chromatographie (Rouessac et Rouessac, 2004):

- Les composés à identifier sont mis en présence de deux phases, l'une stationnaire, l'autre mobile.
- Les composés sont entraînés par la phase mobile à travers la phase stationnaire.
- Si les vitesses de déplacement des composés sont différentes, ils sont alors séparés progressivement et pourront être recueillis séparément.

En CG, les composés vont circuler dans la phase stationnaire à l'état gazeux. La phase mobile est donc un gaz (gaz vecteur). Le mélange des composés et du gaz vecteur se fait au moment de l'injection au moyen d'un injecteur à vaporisation (Figure III.31).

La phase stationnaire est contenue dans une colonne de faible diamètre pouvant atteindre plusieurs dizaines de mètres de long. Il s'agit le plus souvent d'un matériau poreux, à base de silice par exemple. La colonne est thermostatée, c'est-à-dire que sa température va pouvoir être contrôlée et modifiée au cours de la séparation. Une rampe de température permet de désorpter progressivement les composés à séparer.

Enfin, à l'extrémité de la colonne un détecteur va réagir au passage des composés séparés, et ainsi enregistrer leur temps de rétention et également prendre en compte leur concentration dans le gaz vecteur.

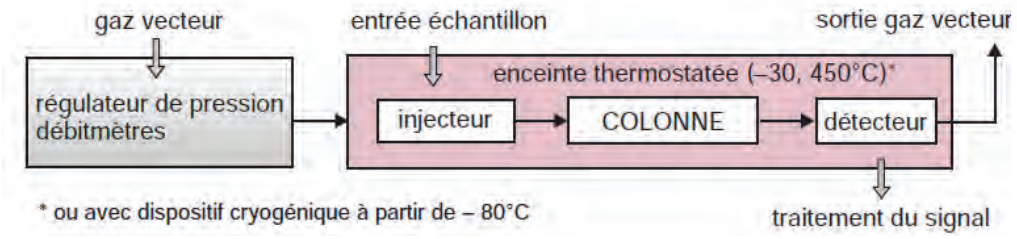



**Figure III.31:** Schéma fonctionnel d'une CG (d'après Rouessac et Rouessac, 2004).

Le signal obtenu est présenté sous forme de chromatogramme (Figure III.32). Il s'agit de la représentation graphique sous forme d'une courbe comprenant deux paramètres : le temps (en abscisse) et l'intensité du signal détecté (en ordonnée). Chaque « pic » correspond à un composé séparé dans la colonne.

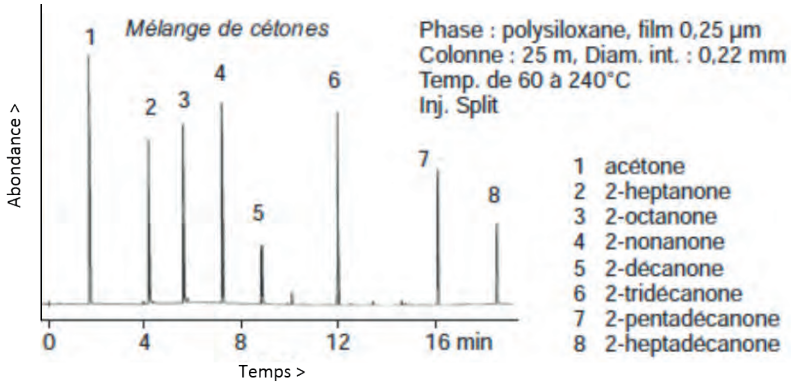



**Figure III.32:** Exemple de chromatogramme d'un mélange de cétones, identifiés à partir de leurs temps de rétention (d'après Rouessac et Rouessac, 2004).

À partir de leurs temps de rétention, il sera possible d'identifier les différents composés par comparaison avec des étalons. Cependant cette approche est difficilement applicable à des mélanges complexes et c'est pourquoi un spectromètre de masse (ou un autre dispositif) est souvent couplé à la CG. Il est également possible d'évaluer la quantité relative de chaque composé en fonction de l'intensité détectée, ou la quantité absolue si des standards ont été injectés avec les composés.

De nombreux paramètres rentrent en ligne de compte et influent sur l'efficacité du dispositif : T ° de l'injecteur, T ° de la colonne, nature et débit du gaz vecteur, nature de la colonne, type de détecteur, etc. (*e.g.* Rouessac et Rouessac, 2004 ; Peters *et al.*, 2005 ; Sparkman, 2011). Ces paramètres vont déterminer l'ordre de séparation et les temps de rétention des composés injectés.

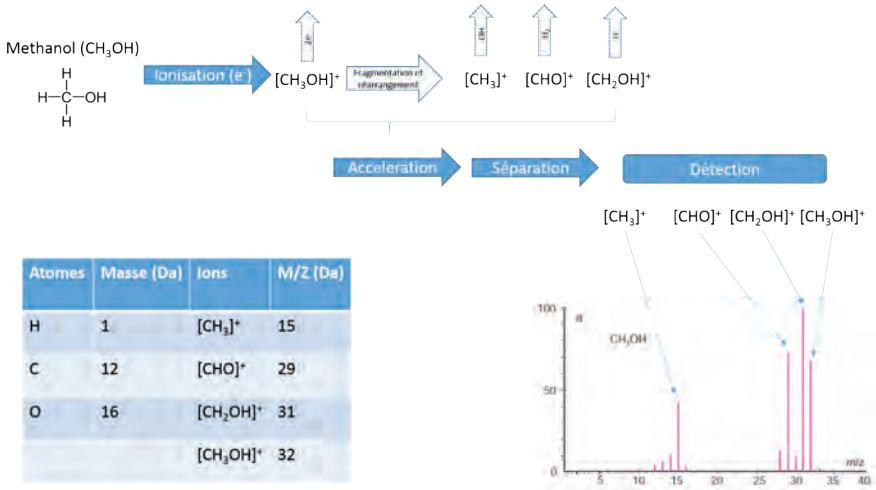
#### *3.2.3.2. La spectrométrie de masse*

Si l'objectif premier de la chromatographie est de séparer différents composés, celui de la Spectrometrie de Masse (SM) va être de les identifier.

Pour ce faire, cette méthode va se reposer sur la fragmentation des composés et la détermination de la masse moléculaire des fragments obtenus. Elle nécessite la transformation des composés, des molécules neutres électriquement le plus souvent, en ions, c'est-à-dire en molécules chargées électriquement. L'ionisation se fait ici par impact électronique ce qui produit de nombreux

fragments ionisés. Ces fragments sont ensuite soumis à un champ électrique dans un quadrupôle qui permettra de déterminer leur rapport masse/charge (m/z) afin de déterminer leur nature (Figure III.33).

Les informations ainsi obtenues pour chaque molécule et fragments associés sont le plus souvent présentées sous la forme d'un spectre de masse. Celui-ci indique en abscisse le rapport m/z et en ordonnée l'abondance relative de chaque ion détecté. Le pic de l'ion le plus intense se voit attribuer le nom de « pic de base » et l'indice 100. Les autres pics seront exprimés en % de ce pic de base.




| Atomes | Masse (Da) | Ions | M/Z (Da) |
|---|---|---|---|
| H | 1 | $[CH_3]^+$ | 15 |
| C | 12 | $[CHO]^+$ | 29 |
| O | 16 | $[CH_2OH]^+$ | 31 |
| | | $[CH_3OH]^+$ | 32 |

**Figure III.33:** Exemple de l'ionisation et de la fragmentation du méthanol(d'après Rouessac et Rouessac, 2004 et Silverstein, 2005).

Dans l'exemple de la figure 27, le méthanol sous forme gazeuse est introduit dans la source du SM et ionisé par un faisceau d'électrons. La molécule de méthanol va alors perdre un électron et les ions moléculaires $[CH_3OH]^+$ se forment. Cependant ces ions moléculaires vont pour beaucoup se désintégrer et de nombreux fragments pour la plupart chargés positivement vont être formés ($[CH_3]^+$, $[COH]^+$ ou encore $[CH_2OH]^+$). Ces différents ions sont accélérés, séparés puis détectés. Le spectre de masse obtenu inclut donc à la fois l'ion moléculaire, très proche de la molécule initiale, mais aussi les différents fragments dont la nature va permettre de comprendre la structure initiale de la molécule.

Le cas du méthanol est assez simple dans la mesure où cette molécule est relativement courte. Mais plus les molécules seront longues et complexes, plus l'interpretation de leurs spectres de masse sera délicate. Par exemple avec l'acétone ($C_3H_6O$) et le butane ($C_4H_{10}$), des ions moléculaires de même m/z sont obtenus (m/z=58 ; Figure III.33). Cependant ces deux molécules produiront des fragments différents par leur nature ou leurs proportions, ce qui permettra de les distinguer (Figure III.34).

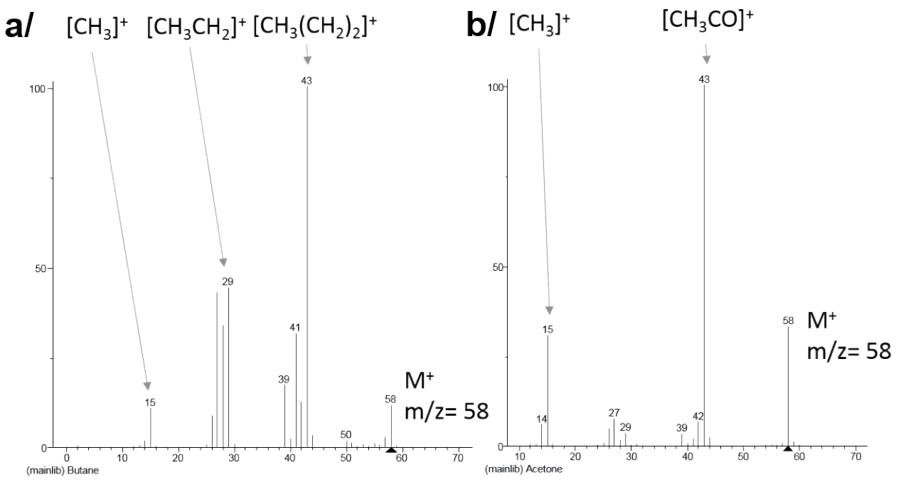



**Figure III.34:** Exemple de fragmentogrammes pour un ion moléculaire de m/z = 58. a/ butane ($C_4H_{10}$). b/ Acétone ($C_3H_6O$).

L'interprétation des spectres de masse se fait donc selon plusieurs approches complémentaires :

- La structure de la molécule est reconstituée à partir de son schéma de fragmentation, à là manière d'un puzzle. Les fragmentations successives et les réarrangements compliquent cependant la tâche.
- Le spectre de masse est comparé avec une bibliothèque de spectres connus (type NIST ou Wiley). Les logiciels intégrant cette fonction proposent alors une liste de composés correspondants (avec une certaine marge d'erreur).
- La consultation de publications « papier » présentant des spectres de masse identifiés peut également s'avérer précieuse.

#### *3.2.3.3. CG-SM Employée*

Le dispositif employé est le suivant :

- Chromatographe : Agilent 6890
- Colonne : 30 m ResteK 5 sil MS (i.d. 0.25 mm, film thickness 0.5 lm)
- Gaz vecteur : He (1 ml/min ; constant flow)
- Injection : Splitless, température de l'injecteur 300 °C
- Rampe : de 80 °C (0.5 min) à 100 °C (10 °C/min), puis jusqu'à 320 °C (4 °C/min)
- Spectromètre de masse : Agilent 5973N Mass Selective Detector (transmission quadrupole mass spectrometer)
- Electron ionisation : 70 eV
- L'ensemble du dispositif est contrôlé par un passeur d'échantillon Gerstel (MPS) et le logiciel associé (Maestro).

### 3.2.4. Pyrolyse avec dérivatisation in situ couplée à la CG-SM: py(TMAH)-CG-SM

#### 3.2.4.1. Principes généraux

La pyrolyse avec dérivatisation *in situ* couplée à la CG-SM (py(TMAH)-CG-SM) repose sur les mêmes principes que la CG-SM classique, à savoir la séparation par CG des composés puis leur identification par SM. À la différence de la méthode exposée précédemment, l'un des intérêts de la py(TMAH)-CG-SM est que l'échantillon, ici du sédiment, va pouvoir être analysé directement et entièrement sans qu'une étape d'extraction soit nécessaire. Cet aspect permet d'analyser, entre autres, des composés résistants aux méthodes d'extraction habituelle (« Matière Organique Récalcitrante », MOR).

La contrepartie est que cette méthode implique un « craquage » des molécules par la pyrolyse pour les rendre volatiles. La température élevée nécessaire à la pyrolyse (décomposition thermique sans oxydation et combustion) est obtenue au moyen d'une nacelle ferromagnétique à la température de Curie adaptée. Soumise à un fort champ magnétique dans le pyrolyseur, cette nacelle, et l'échantillon qu'elle contient, atteint en quelques millisecondes sa température de Curie. Suite à ce craquage thermique, les composés détectés par SM sont donc des « fragments » des composés initiaux, ce qui complexifie l'interprétation et rend délicates toutes approches quantitatives.

Par ailleurs, l'ajout de TMAH (tetraméthylammonium hydroxide) à l'échantillon va permettre une dérivatisation directe (hydrolyse et méthylation) durant la pyrolyse (Challinor, 2001), ce qui permet à la fois une fragmentation des macromolécules difficilement identifiables autrement et la production de composés méthylés polaires plus aisément analysables par CG-SM (e. g. Chefetz *et al.,* 2000 ; Quénéa *et al.,* 2005 ; Gallois *et al.,* 2007 et 2010).

Dans la pratique quelques milligrammes de sédiment sont donc chargés dans un tube ferromagnétique avant d'y ajouter du TMAH. Le tube est immédiatement placé dans le pyrolyseur où il sera porté à sa température de Curie (650°C). Les gaz ainsi produits sont ensuite séparés par CG et identifiés par SM.

#### 3.2.4.2. Py(TMAH)-CG-SM employée

Les échantillons (3–4 mg) sont disposés dans des tubes ferromagnétiques (10 mm, 2 mm i.d., point de Curie : 650°C) et mélangés avec le TMAH (25% w/v in MeOH). L'échantillon est ensuite analysé par Py-CG-SM.

Le dispositif employé est le suivant (adapté de Quénéa *et al.,* 2005) :

- Pyroliseur : Pilodist, (9.9 s ; 650 °C)
- Chromatographe : Thermo Trace
- Colonne : 30 m RXI 5 Sil MS column (i.d. 0.25 mm, film thickness 0.5 lm) with Integra guard column
- Gaz vecteur : He (1 ml/min ; constant flow)
- Rampe : 50 °C (10 min), puis jusqu'à 310 °C (2 °C/min)
- Spectromètre de masse : ion source 220 °C

## 3.3. Éléments d'interprétation

### *3.3.1. Interprétation qualitative*

#### *3.3.1.1. Le concept de biomarqueur*

Les marqueurs biologiques ou "biomarqueurs" sont des fossiles moléculaires provenant d'êtres vivants. Leur intérêt réside dans la possibilité de les utiliser dans une optique chemotaxonomique afin de remonter à leur origine biologique (*e.g.* Eglinton et Calvin, 1967 ; Peters *et al.*, 2005). Pour ce faire un biomarqueur doit à la fois présenter une bonne stabilité dans le temps et une structure propre à une espèce parente ou, le plus souvent, à un groupe plus ou moins large d'espèces. Le premier domaine de développement et d'application de ce type de composés est l'étude pétrolière puisqu'ils permettent de documenter les processus de formation, de diagenèse et de maturation de ces dépôts (Peters *et al.*, 2005).

Du fait de la différence d'échelle de temps avec les applications en pétrochimie, le concept de biomarqueurs en archéologie, et plus largement en sciences de l'environnement, concerne une bien plus grande variété de composés: lipides, mais aussi ADN, acides aminés, protéines, carbohydrates, etc. (Evershed *et al.*, 1999 ; Simoneit, 2005 ; Evershed, 2008). Les biomarqueurs ainsi étudiés le sont avant tout pour leur capacité à documenter des activités anthropiques plus que pour leur valeur chemotaxonomique à proprement parler. Cependant, du fait de transformations liées à l'action de l'homme (par ex. chauffe, mélange) et à des processus postdépositionnels, leur reconnaissance et leur interprétation demeurent souvent délicates.

Pour plusieurs auteurs (*e.g.* Evershed, 2008), il serait plus juste de parler d'empreintes chimiques (*chemical fingerprints*) ce qui sous-entend que plusieurs composés ou groupes de composés doivent être considérés pour tendre vers plus de fiabilité. Ce sont ainsi des groupes de marqueurs (cf. *infra*), et éventuellement leurs rapports les uns vis à vis aux autres (cf. Partie III.3.3.2) qui doivent alors être pris en compte.

Malainey (2011), par exemple, opère une distinction entre deux types de biomarqueurs appliqués à l'étude des résidus archéologique : 1. Les biomarqueurs « généralistes » et 2. Les biomarqueurs spécifiques. Les premiers, souvent des familles ou des distributions particulières de composés, sont utilisés afin de définir l'origine des éléments composant un résidu à une échelle assez large. Il s'agira par exemple de distinguer une MO animale d'une MO végétale en observant les distributions des acides carboxyliques ou des alcanes ou encore à partir des types de stérols retrouvés. Dans le cas des biomarqueurs spécifiques, la détermination de l'origine sera plus précise, bien qu'atteignant rarement le rang de l'espèce, mais plus souvent celui de la famille ou du genre.

Ces deux approches sont très souvent étroitement liées. Dans un exemple récent, Buonasera *et al.* (2015) identifient des résidus correspondant à des mammifères marins à partir de proportions d'acides carboxyliques qu'ils contiennent ($C_{14:0}/C_{12:0}$ et $C_{16:0}/C_{18:0}$). Cette première attribution est confirmée et affinée par la détection de biomarqueurs spécifiques de graisse de mammifère marin (et aussi par l'analyse isotopique menée de concert).

Finalement, les résultats obtenus dans la présente étude ne permettent que très rarement d'identifier des biomarqueurs *sensu stricto* et ce sont le plus souvent des faisceaux de marqueurs qui permettront de proposer des signatures. Ponctuellement, l'identification de composés véritablement spécifiques justifiera l'emploi du terme de biomarqueurs. À ce titre, la démarche retenue ici se situe donc plutôt à la suite de celle décrite par Malainey (2011).

Les paragraphes suivants présentent les principaux éléments qui sous-tendent l'interprétation des résidus organiques dans cette finalité. Cette revue, loin d'être exhaustive, sera complétée au fil de l'étude en fonction des types de composés rencontrés dans nos échantillons. Par ailleurs, des synthèses récentes sur le sujet et adoptant une perspective plus large sont disponibles (*e.g.* Simoneit, 2005 ; Pollard *et al.*, 2007 ; Evershed, 2008 ; Malainey, 2011 ; Regert, 2011).

Nous avons séparé ces marqueurs selon quatre catégories adaptées de Regert (2011) :

- Les biomarqueurs à proprement parler (molécules documentant directement l'origine naturelle);
- Les marqueurs d'altération (molécules documentant une altération anthropique);
- Les marqueurs de dégradation (molécules documentant la dégradation naturelle);
- Les marqueurs de contamination / pollution.

#### *3.3.1.2. Les biomarqueurs d'origine*

- *Les biomarqueurs de MO d'origine végétale*

Plusieurs groupes de composés sont considérés comme spécifiques d'une MO d'origine végétale.

Il s'agit en premier lieu de composés aliphatiques de longue chaîne (> $C_{20}$) comme les alcanes, les alcools ainsi que certains acides gras. Les alcanes de ce type correspondent principalement à des produits des cires épicuticulaires des végétaux (Eglinton *et al.*, 1962 ; Simoneit, 2005 ; Spangenberg *et al.*, 2014) tandis que les alcools et les acides seraient plus largement liés à une MO végétale en cours de dégradation (Evershed *et al.,* 1999 ; Poirier *et al.*, 2005).

Plusieurs stérols et composés terpénoïques sont des marqueurs reconnus de la MO végétale. Dans le cadre de cette étude, ces composés sont principalement le stigmastérol, le sitostérol et le campestérol (Huang et Meinschein, 1976). Par ailleurs, des terpènes, tels que les dérivés du lupane, ont la même valeur (Simoneit, 2005) et peuvent dans certains cas permettre une attribution plus fine par exemple entre angiospermes et gymnospermes et même au sein de ces clades (Otto et Simoneit, 2001 ; Pollard *et al.*, 2007).

Enfin, des dérivés phénoliques et benzoïques peuvent également entrer dans cette catégorie dans la mesure où ils découlent en grande partie de la dégradation de la lignine, l'un des principaux constituants du bois (Simoneit *et al.,* 1993 ; Quénéa *et al.*, 2004 ; Simoneit, 2005 ; Regert *et al.,* 2006).

- *Les biomarqueurs de MO d'origine animale*

Les principaux biomarqueurs de MO animale susceptibles d'être retrouvés en contexte archéologique sont ceux issus de la dégradation des graisses, en particulier des triacylglycérols (TAG). Cependant, ces TAG, et leurs dérivés (MAG, DAG, acides saturés et insaturés, diacides, etc.) ne sont pas exclusifs au règne animal (Evershed *et al.*, 2002 ; Van Den Berg *et al.*, 2002 ; Pollard *et*

*al.*, 2007) et il convient de les considérer avec certaines précautions. Malgré tout, lorsqu'ils sont associés à une forte abondance d'acides insaturés $C_{18:1}$, l'un des principaux constituants des graisses animales (Malainey *et al.*, 1999b ; Nieuwenhuyse *et al.*, 2015), l'hypothèse d'une MO d'origine principalement animale est très envisageable. La combinaison avec des méthodes isotopiques dans ce type de situation pourra également s'avérer précieuse dans la mesure où les MO animales et végétales peuvent livrer des résultats distincts (*e.g.* Dudd *et al.*, 1999 ; Regert, 2011). Certaines molécules paraissent plus spécifiques, comme des acides $C_{15}$ et $C_{17}$ ramifiés se formant dans le système digestif des ruminants (Regert, 2011), mais peuvent également être d'origine strictement bactérienne (Spangenberg *et al.*, 2014).

La reconnaissance de molécules isolées comme marqueurs d'une MO d'origine animale est donc délicate, et le plus souvent c'est le recoupement d'un faisceau de résultats, en plus du contexte archéologique, qui va permettre de proposer les hypothèses interprétatives les plus robustes (Heron et Evershed, 1993 ; Dudd *et al.*, 1999 ; Evershed *et al.*, 2002 ; Regert, 2011).

Hors du cadre de cette étude, des marqueurs spécifiques de produits laitiers et de MO animales d'origine marine ont également fait l'objet d'études (voir par exemple la synthèse de Regert, 2011).

#### *3.3.1.3. Les marqueurs d'altération*

- *Altération thermique de la MO végétale*

Qu'elle soit naturellement présente dans des sédiments ou directement liée au combustible, la matière végétale va fortement se dégrader sous l'action de la chaleur. Une disparition de la prédominance des alcanes de chaînes impaires est par exemple souvent considérée comme la signature d'une MO végétale altérée thermiquement (Eglinton et Calvin, 1967 ; Wiesenberg *et al.*, 2009 ; March *et al.*, 2014).

Plus spécifiquement, la combustion du bois va conduire à la formation de nombreux composés aromatiques polycycliques (HAP) tels que des benzènes et des naphtalènes (*e.g.* Glaser *et al.*, 1998 ; Simoneit, 1999 et 2002). Malheureusement, la plupart de ces composés sont relativement ubiquistes et peuvent être issus de différents combustibles. Malgré tout, certains d'entre eux peuvent avoir une valeur chimiotaxonomique un peu plus fine (par exemple le retene pour la combustion de conifère ; Simoneit, 2002).

- *Altération thermique de la MO animale*

Les produits de l'oxydation des acides gras d'origine animale vont également pouvoir se former dans le cadre d'une altération liée à des températures élevées, par exemple lors du fonctionnement d'un foyer ou de l'utilisation d'un récipient en céramique pour la cuisson (*e.g.* Evershed *et al.*, 2002 ; Lucquin, 2007). Ces oxydations sont amplifiées par l'action de la chaleur, et certains composés qui vont alors se former pourront être jugés diagnostiques d'une altération thermique.

La formation de composés linéaires relativement courts (*e.g.* alcanes, alcènes, alcools, acides ramifiés) a pu être considérée comme caractéristique de ces processus (Nawar, 1989 ; Evershed *et al.*, 2002). En parallèle, celle de cétones de courtes ou de longues chaînes et de lactones participe aux mêmes processus d'altération thermique subie par la MO animale. Les travaux expérimentaux de Evershed et Raven (Evershed *et al.*, 1995 ; Raven *et al.*, 1997) ont montré que la chauffe de TAG conduisait à la formation de cétones de longue chaîne par décarboxylation ainsi que dans une

moindre mesure à celle de méthylcétone de chaîne plus courte. Les lactones sont également des composés liés au mécanisme d'oxydation. Ils sont le résultat de la cyclisation d'hydroxy-acides. On les retrouve dans une grande variété de produits alimentaires cuits (Nawar, 1969 ; Belitz *et al.,* 2009) mais ils sont plus rarement étudiés en contexte archéologique (Lucquin, 2007).

Enfin, l'altération thermique de viande peut conduire à l'identification de composés azotés (linéaires ou aromatiques), probablement en lien avec la dégradation de protéines (Simoneit, 2002 ; Simoneit *et al.,* 2003 ; Cascarosa *et al.*, 2011 ; Berruti *et al.,* 2012 ; Rono *et al.*, 2017). Malgré tout, ces types de composés sont très rarement retrouvés en contexte archéologique, sans doute en raison d'une moins bonne préservation à des échelles de temps archéologiques (Eglinton et Logan, 1991 ; Evershed et Tuross, 1996 ; Pollard *et al.*, 2007).

#### *3.3.1.4. Les marqueurs de dégradation naturelle*

Ces composés, souvent relativement ubiquistes, correspondent aux produits de la dégradation de nombreux types de biomasse. Il peut s'agir en particulier d'acides gras, souvent insaturés, de courtes ou moyennes chaînes ($C_6$ à $C_{18}$) qui, bien que pouvant être directement liés à un type particulier de MO, se forment durant la dégradation de n'importe quel type de TAG (Brown et Brown, 2011).

Plus généralement, une disparition des acides insaturés et une réduction de la longueur des chaînes carbonées de tous les composés aliphatiques, parfois accompagnées d'un déséquilibre pair/impair, sont des indicateurs d'une matière organique en partie dégradée par les processus naturels tels que l'hydrolyse et la dégradation bactérienne/microbienne (*e.g.* Eglinton *et al.*, 1991 ; Pollard *et al.,* 2007 ; Evershed, 2008 ; Regert, 2011). Les processus postdépositionnels plus classiques pour l'archéologie (*e.g.* processus hydrique, mécanique, biologique) entrent bien sûr également en ligne de compte.

#### *3.3.1.5. Les marqueurs de contamination*

Du fait de la nature des échantillons considérés dans ce travail, l'incorporation de composés issus de la matière organique du sol (MOS) ne peut être ignorée. Dans ce contexte, la prise en considération du signal organique naturel des sédiments semble impérative. Une étude comparative à la fois d'un point de vue qualitatif et quantitatif permettra ensuite de définir un bruit de fond local (*e.g.* Heron *et al.*, 1991). Dans la plupart des cas, cette MOS sera principalement issue de MO végétale et de sa dégradation (cf. *supra* ; March *et al.*, 2014). Cependant, les pratiques culturales sont susceptibles d'être à l'origine d'incorporation de composés spécifiques (*e.g.* coprostanol ; Evershed *et al.*, 2001) ou d'intrants synthétiques, aisément décelables dans les contextes de nos recherches.

Par ailleurs, en contexte archéologique, les conditions de fouilles et de prélèvements atteignent rarement des standards de qualités optimales pour l'analyse chimique organique. Il en résulte des pollutions qui peuvent être à la fois liées aux pratiques de fouille (arrosage de sédiment), aux conditions de prélèvement et de conservation (outillage et contenants inadaptés) ou à des pollutions lors de la préparation des échantillons (*e.g.* Evershed, 1993 ; Malainey, 2011 ; Steele, 2013). Si la plupart de ces pollutions sont relativement faciles à déceler et écarter lorsqu'elles sont liées à des composés synthétiques modernes (*e.g.* dérivés du phtalate, de cosmétiques ;

Grosjean et Logan, 2007), la situation est plus délicate lorsque celles-ci peuvent aussi avoir une origine naturelle ou archéologique (*e.g.* acide-amide, acides gras, squalène ; *e.g.* Steele, 2013 et les références qui s'y trouvent).

Dans ce domaine, seules une prise d'échantillons de contrôle (mais affectés par l'opération de fouille) et l'analyse d'échantillons blancs en laboratoire peuvent permettre de pallier ces faiblesses (Grosjean et Logan, 2007 ; Pollard *et al.,* 2007). Bien entendu, une meilleure maîtrise des protocoles de prélèvement sur le terrain, bien que déjà défendue (*e.g.* Malainey, 2007 ; Steele, 2013 ; Mazow *et al.*, 2014 ; Nigra *et al.*, 2015), est toujours possible.

### *3.3.2. Interprétation quantitative : distributions des acides gras*

La distribution des acides gras en contexte archéologique, et en particulier pour l'analyse des résidus retrouvés dans des poteries, mais également dans des sédiments, fait l'objet d'une longue suite de recherche (*e.g.* Morgan *et al.*, 1984 ; Patrick *et al.*, 1985 ; Pepe *et al.*, 1989 ; Skibo, 1992 ; March, 1995 ; Malainey, 1997). Cependant, les résultats et les interprétations qui en découlent sont depuis le début fortement discutés (*e.g.* Evershed *et al.*, 1999 ; Malainey, 2007 et 2011 ; Regert, 2011). En effet, se basant principalement sur des référentiels actuels, ces premières approches présentent l'inconvénient majeur de rendre difficile la prise en compte de l'évolution dans le temps des différents composés. De plus, l'ubiquité de certains d'entre eux, quelle qu'en soit la source naturelle, rend la reconnaissance d'éventuels mélanges ardue. Dans ce cadre, la plupart de travaux dans ce domaine depuis les années 2000 ont cherché à compléter cette approche des distributions à la fois par la prise en compte de biomarqueurs plus précis (cf. *supra*) et surtout par des analyses isotopiques de composés spécifiques (*e.g.* Evershed *et al.*, 1999 et 2002 ; Berstan *et al.*, 2004 ; Spangenberg *et al.*, 2006 et 2014 ; Steele *et al.*, 2010 ; Regert, 2011 ; Craig *et al.*, 2012 ; Buonasera *et al.*, 2015 ; Choy *et al.*, 2016).

Dans le cadre de ce travail, n'impliquant pas d'analyses isotopiques, nous nous sommes particulièrement intéressé à deux types d'approche :

- Ratios documentant l'état de la MO
- Ratios documentant l'origine de la MO

Nous nous sommes principalement appuyé sur les travaux liés à l'étude de matériaux archéologiques et/ou expérimentaux, mais avons tenté également de considérer des approches et des proxies plus traditionnellement issus des sciences de l'environnement.

Cette partie fournit les méthodes de calcul et les principes d'interprétation de chacun de ces outils. Une discussion plus approfondie de leur application dans le contexte de notre étude (MO animale et thermoaltérée en particulier) est fournie plus loin à partir de données issues de la littérature et de nos expérimentations (cf. Partie IV.4.4.3), des échantillons archéologiques de Régismont-le-Haut (cf. Partie V.4.3.3) et des Bossats (cf. Partie VI.4.3.3).

#### *3.3.2.1. État de la matière organique*

Dans ce cadre, l'objectif est avant tout de mettre en évidence des degrés de dégradation ou de maturation de la matière organique dans les sols. Parfois, la distinction de l'origine de cette MO est également abordée, notamment en essayant de séparer MO d'origine végétale et MO provenant de micro-organismes.

- *Carbon Preference Index*

Le Carbon Preference Index (CPI) est un proxy développé dans les années 1960 (Cooper et Bray, 1963) afin d'évaluer le degré de maturation des hydrocarbures. Son principe, appliqué aux acides gras, est de représenter la prédominance des chaînes paires sur celles impaires (à l'inverse de ce qui se fait pour les alcanes). Ce faisant, la diminution de la prédominance des chaînes paires va faire tendre les valeurs de CPI vers 1. Cette diminution est interprétée comme le signe d'une maturation/dégradation de la MO initiale.

Son calcul implique le calcul des rapports pair/impair entre d'une part $C_{21}$ et $C_{n-1}$ et, d'autre part, $C_{22}$ et $C_{n+1}$, où n+1 correspond à l'acide impair le plus long de l'échantillon. On effectue ensuite la moyenne de ces deux rapports (Équation III.1).

$$CPI = 1/2\left[\sum_{22}^{n} pairs \Big/ \sum_{21}^{n-1} impairs + \sum_{22}^{n} pair\,s \Big/ \sum_{23}^{n+1} impairs\right]$$

**Équation III.1:** Calcul du Carbon Preference Index (n+1 = nombre max. de carbones ; d'après Lucquin, 2007, lui-même d'après Cooper et Bray, 1963).

Le CPI est régulièrement utilisé en géochimie afin d'appréhender le degré de dégradation des MO dans des sédiments (*e.g.* Wiesenberg *et al.*, 2010). Il est utilisé pour des échantillons présentant de nombreux lipides de longue chaîne carbonée (acides gras, mais surtout alcanes). Il est également utilisé en archéologie afin d'évaluer l'état de dégradation des MO à la fois dans des sédiments, des pierres chauffées dans des foyers et des résidus de cuisson dans des poteries (March et Wünsch, 2003 ; Lucquin, 2007).

Cependant, son usage est peu répandu, car il semble difficilement applicable à des échantillons présentant des lipides majoritairement de chaînes courtes et paires comme c'est le cas des MO altérées thermiquement ou bien d'origine animale (cf. Partie III.3.3.1). Wiesenberg *et al.* (2009) proposent un $CPI_{short}$ qu'ils appliquent à des alcanes entre $C_{15}$ et $C_{19}$ provenant de biomasse brûlée (*e.g.* Eckmeier et Wiesenberg, 2009 ; Wiesenberg *et al.*, 2010), mais ceux-ci n'étendent pas son utilisation aux acides gras.

Lucquin (2007), confronté au même problème, propose une version modifiée du CPI, prenant en compte des acides de chaînes comprises entre $C_{13}$ et $C_{19}$ (Équation III.2). Les résultats expérimentaux obtenus, bien que globalement décroissants avec l'augmentation de la maturation /dégradation de la MO, montrent qu'en fonction du type de MO, de son origine et des différentes techniques d'altération, les valeurs de CPI sont extrêmement variables (Lucquin, 2007: 166).

$$CPI\ (acides\ courts) = 1/2\left[\sum_{14}^{18} pairs \Big/ \sum_{13}^{17} impairs + \sum_{14}^{18} pair\,s \Big/ \sum_{15}^{19} impairs\right]$$

**Équation III.2:** Calcul du Carbon Preference Index pour des acides courts (C13-19) de Lucquin (2007).

- *Ratio Long vs short-chains (Wiesenberg et al., 2010 et 2015)*

Le rapport entre les acides longs et courts est un moyen d'appréhender à la fois l'origine (plante fraîche et microbio) et surtout la dégradation de la MO dans des sédiments (Wiesenberg *et al.*, 2010 et 2015).

Il se calcule en faisant le rapport entre la somme des acides de chaînes comprises entre $C_{20}$ et $C_{34}$ (« *long* ») et celle des acides de chaînes comprises entre $C_{16}$ et $C_{19}$ (« *short* » ; Équation III.3). Toutefois l'auteur ne précise pas si les acides insaturés doivent être pris en compte. Aussi, nous effectuerons deux calculs, l'un avec les insaturés et l'autre sans. Il faut cependant noter que le même proxy est utilisé par d'autres auteurs en adaptant les groupes « *short* » et « *long* » à leurs propres résultats analytiques (*e.g.* Knicker *et al.*, 2013 : $C_{10-20}$ et $C_{21-28}$).

$$\text{Long vs short chains} = \sum(C_{20-34}) / \sum(C_{16-19})$$

**Équation III.3:** Calcul du ratio Long vs short chains (d'après Wiesenberg *et al.*, 2010).

Son interprétation repose sur l'idée qu'une MO de plante fraîche sera dominée par les acides « courts » $C_{16}$ et $C_{18}$ et qu'une MO d'origine microbienne/bactérienne sera dépourvue d'acide long (Wiesenberg *et al.*, 2010). En conséquence, une valeur basse du ratio est supposée indiquer une MO provenant de plantes fraîches et une valeur très basse une MO d'origie microbienne. L'augmentation de la valeur va de son côté aller de paire avec celle de la dégradation (conservation préférentielle des longues chaines). Il faut cependant signaler que ce ratio n'a, à notre connaissance, été employé qu'avec des MO d'origine végétale.

- *Estimation du degré d'insaturation*

Partant du constat que la double liaison C=C est plus fragile que la liaison simple C-C, Wiesenberg (2015) postule que les MO fraîches comportent plus d'acides insaturés que les MO dégradées. Il propose donc de quantifier le degré d'insaturation des acides en $C_{16}$ et $C_{18}$ afin d'évaluer la préservation de la MO.

Le calcul se fait par le rapport entre la somme des acides saturés $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$ et la somme des acides insaturés $C_{16:1}$, $C_{18:1}$ et $C_{18:2}$ (Équation III.4).

$$\text{Degré d'insaturation C16 et 18} = (C_{16:0} + C_{18:0})/(C_{16:1} + C_{18:1} + C_{18:2})$$

**Équation III.4:** Calcul du degré d'insaturation de $C_{16}$ et $C_{18}$ (d'après Wiesenberg, 2015).

L'augmentation de ce rapport, et donc une moins forte contribution des insaturés, indiquerait une biomasse dégradée. À l'inverse, des valeurs plus basses seraient signe d'une plus forte contribution des insaturés et donc d'une bonne conservation. Les valeurs attendues pour de la MO végétale ou microbienne fraîche sont inférieures à 10 et celles pour une MO dégradées sont supérieures à 10.

Dans une étude antérieure, les mêmes chercheurs (Wiesenberg *et al.*, 2010) proposent une démarche similaire uniquement basée sur les acides $C_{18}$ (Équation III.5). Une baisse du rapport, en lien avec une disparition des insaturés, est censée signer la dégradation de la MO.

$$\text{Degré d'insaturation C18} = (C_{18:1} + C_{18:2} + C_{18:3})/C_{18:0}$$

**Équation III.5:** Calcul du degré d'insaturation de $C_{18}$ (d'après Wiesenberg *et al.,* 2010).

#### 3.3.2.2. Origine de la matière organique

L'objectif de ces différents proxies est de proposer des sources possibles à la MO analysée. Pour ce faire, ce sont principalement des outils permettant d'évaluer la distribution globale des acides gras et des rapports entre certains d'entre eux qui sont mis en œuvre. Les interprétations sont cependant souvent restées très larges (distinction MO végétale, animale ou microbienne par exemple), mais dans certains cas des sériations plus fines (au niveau de la classe ou de la famille et parfois jusqu'à celui du genre/espèce) sont proposées.

- *Average Chain Lenght$_{FA}$ (Wiesenberg et al., 2010 et 2015)*

L'Average Chain Length (ACL) a initialement été utilisée sur des alcanes ($ACL_{alk}$: Wiesenberg *et al.*, 2009, Eckmeier et Wiesenberg, 2009) pour indiquer leur possible source. Wiesenberg en fait ensuite usage pour les acides gras ($ACL_{FA}$ : Wiesenberg 2010 et 2015) en se basant sur les données de Harwood et Russell (1984) pour expliquer les tendances observées.

Il s'agit d'une valeur moyenne de la longueur des chaînes carbonées pondérée par leurs abondances relatives. Elle s'obtient par le rapport entre deux sommes. D'une part celle des produits a * A (« a » étant l'abondance relative des acides ayant « A » carbones) et d'autre part la somme de toutes abondances relatives « a » (Équation III.6).

$$ACL = \sum(a \times A) \ / \ \sum(a)$$

**Équation III.6:** Average Chain Lenght$_{FA}$, « a » étant l'abondance relative de chaque acide gras ayant « A » carbones. La valeur obtenue étant ainsi la longueur moyenne des acides gras, saturés et insaturés, dans un échantillon.

Les principes d'interprétation sont les suivants :

- Les micro-organismes étant censés présenter plus d'acides courts que longs, les valeurs attendues sont censées être comprises entre 16 et 18.
- À l'inverse les végétaux, présentant plus d'acides longs, auront une ACL plus élevée de l'ordre de 18 à 20.
- Wiesenberg *et al.* (2010) intègrent cependant une seconde dimension puisque la dégradation de la MO est supposée affecter préférentiellement les acides courts, et ainsi favoriser une augmentation de l'ACL.

- *Ratios $C_{16:0}/C_{18:0}$ et $C_{18:1}/C_{16:0}$ (Skibo, 1992)*

L'utilisation de ces deux ratios est introduite par Skibo (1992) à partir des résultats qu'il a obtenus sur un corpus de résidus extraits de céramiques ayant servi à cuire plusieurs types de produits. Il observe en effet que la comparaison de ces deux rapports permet de sérier ces échantillons expérimentaux de façon satisfaisante (*sic*) vis-à-vis des types de produits impliqués (Figure III.35).

De façon générale, l'auteur propose qu'une distinction puisse se faire entre MO végétales et animales fraîches à partir du ratio $C_{18:1}/C_{16:0}$, la MO animale étant plus riche en $C_{18:1}$. La cuisson semble avoir peu d'effet sur le riz, mais par contre induit pour les mélanges légume + viande une augmentation du ratio $C_{16:0}/C_{18:0}$ en lien avec la baisse de la prédominance de $C_{16:0}$ sur $C_{18:0}$.

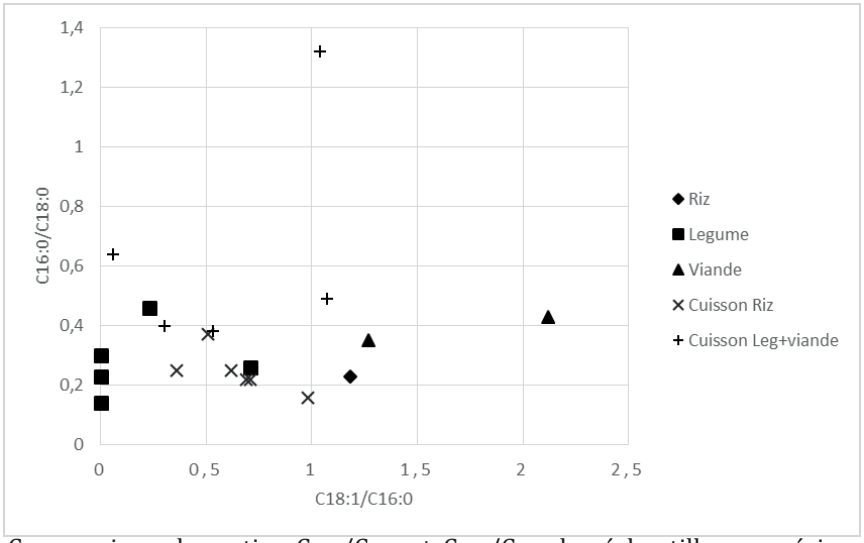



**Figure III.35:** Comparaison des ratios $C_{16:0}/C_{18:0}$ et $C_{18:1}/C_{16:0}$ des échantillons expérimentaux de Skibo (1992). Les catégories Riz, Légume et Viande correspondent à des produits frais. Les catégories Cuisson, Riz et Cuisson Lég+Viande correspondent à des expérimentations de cuisson dans des céramiques (données reprises de Skibo, 1992 : p. 93).

- *%S (Marchbanks, 1989)*

Le %S a été conçu pour discriminer des échantillons modernes et frais de différentes origines à partir de leurs teneurs en acides polyinsaturés $C_{18:2}$ et $C_{18:3}$. Son concepteur, Marchbanks (1989) part du principe quel les MO végétales, et en particulier les huiles végétales issues de graines, seront plus riches en $C_{18:2}$ et $C_{18:3}$ que les MO animales (issues de poisson notamment).

Le %S se calcule par le rapport entre la somme des acides $C_{12:0}$ et $C_{14:0}$ et celle des acides $C_{12:0}$, $C_{14:0}$, $C_{18:2}$ et $C_{18:3}$ (Équation III.7) et s'exprime en pourcentage.

$$\%S = (C_{12:0} + C_{14:0})/(c_{12:0} + C_{14:0} + C_{18:2} + C_{18:3})$$

**Équation III.7:** Calcul du %S de Marchbanks (d'après Malainey, 2011).

Les valeurs observées pour des échantillons modernes de Marchbanks sont <18% pour des végétaux, entre 22 et 39% pour du poisson et > 47 pour des animaux terrestres.

- *Index de saturation SI (Loy, 1994)*

L'Index de Saturation (SI) de Loy (1994), est mentionné dans la littérature comme l'un des premiers index ayant pour but de déterminer l'origine de MO en contexte archéologique (voir notamment Quigg *et al.*, 2001 et Malainey, 2011). Toutefois, n'ayant pu consulter la publication originale de Loy, il nous est difficile de discuter des raisonnements qui ont permis son développement. Il semble qu'il s'agisse aussi d'un outil conçu à partir de produits modernes frais et qu'il ait pour objectif de sérier ces matériaux à partir des variations dans la contribution d'acides insaturés $C_{18:1}$ et de $C_{18:2}$.

Il se calcule par le rapport entre la somme des acides $C_{18:1}$ et $C_{18:2}$ et celle des acides $C_{12:0}$, $C_{14:0}$, $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$ (Équation III.8).

$$SI = (C_{18:1} + C_{18:2})/(c_{12:0} + C_{14:0} + C_{16:0} + C_{18:0})$$

**Équation III.8:** Calcul du SI de Loy (d'après Malainey, 2011).

*A priori*, son interprétation doit pouvoir se faire selon les mêmes principes que les estimations du degré d'insaturation proposées par Wiesenberg et présentées plus haut. En conséquence, et malgré un objectif initial qui semble avoir été de déterminer l'origine de différentes MO, il serait donc sans doute plus logique d'en faire un marqueur de dégradation de la MO.

- *Critères de Malainey (1997)*

À partir de ses travaux expérimentaux, Malainey propose en 1997 une série de critères de distinction de l'origine de résidus contenus dans des poteries (Malainey, 1997 ; Malainey *et al.*, 1999b). Ceux-ci seront par la suite repris et discutés à plusieurs reprises (*e.g.* Buonasera, 2005 ; Lucquin, 2007 ; Malainey, 2007).

Cette approche repose sur la comparaison de trois variables calculées à partir des pourcentages de chaque acide gras vis-à-vis du total des acides gras: 1/ l'abondance des acides de chaînes « moyennes » (somme des $C_{12:0}$, $C_{14:0}$ et $C_{15:0}$), 2/ l'abondance de l'acide saturé $C_{18:0}$ et 3/ l'abondance des acides insaturés $C_{18:1}$ (somme des isomères ; Tableau III.4). La comparaison des échantillons à analyser avec ce référentiel permet de proposer des origines potentielles dans les règnes animal ou végétal.

| Identification | Medium chain (C12:0+14:0+15:0) | C18:0 | C18:1 isomers |
|---|---|---|---|
| *Large herbivore* | <15% | >27.5% | <15% |
| *Large herbivore with plant or bone marrow* | Low | >25% | 15<x<25% |
| *Plant with large herbivore* | >15% | >25% | No data |
| *Beaver* | Low | Low | >25% |
| *Fish or corn* | Low | <25% | 15<x<27.5% |
| *Fish or corn with plant* | >15% | <25% | 15<x<27.5% |
| *Plant (except corn)* | >10% | <27.5% | <15% |

**Tableau III.4:** Critères d'identification de Malainey (d'après Malainey *et al.*, 1999b)

- *Critères d'Eerkens (2005)*

Eerkens (2005), à la suite des travaux de Skibo, a considéré une plus large gamme de ratios de différents acides en se basant sur les données expérimentales de Malainey (1997). Il en a retenu trois (en plus du ratio $C_{16:0}/C_{18:0}$) : $C_{12:0}/C_{14:0}$, $C_{16:1}/C_{18:1}$ et $(C_{15:0}+C_{17:0})/C_{18:0}$.

Nous ne rentrerons pas dans les détails de son analyse (Eerkens, 2005 et 2007), mais le principal apport de ce travail est la mise au point de deux biplots (basés sur un tableau ; Tableau III.5) sur lesquels il indique des zones potentiellement diagnostiques pour différents types de MO ou de résidus (Figure III.36 et Figure III.37). Il souligne lui-même que la dégradation des composés est susceptible de directement affecter la position de ces zones et que leur utilisation doit donc rester prudente (Eerkens, 2005). Cette approche, communément couplée à une étude fine de biomarqueurs spécifiques, est sans doute la plus fréquemment employée dans les études récentes (*e.g.* Lucquin, 2007 ; Kedrowski *et al.*, 2009 ; Kanthilatha *et al.*, 2014 ; Buonasera *et al.*, 2015).

| Ratio | Etat | Mammifères terrestres | Poissons | Racines | Plantes | Graines et noix | Baies |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *(C15:0-C17:0)/C18:0* | Fresh | <0.2 | 0.2-0.5 | >0.2 | 0.1-1.0 | <0.6 | <0.2 |
| | Degraded | <0.2 | 0.2-0.5 | >0.2 | 0.1-1.0 | <0.6 | <0.2 |
| *C16:1/C18:1* | Fresh | 0.02-0.2 | 0.2-0.5 | 0.05-0.7 | >0.7 | <0.3 | <0.08 |
| | Degraded | 0.08-0.8 | 0.8-2.0 | 0.2-2.8 | >2.8 | <1.2 | <0.32 |
| *C16:0/C18:0* | Fresh | <3.5 | 4-6 | 3-12 | 5-12 | 0-9 | 2-6 |
| | Degraded | <7 | 8-12 | 6-24 | 10-24 | 0-18 | 4-12 |
| *C12:0/C14:0* | Fresh | <0.15 | <0.15 | >0.15 | >0.05 | >0.15 | >0.15 |
| | Degraded | <0.15 | <0.15 | >0.15 | >0.05 | >0.15 | >0.15 |

**Tableau III.5:** Critères de distinction d'Eerkens à partir des données de Malainey (d'après Eerkens, 2005).

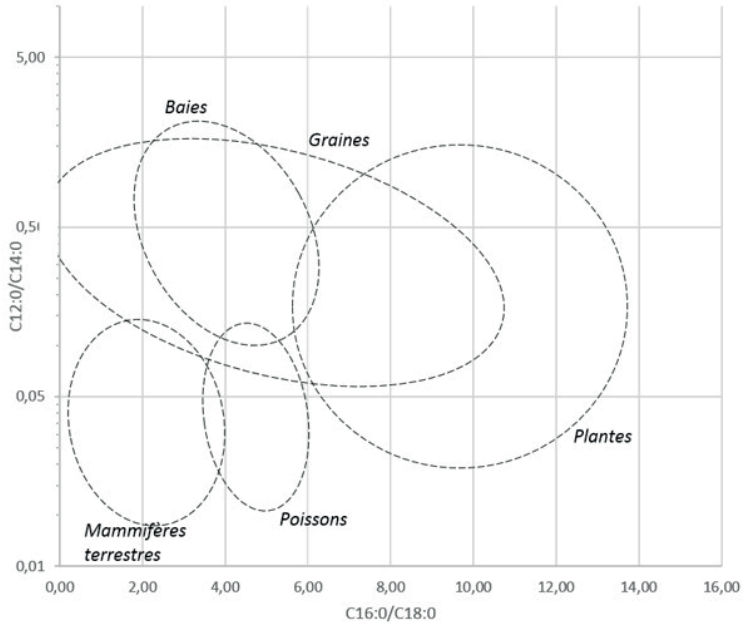



**Figure III.36:** Biplot des ratios $C_{16:0}/C_{18:0}$ et $C_{12:0}/C_{14:0}$. Les ellipses ne sont pas statistiques (d'après Eerkens, 2005).

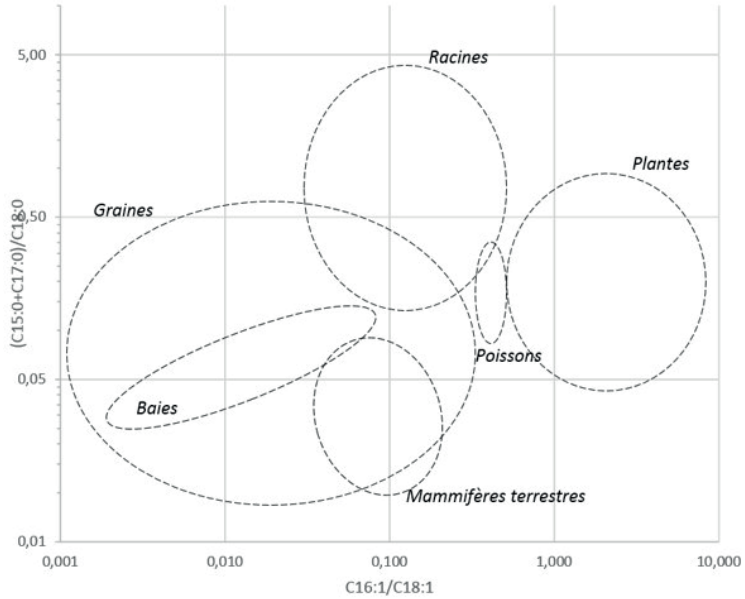



**Figure III.37:** Biplot des ratios $C_{16:1}/C_{18:1}$ et $(C_{15:0}+C_{17:0})/C_{18:0}$. Les ellipses ne sont pas statistiques (d'après Eerkens, 2005).

Dans un travail récent, Buonasera *et al.* (2015) utilisent la même approche, mais se concentrent sur les graisses animales. Pour le ratio $C_{12:0}/C_{14:0}$, ils retiennent surtout la valeur de 0,15 (Figure III.38). Les valeurs inférieures sont attribuées à des mammifères terrestres et marins. Au niveau de $C_{16:0}/C_{18:0}$ une distinction assez franche est observée entre mammifères terrestres (<2) et mammifères marins (autour de 4 et 5).

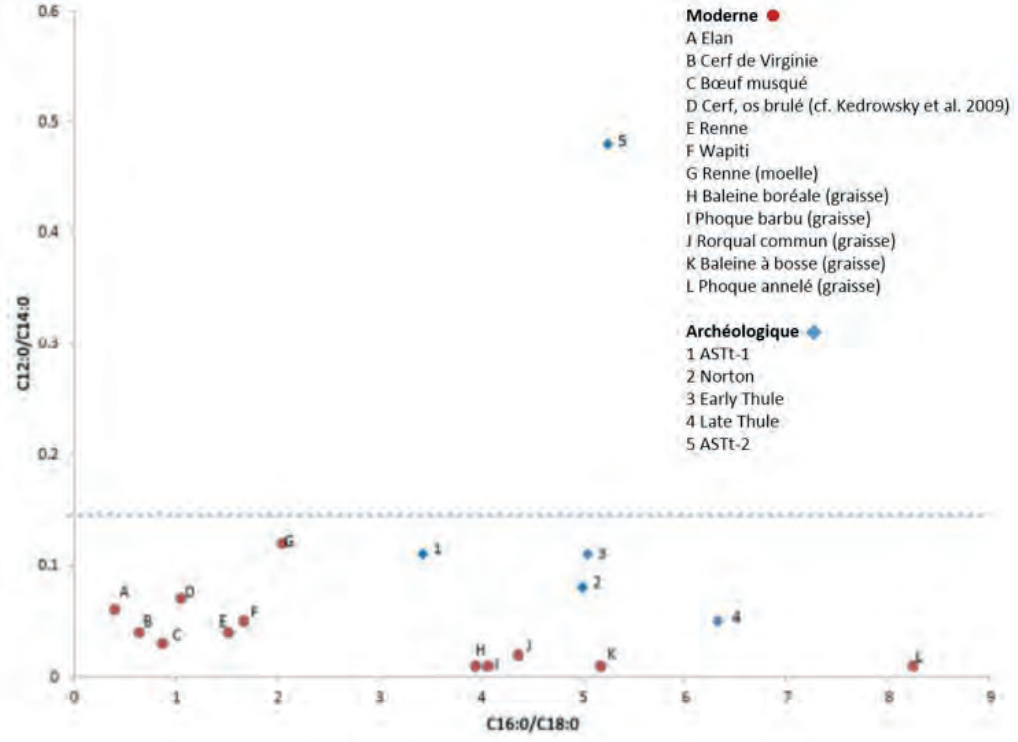



**Figure III.38:** Biplot des ratios $C_{16:0}/C_{18:0}$ et $C_{12:0}/C_{14:0}$ pour des échantillons modernes de graisses animales et des échantillons archéologiques du Canada (d'après Buonasera *et al.*, 2015).

- *Distribution $C_{14:0}$, $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$ (Lucquin, 2007)*

Dans sa thèse, Lucquin (2007) établit une méthode d'identification basée sur les proportions des trois principaux acides gras saturés retrouvés en abondance dans les animaux : $C_{14:0}$, $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$. Celui-ci est en effet très prudent sur la prise en compte des acides insaturés dans son étude, car ceux-ci seraient trop sujets à dégradation ce qui empêcherait toute comparaison entre référentiel actuel et échantillon archéologique, à plus forte raison si une altération thermique intervient (Lucquin, 2007 : p.152-154).

En se basant sur ses propres expérimentations et sur une importante revue bibliographique, il établit donc des diagrammes ternaires permettant de visualiser les rapports entre $C_{14:0}$, $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$ pour différentes espèces d'animaux (Figure III.39). Les chevauchements sont malgré tout importants, mais comme le précise l'auteur, le contexte archéologique (principalement les données archéozoologiques) permet de réduire le nombre d'espèces concernées.

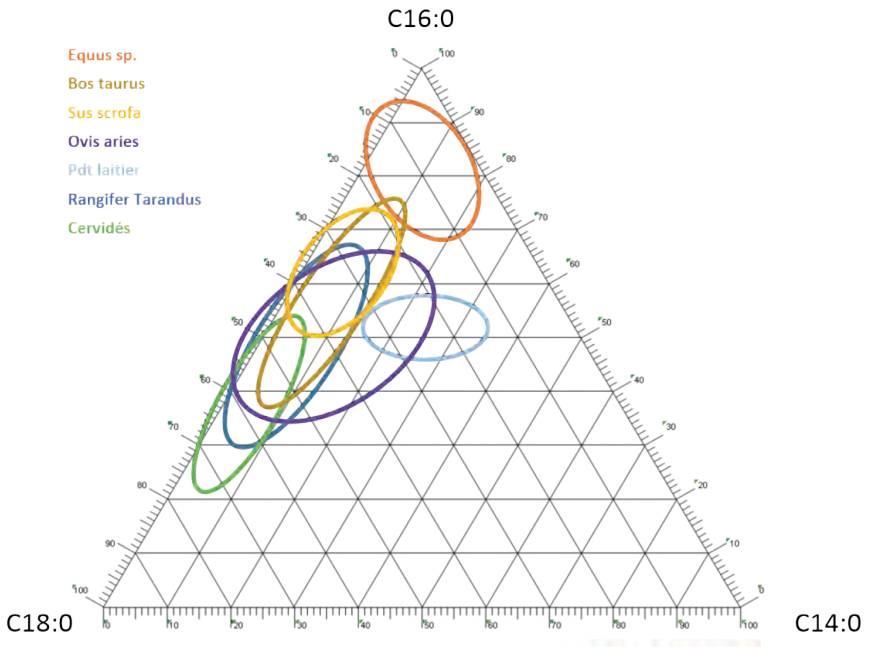



**Figure III.39:** Diagramme ternaire des proportions relatives des acides $C_{14:0}$, $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$ à partir d'une revue bibliographique et des échantillons expérimentaux (ellipses d'après Lucquin, 2007 : compilation des Figs. 78 à 83).

### *3.3.3. Bilan*

#### *3.3.3.1. Approche qualitative*

L'approche qualitative des résidus organiques archéologiques se base sur le concept de biomarqueurs issu des géosciences. Toutefois, la notion d'altération y joue un rôle central, et les marqueurs considérés dépassent largement l'identification de la source de la MO. Plusieurs catégories de marqueurs peuvent ainsi être distinguées :

- Les marqueurs de l'origine naturelle ;
- Les marqueurs de transformation anthropique ;
- Les marqueurs de dégradation naturelle ;
- Les marqueurs de contamination / pollution.

Pour chacune de ces catégories, nous avons vu que l'identification de composés spécifiques était souvent délicate. En effet, les composés détectés sont souvent ubiquistes (acides, alcool, alcanes, etc.) et leur valeur de biomarqueur doit systématiquement être évaluée vis-à-vis du contexte et des autres composés détectés. Ce sont donc le plus souvent des faisceaux d'indices (signature chimique) qui permettent la proposition d'interprétation plus solide.

Néanmoins, une importante documentation existe, en particulier pour ce qui concerne la MO végétale et les sous-produits de sa combustion, du fait de l'impact de ces composés à la fois sur le climat et la santé. Concernant les matières animales, la documentation est plus mince, mais malgré tout existante en particulier en lien avec la chimie alimentaire. Enfin, directement en relation avec le fonctionnement et l'utilisation de structures de combustion archéologiques et/ou expérimentales, les travaux de March et ses collaborateurs ont permis la mise en place d'une précieuse documentation de référence. Si l'identification de produits frais modernes peut

souvent être « facilement » effectuée, la prise en compte de l'altération et de la dégradation des signatures géochimiques demeure impérative pour travailler sur des échantillons archéologiques. À ce sujet, les référentiels sont cependant moins courants et l'interprétation qualitative de la MO archéologique peut donc être ardue.

#### *3.3.3.2. Approche quantitative*

De nombreux outils existent afin de pouvoir sérier la MO archéologique et en particulier à partir des acides gras qui sont les principaux composés retrouvés. Du fait de leur caractère ubiquiste, plusieurs tentatives ont été faites afin de voir si leur distribution pouvait être un critère diagnostique pour l'identification d'une origine, même très globale, de la MO analysée. Force est de constater que cette démarche livre des résultats le plus souvent insuffisants pour donner une réponse ferme et c'est seulement le recoupement entre plusieurs d'entre eux et une approche qualitative en parallèle qui donne les résultats les plus probants. À ce titre les travaux d'Eerkens (2005), basés sur l'important référentiel de Malainey (1997) semblent les plus aboutis. La démarche comparable de Lucquin (2007) semble également probante, mais, du fait d'importants recoupements entre les différentes espèces et groupes d'espèces, l'approche plus globale de Eerkens peut sembler plus prudente.

Il ne faut cependant pas perdre de vue que ces données et ces modèles d'interprétation ont avant tout été conçus pour traiter des résultats obtenus sur des résidus organiques retrouvés dans des tessons de poterie. Le succès de l'application de ce type de référentiel à des résultats provenant de structures de combustion est donc loin d'être assuré dans la mesure où les matériaux initiaux et les processus d'altération peuvent différer. Les principes interprétatifs décrits ici doivent donc avant tout être considérés comme des pistes de réflexion et non comme des règles absolues.

Des proxies permettant de prendre en compte l'altération de la MO ont également été considérés. Les outils existants, principalement issus de la pétrochimie (CPI) ou des sciences de l'environnement (ACL, Indice de saturation, Long vs short-chains), sont avant tout basés sur l'étude de la MO d'origine végétale et les références adaptées à une MO mélangée ou d'origine animale sont peu nombreuses. Là aussi, les pistes ouvertes par ces outils semblent prometteuses, mais il conviendra d'évaluer leur adéquation avec nos types d'échantillons. Le tableau suivant (Tableau III.6) reprend les différents proxies provenant d'études antérieures et susceptibles d'être utilisés dans le cadre de ce travail. Les potentielles applications sont indiquées, mais devront néanmoins être confirmées. Pour ce faire, ils seront plus loin (cf. Partie IV.4.4.3) évalués au moyen d'une analyse critique des résultats des experimentations et de données tirées de la littérature.

| Proxy | Refs. | Contexte | Application | |
|---|---|---|---|---|
| | | | Origine MO | Etat MO |
| *CPI acides et alcanes* | Wiesenberg *et al.*, 2010 | Biomasse brûlée | | X |
| | March, 1995 ; Lucquin, 2007 | Résidus archéos et expés | | X |
| *CPI acides courts* | Lucquin, 2007 | Résidus archéos et expés | (x) | X |
| *Ratio long vs. Short chains* | Wiesenberg *et al.*, 2010 | Biomasse brûlée | | X |
| *Estimation insaturation acides C16 et C18 ; C18* | Wiesenberg *et al.*, 2010 et 2015 | Biomasse brûlée | | X |
| *ACL acides* | Wiesenberg *et al.*, 2010 et 2015 | Biomasse brûlée | X | (x) |
| *Ratios C16:0/C18:0 et C18:1/C16:0* | Skibo, 1992 | Résidus archéos et expés | X | |
| *%S* | Marchbanks, 1989 | Résidus archéos et expés | X | |
| *SI* | Loy, 1994 | Résidus archéos et expés | X | |
| *Critères de Malainey* | Malainey, 1997, 2011 | Résidus archéos et expés | X | |
| *Critères de Eerkens* | Eerkens, 2005, 2007 | Résidus archéos et expés | X | |
| *Critères de Lucquin* | Lucquin, 2007 | Résidus archéos et expés | X | |

**Tableau III.6:** Récapitulatif des différents proxies détaillés ici.

### 3.4. Synthèse

Les deux approches, qualitative et quantitative, que nous avons présentées de façon successive par commodité ne s'entendent qu'en association l'une avec l'autre. Leurs deux principaux objectifs se recoupent également : il s'agit à la fois de déterminer la ou les origines de la MO analysée tout en prenant en compte son altération (anthropique) et sa dégradation (naturelle). Sur chacun de ces aspects, les deux approches ont des avantages et des points faibles.

L'approche qualitative repose sur la reconnaissance de marqueurs, ou de groupes de marqueurs, plus ou moins spécifique. Son interprétation repose donc sur des référentiels connus et peut être limitée par des lacunes documentaires ou par des problèmes de pollution. L'approche quantitative repose quant à elle sur des distributions propres à de grands groupes de composés retrouvés quasiment systématiquement dans les résidus archéologiques, comme les acides gras. Cependant, la prise en compte de l'évolution dans le temps et/ou en lien avec des processus d'altération de ces tendances demeure une problématique cruciale.

Bien qu'étant fréquemment employée en sciences de l'environnement et dans le domaine de l'analyse des résidus de poterie (résidus alimentaires), l'application de ces deux approches dans le domaine des structures de combustion archéologique demeure marginale. Les travaux existants livrent des pistes nombreuses, mais les référentiels accessibles sont encore loin d'égaler ceux établis pour les poteries.

La méthode d'étude mise en place ici concernant les composés organiques repose notamment sur l'étude des lipides extraits des sédiments. Les acides gras, les alcanes et les alcools en sont les principaux représentants et ont un fort potentiel en contexte archéologique du fait de leur bonne conservation dans le temps. La présence d'autres types de composés, en particulier des composés aromatiques ainsi que des composés azotés, sera également prise en compte. Pour élargir cette fenêtre d'observation, la MO totale, y compris de potentiels composés récalcitrants à l'extraction, sera également considérée.

Pour analyser ces composés, formant une large part de la MO retrouvée en contexte archéologique, trois types d'analyse seront donc mis en œuvre ici :

- Une quantification du carbone organique (%Corg) par analyse élémentaire afin de déceler des variations de quantité de la MO globale ;
- Une détermination par CG-SM des lipides extraits des sédiments;
- Une détermination de la MO globale par py(TMAH)-CG-SM afin d'identifier des composés résistants à l'extraction.

L'interprétation des résultats de la CG-SM et de la py(TMAH)-CG-SM se fait à la fois selon une approche qualitative (identification de « signatures » géochimiques) et semi-quantitative (prise en compte de la distribution des acides en particulier). Celle-ci repose sur des principes bien établis en sciences de l'environnement et dans l'étude de résidus archéologique (poterie). Malgré des travaux de références existants, il faut cependant reconnaître que la question des structures de combustion archéologiques connaît un certain nombre de lacunes qu'il conviendra, sinon de combler, au moins de prendre en compte.

# Partie IV. Référentiel expérimental

# 1. Déroulement des expérimentations

## 1.1. Objectifs des expérimentations

En fonction des résultats disponibles dans la littérature et des travaux antérieurs ayant concerné le site de Régismont-le-Haut (Poilhes, Hérault ; cf. Partie V.1), une série d'expérimentations en conditions réalistes a été mise en place. Ces travaux se sont déroulés durant trois années en parallèle à des opérations de fouilles programmées sur la parcelle de Régismont-le-Haut (Figure IV.1).

Les objectifs de ces expérimentations étaient multiples, mais peuvent se résumer à quatre problématiques principales :

- Préciser le comportement des sédiments du site face à la thermoaltération. Pour cela, plusieurs foyers à bois simples ont été réalisés en faisant varier des paramètres tels que la durée de fonctionnement, le nombre d'utilisations et la quantité de combustible.
- Poursuivre les travaux engagés par Costamagno et Sellami sur la question de l'utilisation d'os comme combustible et notamment affiner la perception de ses traces dans le registre sédimentaire. Pour cela, des foyers à os ou à os et bois ont été réalisés.
- Tester l'impact d'un type d'utilisation particulière qu'est la cuisson de viande sur un foyer à bois et en définir les traces. Pour cela, différentes expérimentations ont impliqué la cuisson de viande à plusieurs reprises.
- Enfin, d'un point de vue méthodologique, élaborer une chaîne d'analyse multiscalaire permettant d'établir des critères d'interprétation à différents niveaux d'observation : macroscopique, microscopique et moléculaire.

Finalement, ce sont 13 foyers qui ont été pris en compte dans cette étude (Tableau IV.1). À ces structures de combustion s'ajoutent un prélèvement de contrôle (M1) effectué dans la zone expérimentale de 2012 et un autre issu de l'aire où les os employés comme combustible ont été fracturés (M2).

| Expérimentation | Rappel des paramètres expérimentaux |
|---|---|
| **Foyers bois** | |
| *2012 j* | 1 utilisation ; 5 kg de pin sec (*Pinus pinea*) ; 137 min |
| *2013 F* | 1 utilisation ; 5 kg de pin vert (*Pinus pinea*) ; 77 min |
| *2013 G* | 1 utilisation ; 5 kg de pin humide (*Pinus pinea*) ; 147 min |
| *2012 E* | 1 utilisation ; 10 kg de pin sec (*Pinus pinea*) ; 190 min |
| *2012 F* | 1 utilisation ; 20 kg de pin sec (*Pinus pinea*) ; 291 min |
| *2012 G* | 1 utilisation ; 50 kg de pin sec (*Pinus pinea*) ; 560 min |
| *2012 B* | 2 utilisations ; 2*5 kg de pin sec (*Pinus pinea*) ; 323 min |
| *2012 C* | 4 utilisations ; 4*5 kg de pin sec (*Pinus pinea*) ; 593 min |
| *2012 D* | 10 utilisations ; 10*5 kg de pin sec (*Pinus pinea*) ; 1455 min |
| **Foyer os** | |
| *2012 I* | 1 utilisation ; 5 kg de pin sec (*Pinus pinea*) ; 3 kg d'os de bœuf fragmentés ; 118 min |
| *2012 H* | 1 utilisation ; 10 kg os de bœuf fragmentés ; < 1 kg de pin sec (*Pinus pinea*) ; 131 min |
| **Foyer bois, cuisson viande** | |
| *2013 D* | 3 utilisations pour cuisson de viande (450/900/600g ; porc) ; 3 * 5 kg de pin sec (*Pinus pinea*) ; 356 min |
| *2014* | 7 utilisations pour cuisson de viande (7x 700g ; bœuf) ; 7*5kg de pin sec (*Pinus pinea*) ; 879 min |
| **Divers** | |
| *M1* | Témoin zone expé 2012, formation sédimentaire SJ |
| *M2* | Zone cassage d'os, dépôt d'os cassé sur SJ ; 8 j |

**Tableau IV.1:** Inventaire des expérimentations étudiées.

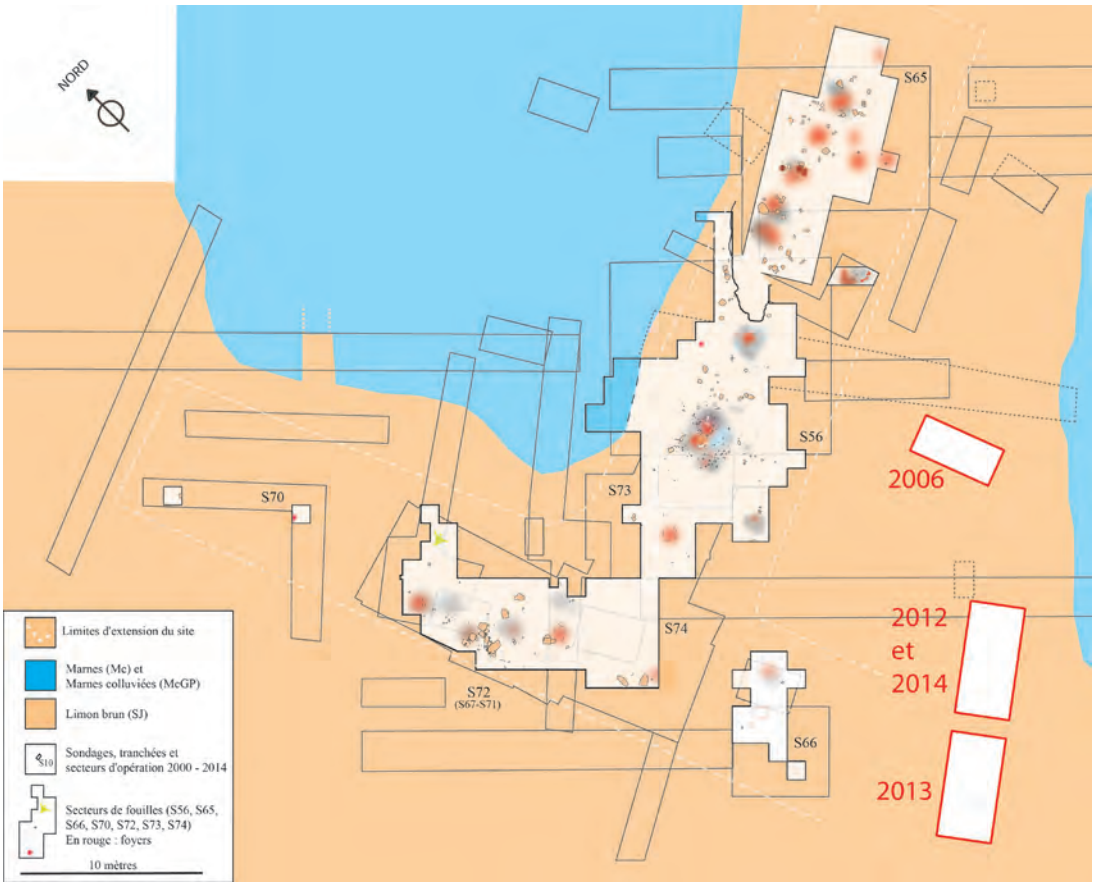



**Figure IV.1:** Localisation des zones d'expérimentation de 2006 (Costamagno et col. *in* Rapport RGT 2006), 2012/2014 et 2013 (plan global en 2014).

### 1.2. Implantation des expérimentations

Les expérimentations effectuées entre 2012 et 2014 ont été réalisées dans deux fosses quadrangulaires creusées à la pelle mécanique afin d'atteindre la formation sédimentaire « SJ » correspondant au niveau archéologique et d'outrepasser les niveaux superficiels affectés par les pratiques culturales modernes. Le secteur concerné a été sélectionné en raison de l'absence de traces archéologiques à ce niveau démontrée par la Tranchée E réalisée en 2002 (Rapport RGT 2002 ; Figure IV.1). La formation SJ se présente, d'un point de vue macroscopique, comme un limon homogène brun-orangé, avec d'abondants nodules carbonatés et de rares passées graveleuses (Sellami *in* Rapport RGT 2000 ; cf. Partie V.1.2.2).

Une première fosse d'environ 3 x 7 mètres pour une cinquantaine de cm de profondeur abrite les expérimentations de 2012 et de 2014. Une seconde fosse, légèrement plus petite (3 x 6 mètres pour 50 cm de profondeur), abrite celles de 2013. Les structures concernées par cette étude n'ont pas fait l'objet d'aménagement particulier, il s'agit donc de foyers à plat simple pour suivre la terminologie de J. Gascó (2002). La seule exception à cet égard est le foyer 2013D pour lequel cinq blocs de calcaire ont été installés afin de supporter une grille de cuisson. Il s'agit donc d'un foyer plat partiellement appareillé.

### 1.3. Conditions météorologiques

Les données météorologiques compilées ci-dessous (Tableau IV.3) proviennent de la station de Béziers, située à une quinzaine de kilomètres à l'est du site[1]. Lorsque cela se justifiait, nous les avons complétées de nos propres observations effectuées sur le terrain. Toutes les expérimentations effectuées sont précisées, y compris certaines qui ne seront pas discutées dans cette étude.

De manière générale, les conditions météorologiques ont été assez comparables durant les trois sessions d'expérimentation (Tableau IV.2 et Tableau IV.3). Les températures moyennes sont proches entre 2012 et 2014, légèrement plus basses pour 2013. À l'inverse, les rafales de vent étaient plus rapides en 2013 qu'en 2012 et 2014. Ces rafales de vent, parfois violentes sur le site, ont en partie affecté les expérimentations dans la mesure où elles ont occasionné une très forte dispersion des résidus de combustion, cendreux notamment, restant sur les foyers. Pour cette raison, l'échantillonnage et les investigations ultérieures n'ont pas particulièrement concerné cet aspect.

Finalement, les chutes de pluie ont été très rares et peu abondantes. En effet, aucun épisode orageux significatif n'est venu affecter les expérimentations, si bien que ce paramètre sera considéré comme négligeable par la suite.

| Année | Moy. $T_{min}$ (°C) | Moy. $T_{max}$ (°C) | Moy. rafale max (km/h) |
|---|---|---|---|
| *2012* | 18,7 | 26,7 | 26,7 |
| *2013* | 15,1 | 23,5 | 30,6 |
| *2014* | 18,3 | 29,1 | 22,2 |
| *2012-2014* | 17,8 | 26,7 | 26,2 |

**Tableau IV.2:** Moyennes de conditions météorologiques durant les expérimentations de 2012, 2013 et 2014.

1 Données accessibles sur http://www.infoclimat.fr/observations-meteo/temps-reel/beziers/000J8.html

| Date | $T_{min}$ (°C) | $T_{max}$ (°C) | Précipitations (mm) | Rafale max (km/h) | Expérimentations effectuées | Expérimentations prélevées |
|---|---|---|---|---|---|---|
| *27/08/2012* | 16,8 | 28,2 | - | 22,5 | 2012A | M1 |
| *28/08/2012* | 19,3 | 29,2 | 4,6 (Pluie durant la nuit du 27 au 28) | 33,8 | 2012B ; 2012C | |
| *29/08/2012* | 21,8 | 25,8 | - | 20,9 | 2012B ; 2012C | |
| *30/08/2012* | 18,7 | 25,9 | 9,2 (Pas de pluie observée sur le site) | 32,2 | 2012C ; 2012D | |
| *31/08/2012* | 17 | 23,2 | - | 40,2 | 2012C ; 2012D | |
| *01/09/2012* | 14,4 | 22,2 | - | 45,1 | 2012H ; 2012I | |
| *02/09/2012* | 17,7 | 23,8 | - | 29 | | |
| *03/09/2012* | 16,9 | 25,3 | - | 32,2 | 2012D ; 2012E ; M2 | |
| *04/09/2012* | 18,5 | 27,6 | - | 30,6 | 2012D ; 2012F | 2012A |
| *05/09/2012* | 20,2 | 29,6 | - | 20,9 | 2012D ; 2012G | |
| *06/09/2012* | 19,4 | 32,5 | - | 17,7 | 2012D | 2012B ; 2012C |
| *07/09/2012* | 18,7 | 30 | - | 16,1 | 2012D | 2012E |
| *08/09/2012* | 18,6 | 28,2 | - | 16,1 | 2012D | 2012H |
| *09/09/2012* | 16,8 | 25,3 | - | 16,1 | | |
| *10/09/2012* | 20,2 | 26,8 | - | 22,5 | 2012D ; 2012J | |
| *11/09/2012* | 21,9 | 26,5 | - | 20,9 | 2012D | 2012D ; 2012G ; 2012I ; 2012J ; M2 |
| *12/09/2012* | 20,4 | 23,8 | - | 37 | | 2012F |
| *10/09/2013* | 17 | 24,6 | - | 30,6 | 2013A ; 2013B | |
| *11/09/2013* | 14,7 | 22,8 | - | 32,2 | 2013C ; 2013D | |
| *12/09/2013* | 14,2 | 22,6 | - | 32,2 | 2013D ; 2013E | |
| *13/09/2013* | 15,2 | 26,1 | - | 25,7 | 2013D ; 2013F | 2013A |
| *14/09/2013* | 16,2 | 26,6 | 6,2 (Pas de pluie observée sur le site) | 20,9 | | |
| *15/09/2013* | 15,6 | 20,4 | - (légère pluie observée sur le site) | 37 | | |
| *16/09/2013* | 12,7 | 23,9 | - | 32,2 | 2013G | 2013B ; 2013C |
| *17/09/2013* | 15,4 | 20,6 | - | 33,8 | | 2013D ; 2013E ; 2013F ; 2013G |
| *05/09/2014* | 17,9 | 30,5 | - | 29 | 2014 | |
| *06/09/2014* | 18,9 | 29,8 | - | 20,9 | | |
| *07/09/2014* | 18,6 | 27,8 | - | 17,7 | | |
| *08/09/2014* | 19,4 | 27,9 | - | 27,4 | 2014 | |
| *09/09/2014* | 17,3 | 30,2 | - | 17,7 | 2014 | |
| *10/09/2014* | 19,3 | 30,2 | - | 20,9 | 2014 | |
| *11/09/2014* | 19,4 | 31,7 | - | 27,4 | 2014 | |
| *12/09/2014* | 18,7 | 29,9 | - | 22,5 | 2014 | |
| *13/09/2014* | 15,4 | 29,9 | - | 24,1 | 2014 | |
| *14/09/2014* | 16,9 | 26,4 | - | 16,1 | | |
| *15/09/2014* | 19,3 | 26,2 | - | 20,9 | | 2014 |

**Tableau IV.3:** Relevés météorologiques de la station de Béziers et les expérimentations de 2012, 2013 et 2014.

### 1.4. Combustibles et matériaux employés

Le bois nécessaire aux différentes expérimentations a été obtenu sur une parcelle voisine. Il s'agissait de Pin parasol (*Pinus pinea*), utilisé à l'état sec à l'exception de deux expérimentations où il fut employé à l'état vert, et donc particulièrement résineux, ou bien à l'état humide (bois initialement sec que nous avons fait tremper dans de l'eau durant 4 jours). Les éléments utilisés étaient de natures et dimensions variés : aiguilles, cônes et branchettes notamment pour l'allumage, et surtout des morceaux de branches de longueur inférieure à 50cm et de diamètre inférieur à 10 cm (Figure IV.2).

Les os employés ont été obtenus auprès d'une boucherie locale. Il s'agissait d'os longs (fémur et tibia) et pelviens (iliaque) de bœuf (*Bos taurus*). Ces os ont été préalablement fragmentés en éléments de tailles inférieures à 15cm, sans que nous cherchions à en retirer les parties les plus grasses, telles que la moelle (Figure IV.3).

Enfin, la viande utilisée en 2013 et 2014 provenait de la grande distribution. Il s'agissait en 2013 de côtelettes de porc (*Sus scrofa domesticus*) et de pièces de viande maigre de bœuf (*Bos taurus*) en 2014.

### 1.5. Allumage et alimentation des foyers

L'allumage des foyers a été effectué à partir d'une petite quantité (<500g) d'éléments de petite dimension (aiguilles, cônes, branchettes) disposés en « tepee » (Figure IV.4). Une fois allumés, les foyers ont été alimentés progressivement en augmentant la taille du combustible. Dans le cas typique des foyers ayant fonctionné avec 5 kg de bois, tout le combustible a été ajouté durant un laps de temps compris entre 10 et 20 minutes. Nous reviendrons plus loin sur le cas spécifique des expérimentations de foyers à os (cf. Partie IV.2.4).

Nos interventions au cours de la combustion ont été minimales. Nous nous sommes contenté de recentrer les branches et fragments d'os qui roulaient hors des foyers. De même, aucune opération d'entretien n'a été effectuée entre les utilisations de foyers ayant fonctionné à plusieurs reprises, à l'exception du foyer 2014 (cf. Partie IV.2.5). Cependant, comme mentionné plus haut, le vent a pu occasionner la disparition d'une partie de résidus de combustion d'une utilisation à l'autre.

**Figure IV.2:** Exemple de 5 kg de pin sec pour le foyer 2012C (1ere utilisation ; le mètre plié en haut de l'image fait environ 24 cm de long).

**Figure IV.3:** Exemple de 10kg d'os de bœuf fracturés pour foyer 2012H.

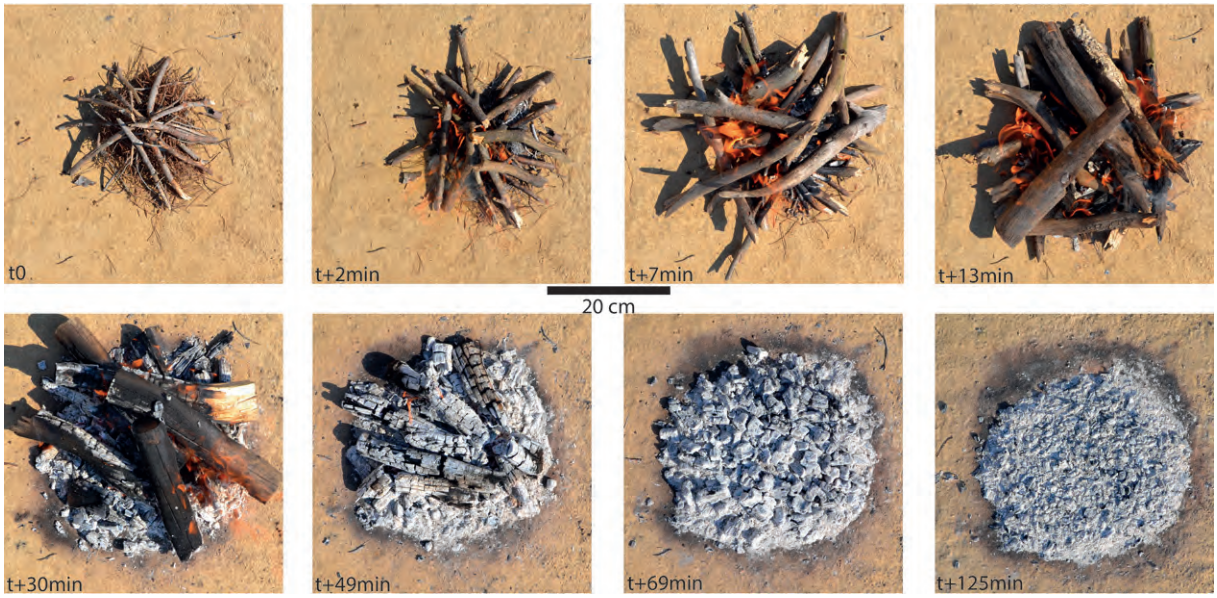



**Figure IV.4:** Exemple du fonctionnement du foyer 2012D (1ere utilisation).

## 1.6. Fouilles et prélèvements

### *1.6.1. Enregistrement des informations*

Chaque expérimentation a fait l'objet d'un enregistrement individuel des informations concernant :

- Les objectifs de l'expérimentation, et notamment les hypothèses archéologiques qu'il s'agissait de traiter ;
- Les aménagements éventuels et les dimensions de la structure de départ ;
- Les informations se rapportant à l'allumage, au fonctionnement et à l'extinction de la structure ;
- Les perturbations ayant affecté la structure avant sa fouille et son prélèvement ;
- La morphologie en plan et en coupe de la structure obtenue, selon un schéma de relevé classique sur papier millimétré ;
- Les prélèvements de sédiments en bloc orienté et en vrac pour analyses ;
- Les remarques diverses survenues lors de l'expérimentation et de la fouille de la structure.

Ces informations ont été réunies sous forme de fiches afin de normaliser le plus possible la prise d'informations (Figure IV.5). Ces notes sont enrichies par des prises de vue et vidéos numériques qui ont constitué un moyen performant et commode de compléter des observations de terrain difficilement transcriptibles.

### *1.6.2. Fouilles et prélèvements*

Les structures expérimentales ont toutes été fouillées selon la même méthode (Figure IV.6) :

- Relevé en plan de la structure
- Fouille du quart de la structure
- Relevé des coupes
- Prélèvement d'un bloc de sédiment orienté au sein de la structure ; parfois doublé de prélèvement de sédiments en vrac.

Suite à ces opérations, une surface correspondant à environ la moitié (ou les ¾) de chacune des structures a été préservée afin de permettre de nouvelles observations à l'avenir. Cette zone expérimentale n'a pas été rebouchée, et les foyers ont donc été laissés à l'air libre dans la perspective de prélèvements ultérieurs.

REGISMONT LE HAUT – Expérimentation Foyer ……..

Foyer : …… Date : …… Localisation : ……

Alt : …… Δ : …… Photos : ……

Objectifs :

Aménagement : | Dimension

Allumage :

Fonctionnement :

Extinction :

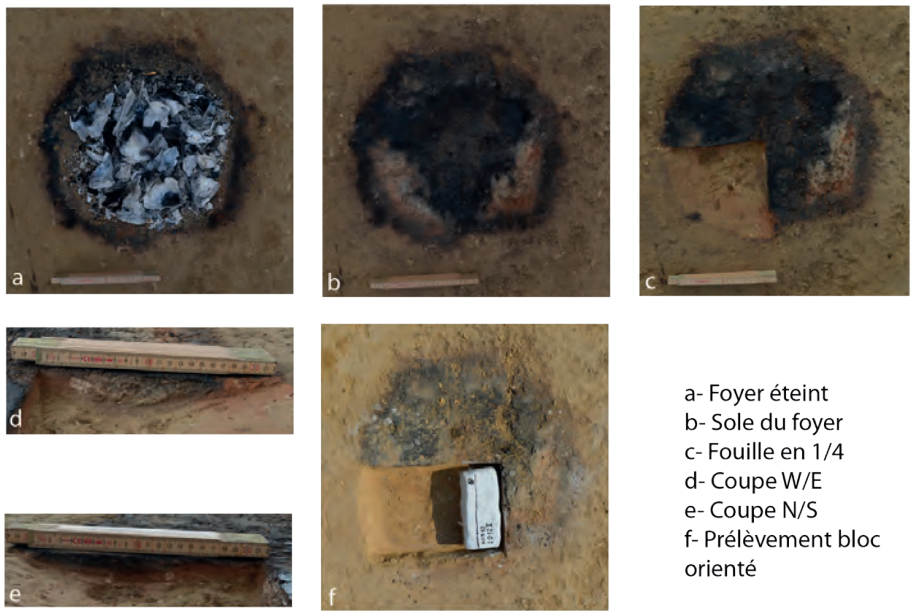
Perturbation avant prélèvement :

Prélèvement micromorpho :

Prélèvement geochem :

Remarques :

**Figure IV.5:** Modèle de fiche d'enregistrement utilisée pour les foyers expérimentaux.




a- Foyer éteint
b- Sole du foyer
c- Fouille en 1/4
d- Coupe W/E
e- Coupe N/S
f- Prélèvement bloc orienté

**Figure IV.6:** Fouille et prélèvement du foyer 2012I.

# 2. Observations de terrain

## 2.1. M1 : un témoin de la zone expérimentale

Le prélèvement M1 a été effectué le 27/08/2012 sur le bord nord de la fosse abritant les expérimentations de 2012 et de 2014 (Figure IV.7). Il correspond à un sédiment limono-argileux jaunâtre, pauvre en résidus organiques et présentant de rares éléments grossiers de type nodules carbonatés. La nature de ces sédiments ainsi que leurs positions stratigraphique et topographique permettent de les rattacher à la formation SJ définie lors de l'étude géomorphologique du site de Régismont-le-Haut (Rapport RGT 2000-2004 ; cf. Partie V.1.2.2). Il s'agit donc de la même formation colluviale venue combler un système de paléochenaux et qui, à proximité de la zone expérimentale (Figure IV.1), supporte et emballe le niveau archéologique aurignacien.

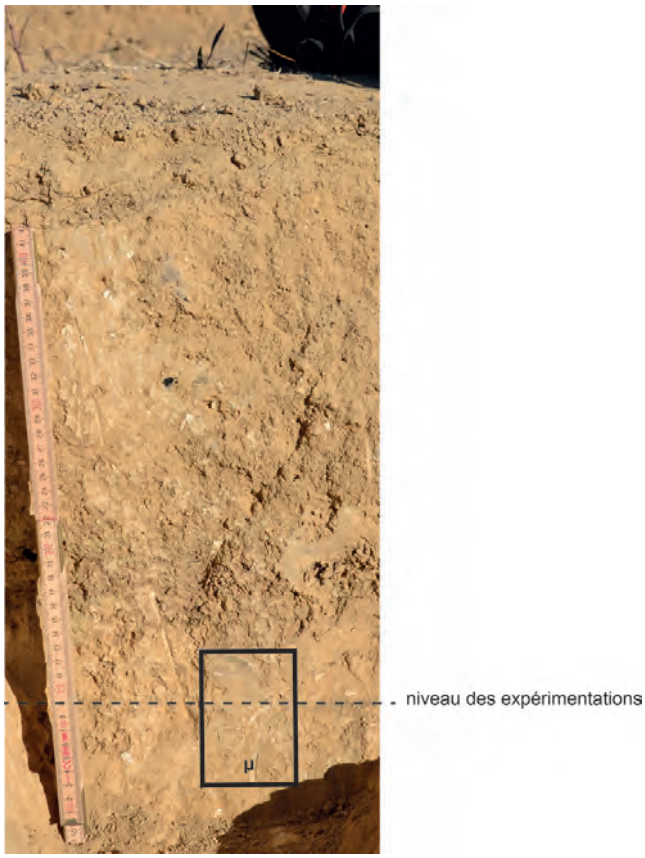



**Figure IV.7:** Profil de la fosse abritant les expérimentations de 2012 et de 2014, localisation du bloc RGT12 M1.

**M1**

- Bloc sédiment orienté: RGT12 M1
- Prélèvement sédiment vrac: RGT12 M1

### 2.2. M2 : Une zone de fracturation d'os

L'expérimentation M2 correspond à la réalisation d'une zone de cassage d'os sur laquelle les fragments obtenus (env. 10 kg) ont été disposés en tas (env. 45 cm de diamètre pour 15 cm de hauteur ; Figure IV.8). La structure a évolué librement pendant 8 jours avant d'être fouillée et prélevée selon le même protocole que les foyers expérimentaux. Durant ce laps de temps nous avons pu observer une importante activité biologique au sein de la structure avec notamment la présence de fourmis et de larves de mouche. Cependant aucun déplacement significatif n'a été observé et ces activités se sont semble-t-il concentrées dans la partie aérienne de la structure.

Une fois le tas d'os retiré, le sédiment sous-jacent présente une couleur brune selon un motif qui correspond aux surfaces en contact direct avec des fragments d'os. Cette coloration affecte la masse du sédiment, aucun dépôt de surface comparable à ceux observés en périphérie du foyer 2012H n'était visible. En coupe, cette modification de la couleur du sédiment est perceptible sur 20 mm d'épaisseur, bien qu'elle diminue graduellement en profondeur.

**Figure IV.8:** Experimentation M2, déroulement, vue en plan et en coupe ; localisation du bloc RGT12 M2.

**M2**

- Bloc sédiment orienté: RGT12 M2
- Prélèvements sédiment vrac: RGT12 M2 I et II

## 2.3. Les foyers à bois

### 2.3.1. Les foyers à utilisation unique

#### 2.3.1.1. 2012J : un foyer à bois sec

Foyer à plat simple réalisé le 10/09/2012 et prélevé le 11/09/2012 (Figure IV.9 et Figure IV.10).

Après l'allumage, le combustible (5kg) est ajouté en augmentant progressivement ses dimensions durant 12 minutes. Le foyer a produit des flammes durant les 29 premières minutes de son fonctionnement qui dura au total 137min.

**Figure IV.9:** Fonctionnement du foyer 2012J.

Bien qu'une seule journée sépare l'extinction du foyer de sa fouille, le vent a causé la disparition d'une bonne partie des résidus cendreux et des plus petits charbons de bois. En plan, la sole du foyer est circulaire et présente une couleur noire hormis en périphérie où la rubéfaction du sédiment est trahie par sa couleur rouge/orangée. En coupe, la rubéfaction est observable sur une épaisseur de 15 mm au maximum. Cependant les premiers millimètres sont intensément noircis.

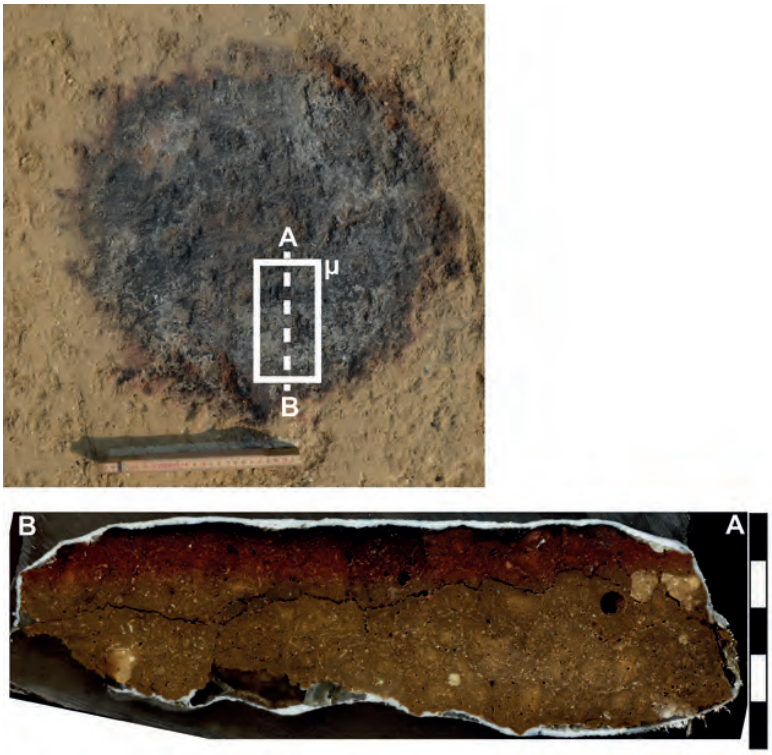



**Figure IV.10:** Vue en plan et localisation du bloc micro RGT12 2012J ; coupe du bloc micromorphologique.

**2012J**

- 5 kg de bois sec
- 1 utilisation
- Durée fonctionnement: 137 min
- Perturbation : -
- Observations terrain : Rubéfaction du sédiment sur 5 (au centre de la structure) à 15 mm (vers la périphérie) d'épaisseur ; liseré noir < 5 mm d'épaisseur au sommet.
- Bloc sédiment orienté : RGT12 2012J (B5)
- Prélèvements sédiment vrac: RGT12 2012J I et II

#### *2.3.1.2. 2013F : un foyer à bois vert*

Foyer à plat simple réalisé le 13/09/2013 et prélevé le 17/09/2013 (Figure IV.11 et Figure IV.12).

Ce foyer a été réalisé de la même façon que le précédent, à la différence près que le bois employé (5 kg) était vert et donc chargé de résine. Après l'allumage, laborieux, le foyer a fonctionné durant une durée relativement courte (77 min). En effet, la production de flammes et de braises a rencontré peu de succès. Les gros morceaux de branche, notamment, ont très peu brûlé.

**Figure IV.11:** Fonctionnement du foyer 2013F.

En plan, la sole du foyer est circulaire, avec un diamètre d'environ 37cm. Du fait d'une légère pluie après le fonctionnement, les cendres présentes en surface ont formé une fine croûte grisâtre, permettant ainsi leur préservation jusqu'à la fouille. En dessous la sole paraît en grande partie noircie, hormis en périphérie où la rubéfaction du sédiment est apparente. En coupe, cette rubéfaction est observable jusqu'à 15 mm de profondeur bien que les premiers 5 mm soient pour leur part noircis.

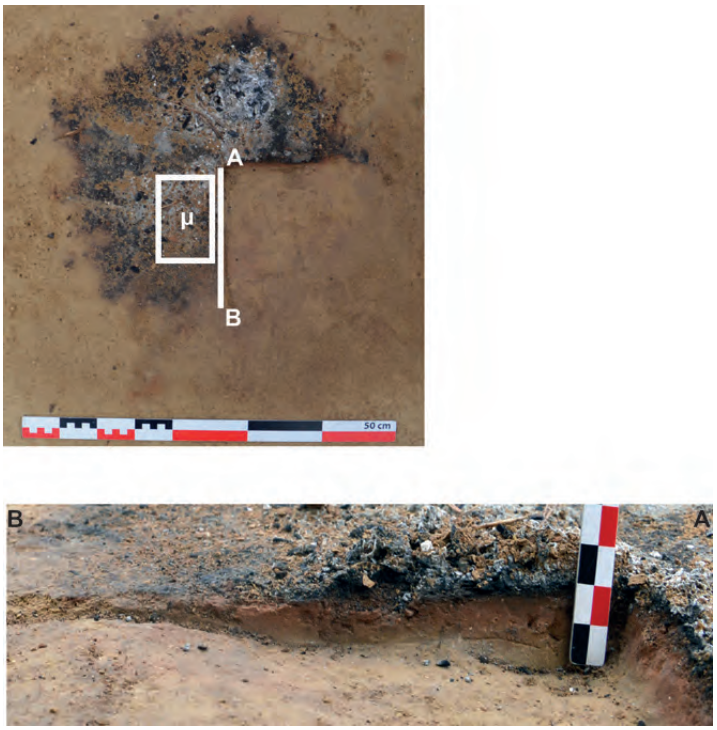



**Figure IV.12:** Vue en plan et coupe du foyer 2013F, localisation du bloc micro RGT13 2013F.

**2013F**

- 5 kg de bois vert
- 1 utilisation
- Durée fonctionnement: 77 min
- Perturbation : légère pluie le 15/09/2013
- Observations terrain : Rubéfaction du sédiment sur 15 mm d'épaisseur (au centre de la structure) ; liseré noir d'environ 5 mm au sommet.
- Bloc sédiment orienté : RGT13 2013F

#### *2.3.1.3. 2013G : un foyer à bois humide*

Foyer à plat simple réalisé le 16/09/2013 et prélevé le 17/09/2013 (Figure IV.13 et Figure IV.14).

Le foyer 2013G a été réalisé comme les deux précèdents, à la différence près que le combustible était humide (bois sec réhumidifié ; 5kg). Après l'allumage d'une petite quantité de bois sec (≈0,5kg), le combustible humide (≈4,5kg) est placé à proximité du cœur du foyer et rajouté progressivement durant 25 minutes. Une épaisse fumée blanche se dégage durant cette phase. Par la suite, le fonctionnement est peu intense comparé à celui du foyer 2012J. Peu de flammes se dégagent et les plus gros morceaux de bois mettent plus de 60 minutes à brûler complètement. Finalement, seul le plus gros morceau de bois ajouté n'avait pas entièrement brûlé lors de l'extinction du foyer après 147 minutes de fonctionnement.

**Figure IV.13:** Fonctionnement du foyer 2013G.

La sole du foyer présente une forme imparfaitement circulaire, d'environ 35 cm de diamètre. Sa surface, débarrassée par le vent de la quasi-totalité des résidus de combustion les plus fins, présente une couleur hétérogène. Celle-ci est noire au centre de la structure, mais des plages assez étendues de sédiment rubéfié sont observables en périphérie. En coupe, la rubéfaction du sédiment atteint 22 mm de profondeur. Cependant les premiers millimètres sont intensément noircis.

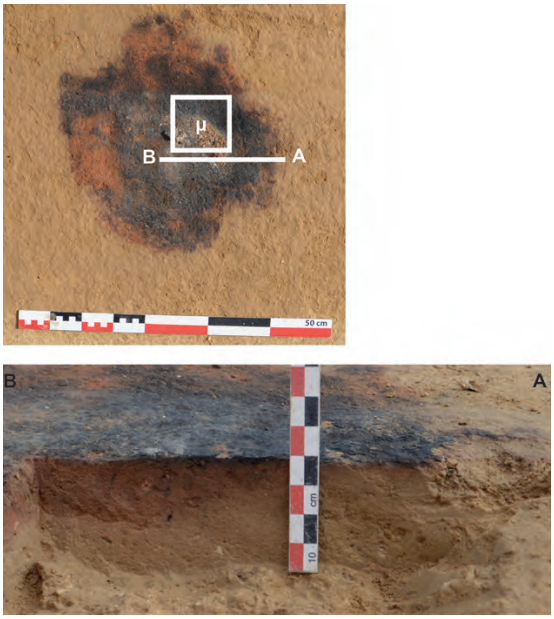



**Figure IV.14:** Vue en plan et coupe du foyer 2013G, localisation du bloc micro RGT13 2013G.

**2013G**

- 5 kg de bois humide
- 1 utilisation
- Durée fonctionnement: 147 min
- Perturbation : -
- Observations terrain : Rubéfaction du sédiment sur 22 mm d'épaisseur (au centre de la structure); liseré noir <5 mm au sommet.
- Bloc sédiment orienté : RGT13 2013G

#### 2.3.1.4. 2012E : un foyer à bois sec

Foyer à plat simple réalisé le 03/09/2012 et prélevé le 07/09/2012 (Figure IV.15 et Figure IV.16).

Après l'allumage, le combustible (10kg) est ajouté durant 82 min en augmentant progressivement ses dimensions. Le fonctionnement total est de 202 minutes au terme desquelles la quasi-totalité du combustible avait entièrement brûlé. Il est à noter que durant la dernière heure de fonctionnement, un vent soutenu a contribué à évacuer les cendres présentes dans le foyer, ce qui semble avoir favorisé une combustion complète des braises. Finalement, le foyer éteint n'était plus recouvert que de quelques cendres et charbons.

**Figure IV.15:** Fonctionnement du foyer 2012E.

La sole du foyer est de forme circulaire (environ 50 cm de diamètre), elle présente une surface de couleur hétérogène. Si en son centre elle est assez uniformément noircie, en périphérie elle varie du rouge clair au noir. En coupe, la rubéfaction du sédiment est observable sur une épaisseur maximale de 33 mm. Il est intéressant de noter que cette épaisseur maximale est observée non pas au centre du foyer, mais en périphérie. Enfin un liseré noir peu épais (< 5 mm) marque le sommet de la sole.

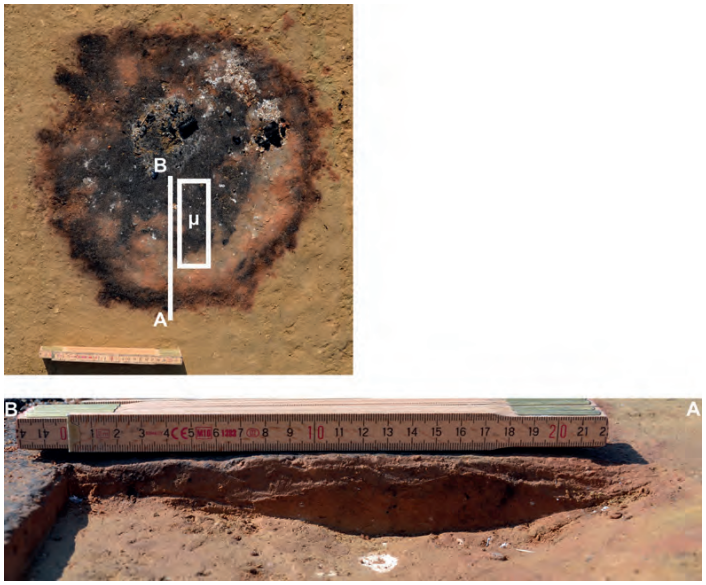



**Figure IV.16:** Vue en plan et coupe du foyer 2012E, localisation du bloc micro RGT12 2012E.

**2012E**

- 10 kg de bois sec
- 1 utilisation
- Durée fonctionnement: 202 min
- Perturbation : -
- Observations terrain : Rubéfaction du sédiment sur 33 mm d'épaisseur (au centre de la structure) ; liseré noir < 5 mm au sommet.
- Bloc sédiment orienté : RGT12 2012E

#### *2.3.1.5. 2012F : un foyer à bois sec*

Foyer à plat simple réalisé le 04/09/2012 et prélevé le 12/09/2012 (Figure IV.17 et Figure IV.18).

À la suite de l'allumage, le foyer est alimenté en bois (20kg) durant 180 minutes en faisant augmenter progressivement le calibre. Le fonctionnement total est de 291 minutes (4 h 51). Tout comme pour le foyer 2012E, un vent important a évacué une partie de cendres durant l'expérience, semblant favoriser la combustion complète du bois. Cependant la quantité de résidus, cendres notamment, restant sur le foyer au moment de son extinction était plus importante.

**Figure IV.17:** Fonctionnement du foyer 2012F.

La sole obtenue est de forme circulaire, d'un diamètre d'environ 55 cm. En surface, sa couleur est variée, avec notamment un centre uniformément noirci et une périphérie allant du rouge au noir. En coupe, la rubéfaction du sédiment est observable sur une épaisseur allant jusqu'à 37 mm en périphérie de la structure bien que les premiers millimètres soient noircis.

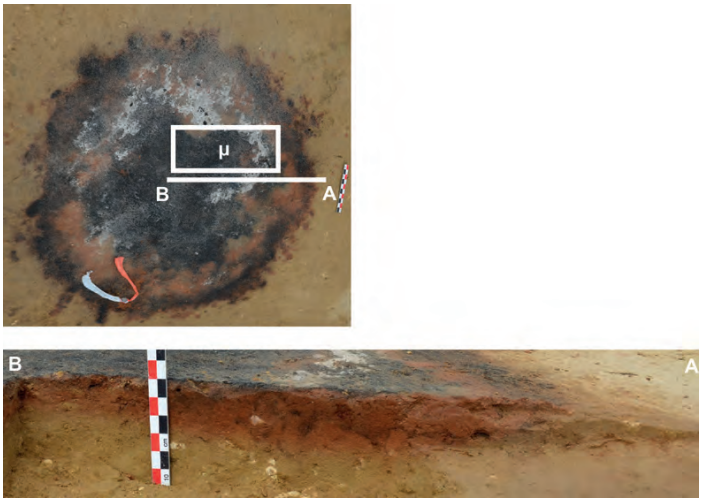



**Figure IV.18:** Vue en plan et coupe du foyer 2012F, localisation du bloc micro RGT12 2012F.

**2012F**

- 20 kg de bois sec
- 1 utilisation
- Durée fonctionnement: 291 min
- Perturbation : -
- Observations terrain : Rubéfaction du sédiment sur 37 mm d'épaisseur (en périphérie de la structure) ; liseré noir < 5 mm au sommet.
- Bloc sédiment orienté : RGT12 2012F

#### *2.3.1.6. 2012G : un foyer à bois sec*

Foyer à plat simple réalisé le 05/09/2012 et prélevé le 11/09/2012 (Figure IV.19 et Figure IV.20).

Après son allumage, le foyer est alimenté en combustible (50kg) durant 390 minutes. Un épais lit de braises se forme rapidement et l'absence de vent favorise l'accumulation de cendres. À l'extinction du foyer, 560 minutes (9 h 20) après son démarrage, les résidus de combustion mêlant cendres et charbons forment une couche de près de 5 cm d'épaisseur.

**Figure IV.19:** Fonctionnement du foyer 2012G.

La sole du foyer est de forme ovalaire (environ 68x82cm), elle présente une surface de couleur hétérogène. Si son centre est assez uniformément noirci, sa périphérie, quant à elle, varie du rouge au noir. En coupe, la rubéfaction du sédiment est perceptible sur une épaisseur maximale de 55 mm au centre du foyer. Enfin, un liseré noir peu épais (< 5 mm) marque le sommet de la sole.

**Figure IV.20:** Vue en plan et coupe du foyer 2012G, localisation du bloc micro RGT12 2012G.

**2012G**

- 50 kg de bois sec
- 1 utilisation
- Durée fonctionnement: 560 min
- Perturbation : -
- Observations terrain : Rubéfaction du sédiment sur 55 mm d'épaisseur (au centre de la structure); liseré noir < 5 mm au sommet.
- Bloc sédiment orienté : RGT12 2012G

### 2.3.2. Les foyers à utilisations multiples

#### 2.3.2.1. 2012B : un foyer utilisé à deux reprises

Foyer à plat simple réalisé les 28 et 29/08/2012 et prélevé le 06/09/2012 (Figure IV.21 et Figure IV.22).

Ce foyer a fonctionné à deux reprises à une journée d'intervalle. Lors de sa première utilisation, le combustible a été ajouté progressivement durant les 38 premières minutes d'un fonctionnement qui dura en tout 147 minutes. Il est à noter que cette première utilisation intervient au lendemain d'un épisode pluvieux. En conséquence le sédiment, humide lors du démarrage du foyer, a progressivement séché durant son fonctionnement. De fines fissures ont été observées à cette occasion à la surface du sol en périphérie du foyer. La seconde utilisation s'est déroulée dans des conditions normales sur un sol sec. Après l'allumage, le combustible a été ajouté durant 22 minutes. Ce second fonctionnement est de 167 minutes. La durée totale de fonctionnement de la structure est donc de 314 min (5 h 14)

**Figure IV.21:** Fonctionnement du foyer 2012B.

La structure qui en résulte est de forme circulaire, et d'un diamètre d'environ 55 cm. La sole présente une couleur variable, allant de l'orange au noir. En coupe, la rubéfaction du sédiment atteint une profondeur de 22 mm au maximum, mais, au sommet de la structure, le sédiment est noirci sur quelques millimètres.

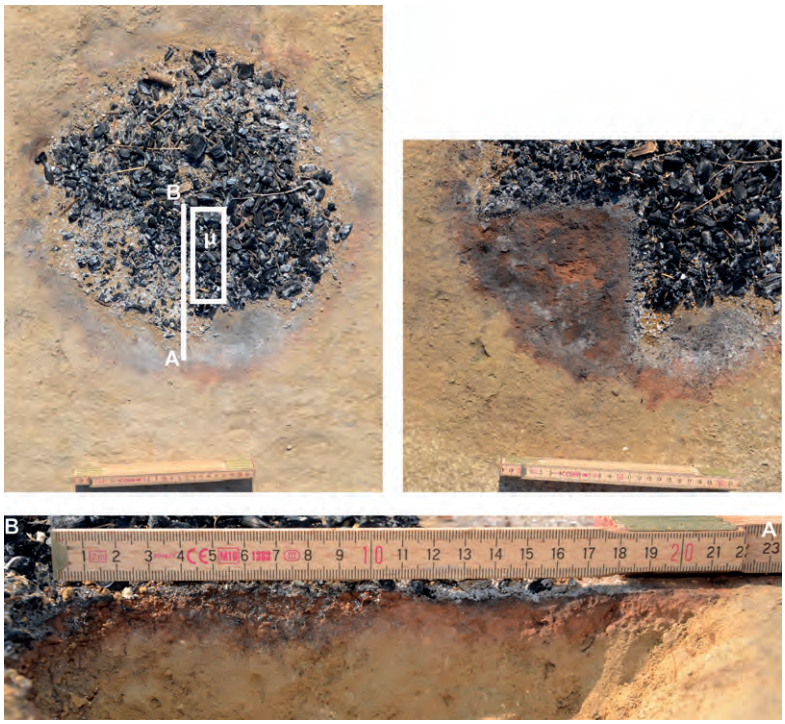



**Figure IV.22:** Vue en plan et coupe du foyer 2012B, localisation du bloc micro RGT12 2012B.

**2012B**

- 10 kg de bois sec (2x5 kg)
- 2 utilisations
- Durée fonctionnement: 314 min (147+167 min)
- Perturbation : -
- Observations terrain : Rubéfaction du sédiment sur 22 mm d'épaisseur (au centre de la structure) ; liseré noir < 5 mm au sommet.
- Bloc sédiment orienté : RGT12 2012B

#### *2.3.2.2. 2012C : un foyer utilisé à quatre reprises*

Foyer à plat simple réalisé du 28 au 31/08/2012 et prélevé le 06/09/2012 (Figure IV.23 et Figure IV.24).

Ce foyer a fonctionné à quatre reprises avec une journée d'intervalle entre chaque utilisation. Le combustible (5kg) est ajouté durant les 20 premières minutes de chaque utilisation qui ont duré respectivement 125, 145, 161 et 162 minutes. La durée totale de fonctionnement du foyer est donc de 593 minutes (9 h 53).

En plan, la structure est de forme circulaire (environ 50 cm de diamètre). La sole est noircie sauf en périphérie, où le sédiment présente une teinte allant de l'orange au noir. En coupe, la rubéfaction atteint 19 mm en périphérie de la structure, contre seulement 5mm en son centre. Le sommet de la sole est noirci sur une épaisseur de quelques millimètres.

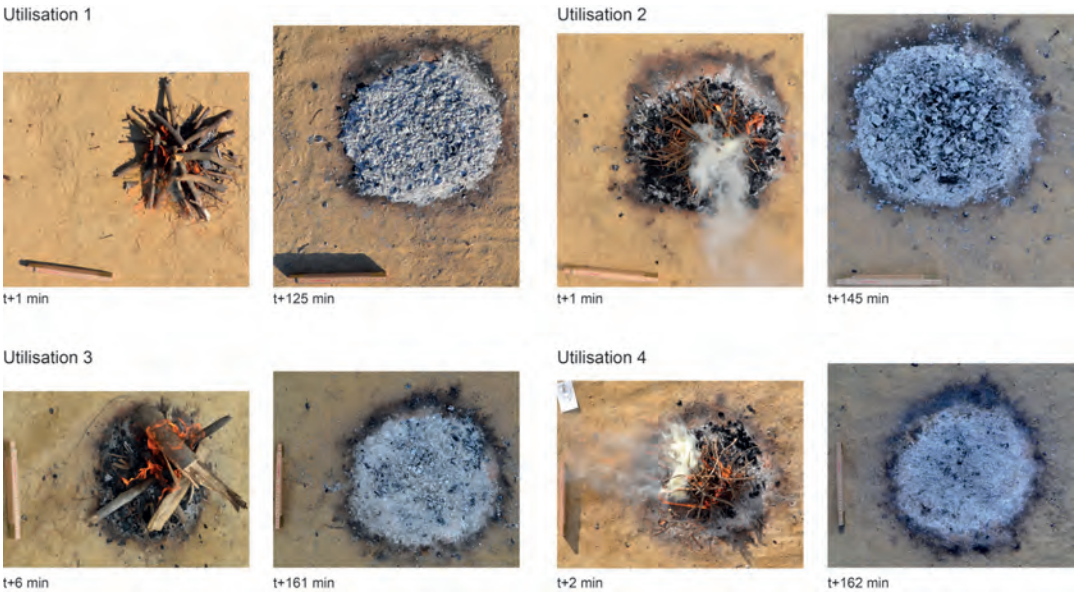



**Figure IV.23:** Fonctionnement du foyer 2012C

**Figure IV.24:** Vue en plan et coupe du foyer 2012C, localisation du bloc micro RGT12 2012C.

**2012C**

- 20 kg de bois sec (4x5 kg)
- 4 utilisations
- Durée fonctionnement: 593 min (125+145+161+162 min)
- Perturbation : -
- Observations terrain : Rubéfaction du sédiment 5 (au centre de la structure) à 19 mm (vers la périphérie) d'épaisseur; liseré noir < 5 mm au sommet.
- Bloc sédiment orienté : RGT12 2012C

*2.3.2.3. 2012D : un foyer utilisé à dix reprises*

Foyer à plat simple réalisé du 30/08 au 11/09/2012 et prélevé le 11/09/2012 (Figure IV.25 et Figure IV.26).

Ce foyer a fonctionné à dix reprises avec une journée d'intervalle au minimum entre chaque utilisation. Le combustible (5kg) a été ajouté durant les 30 premières minutes de chaque utilisation qui ont duré respectivement 159, 154, 139, 115, 121, 137, 143, 189, 145 et 153 minutes. La durée totale de fonctionnement est donc égale à 1455 minutes (24 h 15).

La structure est de forme ovalaire, mesurant 53x65cm. En surface, la sole est assez uniformément noircie, à l'exception de quelques plages rougies en périphérie. Des zones de cendres indurées recouvrent la sole par endroit. En coupe, la rubéfaction du sédiment atteint 26 mm d'épaisseur au maximum en périphérie, contre 10 mm au centre de la structure. Un liséré noir, épais de 7 mm, marque le haut de la sole.

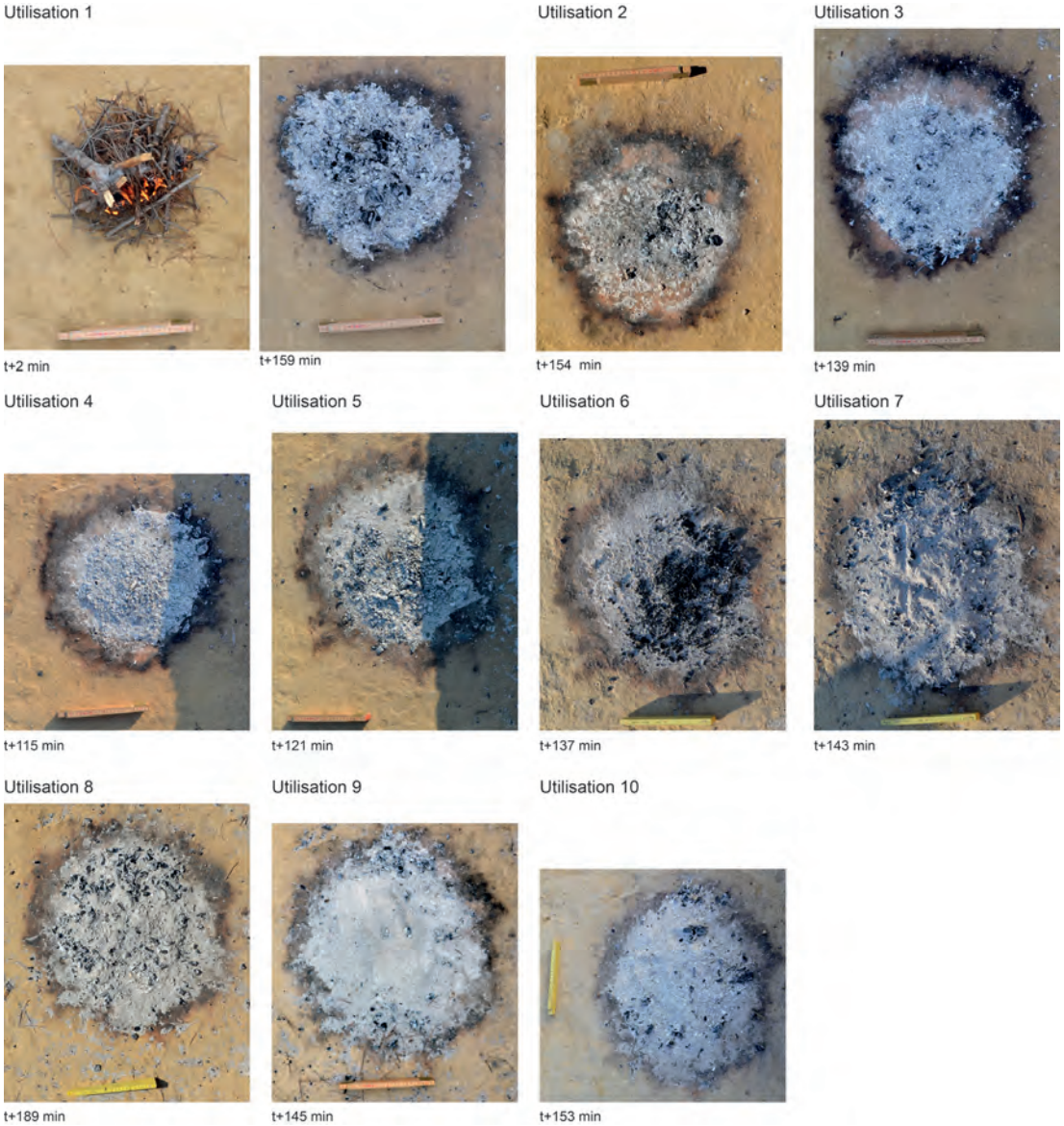



**Figure IV.25:** Fonctionnement du foyer 2012D

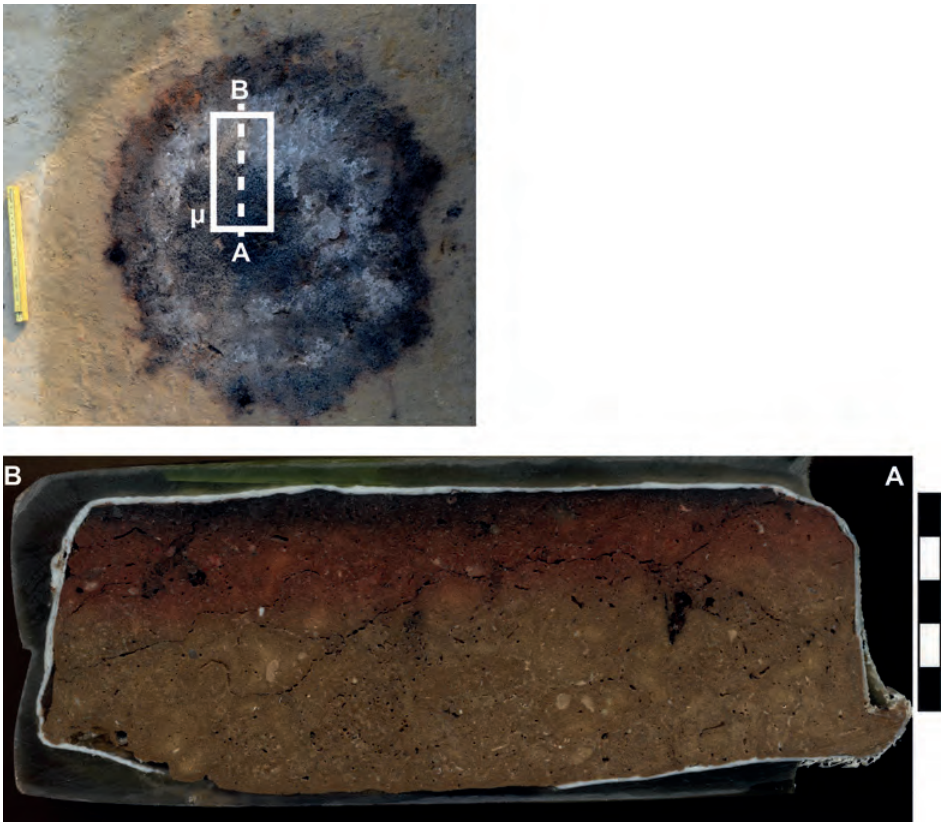



**Figure IV.26:** Vue en plan et coupe du foyer 2012D, localisation du bloc micro RGT12 2012D.

**2012D**

- 50 kg de bois sec (10x5 kg)
- 10 utilisations
- Durée fonctionnement: 1455 min (159+154+139+115+121+137+143+189+145+153 min)
- Perturbation : -
- Observations terrain : Rubéfaction du sédiment sur 26 mm d'épaisseur (en périphérie de la structure); liseré noir de 7 mm d'épaisseur au sommet.
- Bloc sédiment orienté : RGT12 2012D

### *2.3.3. Bilan sur les foyers à bois*

#### *2.3.3.1. Les foyers à utilisation unique*

Cette série de 6 foyers expérimentaux permet de questionner principalement trois aspects :

- L'effet de l'état du bois sur le fonctionnement du foyer;
- L'impact de l'allongement de la durée d'utilisation en lien avec l'augmentation de la quantité de combustible;
- L'altération du sédiment en fonction de ces différents paramètres.

Pour questionner ces différents points et comparer nos différentes expérimentations, outre nos observations le plus souvent qualitatives effectuées sur le terrain, nous avons eu recours à différents critères quantitatifs :

- La masse de combustible utilisée (kg) mesurée avant l'expérimentation;
- La durée de fonctionnement (min) mesurée durant l'expérimentation;
- La vitesse de combustion (kg/min) déduite des valeurs précédentes;
- L'énergie émise (Mj) calculée à partir de la masse et du type de combustible selon des valeurs de référence (Théry-Parisot, 2001);
- L'épaisseur de sédiment rubéfié (mm) mesurée sur le terrain;
- L'épaisseur de sédiment noirci (mm) mesuré sur le terrain.

Sur le premier point, nous avons vu que les résultats obtenus en utilisant un bois sec (2012J) ou humide (2013G) sont proches (respectivement 137 et 147 min), bien que l'humidité cause un allongement de la durée d'utilisation en lien avec une vitesse de combustion plus lente (Tableau IV.4). Si l'allumage du foyer a été plus laborieux, une fois lancé la chaleur émise par celui-ci a suffi à sécher le combustible puis à le consumer presque totalement. Dans le cas du foyer ayant fonctionné avec le même type de bois, mais encore vert (2013F), le résultat est plus mitigé, puisque la combustion n'a pu être maintenue que durant 77min après un allumage laborieux, une grande partie du combustible restant non brûlé.

| Expé | Bois (kg) | Durée (min) | Vitesse de combustion (kg/h) | Energie emise (Mj)** | Épaisseur de sed. Rubéfié (mm) | Épaisseur de sed. noirci (mm) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| *2012J* | 5 | 137 | 2,19 | 96,6 | 15 | 2 |
| *2013F* | * | 77 | * | * | 15 | 5 |
| *2013G* | 5 | 147 | 2,04 | 62,8 | 22 | 2 |
| *2012E* | 10 | 202 | 2,97 | 193,3 | 33 | 2 |
| *2012F* | 20 | 291 | 4,12 | 386,6 | 37 | 2 |
| *2012G* | 50 | 560 | 5,35 | 966,4 | 55 | 2 |

* Dans la mesure où tout le combustible n'a pas été consommé, ces valeurs nous paraissent hasardeuses. Nous estimons qu'environ 1/3 du combustible a effectivement brûlé soit 1,6 kg, ce qui donnerait, à titre indicatif, une vitesse de combustion d'environ 1,3 kg/h et une énergie émise de 10 Mj.
** Pour cette estimation le pouvoir calorifique du bois sec est fixé à 19.32 MJ/Kg, celui du bois humide à 12,55 MJ/kg et celui du bois vert à 6,28 MJ/kg (Théry-Parisot, 2001)

**Tableau IV.4:** Caractéristiques des foyers à bois à utilisation unique.

En conclusion, si l'utilisation de bois sec est optimale, notamment grâce à sa facilité d'inflammation, celle de bois humide est, elle aussi, envisageable tandis que celle de bois vert paraît peu efficace. Même si la présence de résine peut en théorie faciliter l'inflammation du bois vert (Théry-Parisot, 2001), il semble que sa forte teneur en eau (100 à 200% sur sec, idem) limite grandement son utilisation directe comme combustible. Pour le bois mort, mais humide, l'humidité aura tendance à tendre vers l'équilibre avec le milieu ambiant par l'évaporation de l'eau libre contenue par la porosité du bois. À titre indicatif, en fonction des conditions météorologiques et d'exposition, de l'espèce et de l'état du bois, entre autres, cela peut correspondre à 20 à 80% sur sec (idem).

Concernant le deuxième point, en comparant les foyers ayant fonctionné à une seule reprise avec 5, 10, 20 et 50 kg de bois sec, on observe logiquement que la durée de fonctionnement est étroitement corrélée à la quantité de combustible (Figure IV.27). Avec toute la prudence requise, il paraît possible de proposer un moyen d'estimer une quantité y de combustible nécessaire à l'entretien d'un foyer utilisé continuellement durant une durée x avec l'équation suivante : $y=0.1082x-10,931$ (y en kg et x en min).

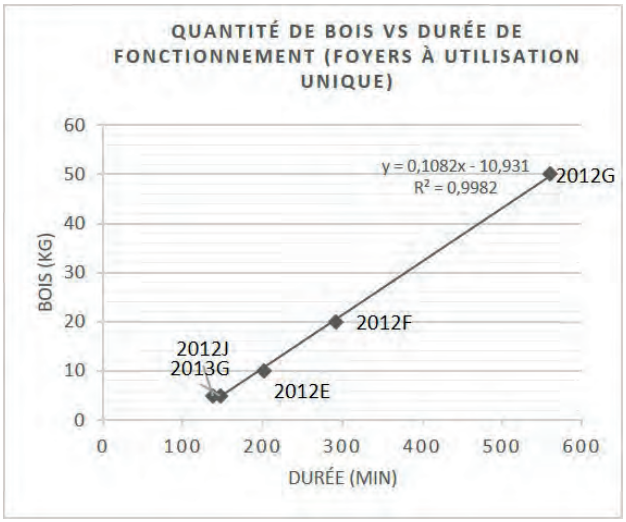



**Figure IV.27:** Projection des quantités de combustible et de la durée d'utilisation des foyers à bois à utilisation unique (le foyer 2013F a été écarté en raison de son arrêt prématuré).

Cependant les durées mesurées pour les foyers 2012E, F et G peuvent paraître relativement courtes vis-à-vis de celles de 2012J et 2013G. En effet, les vitesses de combustion calculées nous montrent que l'apport en combustible a été géré de façons différentes entre les foyers. Dans le cas des foyers 2012J et 2013G, cette vitesse est proche 2 kg/h tandis que pour 2012E, F et G elle augmente nettement (Tableau IV.4). Un approvisionnement plus lent en combustible aurait donc sans doute permis de diminuer cette vitesse tout en allongeant la durée de fonctionnement. Par ailleurs, la formation d'un lit de braises conséquent dans le cas des foyers 2012E, F et G semble avoir favorisé une combustion plus intense, là aussi au détriment de la durée de fonctionnement. Le facteur humain en ce qui concerne l'alimentation en combustible garde donc sans nul doute un poids déterminant, ce qui pondère donc l'aspect linéaire de la relation quantité de combustible/ durée de fonctionnement.

Tous ces foyers ont causé une rubéfaction de l'encaissant. Là aussi une relation étroite semble apparaître entre d'une part la quantité de combustible, la durée de fonctionnement et donc la vitesse de combustion et d'autre part l'épaisseur de sédiment rubéfié (Tabl 1 et Fig20).Les foyers ayant fonctionné plus longtemps et plus intensément ont rubéfié le sol plus profondément (Figure IV.28).

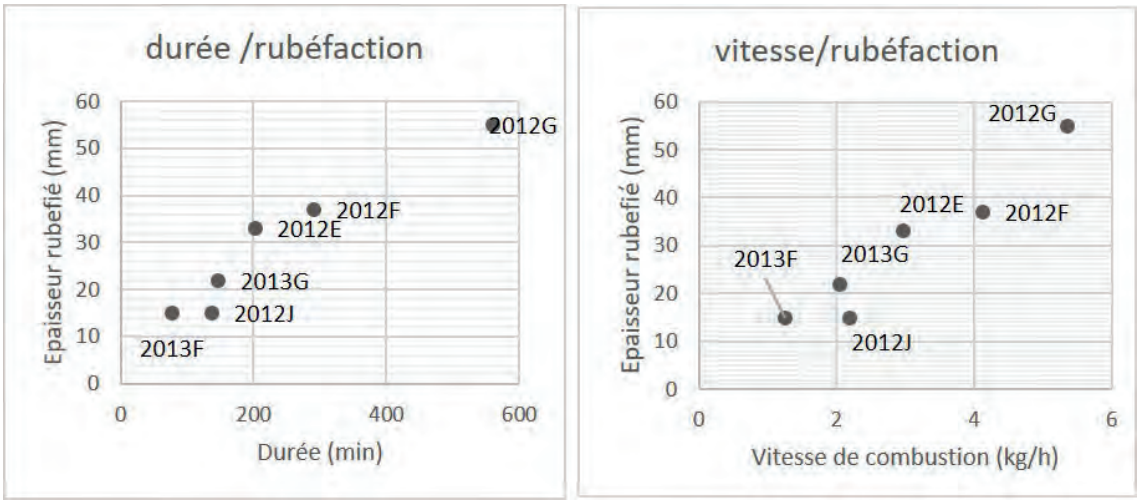



**Figure IV.28:** Projections de l'épaisseur de sédiment rubéfié en fonction de la durée de fonctionnement ou de la vitesse de combustion des foyers à bois à utilisation unique.

L'énergie émise lors de la combustion est moins bien corrélée à l'épaisseur de sédiment rubéfié. Par exemple le foyer 2013G présente une sole plus épaisse que le foyer 2012J, alors qu'il a émis moins d'énergie que ce dernier. Si l'on considère que seulement une partie de cette énergie va être diffusée dans le sédiment, selon de nombreuses variables (état du sol, vent, disposition du combustible, etc.), il n'est pas surprenant que ce paramètre descriptif soit moins pertinent pour expliquer le degré d'altération du sédiment.

Toujours du point de vue des observations macroscopiques, la mise en place d'un liseré noirâtre, peu épais dans la plupart des cas (exception 2013F) au sommet du sédiment rubéfié est à noter (Tableau IV.4). En plan, l'expression de ce noircissement est également visible, mais demeure difficile à expliquer. Le plus souvent ce noircissement semble se concentrer au milieu des foyers, là où le combustible va perdurer le plus longtemps. Les zones libres de combustible (périphérie) paraissent plus volontiers uniquement rougies. Cependant, cette tendance est loin d'être systématique et de nombreux contre-exemples sont observés au sein de chaque foyer.

Plus largement, même si quelques tendances se dessinent, certains points restent problématiques. Par exemple dans le cas du foyer 2013F, une épaisseur de sédiment rubéfié de 15mm est obtenue après une combustion courte et peu intense. Cette épaisseur est égale à celle obtenue pour le foyer 2012J avec un fonctionnement plus long et plus intense. Certains paramètres explicatifs des variations observées restent donc à définir.

Enfin, fait intéressant dans le cas de deux foyers (2012J et 2012F), nous avons remarqué que l'épaisseur maximale de rubéfaction était atteinte en périphérie du foyer et non pas en son centre comme observé dans les autres foyers.

#### *2.3.3.2. Les foyers à utilisations multiples*

Cette série de foyers expérimentaux vient compléter la précédente en abordant la question de la réutilisation de ce type de structure. Elle permet d'aborder les questions suivantes :

- L'effet du nombre d'utilisations en termes de gestion du combustible et de durée de fonctionnement.
- L'altération du sédiment en fonction de ces différents paramètres

Du point de vue des durées de fonctionnement, les différentes réutilisations des foyers 2012 B, C et D se ressemblent avec une durée moyenne de 148 ± 19 min (Tableau IV.5). La vitesse de combustion durant ces différentes utilisations est également relativement constante, avec une vitesse moyenne de 2,06 ± 0,3kg/h. Il est malgré tout intéressant de constater qu'à partir de la même quantité de combustible, en fonction de la vitesse de combustion, c'est-à-dire de la façon dont le combustible est géré, il est possible d'obtenir des durées de fonctionnement allant de 115 à 189 min, soit une différence de 74 min.

Les épaisseurs de sédiment rubéfié mesurées sont relativement proches elles aussi, autour de 20 mm (Tableau IV.5). On note que malgré des durées de fonctionnement cumulées longues, les épaisseurs de sédiment rubéfié sont relativement peu importantes et n'augmentent pas significativement avec le nombre de réutilisations (Figure IV.29). La corrélation entre les durées de fonctionnement cumulé et l'épaisseur de sédiment rubéfié paraît peu probante (Figure IV.29). De même, la quantité d'énergie émise cumulée ne paraît pas déterminante.

Enfin, la formation d'un liseré noirâtre au sommet de la sole est notée pour ces trois foyers (Tableau IV.5). Celui-ci est particulièrement développé dans le cas de 2012D (7 mm d'épaisseur).

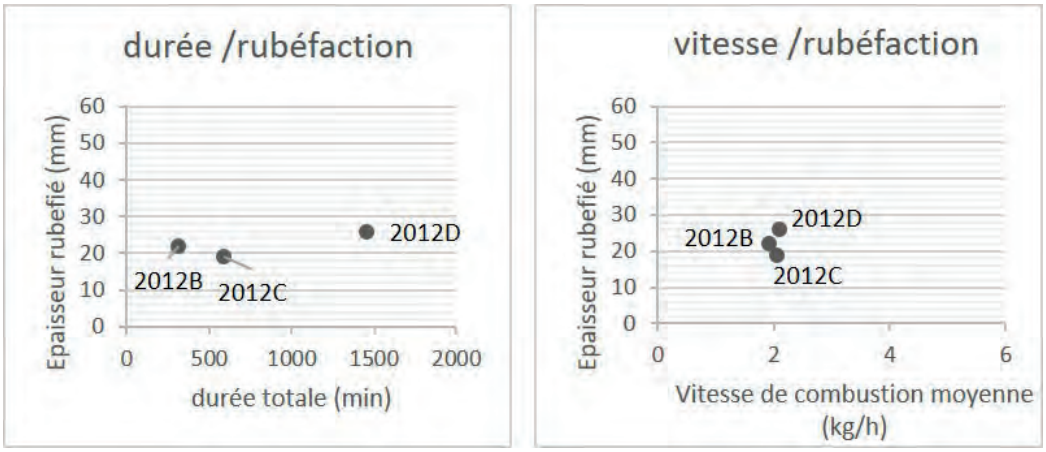



**Figure IV.29:** Projections de l'épaisseur de sédiment rubéfié en fonction de la durée de fonctionnement ou de la vitesse de combustion des foyers à bois à utilisations multiples.

| Expé | Bois (kg) | Durée (min) | Vitesse de combustion (kg/h) | Énergie émise (Mj)** | Épaisseur de sed. rubéfié (mm) | Épaisseur de sed. noirci (mm) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| *2012B1* | 5 | 147 | 2,04 | 96,6 | | |
| *2012B2* | 5 | 167 | 1,8 | 96,6 | | |
| ***Total 2012B*** | ***10*** | ***314*** | ***1,92**** | ***193,2*** | ***22*** | ***2*** |
| *2012C1* | 5 | 125 | 2,4 | 96,6 | | |
| *2012C2* | 5 | 145 | 2,07 | 96,6 | | |
| *2012C3* | 5 | 161 | 1,86 | 96,6 | | |
| *2012C4* | 5 | 162 | 1,85 | 96,6 | | |
| ***Total 2012C*** | ***20*** | ***593*** | ***2,04**** | ***386,4*** | ***19*** | ***2*** |
| *2012D1* | 5 | 159 | 1,89 | 96,6 | | |
| *2012D2* | 5 | 154 | 1,95 | 96,6 | | |
| *2012D3* | 5 | 139 | 2,16 | 96,6 | | |
| *2012D4* | 5 | 115 | 2,61 | 96,6 | | |
| *2012D5* | 5 | 121 | 2,48 | 96,6 | | |
| *2012D6* | 5 | 137 | 2,19 | 96,6 | | |
| *2012D7* | 5 | 143 | 2,1 | 96,6 | | |
| *2012D8* | 5 | 189 | 1,59 | 96,6 | | |
| *2012D9* | 5 | 145 | 2,07 | 96,6 | | |
| *2012D10* | 5 | 153 | 1,96 | 96,6 | | |
| ***Total 2012D*** | ***50*** | ***1455*** | ***2,09**** | ***966*** | ***26*** | ***7*** |

* Moyenne de la vitesse des différentes utilisations

** Pour cette estimation le pouvoir calorifique du pin sec est fixé à 19.32 MJ/Kg (Théry-Parisot ; 2001)

**Tableau IV.5:** Caractéristiques des foyers à bois à utilisations multiples.

#### *2.3.3.3. Discussion*

La première remarque concerne la durée totale de fonctionnement. À quantité de combustible égale, les foyers à utilisations multiples ont duré plus longtemps que leurs homologues à utilisation unique. La vitesse de combustion des premiers est relativement constante, proche de 2 kg/h comme c'était le cas pour les foyers 2012J et 2013G, confirmant que la gestion de l'alimentation en combustible est logiquement l'un des facteurs déterminants pour la question de la durée. Les foyers 2012 E, F et G ont bénéficié d'une vitesse de combustion plus importante, mais cela s'est fait au détriment de la durée de fonctionnement. Notons que c'est toutefois dans ces foyers que l'altération du sédiment sous forme de rubéfaction est la plus importante. D'un point de vue statistique, le paramètre expérimental qui est le mieux corrélé à l'épaisseur de sédiment rubéfié est la vitesse de combustion (0.95 ; Tableau IV.6). C'est donc avant tout l'intensité du fonctionnement qui prime pour expliquer l'altération plus ou moins prononcée du sédiment.

| | **Rubéfaction** | **Durée** | **Vitesse** | **Energie** |
|---|---|---|---|---|
| *Rubéfaction* | 1,00 | | | |
| *Durée* | 0,19 | 1,00 | | |
| *Vitesse* | 0,95 | 0,06 | 1,00 | |
| *Energie* | 0,67 | 0,83 | 0,58 | 1,00 |

**Tableau IV.6:** Matrice de corrélation des paramètres des foyers à bois.

L'épaisseur de sédiment rubéfié augmente peu dans les foyers à fonctionnements multiples (Figure IV.29). Elle est de 22mm en moyenne ce qui correspond à l'épaisseur obtenue en seule fois avec le foyer à utilisation unique 2013G (Figure IV.28). L'hypothèse que nous pouvons émettre est que le délai entre chaque réutilisation permet à la sole de refroidir suffisamment pour que l'effet des montées en température de chaque fonctionnement ne soit pas cumulatif.

À l'inverse, l'épaisseur du liséré noirâtre au sommet de la sole est plus importante pour le foyer 2012D (7 mm) que dans le cas des autres foyers à bois où il se limite à 1 ou 2 mm d'épaisseur. La surface de la sole de ce foyer est elle aussi particulièrement noircie. On peut avancer l'hypothèse que les dix utilisations successives de ce foyer ont contribué à ce noircissement prononcé. Ce liseré noirâtre est également bien marqué pour le foyer 2013F (5 mm) dont le combustible encore vert a empêché le fonctionnement efficient. Il est donc probable que ces liserés noirâtres soient causés par un dépôt de résidus de combustion de type suie, qui aura tendance à augmenter en fonction du nombre d'utilisations et/ou si la combustion est peu efficace. Sur ce dernier point, il est également envisageable que les résidus de combustion accumulés lors des multiples fonctionnements du foyer 2012D aient créé un milieu peu ventilé à la base de la structure, milieu dans lequel les gaz produits par la combustion auraient pu se condenser en suie de façon plus importante. La prise en compte de nombreux paramètres (température, pression, concentration en HAP, etc.) serait toutefois nécessaire pour vérifier ces hypothèses concernant le sujet complexe de la formation des suies (voir par exemple Richter et Howard, 2000 pour une revue).

## 2.4. Les foyers à bois et os

### *2.4.1. 2012I : un foyer à bois dominant*

Foyer à plat simple réalisé le 01/09/2012 et prélevé le 11/09/2012 (Figure IV.30 et Figure IV.31).

Après l'allumage d'une partie du bois, des fragments d'os sont rajoutés progressivement durant 30 minutes. L'approvisionnement en bois se fait en parallèle durant les 20 premières minutes du fonctionnement. Les fragments d'os sont repositionnés et retournés durant tout le fonctionnement afin d'optimiser leur combustion (cf. Rapport RGT 2006 sur l'aspect contraignant des foyers à os). Au bout de 80 min il n'y a plus de flammes qui se dégagent cependant le lit de braises à la base du foyer dégage toujours suffisamment de chaleur pour que la calcination des fragments d'os se poursuive. À la fin du fonctionnement, les restes de bois sont peu présents. À l'inverse, les fragments d'os de grandes dimensions sont abondants. Leur examen indique qu'ils n'ont que partiellement brûlé comme l'indique la teinte noire de leur cœur.

**Figure IV.30:** Fonctionnement du foyer 2012I.

En plan, la sole du foyer est de forme circulaire (45cm de diamètre). Sa coloration est hétérogène. Elle est en grande partie de couleur noire, mais des zones rouges ou grisâtres sont également observées. En coupe, la rubéfaction du sédiment atteint une profondeur maximale de 21 mm observable en périphérie de la structure. Vers le centre de la structure, le sédiment prend une teinte grisâtre pouvant atteindre 25 mm de profondeur. L'aspect et la texture de cette zone de sédiment grisâtre pourraient évoquer une variation au sein de l'encaissant, on y observe d'ailleurs d'assez gros nodules carbonatés. Enfin, les premiers millimètres (5 mm au maximum) sont intensément noircis.

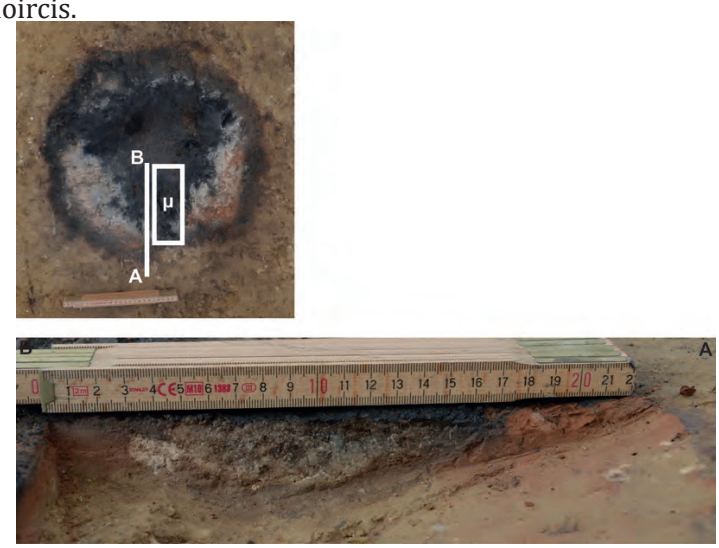



**Figure IV.31:** Vue en plan et coupe du foyer 2012I, localisation du bloc micro RGT12 2012I.

**2012I**

- 5 kg de bois sec et 3 kg d'os
- 1 utilisation
- Durée fonctionnement: 118 min
- Perturbation : -
- Observations terrain : Rubéfaction du sédiment sur 21 mm d'épaisseur (en périphérie de la structure); sédiment grisâtre sur 25 mm d'épaisseur (au centre de la structure); liseré noir de 5 mm d'épaisseur au sommet.
- Bloc sédiment orienté : RGT12 2012I
- Prélèvements sédiment vrac: RGT12 2012I I et II

### *2.4.2. 2012H : un foyer à os dominant*

Foyer à plat simple réalisé le 01/09/2012 et prélevé le 08/09/2012 (Figure IV.32 et Figure IV.33).

Après l'allumage d'une petite quantité de bois sec, les fragments d'os sont ajoutés durant 45 minutes en augmentant leur taille progressivement. Du fait de la nature du combustible, une attention constante est portée au positionnement des fragments d'os afin de permettre la combustion des graisses qu'ils contiennent. Cela implique leur déplacement et retournement fréquents et certains gros fragments ont été refragmentés en cours d'expérimentation pour permettre la combustion de leur cœur. Malgré le dégagement de flammes important (70 cm max.), la chaleur émise par cette structure semble faible en comparaison de foyers ayant fonctionné avec du bois.

À partir du moment où de l'os a été rajouté au foyer, des écoulements latéraux d'un liquide graisseux ont été observés. Ils se concentrent suivant la légère pente du terrain vers le sud du foyer. Dans un premier temps ce liquide était relativement translucide, mais progressivement il prend une teinte plus sombre. Lorsque l'intensité des flammes du foyer, et donc la chaleur qu'il dégageait, a commencé à diminuer, ce liquide s'est progressivement figé en surface du sol. Une semaine plus tard, lorsque le foyer a été fouillé, la zone concernée par cet écoulement était toujours matérialisée par l'aspect plus sombre du sédiment, mais la matière figée en surface avait en grande partie disparu.

En plan, le foyer présente une sole circulaire (env. 35cm de diamètre) noircie uniformément. Celle-ci est entourée d'une auréole de sédiment brunâtre correspondant aux écoulements de graisse constatés lors du fonctionnement. La morphologie de cette auréole est influencée par le léger pendage du sol en direction du sud, direction dans laquelle elle connaît son extension maximale (40 cm du bord de la sole). En coupe, le sédiment est rubéfié jusqu'à 31 mm de profondeur. Cependant cette rubéfaction est en grande partie masquée par un noircissement marqué des premiers 20 mm. En périphérie, un sédiment brun est observé sur une épaisseur maximale de 20 mm.

**Figure IV.32:** Fonctionnement du foyer 2012H, écoulement de graisse

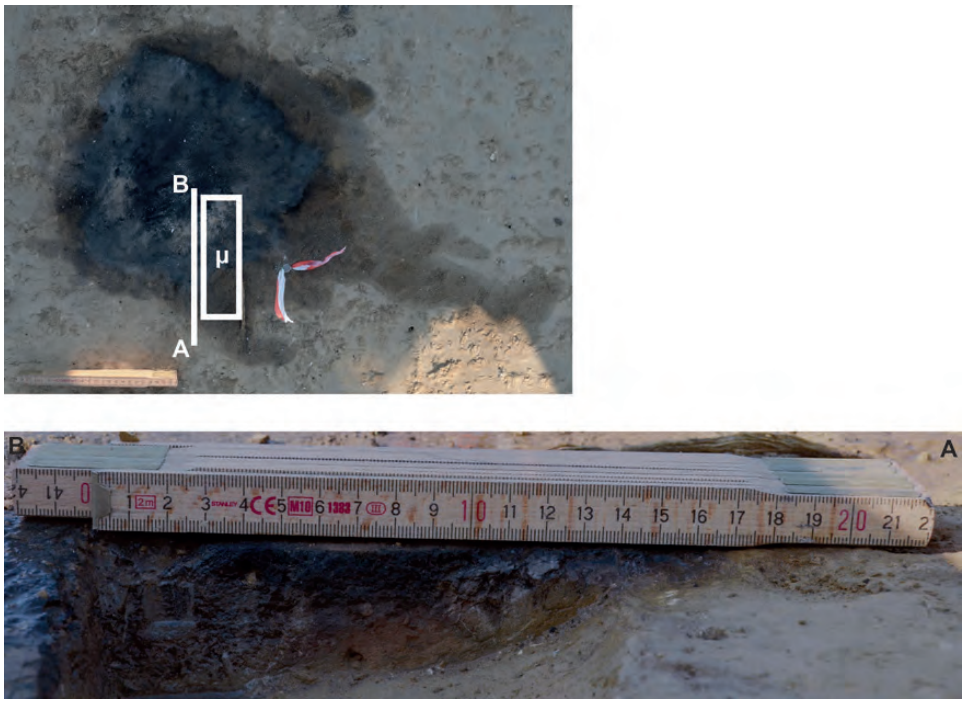



**Figure IV.33:** Vue en plan et coupe du foyer 2012H, localisation du bloc micro RGT12 2012H.

**2012H**

- < 1 kg de bois sec et 10 kg d'os
- 1 utilisation
- Durée fonctionnement: 131 min
- Perturbation : -
- Observations terrain : Rubéfaction du sédiment sur 31 mm d'épaisseur au centre de la structure; sédiment brun sur 5 mm d'épaisseur en périphérie de la structure; liseré noir de 16 mm d'épaisseur au sommet;
- Bloc sédiment orienté : RGT12 2012H
- Prélèvements sédiment vrac: RGT12 2012H I et II

### *2.4.3. Bilan sur les foyers bois et os*

Ces deux foyers expérimentaux visaient à appréhender les points suivants :

- Effets de la combustion d'os riches en graisse sur l'encaissant sédimentaire;
- Différences potentielles entre un foyer à os dominant et à bois dominant.

Comme cela a déjà été noté (Théry-Parisot, 2001 ; Théry-Parisot et Costamagno, 2005 ; Bentsen, 2014), l'utilisation d'os ne permet pas la formation de braises, ce qui semble induire des transferts thermiques limités. Un rayonnement globalement moins intense à proximité du foyer est ressenti par rapport aux expérimentations de foyers à bois. Les vitesses de combustion calculées sont relativement élevées, par conséquent les durées de fonctionnement sont relativement faibles par rapport aux quantités de combustible impliquées (Tableau IV.7). Il faut rappeler que le parti pris de limiter notre intervention lors du fonctionnement des foyers, par exemple en ne re-facturant pas systématiquement les os afin d'optimiser leur combustion, explique en partie une durée de fonctionnement relativement faible par rapport à ce qui pourrait être attendu.

| Expé | Bois (kg) | Os (kg) | Durée (min) | Vitesse de combustion (kg/h) | Énergie émise (Mj)* | Épaisseur de sed. rubéfié (mm) | Épaisseur sed. noirci (mm) |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *2012I* | 5 | 3 | 118 | 4,07 | 120.7 | 21 | 5-25 |
| *2012H* | 0,5 | 10 | 131 | 4,81 | 89.8 | 31 | 16 |

* Pour cette estimation, le pouvoir calorifique de l'os est fixé à 8,02MJ/kg (1915 kcal/kg ; Théry-Parisot, 2001), bien que cette valeur, la seule à notre connaissance, soit susceptible de fortement varier en fonction de la teneur en graisse et en eau par exemple.

**Tableau IV.7:** Caractéristiques des foyers à bois et os.

Malgré tout, la rubéfaction du sédiment est bien constatée dans les soles de ces deux foyers, avec une rubéfaction plus épaisse pour le foyer 2012H que pour 2012I (Tableau IV.7). Une nouvelle fois il semble qu'une vitesse de combustion élevée, et donc une combustion plus intense, occasionne une rubéfaction plus marquée du sédiment.

Le noircissement du sommet des soles est observé sur une épaisseur importante (Tableau IV.7). Dans le cas du foyer 2012H ce noircissement est relativement homogène, malgré une diminution en profondeur, alors que dans le cas du foyer 2012I, un faciès grisâtre est constaté sous le faciès noirci. L'observation d'assez nombreux nodules carbonatés au niveau de ce faciès grisâtre pourrait être l'indice d'une variation locale de l'encaissant sédimentaire entraînant la formation de ce faciès d'altération inédit.

Le foyer 2012H se distingue de 2012I par d'importants écoulements latéraux durant son fonctionnement[1]. Leur origine est clairement liée au combustible osseux, et leur aspect indique qu'il s'agit de fluide graisseux provenant de la moelle contenue dans les fragments d'os. La fluidité décroissante de ces écoulements à mesure qu'ils s'éloignent du foyer limite malgré tout leur extension. En outre, l'observation en coupe de cet écoulement en périphérie du foyer montre qu'il s'agit d'un phénomène essentiellement superficiel et décroissant à mesure que l'on s'éloigne du centre de la structure. Il est donc possible que ce phénomène ait existé pour le foyer 2012I, mais que son expression ait été limitée par la présence du lit de braises provoquant la combustion de tout fluide circulant entre l'os et la surface du sol.

## 2.5. Les foyers à bois utilisés pour la cuisson de viande

### *2.5.1. 2013D : 3 utilisations pour la cuisson de viande*

Foyer à plat partiellement appareillé (cinq blocs de calcaire coquillier local, dont un placé au centre de foyer dans une dépression de 5 cm de profondeur) de manière à soutenir une grille de bois vert réalisée en branchettes d'amandier (*Prunus amygdalus*). Réalisé du 11 au 13/09/2013 et prélevé le 17/09/2013 (Figure IV.34 et Figure IV.35).

Une cinquantaine de minutes après l'allumage classique du foyer, lorsqu'il ne reste quasiment plus de flammes, la viande est placée à cuire sur la grille de bois vert durant 25 minutes. Cette opération est répétée trois jours de suite. La viande est retournée plusieurs fois au cours de la cuisson. Un dégagement de fluide évoquant un mélange d'eau, de graisse et de sang est observé notamment en début de cuisson et coule sur le lit de braises sous-jacent, provoquant de nombreuses flammes hautes, mais de courtes durées.

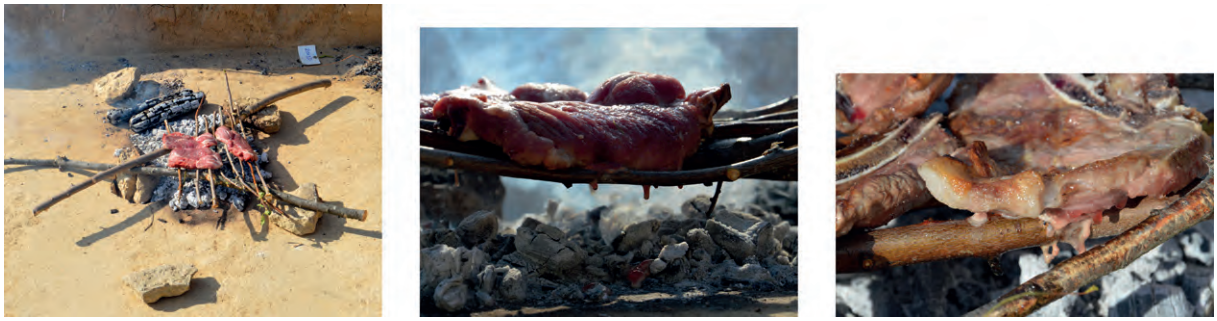


**Figure IV.34:** Fonctionnement du foyer 2013D, 1ere utilisation.

La structure obtenue est de forme ovalaire (85x50cm) suivant les contraintes liées à la répartition des blocs de calcaire. La surface est marquée par des changements de couleur variables, allant de l'orange au noir. En coupe, le sédiment est rubéfié jusqu'à 37 mm de profondeur. La surface est intensément noircie jusqu'à 08 mm de profondeur, une diminution progressive de ce caractère en profondeur le rend tout de même perceptible jusqu'à 15 mm.

1 Des observations similaires sont faites par Hérisson (2012) et Hérisson et al. (2013) à propos d'un foyer expérimental ayant fonctionné avec des os frais de vache.

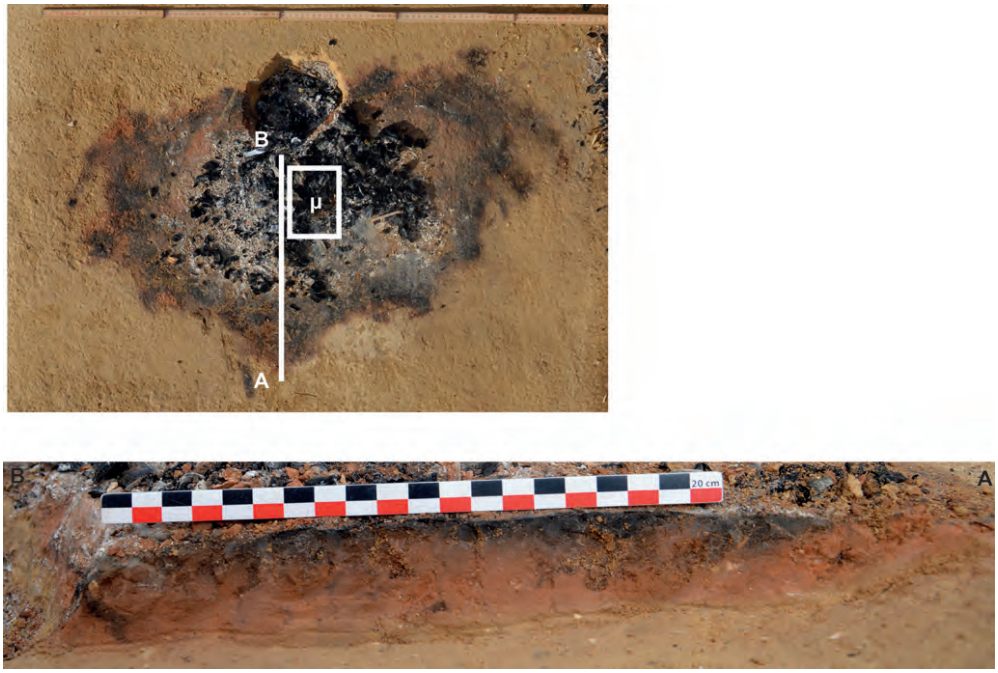



**Figure IV.35:** Vue en plan et coupe du foyer 2013D, localisation du bloc micro RGT13 2013D.

**2013D**

- 15 kg de bois sec (3x5 kg) et 1,95 kg de viande (0,45+0,9+0,6 kg)
- 3 utilisations
- Durée fonctionnement: 356 min (105+116+135 min)
- Perturbation : légère pluie le 15/09/2013
- Observations terrain : Rubéfaction du sédiment sur 37 mm d'épaisseur; liseré noir bien marqué sur 8 mm d'épaisseur au sommet, perceptible jusqu'à 15 mm de profondeur.
- Bloc sédiment orienté : RGT13 2013D
- Prélèvements sédiment vrac: RGT13 2013D I et II

### *2.5.2. 2014 : 7 utilisations pour la cuisson prolongée de viande*

Foyer à plat simple réalisé du 05 au 13/09/2014 et prélevé le 15/09/2014 (Figure IV.36 et Figure IV.37).

Une cinquantaine de minutes après l'allumage classique du foyer à bois, lorsqu'il ne reste quasiment plus de flammes, la viande est placée à « cuire » directement sur les braises. Elle est retournée plusieurs fois en cours de cuisson, et est laissée en place jusqu'à l'extinction du foyer. Cette opération est répétée à 7 reprises à au moins une journée d'intervalle. Du fait de la combustion incomplète de la viande, le foyer se recouvre rapidement de résidus de viande carbonisés. Après la 4eme utilisation, la structure ainsi obtenue devenait difficile à maintenir dans son périmètre initial. Nous avons donc procédé à une vidange de celle-ci. Un dégagement de fluide évoquant un mélange, d'eau de graisse et de sang est observé notamment en début de cuisson et vient directement en contact de braise. Peu de flammes en résultent. Au contraire, le contact direct entre la viande et les braises ainsi que le dégagement de fluides animaux semblent étouffer le foyer.

**Figure IV.36:** Fonctionnement du foyer 2014, 5e utilisation.

La structure ainsi obtenue est de forme irrégulière, d'environ 60 cm de diamètre. En plan, la surface du foyer apparait comme relativement hétérogène avec des faciès de nature et de couleur variées : sédiment rubéfié orangé à rouge, sédiment noirci parfois fragmenté, plages cendreuses, encroûtement organique. En coupe, le sédiment est rubéfié jusqu'à 21 mm de profondeur. La surface est intensément noircie et fragmentée jusqu'à 11 mm de profondeur notamment vers le centre de la structure.

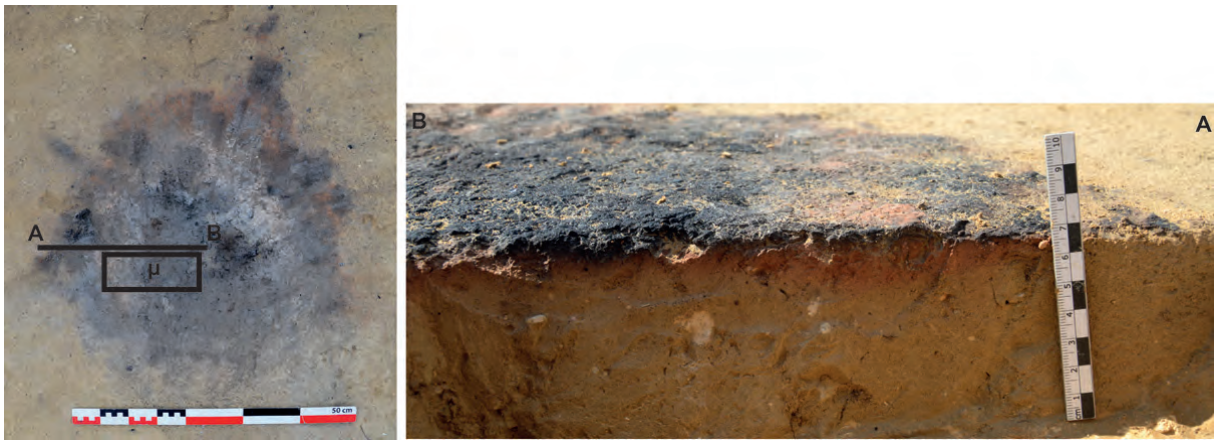



**Figure IV.37:** Vue en plan et coupe du foyer 2014, localisation du bloc micro RGT14 2014.

**2014**

- 35 kg de bois sec (7x5 kg) et 4,9 kg de viande (7x0, 7 kg)
- 7 utilisations
- Durée fonctionnement: 879 min (119+112+146+106+133+127+136 min)
- Perturbation : -
- Observations terrain : Rubéfaction du sédiment sur 21 mm d'épaisseur au centre de la structure; liseré noir de 11 mm d'épaisseur au sommet.
- Bloc sédiment orienté: RGT14 2014
- Prélèvements sédiment vrac: RGT14 2014 1, 2, 3, 4, 5, 6 et 7.

### *2.5.3. Bilan sur les foyers à bois et cuisson de viande*

Ces deux foyers avaient pour objet d'explorer les points suivants :

- Effets de cuissons répétées de viande sur l'encaissant sédimentaire;
- Variations possibles en fonction du nombre d'utilisations et du mode de cuisson.

En termes de fonctionnement, les différentes utilisations des deux foyers sont relativement comparables, avec une durée moyenne de 123,5 ± 14min (Tableau IV.8). La vitesse de combustion pour chacune de ces utilisations est, elle aussi, assez proche, avec une moyenne de 2,46 ± 0,3 kg/h. Bien que les différences soient faibles, on constate donc que les foyers utilisés pour la cuisson de viande ont une durée de fonctionnement plus courte et une vitesse de combustion plus élevée que les foyers ayant fonctionné avec la même quantité de combustible comme 2012J (137min, 2,19 kg/h). Il est cependant délicat de savoir si c'est la cuisson de viande qui cause cette différence ou bien s'il s'agit simplement d'une variation liée au fonctionnement des foyers de ce type. En comparant ces valeurs à celles obtenues lors des différentes utilisations du foyer 2012D (Tableau IV.5), il est constaté qu'elles sont tout à fait semblables.

| Expé | bois (kg) | Durée (min) | Vitesse de combustion (kg/h)** | Energie emise (Mj)** | Épaisseur de sed. Rubéfié (mm) | Épaisseur de sed. noirci (mm) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| *2013D1* | 5 | 105 | 2,86 | 96,6 | | |
| *2012D2* | 5 | 116 | 2,59 | 96,6 | | |
| *2013D3* | 5 | 135 | 2,22 | 96,6 | | |
| ***Total 2013D*** | ***15*** | ***356*** | ***2,56**** | ***289,9*** | ***37*** | ***15*** |
| *2014-1* | 5 | 119 | 2,52 | 96,6 | | |
| *2014-2* | 5 | 112 | 2,68 | 96,6 | | |
| *2014-3* | 5 | 146 | 2,05 | 96,6 | | |
| *2014-4* | 5 | 106 | 2,83 | 96,6 | | |
| *2014-5* | 5 | 133 | 2,25 | 96,6 | | |
| *2014-6* | 5 | 127 | 2,36 | 96,6 | | |
| *2014-7* | 5 | 136 | 2,21 | 96,6 | | |
| ***Total 2014*** | ***35*** | ***879*** | ***2,42**** | ***676,5*** | ***21*** | ***11*** |

* Moyenne de la vitesse des différentes utilisations
** La viande n'a pas été incluse dans ces estimations en raison de la difficulté à estimer précisément son pouvoir calorifique (*e.g.* humidité et taux de graisse variables).

**Tableau IV.8:** Caractéristiques des foyers à bois et cuisson de viandes.

Du point de vue du fonctionnement toujours, l'accumulation de résidus a été particulièrement marquée dans le cas du foyer 2014. La possibilité que l'application directe de la viande à cuire sur les braises ait prévenu la dispersion des résidus est envisageable, mais une fois le fonctionnement terminé, les résidus restent exposés aux aléas climatiques. Or nous avons pu constater en fouillant cette structure que ces résidus n'étaient pas particulièrement consolidés. L'accumulation de ces résidus serait donc plus vraisemblablement liée à la moindre intensité des rafales de vent, ou en tout cas à une moindre exposition du foyer à celles-ci, durant cette expérimentation vis-à-vis de celles effectuées en 2012 et surtout en 2013.

La rubéfaction des soles est attestée dans les deux expérimentations, et même particulièrement profonde dans le cas de 2013D (37mm ; Tabl 5) si l'on se réfère aux expérimentations de foyers à bois ayant fonctionné à plusieurs reprises (2012B : 22 mm, 2012C : 19 mm et 2012D : 26 mm ; Tableau IV.5). La vitesse de combustion moyenne est certes légèrement plus élevée pour le foyer

2013D, mais semble malgré tout insuffisante pour justifier une épaisseur rubéfiée égale à celle obtenue pour le foyer 2012F (utilisation unique, 20 kg de bois, 291 min, 4,12 kg/h). L'épaisseur de sédiment rubéfié pour le foyer 2014 (21 mm) est quant à elle cohérente avec celles des foyers à utilisations multiples de 2012.

La formation d'un liséré noirâtre est constatée dans les deux foyers (Tableau IV.8). Ils sont relativement épais (11 à 15 mm), surtout vis-à-vis de ceux observés dans le cas des foyers à bois (Tableau IV.4 et Tableau IV.5). Ils rappellent dans une moindre mesure ceux observés dans le cas des foyers à os (Tableau IV.7). Il est envisageable que la répétition d'utilisation participe également à la formation de ces liserés (cas du foyer 2012D). Il est donc difficile de trancher dans l'immédiat, les deux causes envisagées ici n'étant, au demeurant, pas inconciliables.

Une observation vient toutefois conforter l'idée d'un apport de matière depuis la viande vers le sol, il s'agit de la présence d'encroûtements carbonisés à la surface de la sole. Bien que leur aspect rappelle les restes de viandes carbonisées, leur morphologie aléatoire ainsi que leur forte adhérence à la sole semblent indiquer une origine différente que nous pensons pouvoir être les écoulements de fluides remarqués lors du fonctionnement de ces foyers.

## 2.6. Synthèse des observations

Au total ce sont donc 13 foyers expérimentaux qui sont considérés ici. Les réflexions issues des observations menées sur le terrain sont déjà riches en enseignements en particulier sur l'aspect fonctionnel des différents types de foyer qui ont été réalisés.

Du point de vue **des types de combustible,** les résultats confirment s'il en était besoin les conclusions des travaux d'I. Théry-Parisot et C. Costamagno concernant l'usage de l'os comme combustible (*e.g.* Théry-Parisot, 2001 ; Théry-Parisot et Costamagno, 2005). Utilisé conjointement au bois, ce type de matériaux permet notamment l'obtention de flammes relativement hautes. Cependant l'absence de braises formées à partir de ce combustible se révèle être un caractère déterminant. Bien qu'il s'agisse d'une observation à objectiver, il semble que la chaleur émise par ce type de combustible est peu importante (absence de conduction ?) ce qui peut être un atout comme un désavantage en fonction des objectifs techniques recherchés (feu d'éclairage vs feu de chauffage par ex.).

Le caractère hautement contraignant de ce combustible paraît devoir être une nouvelle fois souligné (Rapport RGT 2006). En effet, si certains travaux ont montré que l'utilisation de l'os permettait de prolonger la durée de fonctionnement des foyers (Théry-Parisot, 2001 : p. 142 par exemple), il semble que cela ne soit le cas que dans des conditions optimales. Il s'agit notamment de fracturer le plus possible les os, et de veiller constamment à leur exposition aux flammes. Sans quoi le foyer s'étouffe en l'espace de quelques minutes. Cet aspect parait suffisamment prégnant pour que l'utilisation de l'os en tant que combustible dénote un choix technique fort, impliquant une dépense de temps et d'énergie importante. A priori, une telle démarche s'inscrit difficilement dans une utilisation opportuniste et/ou expédiente des foyers à os (Théry-Parisot et Costamagno, 2005).

Par ailleurs, il a été vu que si l'utilisation de bois vert paraît peu envisageable dans l'optique d'un foyer fonctionnant durablement et intensément, celle du bois humide est tout à fait probante. Bien que, comme pour l'os, une petite quantité de bois sec soit nécessaire pour l'allumage, l'humidité contenue dans le bois est rapidement évacuée et le combustible retrouve des capacités d'usage comparables à celles du bois sec.

En ce qui concerne **le fonctionnement des foyers** à proprement parler, différents critères descriptifs pour essayer de comparer ces foyers les uns aux autres ont été retenus :

- Quantité de combustible;
- Durée;
- Vitesse de combustion;
- Énergie émise.

Les durées de fonctionnement enregistrées résultent à la fois de la quantité de combustible et de la façon dont le foyer est alimenté. Pour exprimer ce dernier paramètre, la vitesse de combustion est apparue comme un outil efficace. L'énergie émise, calculée en fonction du type et de la quantité des combustibles, permet de dresser un bilan de chaque expérimentation. Cependant, il apparaît à la fois que l'estimation du pouvoir calorifique de l'os est incertaine et que les processus de transfert de chaleur (convection, rayonnement et conduction) doivent être mieux cernés pour tirer pleinement parti de ce paramètre.

L'unité de base de nos expérimentations était un foyer à plat simple fonctionnant avec 5 kg de pin sec. Différents paramètres ont ensuite été variés séparément : la quantité de combustible, le nombre d'utilisations, la présence d'os et enfin la cuisson de viande.

En terme de durée de fonctionnement, il a été vu qu'une quantité de 5 kg de pin sec permettait le fonctionnement d'un foyer pour une durée de deux heures à deux heures et demie en fonction de la vitesse de combustion (2.5 à 2 kg/h ; voir par exemple le foyer 2012J et les différentes réutilisations de 2012D). En augmentant la quantité de combustible (foyers 2012E, F et G), les durées de fonctionnement se sont allongées, mais les vitesses de combustion également. Pour ces trois foyers, les durées constatées sont nettement en deçà de ce qui aurait pu être obtenu en maintenant une vitesse de combustion proche de 2 kg/h. Le rôle de l'utilisateur est ici central, mais il est aussi probable que le développement d'un lit de braises plus important permette également d'expliquer cette hausse de la vitesse. Le fonctionnement de ce type de foyer est donc plus intense à mesure que l'on augmente la quantité de combustible impliqué.

Ces données ont ensuite été confrontées aux stigmates observés en plan et surtout en coupe. Deux phénomènes ont principalement été suivis (Figure IV.38):

- Épaisseur de sédiment rubéfié;
- Épaisseur de sédiment noirci.

Dans tous les cas le sédiment est rubéfié sous les foyers. La couleur de cette rubéfaction est plutôt semblable d'un foyer à l'autre, adoptant une teinte rouge orangé se rapprochant à l'état humide d'un 10R4/8 (*Munsell Soil Color Charts*) tranchant bien avec l'encaissant, qui à l'état naturel tire sur le brun clair proche d'un 2.5Y5/6 (idem). Cependant cette rubéfaction présente une certaine variabilité à la fois sur le plan vertical et sur le plan horizontal.

Sur le plan vertical, la rubéfaction affecte une épaisseur très variable du sédiment (1,5 à 5,5cm ; 2,7 cm en moyenne), avec une limite basse assez bien marquée d'un point du vue macroscopique. L'épaisseur de sédiment affecté semble avant tout dépendre de l'intensité de la combustion. En effet nous avons constaté que les foyers utilisés à plusieurs reprises selon une intensité modérée (2012B, C et D) présente des épaisseurs de sédiment rubéfié nettement moins importantes que les foyers ayant fonctionné à une seule reprise avec la même quantité de combustible, mais pendant moins longtemps (2012E, F et G ; Tableau IV.9).

| **Utilisation multiple** | **2012B** | **2012C** | **2012D** |
|---|---|---|---|
| *Combustible total (kg)* | 2*5 | 4*5 | 10*5 |
| *Durée totale* | 314 | 593 | 1455 |
| *Vitesse combustion moyenne (kg/h)* | 1,92 | 2,05 | 2,1 |
| *Épaisseur rubéfiée (mm)* | 22 | 19 | 26 |

| **Utilisation unique** | **2012E** | **2012f** | **2012G** |
|---|---|---|---|
| *Combustible (kg)* | 10 | 20 | 50 |
| *Durée* | 202 | 291 | 560 |
| *Vitesse combustion moyenne (kg/h)* | 2,97 | 4,12 | 5,35 |
| *Épaisseur rubéfiée (mm)* | 33 | 37 | 55 |

**Tableau IV.9:** Comparaison de foyers à utilisations uniques et multiples.

La quantité totale de combustible ainsi que la durée de fonctionnement ne sont donc pas des paramètres permettant d'expliquer l'épaisseur de sédiment rubéfié (Tableau IV.10). C'est la mise en parallèle de ces deux éléments, sous la forme d'une vitesse de combustion, qui permet de décrire l'intensité du fonctionnement.

| | Rubéfaction max (mm) |
|---|---|
| *Rubéfaction max (mm)* | 1 |
| *Durée (min)* | 0,106146788 |
| *Combustible (kg)* | 0,52032622 |
| *Vitesse (kg/h)* | 0,743870738 |

**Tableau IV.10:** Matrice de corrélation concernant la rubéfaction (toutes les expérimentations sont prises en compte).

Plus largement, les vitesses de combustion relativement basses (≈ 2 kg/h) causent une épaisseur rubéfiée proche de 20 mm, même en cas de réutilisation. Les vitesses de combustion plus élevées (> 2,5kg/h) vont permettre la rubéfaction d'une épaisseur de sédiment plus importante (jusqu'à 55mm). Toutefois, cette augmentation n'est pas linéaire, d'autres paramètres doivent certainement rentrer en ligne de compte : conditions météo, humidité du sol, disposition du combustible entre autres. Le foyer 2013D par exemple présente une épaisseur de sédiment rubéfié relativement importante (37 mm) alors que la vitesse moyenne de chacune de ses trois utilisations n'est pas particulièrement élevée (2,6 km/h).

Le cas des foyers ayant impliqué l'utilisation d'os comme combustible s'insère plus difficilement dans ce modèle. En effet, bien que les quantités de combustible soient élevées pour des durées de fonctionnement relativement courtes (et donc une vitesse de combustion élevée), les épaisseurs de sédiment rubéfiées sont peu importantes. Si lors de nos expérimentations nous avons constaté, certes très empiriquement, une chaleur émise par radiation moins importante autour de ces foyers, il semble donc que la chaleur transmise par conduction dans l'encaissant sédimentaire ait été également moins importante. Cela confirme les observations de I. Théry-Parisot selon lesquelles les températures de combustion de l'os et du bois sont comparables, mais l'énergie dispensée par l'os est bien moindre que celle du bois (os : < 1915 kcal/kg, *Pinus sp.* : 4618 kcal/kg ; Théry-Parisot, 2001).

Sur le plan de la variabilité horizontale, nous avons noté que la plupart de nos foyers expérimentaux présentaient une épaisseur de rubéfaction maximale au centre de la structure, mais que dans quatre cas (2012D, 2012C1 2012F et 2012J) cette épaisseur était atteinte en direction de la périphérie de la structure. Aucun élément dans le fonctionnement de ces foyers, ou dans la nature de l'encaissant, tel qu'observé sur le terrain ne nous permet d'expliquer cette différence notable.

Tous les foyers expérimentaux présentent, en plus du sédiment rubéfié, un niveau de sédiment noirci sur une épaisseur et selon une intensité variables. Ce noircissement est localisé en sub-surface et en surface des foyers et recouvre visiblement le faciès rubéfié mentionné précédemment. Son épaisseur est très variable (2 à 25 mm, 6 mm en moyenne) :

- Il est peu épais pour les foyers à bois (2 mm environ) sauf dans les cas du foyer réutilisé 10 fois (2012D :7 mm) et du foyer ayant fonctionné avec du bois vert résineux (2013F : 5 mm);
- Il est épais dans les foyers à os (2012H : 20 mm ; 2012I : 5 à 25 mm si l'on considère le faciès grisâtre observé comme une expression du même phénomène;
- Il est également épais dans le cas des foyers à bois ayant servi à la cuisson de viande (2013D : 15 mm ; 2014 : 11 mm).

Il semble donc que la nature du combustible soit un premier facteur favorisant la mise en place de ce noircissement. L'utilisation d'os est à ce titre particulièrement opérante, mais dans une moindre mesure l'emploi de bois vert est également à mentionner. D'autre part, la cuisson de viande conduit elle aussi au noircissement de la partie supérieure des soles. Dans une moindre mesure, il a été vu que le fonctionnement répété d'un même foyer à bois pouvait conduire à l'augmentation de l'épaisseur du fin liseré noirci qui caractérise tous les foyers à bois.

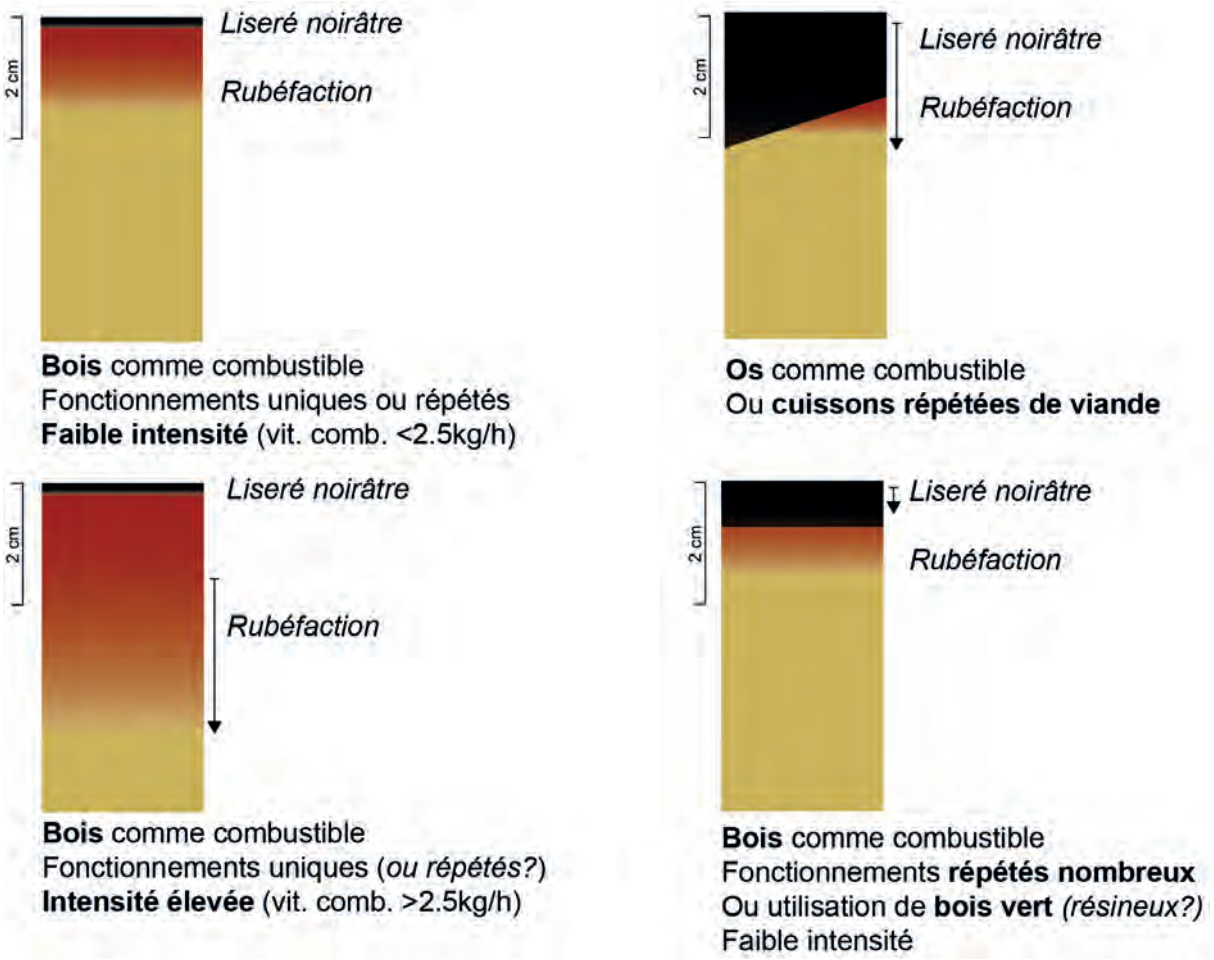



**Figure IV.38:** Schéma de synthèse des observations conduites sur les foyers expérimentaux (épaisseurs indicatives).

# 3. Étude micromorphologique des structures expérimentales

L'analyse micromorphologique des structures expérimentales s'est particulièrement portée sur trois aspects interdépendants :

- Les faciès de l'encaissant des expérimentations (cf. Partie IV.3.2)
- Les faciès d'altération thermique (cf. Partie IV.3.3)
- Les faciès noircis au sommet des soles (cf. Partie IV.3.4)

## 3.1. Lames minces disponibles

Cette étude se base sur une sélection des structures présentées précédemment (cf. *supra*) pour laquelle une série de 14 lames minces a été réalisée (Tableau IV.11).

| Expé. | Lame mince | Rappel des paramètres expérimentaux |
|---|---|---|
| ***Foyers bois*** | | |
| *2012 J* | RGT12 2012J | 1 utilisation ; 5 kg de pin sec (*Pinus pinea*) ; 137 min |
| *2013 F* | RGT13 2013F | 1 utilisation ; 5 kg de pin vert (*Pinus pinea*) ; 77 min |
| *2013 G* | RGT13 2013G | 1 utilisation ; 5 kg de pin humide (*Pinus pinea*) ; 147 min |
| *2012 E* | 2012E | 1 utilisation ; 10 kg de pin sec (*Pinus pinea*) ; 190 min |
| *2012 F* | RGT12 2012F | 1 utilisation ; 20 kg de pin sec (*Pinus pinea*) ; 291 min |
| *2012 G* | RGT12 2012G | 1 utilisation ; 50 kg de pin sec (*Pinus pinea*) ; 560 min |
| *2012 B* | 2012B | 2 utilisations ; 2*5 kg de pin sec (*Pinus pinea*) ; 323 min |
| *2012 C* | RGT12 2012C | 4 utilisations ; 4*5 kg de pin sec (*Pinus pinea*) ; 593 min |
| *2012 D* | RGT12 2012D | 10 utilisations ; 10*5 kg de pin sec (*Pinus pinea*) ; 1455 min |
| ***Foyer os*** | | |
| *2012 I* | RGT12 2012I | 1 utilisation ; 5 kg de pin sec (*Pinus pinea*) ; 3 kg d'os de bœuf fragmentés ; 118 min |
| *2012 H* | RGT12 2012Ha et RGT12 2012Hb* | 1 utilisation ; 10 kg os de bœuf fragmentés ; < 1 kg de pin sec (*Pinus pinea*) ; 131 min |
| ***Foyer bois, cuisson viande*** | | |
| *2013 D* | RGT13 2013D | 3 utilisations pour cuisson de viande (450/900/600g ; porc) ; 3 * 5 kg de pin sec (*Pinus pinea*) ; 356 min |
| *2014* | RGT14 2014 | 7 utilisations pour cuisson de viande (7x 700g ; bœuf) ; 7*5kg de pin sec (*Pinus pinea*) ; 879 min |
| ***Divers*** | | |
| *M1* | RGT12 M1 | Témoin zone expé 2012, formation sédimentaire SJ |
| *M2* | RGT12 M2a et RGT12 M2b** | Zone cassage d'os, dépôt d'os cassés sur SJ ; 8 j |
| ** Les lames minces RGT12 2012Ha et RGT12 2012Hb correspondent au découpage d'un seul et même bloc de sédiments orientés.* <br> *** Idem* | | |

**Tableau IV.11:** Expérimentations, structures étudiées et lames minces correspondantes.

## 3.2. L'encaissant des expérimentations

L'encaissant sédimentaire de toutes nos expérimentations correspond à la formation SJ (Sables Jaunes) définie par F. Sellami à l'occasion de la reprise des fouilles du site de Régismont-le-Haut (Sellami *in* Rapport RGT 2000). Il s'agit donc du même encaissant que celui des structures archéologiques (cf. Partie V.3.1). Si sur le terrain il s'agit d'une formation relativement homogène (sables limoneux à rares passées graveleuses), d'un point de vue micromorphologique il existe au sein de cette formation une certaine variabilité (Sellami *in* Rapports RGT 2000-2004 ; Lejay, 2012). Dans les échantillons expérimentaux retenus, il a ainsi été observé deux expressions différentes de la formation SJ. Leurs caractéristiques propres sont présentées dans un premier temps avant de discuter leurs natures et leurs relations.

### *3.2.1. SJ « Classique »*

Il s'agit du type le plus répandu au sein des différents échantillons documentant la formation SJ.

- *Microstructure et assemblage*

Ce faciès est relativement massif (Figure IV.39a) avec une macroporosité dominée par des chenaux. Des vides planaires sont quelquefois présents. La microporosité liée aux vides d'entassement peut y être abondante dans certaines zones en fonction de la texture. L'organisation texturale est de type porphyrique (Figure IV.39a et b) avec localement des assemblages moniques et/ou enauliques.

- *Constituants*

La fraction grossière est dominée par des sables très fins à fins de quartz (50-200µm ; Figure IV.39b) avec quelques rares éléments grossiers aléatoires. Ces sables sont de formes arrondies à subarrondies, généralement bien triés et ne présentent que peu de traces d'altération (fracturations linéaires irrégulières peu prononcées). De rares paillettes de mica sont observées dans la même gamme granulométrique. Des éléments plus grossiers sont également présents, mais en bien moins grande proportion. Il s'agit le plus souvent d'éléments calcaires dont la nature évoque les formations proches (calcaire coquillier notamment ; Figure IV.39c). Il peut également s'agir de nodules carbonatés en position secondaire ou de bioclastes liés aux formations fossilifères locales. Ces éléments sont de dimension variable, allant généralement des sables moyens (> 500µm) aux petits graviers (< 6mm), et présentent des formes arrondies à subarrondies.

La fraction fine est argilolimoneuse carbonatée. Elle est brun clair à grise en PPL et jaune pâle en OIL (Figure IV.39b). Elle se caractérise par une b-fabrique de type cristallique indifférenciée et calcitique. Des inclusions de petites particules opaques (< 100µm) mettent en évidence la présence de MO amorphe partiellement minéralisée intégrée au sein de la micromasse.

- *Traits pédologiques*

Les traits observés dans ce faciès sont de deux types : biologique et calcitique.

Les premiers sont marqués par le creusement et le comblement de chenaux dans la masse du sol. (Figure IV.40a et b). Les dimensions des chenaux sont variables (de moins d'un millimètre à parfois plus d'un centimètre) de même que les déjections qui les comblent (ellipsoïdes de quelques

centaines de µm à plusieurs mm de diamètre ; Figure IV.40). L'organisation du comblement des chenaux est très hétérogène d'un cas à l'autre, on observe ainsi à la fois des pelotes de déjection plus ou moins entassées et désagrégées, mais aussi parfois de chenaux complètement comblés de sédiments structurés en arc (« *bow-like structure* »). Enfin, dans certains cas, des chenaux entièrement comblés de matériaux homogènes sont observés (comblement limoneux ou comblement sableux par ex.). Dans de rares chenaux, des restes de tissus végétaux sont observés, associés ou non à des déjections. (Figure IV.40c et Figure IV.41a et c). Certaines de ces déjections contiennent des matériaux organiques dégradés mêlés à leurs constituants minéraux (associations organo-minérales).

Les traits calcitiques sont abondants dans ce type de sol, comme cela a été noté au niveau de la matrice fine. Ils correspondent à trois types de traits en particulier : des revêtements et des hyporevêtements de la porosité et la formation de nodules (Figure IV.41).

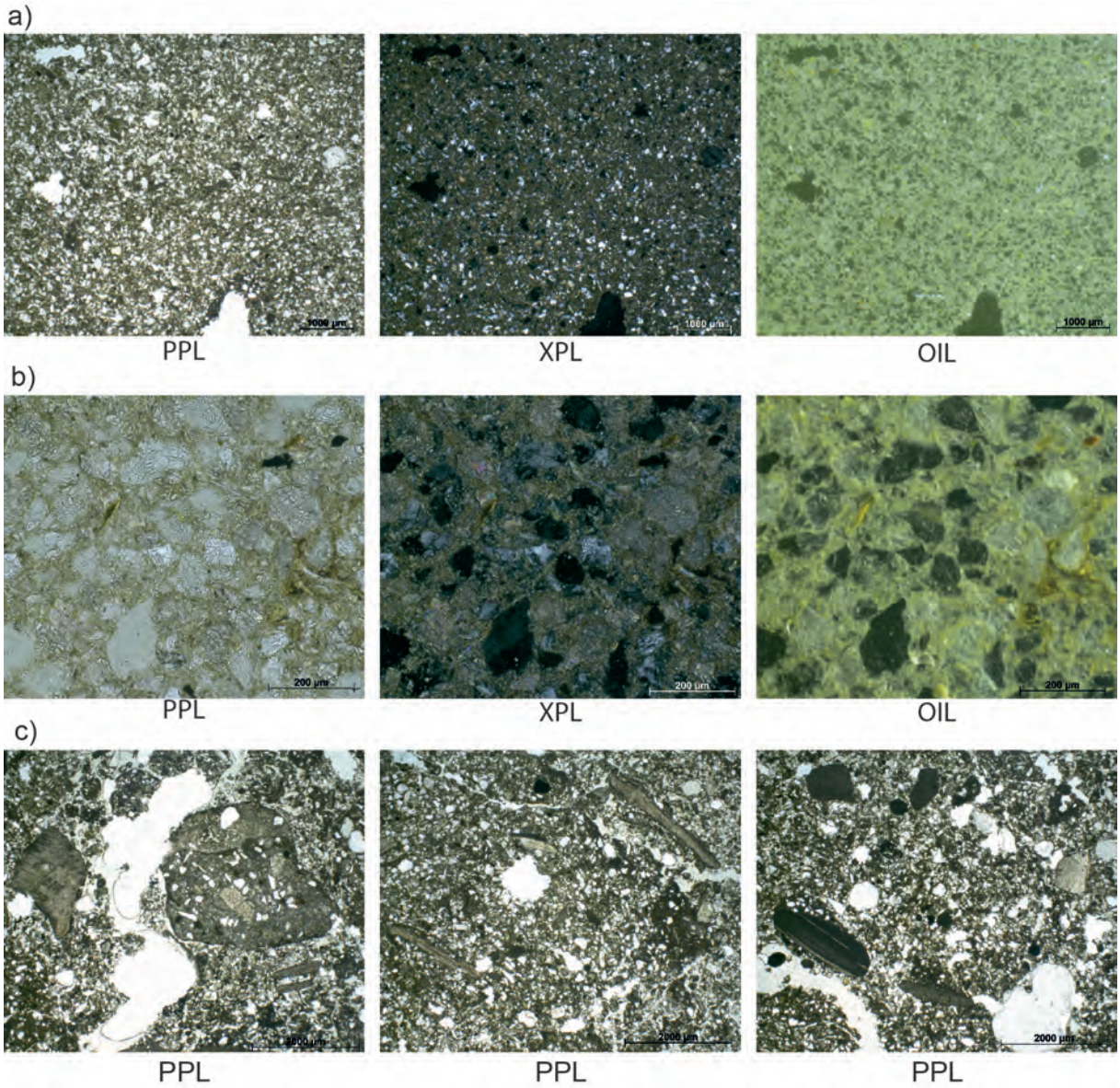



**Figure IV.39:** Expérimentations, lame mince RGT12 2012B ; SJ "classique" : microstructure et constituants. a) Microstructure massive à chenaux, distribution porphyrique des fractions grossière et fine. b) détails de la microstructure, des constituants grossiers dominants (quartz) et de la fraction fine. c) Éléments grossiers divers : calcaires, calcaires coquilliers, bioclastes.

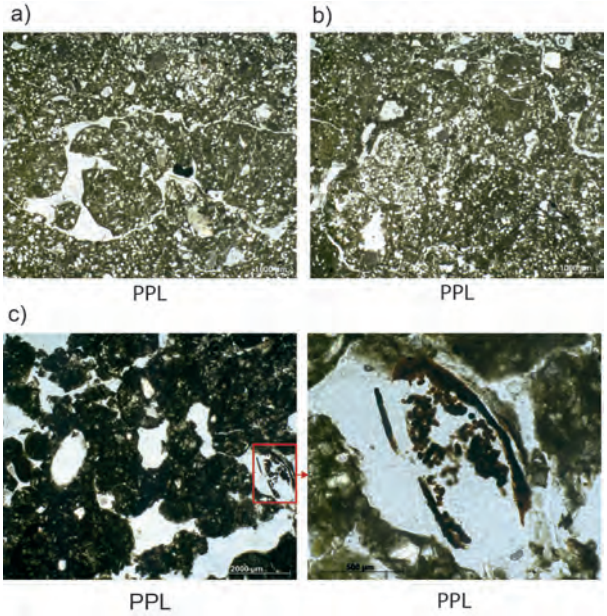



**Figure IV.40:** Expérimentations, lames minces RGT12 M1 et 2012C ; SJ « classique » : traits biologiques. a) Chenal partiellement comblé de déjections. b) Chenaux comblés de matériaux hétérogènes en cours d'intégration dans la masse du sol (limites diffuses). c) Chenal partiellement comblé de déjections et de tissus végétaux dégradés. Les pelotes de déjection contiennent parfois plus de MO, plus ou moins amorphes, que l'encaissant naturel.

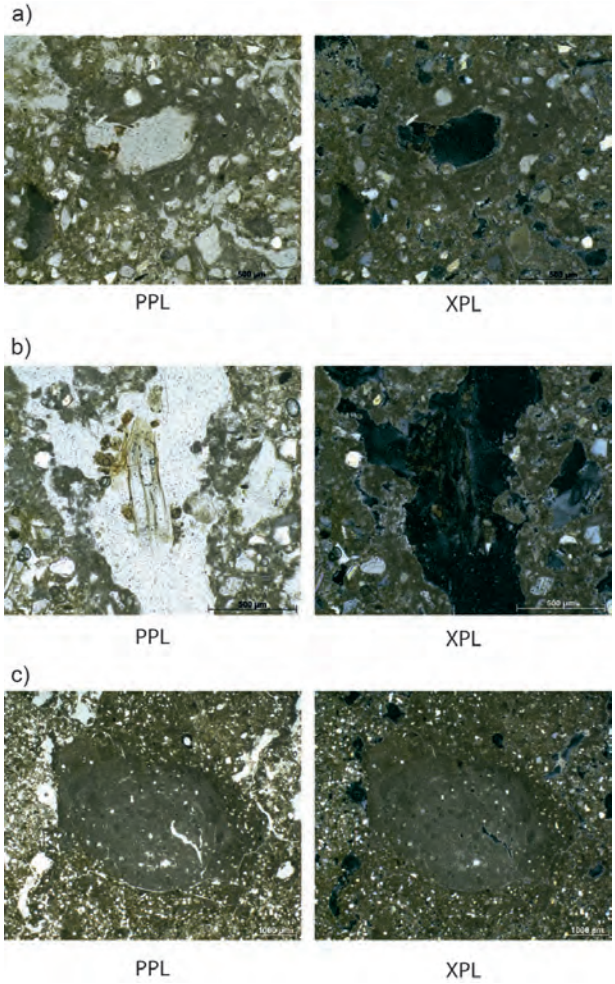



**Figure IV.41:** Expérimentations, lame mince RGT12M1 ; SJ « classique » : traits calcitiques. a) Hyporevêtement micritique d'un chenal dans lequel des restes de tissus végétaux sont visibles. b) Comblement partiel et revêtement micritique d'un chenal dans lequel des restes de tissus végétaux sont visibles. c) Nodule micritique en position primaire (limite diffuse).

### *3.2.2. SJ à nodules carbonatés*

Ce faciès reprend les grandes caractéristiques du précédent : microstructure massive, assemblage porphyrique, constituants, traits, etc. Il s'en distingue cependant par deux aspects qui nous paraissent pouvoir influer sur l'effet de nos expérimentations : une fraction fine plus abondante et des traits liés à la calcite plus développés.

Il présente en effet une fraction fine plus abondante que dans le cas précédent (Figure IV.42a). En conséquence, les assemblages moniques fins sont plus abondants tandis que les zones de sables « lavés » le sont moins. La formation de nodules carbonatés est également plus marquée dans ce faciès, correspondant aux assemblages de nodules parfois observés sur le terrain (« poupées de carbonates » ; Figure IV.42b).

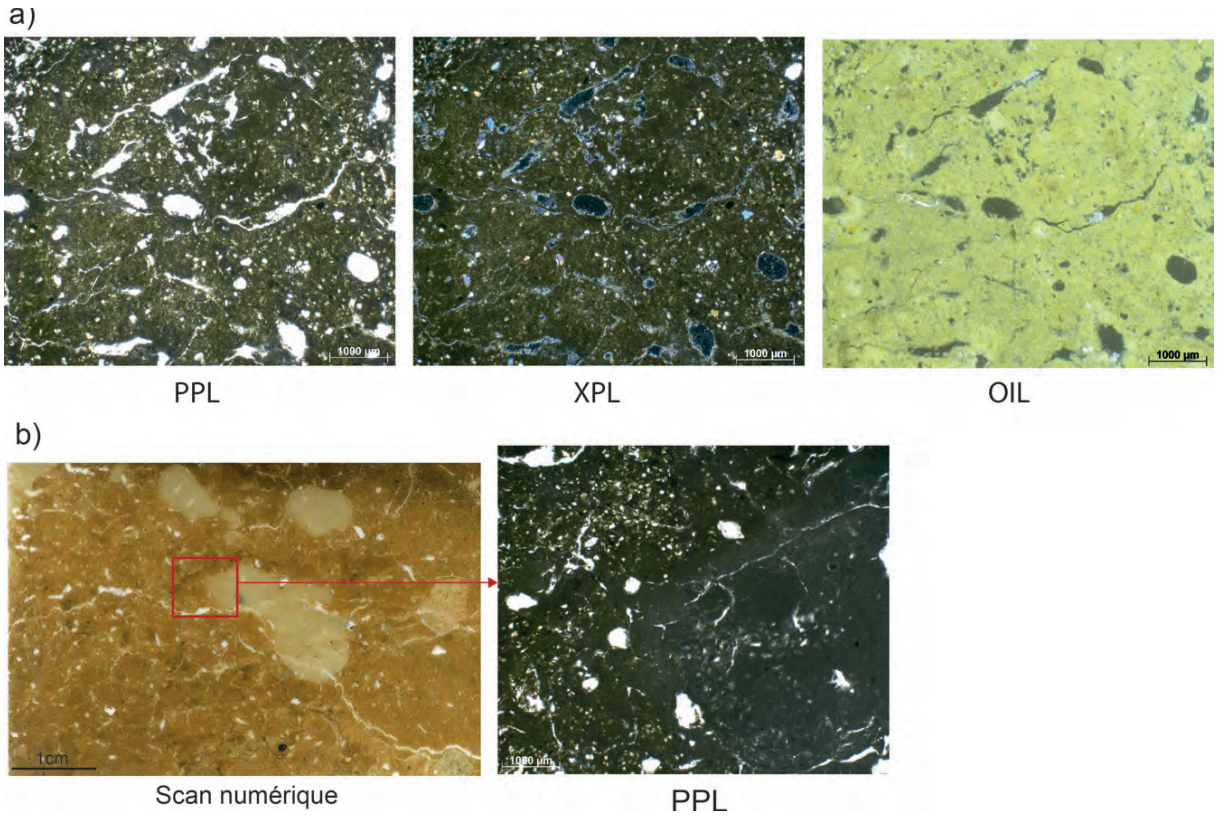



**Figure IV.42:** Expérimentations, lame mince RGT12 2012I ; SJ à nodules carbonatés : microstructure et constituants. a) Microstructure massive à chenaux, distribution porphyrique (*open porphyric*) à monique fine des constituants. b) Concentration de nodules carbonatés micritiques en position primaire.

### 3.2.3. Détermination des faciès encaissants de chacune des expérimentations

À partir des éléments discutés ci-dessus, les faciès encaissants de chacune des expérimentations ont été déterminés (Tableau IV.12). La plupart n'en présentent qu'un seul, mais dans quelques cas des variations latérales ou verticales entraînent la cohabitation des deux variantes de la formation SJ.

| Nom | SJ « classique » | SJ à nodules carbonatés |
|---|---|---|
| *RGT12 2012J* | X | |
| *RGT13 2013F* | X | |
| *RGT13 2013G* | X | |
| *RGT12 2012E* | X | X |
| *RGT12 2012F* | X | |
| *RGT12 2012G* | X | |
| *RGT12 2012B* | X | |
| *RGT12 2012C* | X | X |
| *RGT12 2012D* | X | X |
| *RGT12 2012I* | | X |
| *RGT12 2012H* | X | X |
| *RGT13 2013D* | X | |
| *2014* | X | |
| *RGT12 M1* | X | |
| *RGT12 M2* | X | |

**Tableau IV.12:** Expérimentations, détermination des faciès encaissants.

### 3.2.4. Interprétation

La microstructure dominante au sein de la formation SJ (massive à chenaux) et l'assemblage le plus courant (porphyrique) indiquent que les mécanismes sédimentaires à l'origine de sa mise en place sont liés au phénomène de colluvionnement (Mücher *et al.,* 2010). Les matériaux constitutifs sont peu diversifiés, arrondis et bien triés. Ils évoquent l'érosion, sous l'action de l'eau et du vent des formations calcaires et marneuses voisines et possiblement des sols environnants (Berger *et al.,* 1982 ; Bon et Mensan, 2007). Quelques éléments grossiers, comme des nodules carbonatés en position secondaire, sont significatifs sur ce dernier point, démontrant la reprise de matériaux issus de sols déjà évolués. La fraction fine est limoneuse, et ses propriétés optiques trahissent une présence importante de calcite en son sein (b-fabrique calcitique). D'un point de vue pédologique, l'action de la faune du sol et de la flore est perceptible au travers de chenaux et de leur comblement, de même que les traits liés à la précipitation de calcite (nodule, revêtement et hyporevêtement) indiquent une circulation de l'eau dans la porosité du sol (Kemp 1995 ; Verrachia, 2002 ; Durand *et al.,* 2010). Des processus biologiques peuvent également intervenir dans la formation de ces traits (Verrachia, 2002 ; Durand *et al.,* 2010). Dans la plupart des cas, les traits liés à l'activité biologique ont un aspect relativement « frais », ce qui plaiderait pour une origine récente. Cet ensemble de caractère incite à rapprocher la formation SJ à la partie profonde d'un Colluviosol carbonaté: horizon Jpk par exemple (AFES, 2008).

Toutefois, des écarts dans l'expression de ces différents caractères existent. Ils concernent par exemple des variations horizontales ou verticales de la microstructure ou bien de l'assemblage. Elles s'expliquent par des différences d'énergie lors du dépôt, mais aussi par les variations du degré d'évolution pédologique. Ainsi la présence de zones de sables lavés et de zones où la fraction

fine semble plus concentrée indique des mécanismes d'illuviation/éluviation (Courty *et al.,* 1989). De même, la formation importante de nodules carbonatés au sein du faciès « à nodules » pourrait indiquer un plus haut degré d'évolution (Wieder et Yaalon, 1982 ; Courty *et al.,* 1989 ; Durand *et al.,* 2010). En conséquence, sans pouvoir véritablement parler d'horizon argilluvial (Bt ; AFES, 2008) ou calcarique (K ; AFES, 2008), ce faciès à nodules dans le SJ indique que l'évolution pédologique a pu localement être plus marquée ou en tout cas mieux préservée.

#### *3.2.5. Bilan*

Une certaine variabilité est confirmée au sein de l'encaissant. Elle est liée à la distribution de la fraction fine, parfois concentrée dans certains prélèvements (2012I notamment), et au développement de nodules carbonatés dans les mêmes zones. Ces observations tendent à mettre en évidence des variations latérales et/ ou verticales dans le degré d'évolution pédologique de la formation SJ. Ces différents éléments corroborent les descriptions déjà faites de la formation SJ, à savoir un dépôt d'origine principalement colluviale de faible énergie (Sellami *in* Rapport RGT 2000 ; Bon et Mensan, 2007).

Malgré quelques variations, les substrats de chaque expérimentation présentent de nombreuses caractéristiques communes :

- Microstructure massive à chenaux, avec une porosité moyennement développée ;
- Assemblage porphyrique dominant ;
- Fraction fine argilo-carbonatée et fraction grossière sableuse (sables fins de quartz dominants) ;
- Peu de MO ;
- Traits pédologiques peu diversifiés : biologiques et calcitiques.

Ces conclusions permettent d'envisager la comparaison de chacune des expérimentations dans un cadre relativement homogène en gardant à l'esprit que certaines différences peuvent être liées à de légères variations au sein de l'encaissant.

## 3.3. Faciès d'altération thermique

Ces faciès correspondent aux soles des foyers. L'impact de cette altération thermique sur la fraction fine (cf. Partie IV.3.3.1) puis sur les constituants grossiers (cf. Partie IV.3.3.2) est décrit avant de traiter la question de l'altération des traits pédologiques et des constituants organiques hérités (cf. Partie IV.3.3.3).

### *3.3.1. Altération thermique de la fraction fine*

L'altération thermique du sédiment concerne avant tout sa fraction fine. Celle-ci se traduit en lame mince par un léger rougissement de la micromasse en PPL et son assombrissement et une perte de réfringence en XPL (voir par exemple Figure IV.39 et Figure IV.42 vis-à-vis de la Figure IV.43). C'est en OIL que l'observation de cette altération est la plus flagrante par rapport aux faciès naturels. En effet la fraction fine argilo-carbonatée, habituellement jaune pâle (Figure IV.39 et Figure IV.42), prend une teinte orangée à rouge (Figure IV.43) pouvant tirer sur le brun à fort grossissement (Figure IV.44).

Cette altération est perceptible dans chacune des expérimentations de foyer (Figure IV.43, Figure IV.44 et Figure IV.45). Le sédiment encaissant réagit, d'un point de vue qualitatif, de façon assez similaire, quel que soit le type de faciès naturel concerné. On peut toutefois noter que les zones riches en fractions fines sont marquées par une coloration rouge/orangée (en OIL) plus soutenue (Figure IV.43c).

Dans les zones particulièrement riches en fractions fines, comme certains agrégats du sommet de 2012C, l'altération thermique occasionne la formation de masses rougeâtres de quelques dizaines de micromètres au sein d'une matrice tendant vers le brun en OIL (Figure IV.44).

Du point de vue de l'étendue de cette rubéfaction, les différences d'épaisseur relevées sur le terrain sont comparables à celles observées sur les lames minces. La limite inférieure entre sédiment rubéfié et sédiment non altéré a un caractère très diffus (Figure IV.45). À ce sujet, il ne semble pas y avoir de différence significative entre les foyers ayant fonctionné sur un SJ « classique » ou sur un SJ à nodules carbonatés plus riche en fractions fines.

Du point de vue de la microstructure, les fissurations sont rares au sein des faciès altérés. Seul le foyer 2013F livre un réseau de microfissures, horizontales principalement, qui dénote avec la porosité naturelle de l'encaissant (Figure IV.46).

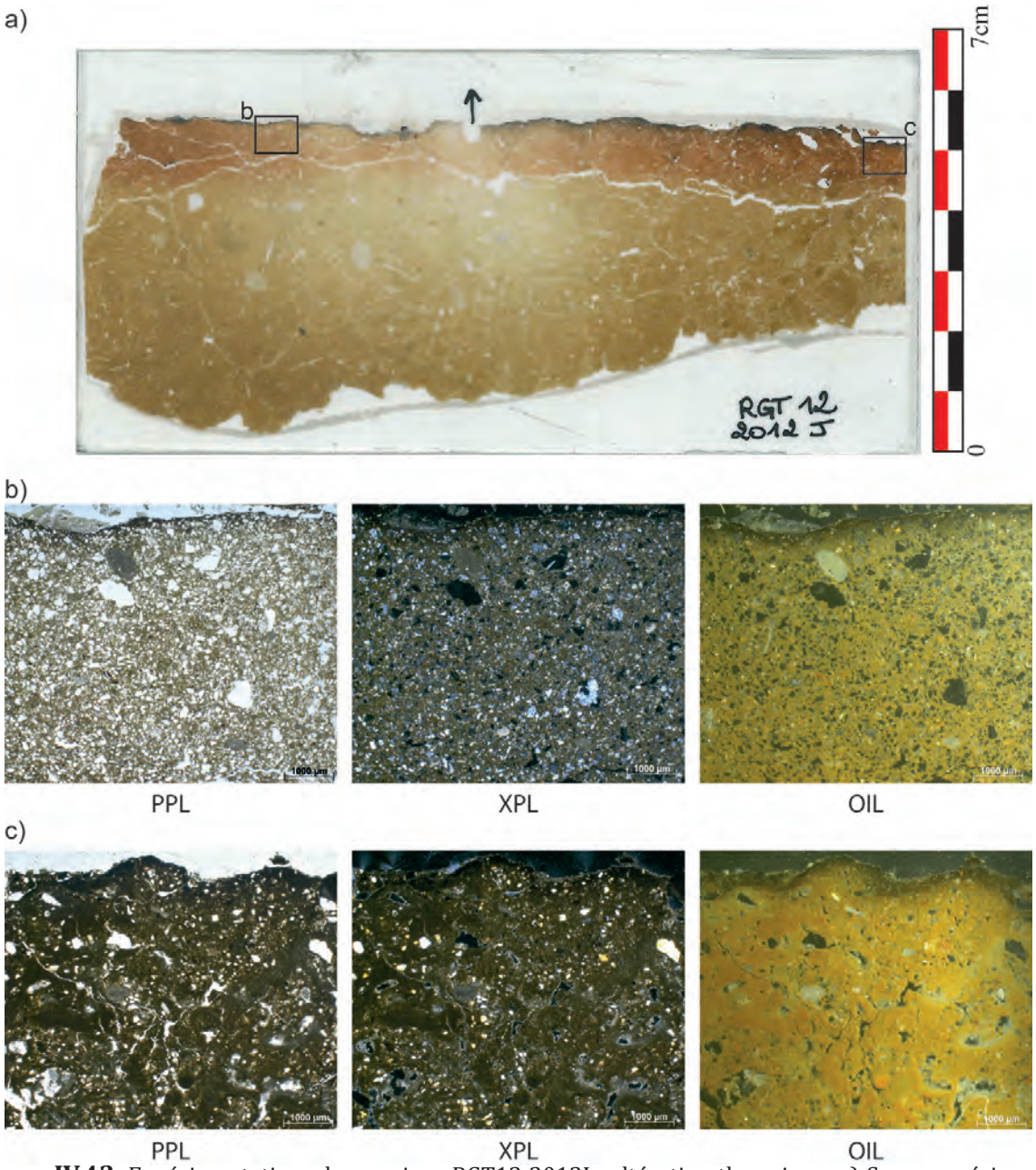



**Figure IV.43:** Expérimentations, lame mince RGT12 2012J ; altération thermique. a) Scan numérique de la lame mince et position de b) et c). b) Altération thermique de l'encaissant SJ « classique ». c) Altération thermique d'une zone où la fraction fine était plus abondante.

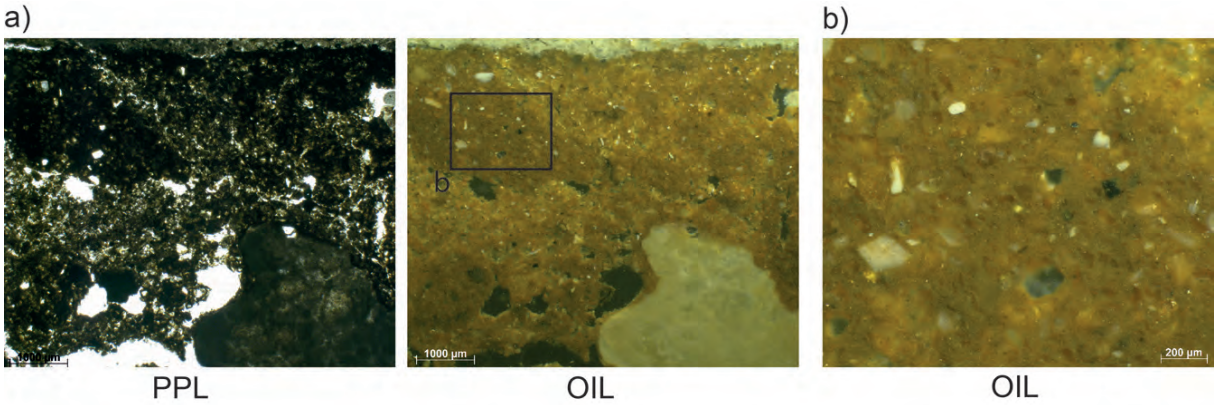



**Figure IV.44:** Expérimentations, lame mince RGT12 2012C ; Altération thermique. a) Sommet de la sole présentant des agrégats argilo-limoneux rubéfiés. b) Détail d'un agrégat de a), noter la micromasse brune/rouge (en OIL) et la présence de petites masses rougeâtres au sein de celle-ci.

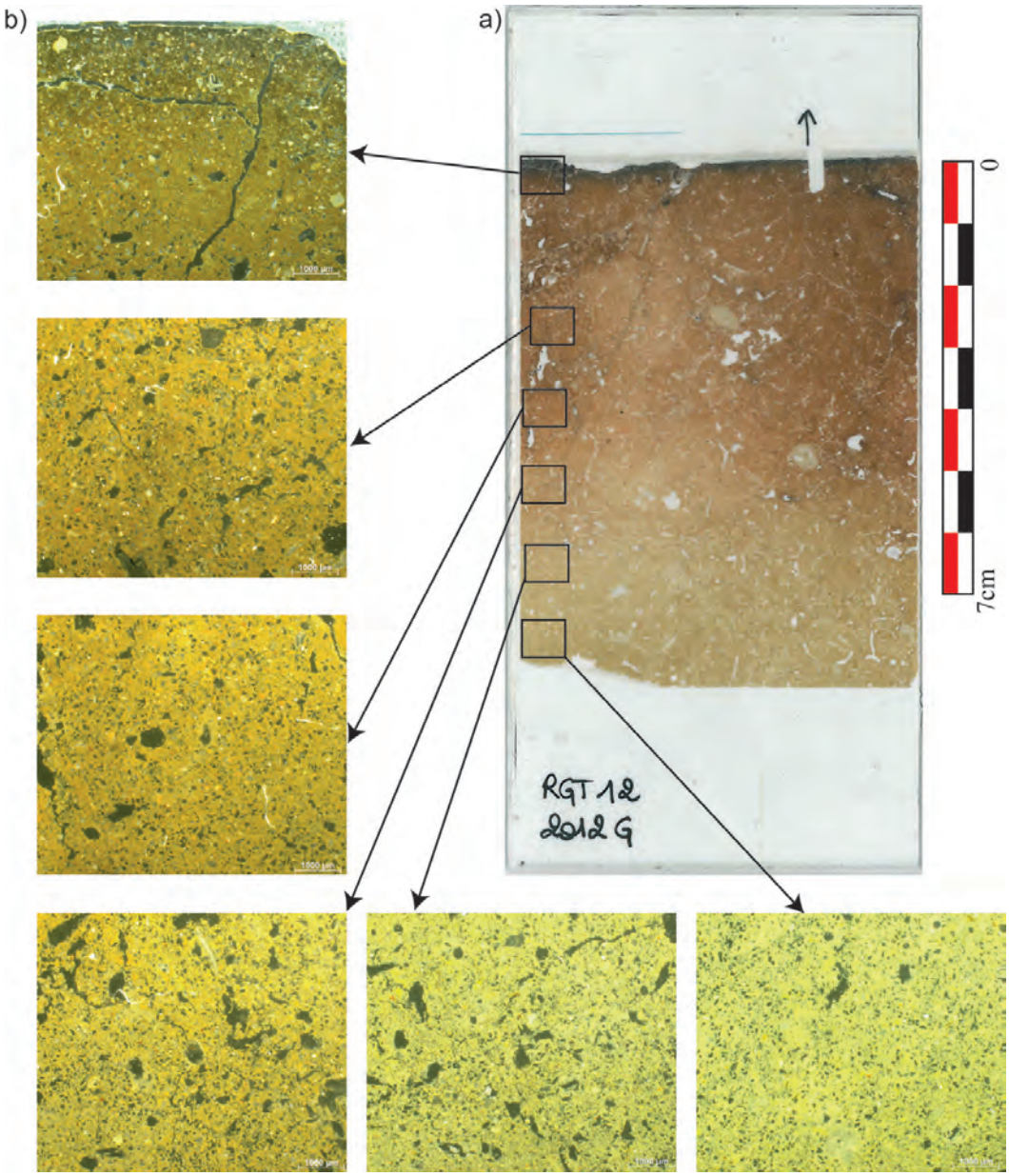



**Figure IV.45:** Expérimentations, lame mince RGT12 2012G ; Altération thermique. a) Scan numérique de la lame mince. b) altération thermique de la micromasse à différentes profondeurs (OIL).

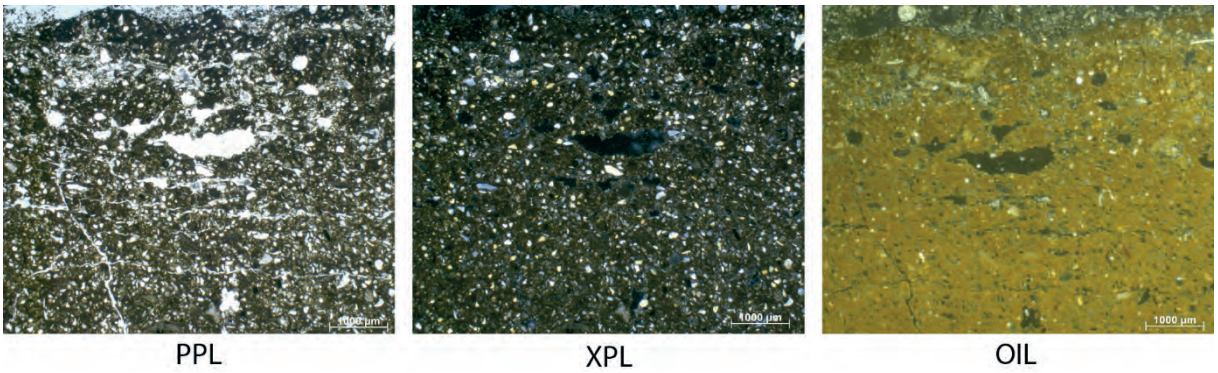



**Figure IV.46:** Expérimentations, lame mince RGT13 2013F ; Légère fissuration du sédiment thermoaltéré au sommet de l'échantillon.

### *3.3.2. Altération thermique de la fraction grossière*

Les sables de quartz de la fraction grossière ne présentent pas ou peu de traces d'altération thermique (fissuration, vitrification, fracturation, rubéfaction ; Figure IV.47). Les critères mentionnés par Wattez (1992) d'opacification et de noircissement du contour des grains ne sont pas observés.

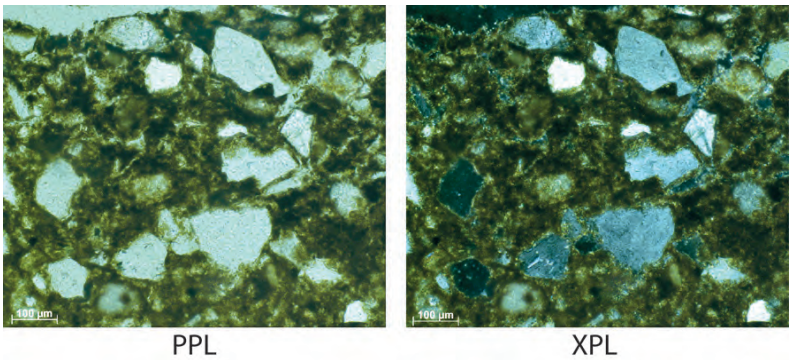



**Figure IV.47:** Expérimentations, lame mince RGT12 2012G ; Sables de quartz non altérés au sommet de la sole.

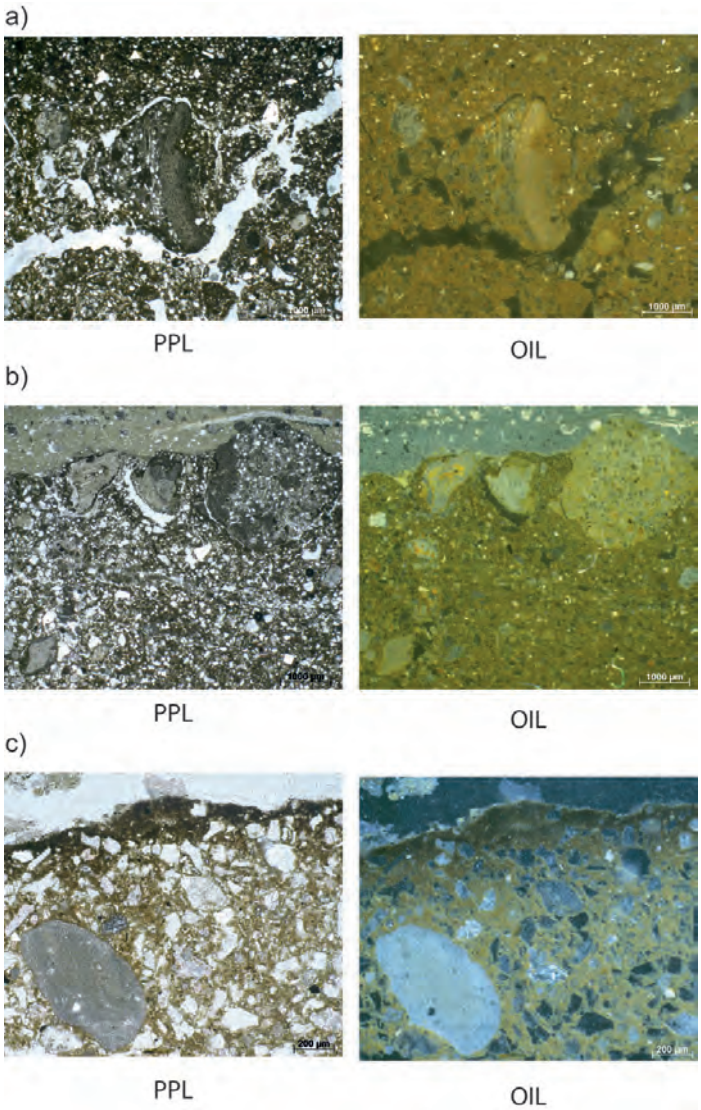


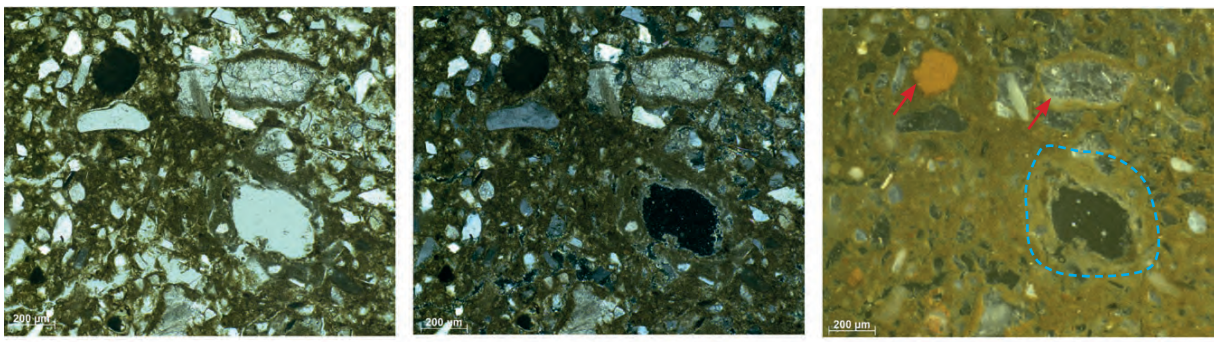

**Figure IV.48:** Expérimentations, altération des éléments grossiers calcaires. a) et b) Lame mince RGT12 2012D : légère rubéfaction de graviers calcaires, a) à 8mm de la surface et b) en surface). c) Lame mince RGT12 2012J : gravier calcaire proche de la surface, mais non altéré.

Les constituants calcaires de la fraction grossière vont pour leur part être ponctuellement altérés par la chaleur (Figure IV.48). Comme pour la fraction fine ce phénomène se manifeste principalement par des teintes plus sombres en PPL et XPL et par un rougissement en OIL. Les calcaires sont particulièrement sensibles à ce processus, mais il n'affecte pas l'intégralité des matériaux de ce type que nous avons pu observer (Figure IV.48c). Les exemples de matériaux grossiers thermoaltérés se concentrent dans la partie supérieure des prélèvements (Figure IV.48b), mais des éléments plus profonds peuvent également être affectés (Figure IV.48a).

### *3.3.3. Altération des traits pédologiques et des constituants végétaux hérités*

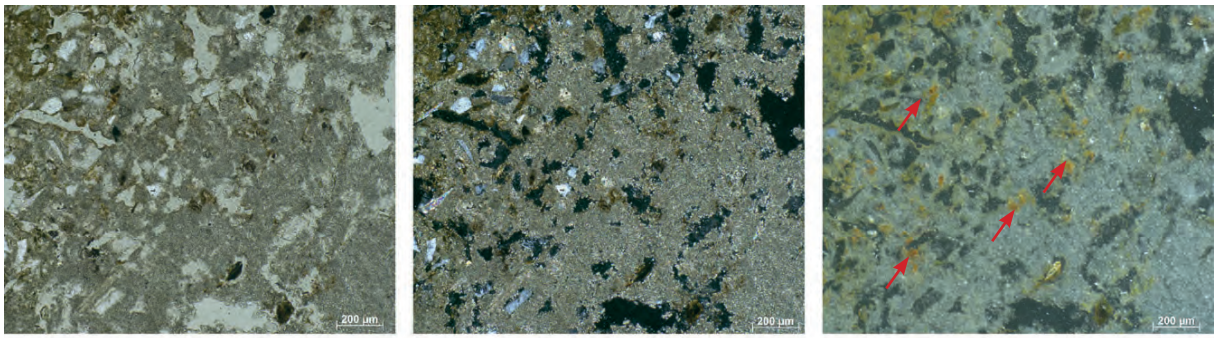
L'altération thermique des traits pédologiques liés à la calcite est relativement peu marquée dans les échantillons observés. La rubéfaction qui caractérise la fraction fine ne semble pas affecter de façon significative les comblements et hyporevêtements calcitiques (Figure IV.49). Les nodules carbonatés sont eux aussi peu touchés par la rubéfaction. Dans les cas où celle-ci est observée, ce sont les particules que contiennent les nodules qui la matérialisent sous forme de ponctuations (opaques en PPL, brunes en XPL et orangées en OIL), la masse micritique restant quant à elle peu modifiée (Figure IV.50).

Les traits excrémentiels liés à la mésofaune sont quant à eux affectés par l'altération de façon plus marquée. Les déjections qui concentrent des matériaux fins (Figure IV.51) et /ou de la matière organique (Figure IV.52) vont ainsi être particulièrement rubéfiés et/ou brunifiés. Les tissus végétaux en position primaire au sein de la porosité (*i.e.* racines) vont également pouvoir être dégradés (couleur brun foncé à noire en PPL, fragmentation ; Figure IV.53). Ce trait n'est toutefois pas une spécificité des zones de sédiments oxydés.




PPL XPL OIL

**Figure IV.49:** Expérimentations, lame mince RGT12 2012G ; faible oxydation d'un hyporevêtement calcitique par rapport à la micromasse argilocarbonatée (tirets bleus). Noter, à l'inverse, celle des deux grains calcaires en haut des images (flèches rouges).




PPL XPL OIL

**Figure IV.50:** Expérimentations, lame mince RGT12 2012E ; oxydation de particules ferrugineuses au sein d'un nodule calcitique(flèches rouges).

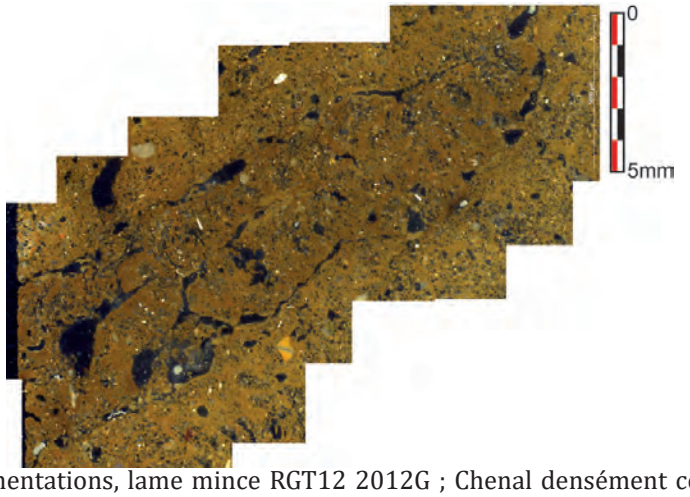



**Figure IV.51:** Expérimentations, lame mince RGT12 2012G ; Chenal densément comblé (*dense infilling*) de déjections enrichies en matériaux fins, par la suite rubéfiées (assemblage de microphotographies ; OIL).

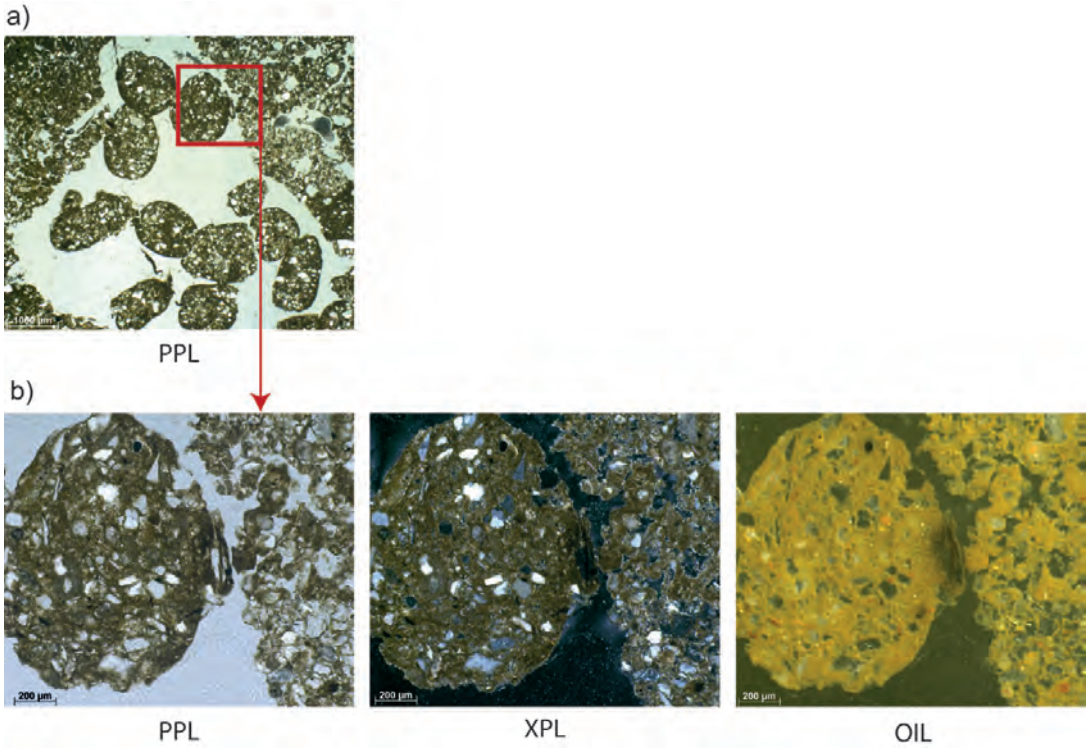



**Figure IV.52:** Expérimentations, lame mince RGT12 2012F ; Altération thermique de déjections. a) Pelotes de déjection ellipsoïdales formant un comblement lâche dans un chenal (*loose infilling*). b) Détail d'une déjection rubéfiée, noter la présence de tissus végétaux dégradés et brunifiés sous l'action de la chaleur (flèche rouge).

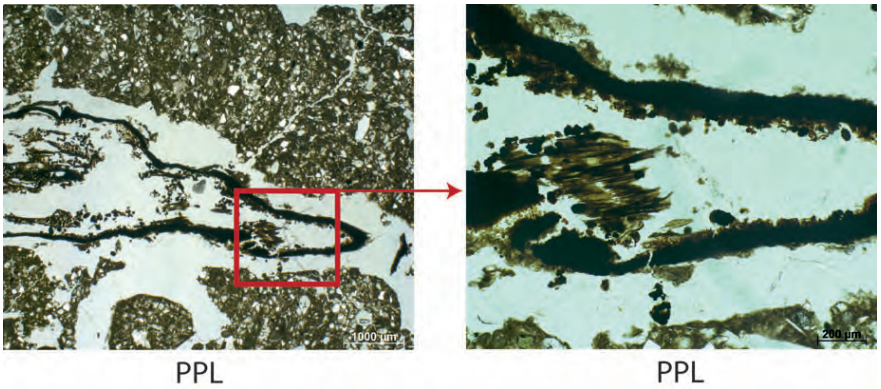



**Figure IV.53:** Expérimentations, lame mince RGT12 2012F ; tissus végétaux brunifiés dans un chenal.

### 3.3.4. Interprétation

Les faciès d'altération thermique observés dans les sédiments prélevés sous les foyers expérimentaux sont avant tout ceux liés à la rubéfaction de la fraction fine. Celle-ci est marquée, même pour les foyers utilisés peu de temps, par la formation dans la micromasse d'oxydes de fer bien perceptible en OIL (Stoops, 2003) comme l'hématite à partir des constituants ferreux qu'elle contient (Wattez, 1992 ; Schwertmann, 1993 ; Canti et Linford 2000 ; Certini, 2005). Cette oxydation affecte également certains matériaux grossiers, mais pas les sables de quartz. La présence ou non de fer au sein de ces matériaux semble déterminante pour expliquer la présence ou non de réaction à la chaleur. Ainsi, les quartz ou encore la calcite formant les traits calcitiques sont, *a priori,* dépourvus de fer susceptible d'être oxydé, tandis que les constituants calcaires et les limons argileux sont des matériaux détritiques au sein desquels cet élément peut être bien plus abondant.

Les variations dans la répartition de la fraction fine expliquent la variabilité latérale de l'intensité de cette rubéfaction. Au sein du foyer 2012J par exemple, les zones riches en matrice fine présentent une couleur rouge plus soutenue que les zones de sables limoneux de SJ classique. De même, certains comblements de chenaux par des déjections de mésofaune présentent une rubéfaction plus marquée du fait de leur plus grande teneur en matériaux fins. Les variations horizontales dans le degré de rubéfaction par contre ne semblent pas corrélées à des changements au sein de l'encaissant. La limite inférieure du faciès altéré est toujours très diffuse. Le caractère décroissant en profondeur de cette rubéfaction reflète plutôt les différences de température au sein du sol lors du, ou des, fonctionnements des foyers. Ces observations confirment le caractère déterminant des durées de fonctionnement et les quantités de combustible dans le cadre de nos expérimentations.

La microstructure du sol est peu affectée par le fonctionnement des foyers. Les fissurations clairement attribuables à l'action de la chaleur (évaporation de l'eau par exemple ; Wattez, 1992), sont assez peu marquées dans la plupart des lames minces. Seul le foyer 2013F livre des réseaux de microfissures pouvant se rapporter à ce phénomène. Dans la mesure où les expérimentations ont eu lieu sur un substrat relativement sec, il est possible que la porosité naturelle ait été suffisante pour évacuer l'eau contenue dans le sol lors du fonctionnement des foyers.

La MO héritée est quant à elle parfois altérée par le fonctionnement des foyers. Celle-ci paraît cependant plus brunifiée que véritablement carbonisée ce qui évoque des températures atteintes dans le sol relativement basses (Wattez, 1992 ; González-Pérez *et al.,* 2004 ;Tableau IV.13).

En recoupant les différents registres d'observation menés sur les différents constituants de la sole des foyers expérimentaux, les températures atteintes dans les soles n'ont pas dû dépasser les 500°C au maximum. Dans la plupart des cas, la faible altération constatée évoque même des températures plus proches des 300°C. La préservation de la microstructure massive du sédiment, ou parfois sa très faible fragmentation, indique que les températures atteintes étaient peu élevées, inférieures à 450°C (Wattez, 1992 ; Mallol *et al.,* 2013b). La fraction grossière est peu affectée par l'altération thermique, hormis quelques graviers calcaires contenant du fer qui se sont oxydés. L'absence d'altération des quartz indique que les températures atteintes dans le sol sont inférieures à 500°C (Wattez, 1992). L'altération des traits pédologiques hérités est, elle aussi, limitée. Concernant les revêtements et hyporevêtements calcitiques, l'absence d'altération (par exemple la formation de chaux) indique des températures atteintes inférieures à 800°C. La

faible altération de ces traits, oxydation notamment, peut également résulter à la fois d'une faible exposition à la chaleur, mais aussi de leur composition, pauvre en fer. Certains restes de tissus végétaux présents dans la porosité montrent une brunification pouvant résulter de leur exposition à des températures peu élevées, inférieures à 300°C (Wattez, 1992 ; González-Pérez *et al.,* 2004 ; Courty, 2012), mais il est difficile de les différencier clairement de tissus naturellement dégradés (Stolt et Lindbo, 2010).

Ces estimations sont en adéquation avec les très nombreux travaux portant sur la thermodynamique des sols et des sédiments (*e.g*. Fenn *et al.*, 1976 ; Wells *et al.*, 1979 ; Debano, 1998 ; Canti et Linford, 2000 ; Aldeias *et al.*, 2016a ; cf. Partie II.2.2) qui ont démontré que les propriétés physico-chimiques de la plupart des sols limitent la montée en température en leur sein. Dans la plupart de structures ouvertes, les températures atteintes en surface sont fréquemment supérieures à 700°C, mais celles mesurées à l'intérieur du sédiment sous-jacent excèdent rarement les 300 °C à quelques centimètres de profondeur.

<table>
<tr><th></th><th>< 300 °C</th><th>300- 450 °C</th><th>450-500 °C</th><th>500-700 °C</th><th>> 600 °C</th></tr>
<tr><td>Matériaux argilo-limoneux</td><td>Évaporation de l'eau dès 100°C (fissuration)</td><td colspan="3">Oxydation ou réduction du fer, perte de réfringence</td><td>Destruction de matériaux argileux (800°C), vitrification (>1000°C)</td></tr>
<tr><td>Quartz</td><td colspan="3"></td><td>vitrification, opacification, contours noirs</td><td>Fracturation</td></tr>
<tr><td>Calcaire/ calcite</td><td colspan="3">Faible oxydation, fissuration</td><td>Fracturation et désagrégation; altération de la calcite; oxydation du fer et de la MO</td><td>À plus de 800°C : formation de chaux</td></tr>
<tr><td>Grès</td><td colspan="2"></td><td>Oxydation du fer, fissuration</td><td colspan="2">Fracturation</td></tr>
<tr><td>Schiste</td><td colspan="3"></td><td colspan="2">Délitement, couleur brune à orangée</td></tr>
<tr><td>Silex</td><td>Lustre</td><td colspan="2">Rubéfaction, blanchiment, craquellement</td><td colspan="2">Éclatement, fracturation</td></tr>
<tr><td>Végétaux/litière/ OM du sol</td><td>Brunification/ carbonisation/ Charring / caramelization</td><td>Pseudocarbonisé/ Cendres brunes / aromatisation</td><td>Disparition SOM ; Cendres noires à grises</td><td colspan="2">Cendres blanches</td></tr>
<tr><td>Os</td><td>Couleur blanc/ivoire</td><td>Brunissement puis noircissement</td><td colspan="2">Couleur gris beige à grise</td><td>Couleur blanche</td></tr>
<tr><td>Coprolithe</td><td>Brunification/ carbonisation</td><td colspan="2">Matrice jaune, constituant organique carbonisé</td><td>Matrice beige, cendres</td><td>Perte d'organisation, caractère fondu</td></tr>
<tr><td>Coquilles de gastéropode (aragonite)</td><td>Couleur brune</td><td>Couleur bleue</td><td colspan="2">Couleur grise</td><td>Couleur blanche</td></tr>
</table>

**Tableau IV.13:** Principaux critères macro- et microscopiques d'évaluation du degré d'altération thermique de matériaux communément associés aux foyers préhistoriques. Les indications de températures représentent un ordre de grandeur et non des valeurs absolues (d'après Wattez, 1992 ; DeBano *et al.,* 1998 ; Tiffagom, 1998 ; Murad et Wagner, 1998 ; González-Pérez *et al.,* 2004 ; Certini, 2005 ; Reiche *et al.,* 2012 ; Hanson et Cain, 2007 ; Mallol *et al.*, 2013b).

## 3.4. Faciès noircis de surface et subsurface

Les observations de terrain ont montré que le fonctionnement des foyers expérimentaux occasionnait la formation d'un liseré noirâtre au sommet des soles (cf. Partie IV.2). Ceux-ci sont d'épaisseurs variables, de quelques millimètres à plus d'un centimètre dans le cas de foyers à os.

### *3.4.1. Faciès noirâtres des foyers à bois*

Les foyers ayant fonctionné avec du bois se distinguent visuellement par un fin liseré noirâtre au sommet de leurs soles. L'épaisseur de ce faciès est relativement faible, allant de 0,5 à 2 millimètres pour les foyers ayant fonctionné à une seule reprise (2012J, 2013F, 2013G, 2012E, 2012F et 2012G ; Figure IV.54a) et jusqu'à 5 millimètres pour les foyers à utilisations multiples (2012B, 2012C et 2012D ; Figure IV.54b).

En lame mince, ce liseré noirâtre se caractérise par un assombrissement (en PPL) et une perte de réfringence (en XPL) de la micromasse (Figure IV.54). En OIL, les zones concernées sont brunes à noires (Figure IV.54). La fraction grossière, quartz comme calcaires, paraît très peu affectée par ce phénomène. De même, dans la macroporosité du sol on ne retrouve pas de trace de ce noircissement (absence de revêtement par exemple).

À fort grossissement, ce noircissement apparaît comme hétérogène, affectant uniquement la micromasse (Figure IV.55).

Ces changements de propriétés diminuent en profondeur. Le contact avec le faciès sous-jacent, thermoaltéré, est donc diffus et progressif et peut s'étendre sur plusieurs dizaines de µm à plusieurs millimètres. Par ailleurs, une certaine variabilité latérale et verticale est observée dans l'expression de ce noircissement, par exemple sur la lame RGT13 2013F (Figure IV.56) ou 2012D, avec des zones qui sont brunies plutôt que noircies.

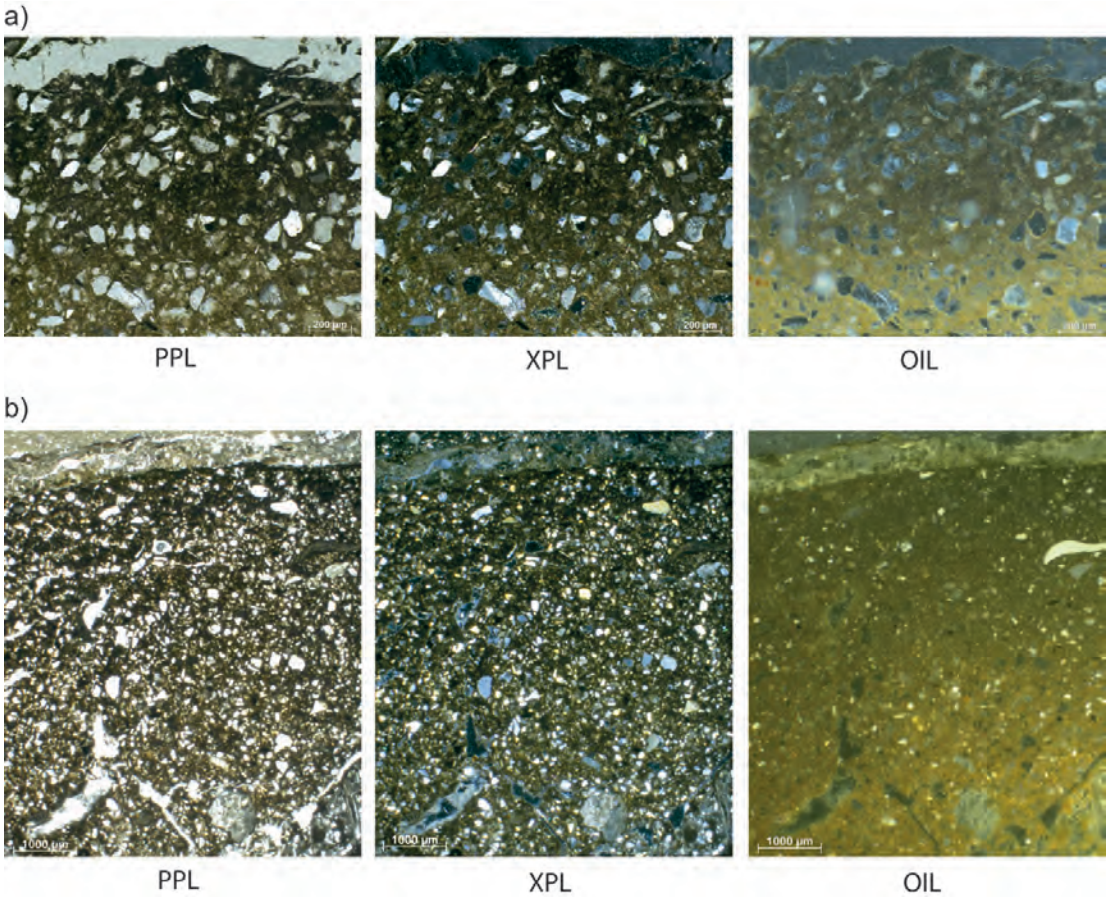



**Figure IV.54:** Expérimentations, noircissement du haut de soles de foyer ayant fonctionné avec du bois. a) Lame mince RGT12 2012J et b) Lame mince RGT12 2012D.

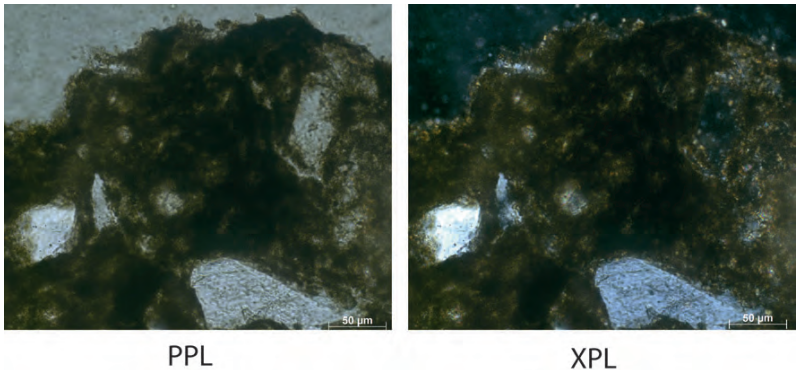



**Figure IV.55:** Expérimentations, lame mince RGT12 2012J, détail du haut noirci de la sole.

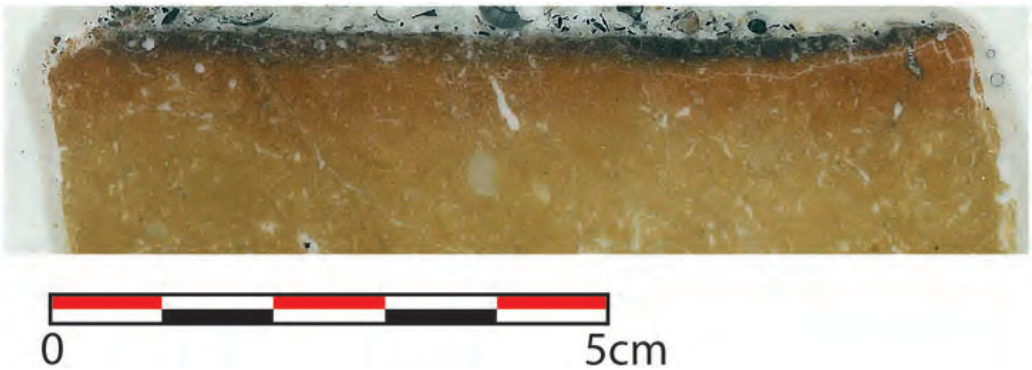



**Figure IV.56:** Expérimentations, scan numérique de la lame mince RGT13 2013F ; noter le sommet de la sole, noirci à droite et bruni à gauche.

### *3.4.2. Faciès noirâtres des foyers bois et os*

Dans le cas des deux foyers ayant fonctionné avec de l'os en guise de combustible (2012I et 2012H), le sommet des soles présente une couche noire nettement plus épaisse que dans le cas des autres foyers (2012I : 5 a 25 mm et 2012H : 16 mm). Dans le cas de 2012I, cette partie supérieure de la sole présentait par endroit une couleur grisâtre qui dénotait avec les observations menées sur les autres foyers expérimentaux.

Le sommet de ces soles est fortement noirci. La micromasse prend une teinte brune à noire en PPL, elle est opaque en XPL et ne montre plus de signe de biréfringence. Enfin en OIL, les zones concernées présentent une couleur noire (Figure IV.57). Si en OIL ce noircissement est relativement homogène, en XPL il est flagrant que certains agrégats sont plus fortement noircis. Il s'agit souvent de pelotes de déjection où la fraction fine était plus abondante que dans l'encaissant massif (Figure IV.57). La microstructure de ce faciès est en partie microagrégée en surface, mais il est difficile de dire s'il s'agit d'un effet de l'altération thermique ou bien d'un artefact lié au creusement de la fosse d'expérimentation (Figure IV.57b). La fraction grossière sableuse n'est pas affectée par ce noircissement hormis sous la forme de revêtements noirâtres à leur périphérie (Figure IV.57c).

L'intensité de ce noircissement diminue progressivement en profondeur, participant à la mise en place d'une limite très diffuse entre un faciès noirci et un faciès rougi avec un intermédiaire brun (Figure IV.58 et Figure IV.59).

Dans le cas du foyer 2012I, des revêtements de MO amorphe de teinte orangée en PPL et opaques en XPL sont observés ponctuellement (Figure IV.60a). Ils sont localisés au niveau du contact entre le faciès le plus noirci (en haut) et le faciès brunifié et occupent les vides créés par la porosité du sol. Il s'agit de matériaux colloïdaux relativement homogènes (*monomorphic amorphous OM*).

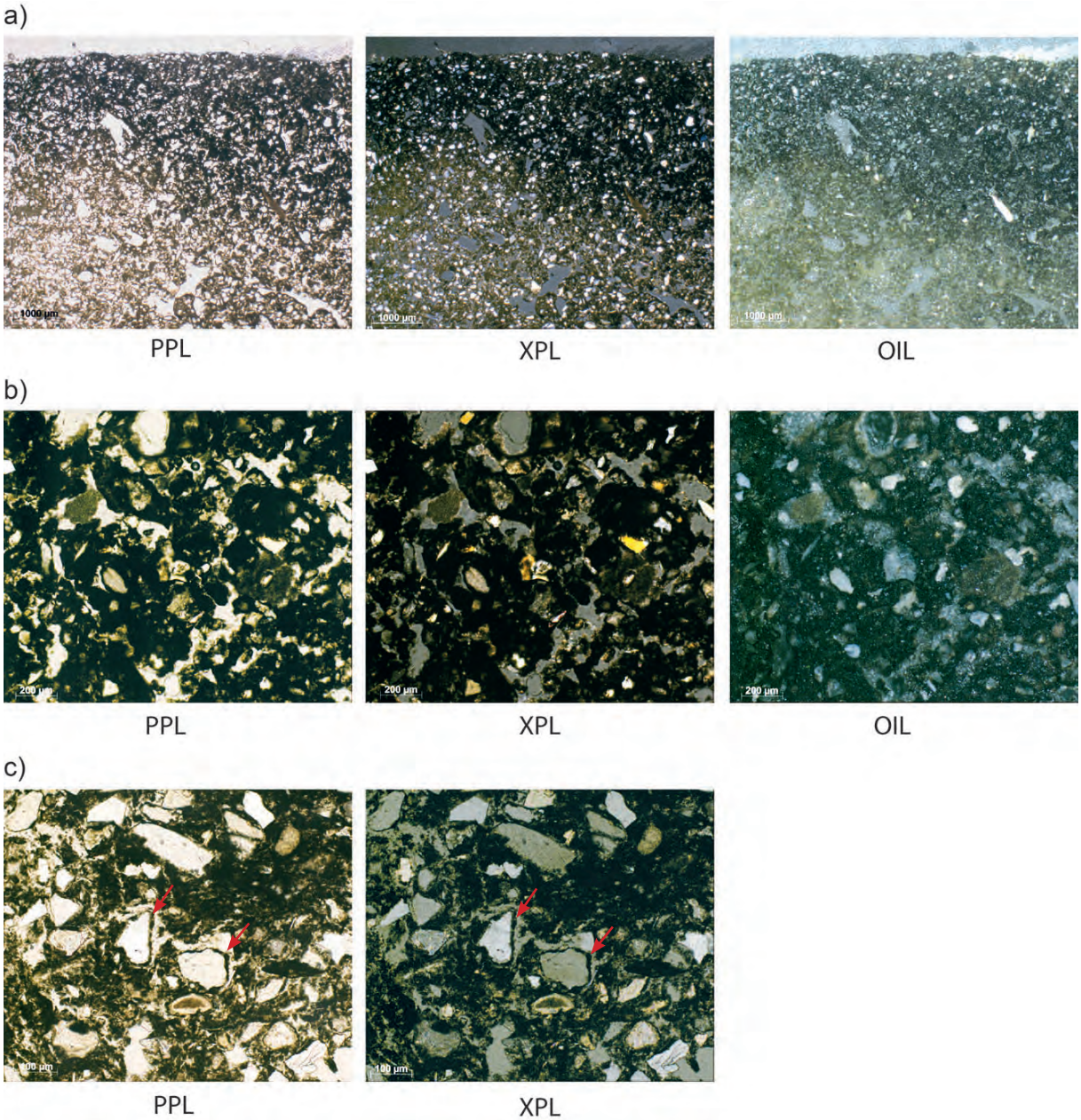



**Figure IV.57:** Expérimentations, lame minceRGT12 2012H a et b. a) Sommet noirci de la sole et sédiment sous-jacent bruni. B) Détail du sommet noirci de la sole, noter la microstructure agrégée. c) Revêtements noirs de grains de quartz (flèches rouges).

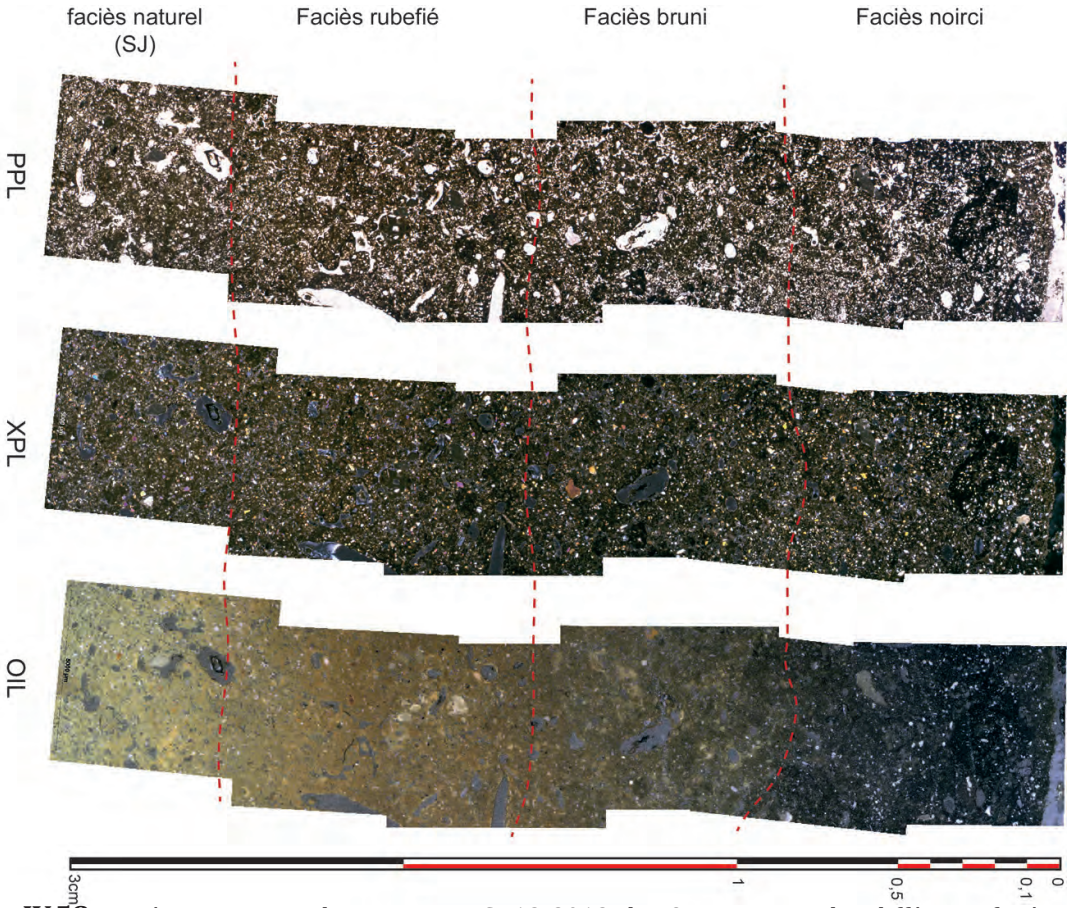



**Figure IV.58:** Expérimentations, lame mince RGT12 2012Hb ; Organisation des différents faciès sur un substrat type SJ « classique » (assemblages de microphotographies).

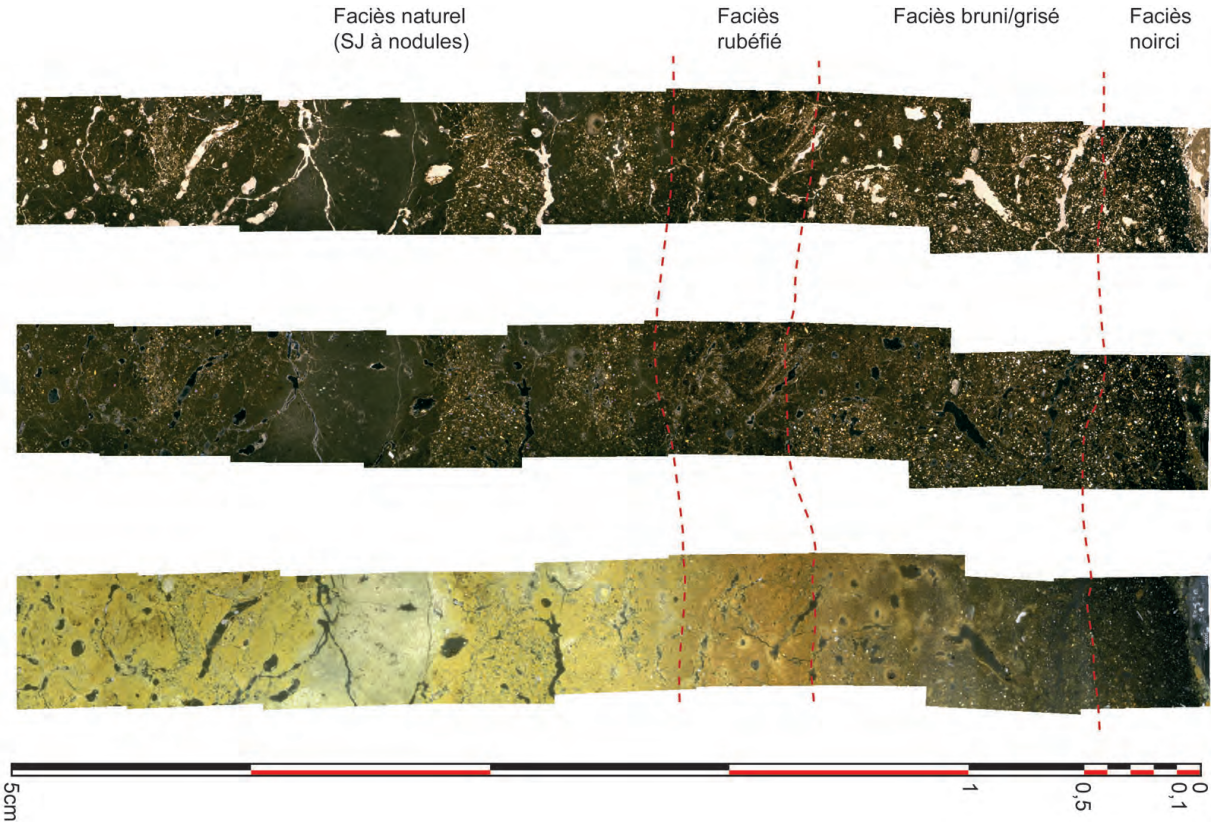



**Figure IV.59:** Expérimentations, lame mince RGT12 2012I ; Organisation des différents faciès sur un substrat type SJ « à nodules carbonatés » (assemblages de microphotographies).

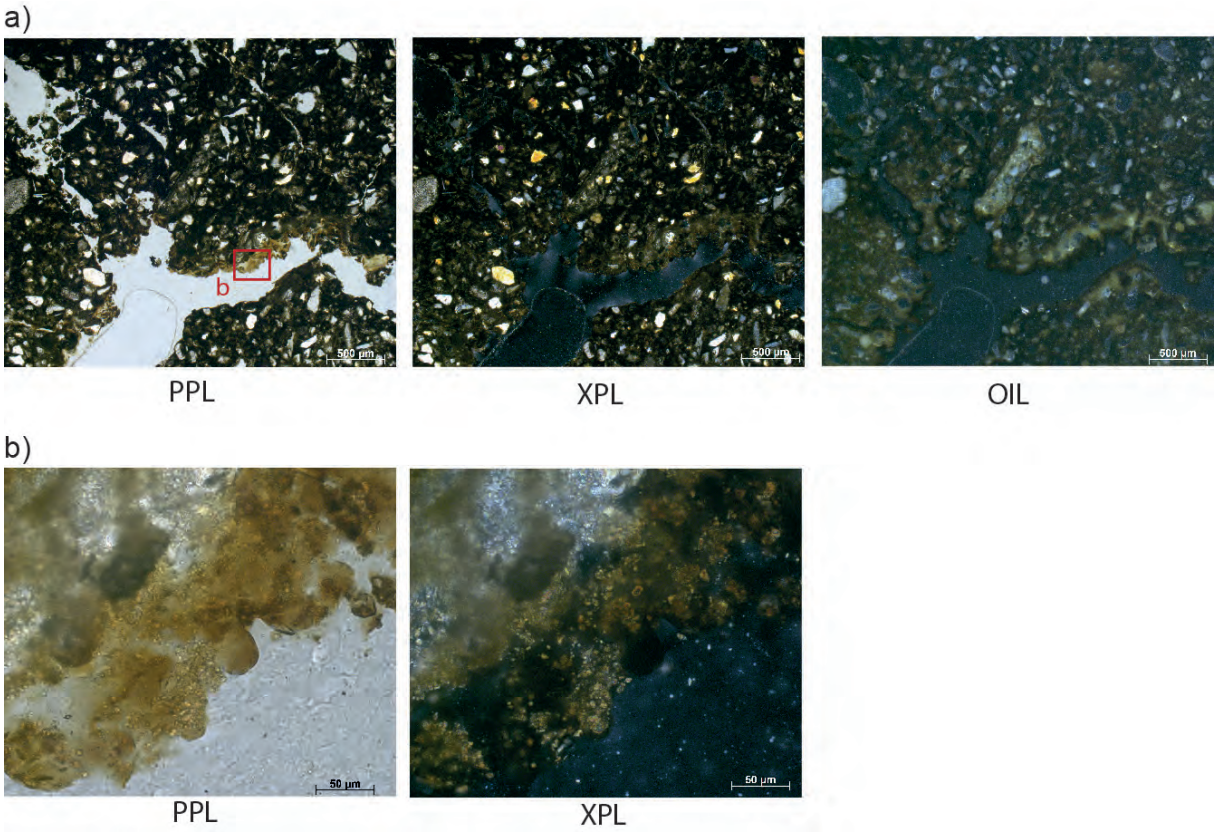



**Figure IV.60:** Expérimentations, lame mince RGT12 2012I ; revêtement organique amorphe. a) Revêtement organique amorphe discontinu de la paroi d'un chenal. La MO qui le compose est partiellement brunifiée ce qui explique sa couleur. b) Détail du précédent, noter que le revêtement organique recouvre des grains de calcite, formant eux aussi un revêtement de la paroi du chenal.

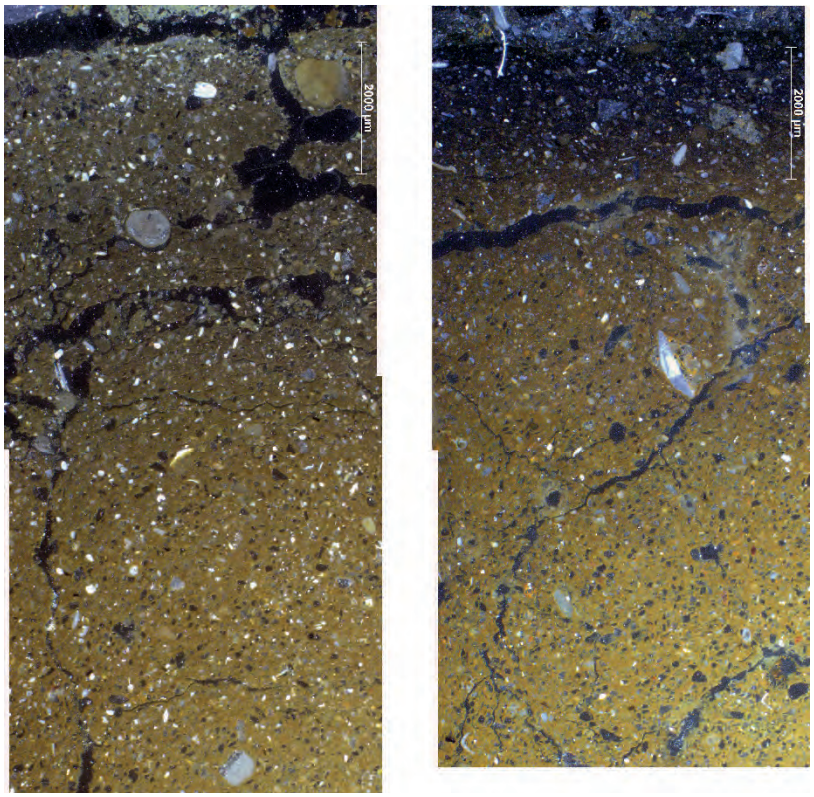



**Figure IV.61:** Expérimentations, lame mince RGT13 2013D ; Variabilité latérale du faciès noirci (Assemblage de microphotographies).

### 3.4.3. Faciès noirâtres des foyers à bois et cuisson de viande

Dans le cas des foyers ayant servi à la cuisson de viande (2013D et 2014), le noircissement de la partie supérieure est également significatif. Il affecte le premier centimètre de la sole de 2013D et de 2014. Cette épaisseur est donnée à titre indicatif puisque les limites inférieures de ces faciès noircis sont, notamment pour 2013D et comme dans le cas des foyers à os, diffuses et évoluent en profondeur vers un faciès brunifié. Ce dernier évolue lui-même progressivement vers le faciès rubéfié.

D'un point de vue optique, ce noircissement se manifeste de la même façon que décrite précédemment pour les foyers à os. On peut noter que dans le cas du foyer 2013D, une certaine variabilité latérale est observable. En effet, la partie droite de la lame présente la succession de faciès noirci/bruni/rubéfié/naturel tandis que dans la partie gauche, le faciès noirci est quasiment absent (Figure IV.61).

### 3.4.4. Remarque sur les résidus de combustion

Bien que notre étude ne porte pas particulièrement sur cet aspect, et malgré un échantillonnage centré sur d'autres problématiques, certaines lames minces de foyers expérimentaux documentent les résidus liés à leur fonctionnement et à leur utilisation. Il s'agit particulièrement des lames minces 2012B, C et D, 2013D et 2013F.

Si les descriptions de résidus liés à l'utilisation du bois et/ou de l'os sont abondantes dans la littérature, celle de résidus liés à la cuisson de viande nous paraît plus rare. À ce titre, la lame mince 2013D permet d'apporter quelques éléments, certes de manière ponctuelle, sur la morphologie de ce type de résidu.

Il s'agit d'éléments de taille relativement variable présentant une matrice opaque et une structure spongieuse (Figure IV.62). Ces carbonisats se différencient des charbons de bois ou d'os par le caractère aléatoire de la dimension des nombreux vides vésiculaires qu'ils comportent. Ces carbonisats sont désignés dans la littérature de langue anglaise de diverses façons : *fat blubber* (Braadbart *et al.*, 2012), *fat-derived char* (Mentzer, 2014 ; Mallol *et al.,* 2013b), *bone-char* (Miller *et al.*, 2010) ou encore *vesicular char* (Goldberg *et al.,* 2009) et sont interprétés comme des résidus reflétant des MO animales carbonisées lors du fonctionnement de foyer. Signalons que, même si la lame mince 2014 ne permet pas d'apporter de précision sur cette question, des macrorésidus similaires ont été observés à la surface de la sole du foyer 2014 lors de sa fouille (Figure IV.63).

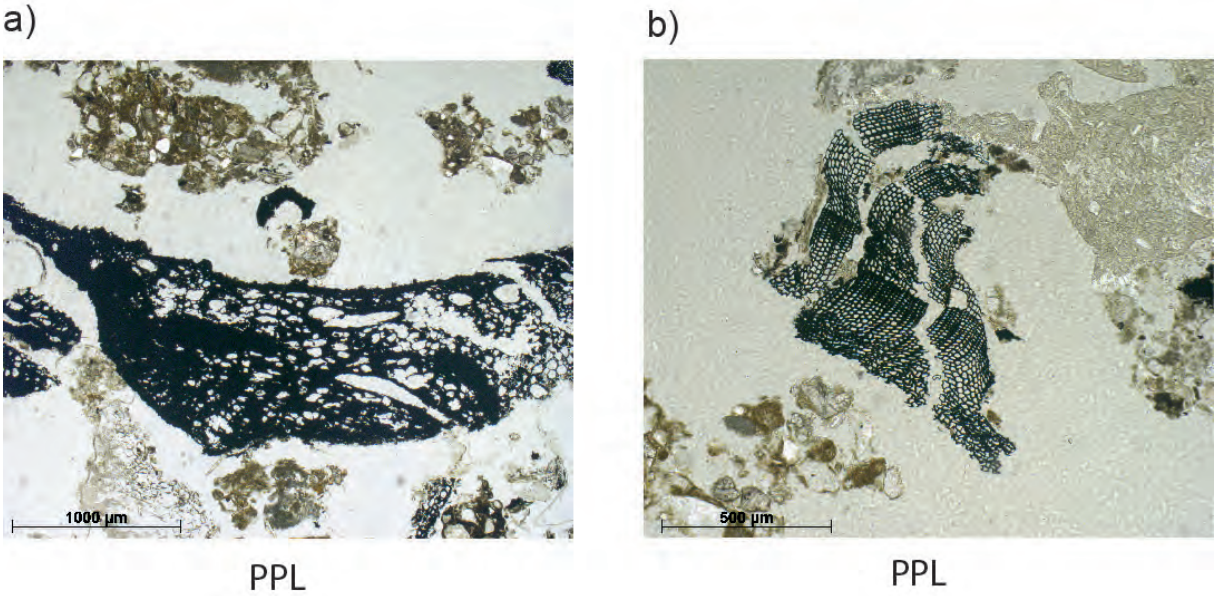



**Figure IV.62:** Expérimentations, lame mince RGT13 2013D ; résidus de combustibles. a) Carbonisat (*Fat-derived char*), noter la porosité vésiculaire distribuée aléatoirement. b) Pour comparaison un charbon de bois (*Pinus pinea*) dont la porosité régulière reflète la structure anatomique du bois.

**Figure IV.63:** Foyer expérimental 2014, encroûtement carbonisé à la surface de la sole.

### *3.4.5. Enrichissement en MO animale amorphe non altérée (M2)*

Le sommet de la lame mince provenant de l'expérimentation M2 présente peu de différences avec le faciès naturel de l'encaissant. Tout au plus peut-on noter un léger assombrissement des premiers millimètres en PPL et XPL (Figure IV.64). En OIL, aucune variation n'est observable. À fort grossissement la présence de zones plus brunes au sein de la micromasse explique les quelques variations observées.

Nous pouvons également noter la présence de quelques concentrations de MO amorphe partiellement oxydée au sein de la porosité du sol et parfois imprégnant ou recouvrant des éléments grossiers (Figure IV.64b). Cependant ces éléments sont rares et peuvent aussi bien découler de notre expérimentation que de la présence naturelle de MO au sein de la formation SJ comme cela a été noté plus haut.

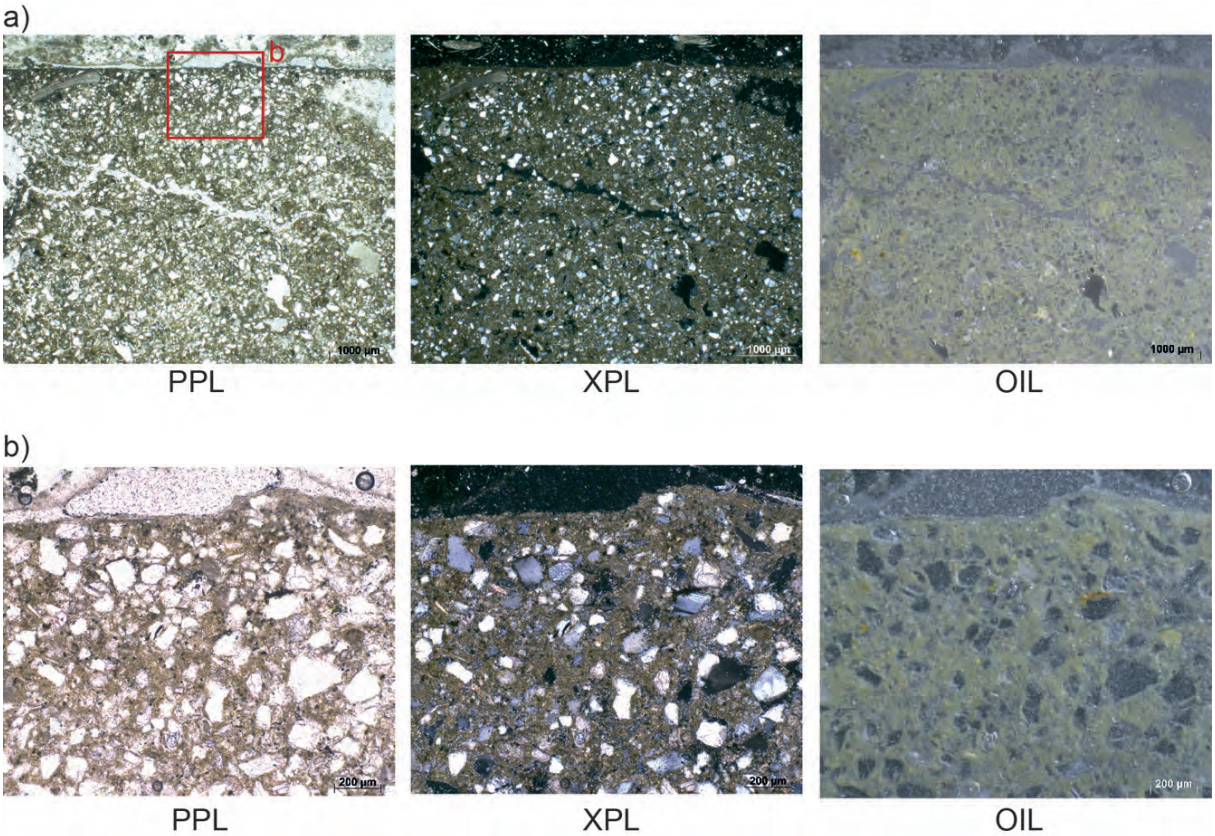



**Figure IV.64:** Expérimentations, lame mince RGT12 M2b ; a) Sommet du sédiment imprégné de MO animale non altérée thermiquement, noter l'absence de distinction avec l'encaissant naturel. b) Détail du sommet du précédent, noter la présence rare de MO associée aux constituants grossiers. *L'aspect « poussiéreux » est causé par des particules d'abrasifs utilisés lors de la fabrication de la lame mince.*

### *3.4.6. Interprétation*

Dans chacun des foyers expérimentaux, la combustion occasionne un noircissement de la partie supérieure de la sole. Cependant ce phénomène n'est pas homogène d'un foyer à l'autre, ni même au sein d'un même foyer.

En effet une grande variabilité existe dans l'expression de ce noircissement que ce soit du point de vue quantitatif (épaisseur de sédiment affecté) ou qualitatif (nature du noircissement).

Celui-ci est limité dans le cas des foyers ayant fonctionné avec du bois, et trois processus expliquent ce noircissement : la réduction des constituants ferreux de la matrice fine, l'altération de la MO héritée et un apport superficiel en résidus de combustion. La matrice fine argilo carbonatée est riche en fer, comme l'a montré son oxydation sous l'effet de la chaleur (cf. *supra*). Cependant, il est possible que localement celui-ci soit réduit au lieu d'être oxydé. Les facteurs permettant d'expliquer ce processus sont le manque d'oxygène et la présence de MO (Schwertmann, 1993). Or ce sont justement des conditions qui sont réunies au sommet d'une sole de foyer durant son fonctionnement. Le brunissement et la carbonisation du peu de MO que contient naturellement l'encaissant peuvent également être proposés pour expliquer ce noircissement (Wattez, 1992 ; González-Pérez *et al.*, 2004 ; Mallol *et al.*, 2013a). Enfin, un dépôt de résidus de combustion fins et très carbonés est observé en surface et sur quelques dizaines de microns. Cependant, l'absence de revêtement de ce type de matériaux dans la porosité du sol montre que la circulation de ce type de résidus reste superficielle sauf peut-être dans le cas du foyer 2013F. Celui-ci, ayant fonctionné avec du bois vert résineux, et présentant un faciès noirâtre brunifié plus développé, pourrait évoquer

un enrichissement en MO en lien avec de la résine contenue dans le bois et par la suite altérée par la chaleur, mais l'observation microscopique livre peu de précision à ce sujet. Globalement, la caractérisation par la micromorphologie de ce noircissement reste donc assez hypothétique.

Dans le cas des foyers à os, le noircissement est nettement plus marqué et affecte une épaisseur considérable. La fraction fine est noircie et certains constituants grossiers présentent des revêtements noirâtres également. La présence de MO amorphe, plus ou moins altérée, est également attestée sous forme de revêtements dans la porosité. Ces différentes caractéristiques s'écartent donc de l'altération thermique habituelle de la formation SJ. Un apport significatif en MO depuis le combustible osseux permet d'expliquer ce phénomène :

- Une imprégnation de la micromasse et d'une partie de la porosité par des fluides provenant du combustible osseux ;
- L'altération thermique de cette MO sous l'action de la chaleur du foyer, provoquant sa brunification puis son noircissement. Visiblement cette altération décroît en profondeur (faciès brunifié) appuyant l'idée que la MO va se dégrader sous l'effet de la chaleur qui elle-même décroît en profondeur.

Dans le cas du foyer 2012I, certains des revêtements organiques amorphes observés sont liés à ce processus. L'attribution de ce type de trait à la décomposition et l'humification de MO végétale (Stolt et Lindbo, 2010) paraît impossible compte tenu du contexte pédologique. Par contre, les écoulements de fluide graisseux sur et dans le sédiment de foyer ont été observés durant l'expérimentation (cf. Partie IV.2.4) et sont par ailleurs mentionnés par Wattez (1992 : Fig. 107), Sellami (Rapport RGT 2006), Hérisson (2012) ou plus indirectement par Brodard *et al.,* (2015 : p. 9) dans des travaux comparables.

Les cas des foyers à bois ayant servi à la cuisson de viande rappellent le cas des foyers à os, mais avec un noircissement moins marqué du haut de la sole. Même si un apport en MO lié au fonctionnement peut être envisagé, il paraît limité par rapport aux expérimentations avec de l'os. Notons que la présence de *fat derived-char*, permet d'évoquer une dégradation de la MO issue de la viande dans la partie aérienne des foyers (au niveau du lit de braises notamment). Cette combustion d'une partie de la MO animale avant même son contact avec le sédiment pourrait être l'un des facteurs expliquant ce moindre noircissement des sommets de sole de foyer ayant servi à la cuisson.

Le fonctionnement de foyer implique dans tous les cas la formation d'un faciès noirâtre recouvrant le sommet de la sole rubéfié. Cependant en fonction du type de combustible ou bien d'utilisation, ce faciès peut être de plusieurs natures.

- Dans le cas des foyers à bois, il correspond à la réduction de la fraction fine et dans une moindre mesure à la brunification ou la carbonisation de la MO du sol. Au sommet de la sole, un liseré très noir peut correspondre à un dépôt de résidu de combustion particulaire comme de la suie.
- Dans le cas des foyers à os et ayant servi à la cuisson de viande, le noircissement du haut des soles est bien plus marqué et est causé par un apport de MO en lien avec le fonctionnement des structures de combustion : écoulement de fluide depuis les os ou la viande. Ces fluides percolent la porosité du sol où ils sont brunifiés ou carbonisés en fonction de la température.

Ils sont par exemple observés sous forme de revêtements amorphes dans les chenaux.

Le cas de l'expérimentation M2 démontre qu'en l'absence d'altération thermique, ces imprégnations de MO sont quasiment imperceptibles en lame mince.

### 3.5. Synthèse

L'étude micromorphologique a permis de proposer les interprétations suivantes (Figure IV.65):

- L'altération thermique du sédiment se manifeste surtout par l'oxydation de la fraction fine, causant sa rubéfaction selon une épaisseur variable en fonction de la durée, de l'intensité et du nombre d'utilisations.
- Des faciès noircis et/ou brunis sont observés en subsurface. Ils correspondent à deux phénomènes liés à différents paramètres expérimentaux :
- Dans le cas de foyer ayant fonctionné avec du bois, une fine couche en subsurface peut correspondre à un dépôt de suie. Toutefois ce mécanisme d'enrichissement ne paraît pas être très important (absence de revêtement par ex.) dans la plupart des cas. Un faciès plus épais apparaît lorsque le nombre d'utilisations augmente. Cela a pu entraîner un dépôt plus conséquent de résidus de combustion en surface, favorisant la réduction de sédiment sous-jacent.
- Dans le cas de foyers ayant fonctionné avec de l'os comme combustible, ou ayant servi à la cuisson de viande, le noircissement et la brunification correspondent à un enrichissement en MO par un phénomène de percolation dans la micromasse et la porosité du sol. C'est cette MO, ensuite brunifiée puis carbonisée sous l'effet de la chaleur, qui cause le développement d'un épais faciès noirâtre au sommet de soles de foyers concernés.

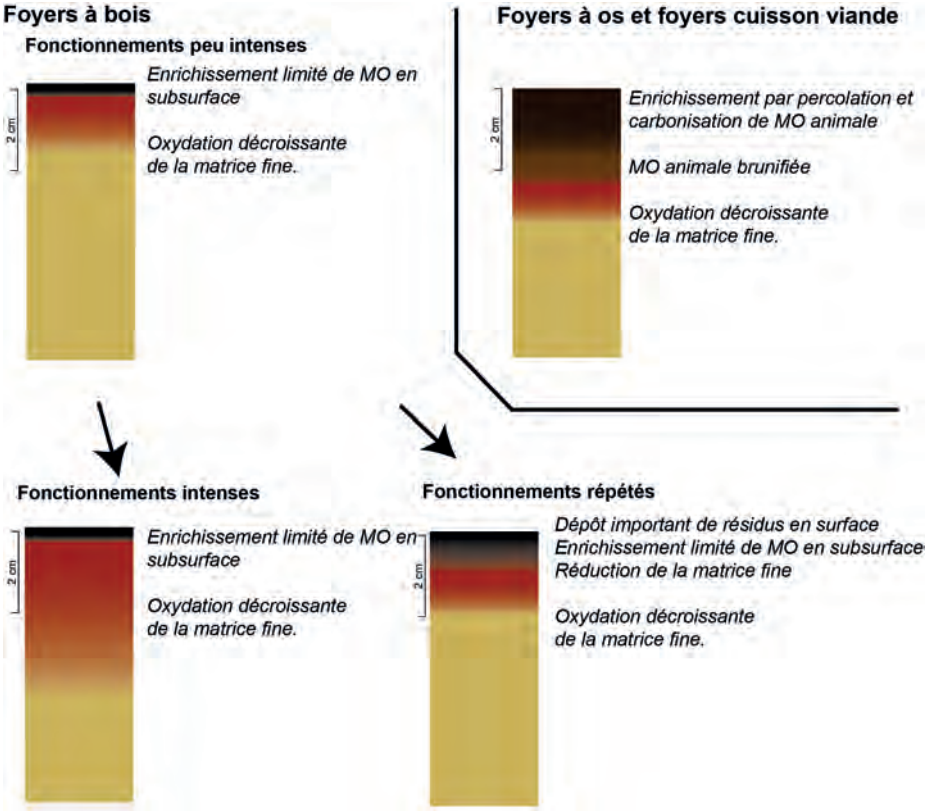



**Figure IV.65:** Schéma de synthèse, organisation des différents faciès en fonction des différents types d'expérimentation. Les épaisseurs des faciès sont données à titre indicatif.

# 4. Étude géochimique des structures expérimentales

## 4.1. Structures sélectionnées et échantillons

En fonction des résultats précédents et de nos problématiques archéologiques, nous avons échantillonné une partie des structures expérimentales afin de les soumettre à une série d'analyses complémentaires pour caractériser la MO contenue dans chacune de ces structures. L'approche se veut à la fois quantitative (%$C_{org}$ *via* AE) et qualitative (séparation et identification des composés par CG-SM et py(TMAH)-CG-SM (Tableau IV.14).

Le préalable à ce travail était de caractériser le « bruit de fond » local au moyen d'un échantillon témoin (**M1**).

Par ailleurs chaque structure expérimentale a fait l'objet de deux prélèvements conjoints :

- Le premier (I) correspond au faciès sous-jacent macroscopiquement et micromorphologiquement non altéré par nos expérimentations
- Le second (II) correspond aux faciès supérieurs altérés par nos expérimentations.

Les expérimentations **M2**, **2012J**, **2012H** et **2012I** ont été échantillonnées selon ce mode et comportent donc un échantillon « témoin » (I) et un échantillon « altéré » (II). Dans le cas de l'expérimentation **2014**, un échantillonnage plus étendu a été effectué en prélevant, en plus de l'encaissant non altéré (I), divers faciès altérés (IIa, IIb, IIc et IId) afin de tester la variabilité du signal géochimique au sein d'une même structure. Pour mémoire : l'expérimentation M2 correspond au dépôt d'os fragmentés de bœuf sur le sol pendant une semaine, le foyer 2012J a fonctionné avec uniquement du bois, le foyer 2012I avec un mélange de bois et d'os, le foyer 2012H avec uniquement de l'os et le foyer 2014 a servi à 7 reprises pour la cuisson de viande (cf. Partie IV.2)

Du fait du caractère très similaire et redondant des échantillons de sédiments sous-jacents (I) avec le témoin M1, ceux-ci ne feront pas l'objet d'une présentation détaillée hormis dans l'analyse des teneurs en $C_{org}$.

Le tableau suivant (Tableau IV.14) résume donc les échantillons exploités pour cette étude. Une partie de ces résultats a fait l'objet d'une publication (Lejay *et al.*, 2016), la correspondance des dénominations utilisées est également précisée.

| | | | | Résultats présentés ici | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| ***Structure*** | ***S o u s ech.*** | ***Description*** | **Lejay *et al.*, 2016** | ***%$C_{org}$*** | ***%N*** | ***CG-SM*** | ***P y ( T M A H ) - CG-SM*** |
| *M1* | | Témoin zone expé 2012 | Control | x | | x | x |
| *M2* | *I* | Encaissant sous imprégnation MO os | | x | | | |
| | *II* | Imprégnation MO os | Soil with bone OM | x | | x | x |
| *2012J* | *I* | Encaissant sous sole foyer 2012J | | x | | | |
| | *II* | Sédiment sole foyer 2012J | Wood fire | x | | x | x |
| *2012H* | *I* | Encaissant sous sole foyer 2012H | | x | | | |
| | *II* | Sédiment sole foyer 2012H | Bone fire | x | | x | x |
| *2012I* | *I* | Encaissant sous sole foyer 2012I | | x | | | |
| | *II* | Sédiment sole foyer 2012I | Bone+wood fire | x | | x | x |
| *2014* | *I* | Encaissant sous sole foyer 2014 | | x | x | x | x |
| | *IIa* | Sédiment rubéfié sole foyer 2014 | | x | x | x | x |
| | *IIb* | Sédiment noirci sous fat-derived char sole foyer 2014 | | x | x | x | x |
| | *IIc* | Sédiment noirci sole foyer 2014 | | x | x | x | x |
| | *IId* | Sédiment encroûtement organique foyer 2014 | | x | x | x | x |

**Tableau IV.14:** Échantillons expérimentaux retenus pour la quantification du $C_{org}$, l'analyse des lipides par CG-SM et de la MO totale en py-(TMAH)-CG-SM.

## 4.2. Carbone organique (%$C_{org}$)

Le tableau (Tableau IV.15) et la figure (Figure IV.66) suivants présentent les valeurs obtenues pour la teneur en carbone organique (exprimé en %$C_{org}$).

| **Structure** | **Sous ech.** | **%$C_{org}$** | **σ** |
|---|---|---|---|
| *M1* | | 0.3 | 0.3 |
| *M2* | *I* | 0.2 | 0.3 |
| | *II* | 4.7 | 0.3 |
| *2012J* | *I* | 0.2 | 0.8 |
| | *II* | 0.2 | 0.8 |
| *2012H* | *I* | 0.3 | 0.8 |
| | *II* | 2.3 | 0.8 |
| *2012I* | *I* | 0.3 | 0.8 |
| | *II* | 0.9 | 0.8 |
| *2014* | *I* | 0.2 | 0.2 |
| | *IIa* | 0.2 | 0.2 |
| | *IIb* | 2.1 | 0.2 |
| | *IIc* | 0.5 | 0.2 |
| | *IId* | 9.8 | 0.1 |

**Tableau IV.15:** %$C_{org}$ des différents échantillons expérimentaux mesurés par analyse élémentaire après décarbonatation (σ correspond aux marges d'erreur en % calculées à partir d'étalons de tyrosine, cf. Partie III.3.2.2).

### *4.2.1. Résultats*

- *M1*

Le résultat relativement bas (0.3%) obtenu est en adéquation avec les observations de terrain, le type de sol à Régismont-le-Haut ainsi que nos observations micromorphologiques cf. Partie IV.3). Cette faible teneur en carbone présent naturellement dans les sédiments ayant servi de support à nos expérimentations permet donc de suivre des variations ténues liées à l'action anthropique.

- *M2*

Les deux échantillons de M2 livrent des résultats contrastés. Le premier (M2 I) correspond aux sédiments sous-jacents non affectés par notre expérimentation d'imprégnation de MO animale et présente donc un $\%C_{org}$ faible (0.2%) comparable à celui du témoin M1. Le second (M2 II), prélevé au cœur des sédiments imprégnés de MO ayant suinté des os fragmentés, donne, quant à lui, une valeur significativement plus élevée (4.7%). Assez logiquement, notre expérimentation se traduit donc par un enrichissement important du sédiment en MO.

- *2012J*

Dans le cas du foyer 2012J, le $\%C_{org}$ des deux échantillons (I et II) est identique (0.2%) et très proche de celui de l'échantillon témoin M1. Il semble donc que dans le cas de ce foyer dont le combustible était du bois, aucune variation en termes de quantité de MO ne soit quantifiable. Toutefois la marge d'erreur des mesures du $\%C_{org}$ (±0.8% pour 2012 I et II) peut masquer une légère différence entre ces échantillons.

- *2012I*

Les deux valeurs différentes obtenues (0.3 et 0.9%) pour le foyer 2012I sont à relativiser vis-à-vis de leurs marges d'erreur (±0.8%) liées aux méthodes employées (cf. Partie III.3.2.2). Leur écart n'est donc pas statistiquement significatif. Notons malgré tout que dans les sédiments affectés par la combustion du mélange de bois et d'os (II) la valeur semble légèrement plus élevée que dans les sédiments non altérés (I).

- *2012H*

Pour 2012H, le résultat du sédiment sous-jacent (I : 0.3%) est toujours comparable à celui du témoin M1, cependant l'échantillon pris dans le faciès altéré par le fonctionnement du foyer avec de l'os (II) donne une valeur significativement plus élevée (2.3%). Rappelons qu'au cours de cette expérimentation nous avions pu observer d'importants écoulements de fluides graisseux depuis les os (Cf. Partie IV.2.4 et Figure IV.32).

- *2014*

Les résultats obtenus sont très variables pour le foyer 2014. Le prélèvement de sédiments non affectés (I) donne une valeur basse (0.2%) comparable, compte tenu de la marge d'erreur des mesures (±0.2%), à celle obtenue dans des sédiments qui, visuellement, paraissaient affectés par le fonctionnement du foyer (IIa: 0.2% et IIc: 0.5%) et au témoin M1. Pour deux échantillons (IIb et d) les valeurs mesurées sont significativement plus élevées (respectivement 2.1% et 9.8%). Au sein de ce foyer, l'échantillonnage plus conséquent semble donc illustrer une importante variabilité

du $C_{org}$. Dans le cas des prélèvements IIb et c, pourtant visuellement très proches, il semble donc que ce soit le positionnement de l'échantillon au sein du la structure qui puisse expliquer les différences observées en terme de $\%C_{org}$ (voir Tableau IV.14).

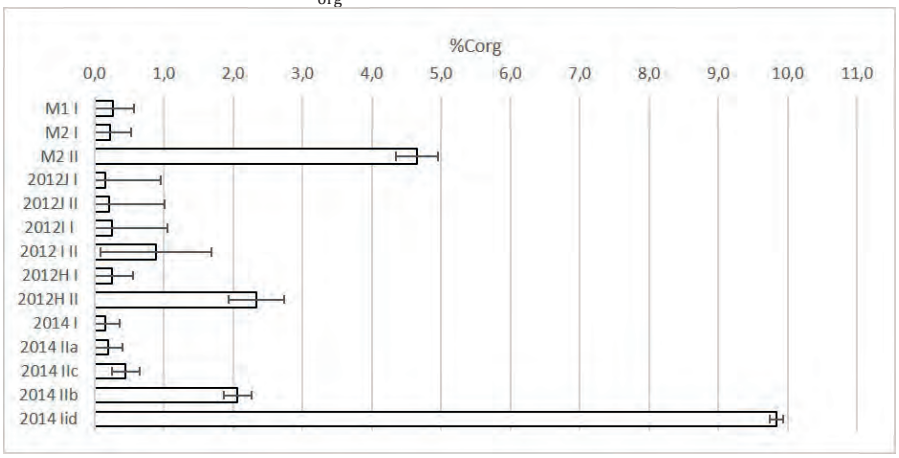



**Figure IV.66:** Teneur en carbone organique ($\%C_{org}$) des échantillons témoins et expérimentaux. Valeurs mesurées par AE (C) après décarbonatation. Les barres d'erreur à 1σ sont calculées à partir d'étalons de tyrosine (cf. Partie III.3.2.2).

### *4.2.2. Synthèse*

Sur l'échantillon témoin M1 ainsi que les échantillons de sédiments non altérés prélevés sous nos structures expérimentales, les valeurs de $\%C_{org}$ mesurées sont en moyenne de 0.25%, ce qui correspond à des valeurs relativement basses conformes à ce qui est attendu pour le type de sédiments et de sol observés sur le terrain. Vis-à-vis de nos observations micromorphologiques, ces faibles teneurs en carbone organique et donc en MO sont cohérentes avec nos observations de rares restes de tissus végétaux et de déjections organo-minérales dans la porosité. Il est intéressant de noter que le faciès « SJ à nodules carbonatés » correspondant à l'encaissant des foyers 2012I et H, *a priori* plus évolué d'un point de vue pédologique, ne semble pas contenir plus de MO que le faciès « SJ classique » (M1, M2 et 2012J). Finalement, ce contexte général homogènement pauvre en MO constitue donc un terrain favorable pour observer des variations, en particulier des enrichissements, en lien avec les expérimentations entreprises.

Plusieurs échantillons, définis comme altérés à partir des observations de terrain et en micromorphologie, n'ont pas montré d'augmentation significative de leur teneur en carbone organique. Il s'agit en particulier des faciès rubéfiés des foyers 2012J (II) et 2014 (IIa). D'un point de vue quantitatif ces échantillons sont en tous points identiques à la teneur en carbone de nos différents témoins. Par ailleurs, deux échantillons de sédiments noircis (2012I II et 2014 IIc) ont livré des résultats légèrement plus élevés que la teneur habituelle, mais qui tombent dans la marge d'erreur liée aux méthodes de préparation et d'analyse employées. Il est donc plus prudent de considérer que ces échantillons n'ont pas, ou très peu, connu d'enrichissement en carbone durant les expérimentations les ayant affectés.

Pour quatre échantillons le $\%C_{org}$ mesuré est significativement plus élevé que dans les échantillons témoins. Dans le cas de l'expérimentation M2, il a été observé sur le terrain une imprégnation du sédiment par de la MO issue des os fragmentés. Mais, en micromorphologie, aucune trace évidente de celle-ci n'avait été remarquée. La mesure du $\%C_{org}$ confirme donc qu'en l'absence de carbonisation il est tout à fait possible qu'un enrichissement en MO, en l'occurrence animale, passe inaperçu d'un point de vue micromorphologique. Dans le cas du foyer

2012H, l'utilisation d'une très forte proportion d'os en guise de combustible avait donné lieu à d'importants écoulements de fluides graisseux. Ils semblaient avoir été intégrés en grande partie à la masse du sédiment puis carbonisés comme l'a proposé l'étude micromorphologique du faciès supérieur noirci de ce foyer (cf Partie IV.3.4). La forte teneur en $C_{org}$ de ce faciès illustre bien un phénomène d'apport en MO et vient donc conforter l'hypothèse émise à partir des observations micromorphologiques. Dans le foyer 2014 enfin, deux échantillons de sédiments noircis (2014 IIb et d) ont un $\%C_{org}$ significativement moins élevé ce qui montre bien que la variabilité latérale observée en micromorphologie (Cf. Partie IV.3.4.3) se reflète dans des enrichissements en MO fluctuants. Dans ce cas il semble que ce soit la position de ces prélèvements vis-à-vis d'encroûtements de matières carbonisées qui explique cette variation, puisque d'un point de vue macroscopique peu de différences sont à signaler entre eux (et avec 2014 IIc également).

### 4.3. Teneur en Azote (%N)

La teneur en azote %N, mesuré conjointement au %C de nos échantillons, n'a généralement pas été considérée du fait de valeurs trop faibles pour être prises en compte. Cependant, dans le cas des échantillons liés à l'expérimentation 2014, certaines valeurs étaient exploitables (Tableau IV.16).

| Structure | Sous ech. | %N | σ |
|---|---|---|---|
| *2014* | *IIa* | 0.05 | 0.08 |
| | *IIb* | 0.15 | 0.08 |
| | *IIc* | 0.11 | 0.08 |
| | *IId* | 1.31 | 0.08 |

**Tableau IV.16:** Teneur en azote (%N) des échantillons du foyer expérimental 2014. Valeurs mesurées par AE (C, N) après décarbonatation. Les marges d'erreur à 1σ sont calculées à partir d'étalons de tyrosine (cf. Partie III.3.2.2).

La teneur mesurée est très faible pour l'échantillon de sédiments rubéfiés (2014 IIa : 0.05%). Cette valeur très basse est sans doute à rapprocher des autres mesures échouées et/ou trop basses que nous avons tentées pour les échantillons témoins (contrôle M1 et sédiments non-affectés par les expérimentations) et dans les sédiments affectés par les expérimentations (M2 2, 2012J 2, 2012I 2 et 2012H 2).

Les deux valeurs obtenues dans les sédiments noircis par l'expérimentation (2014 IIb et c : 0.11% et 0.15%) sont légèrement plus élevées et semblent donc indiquer une légère augmentation en lien avec notre expérimentation impliquant de la viande. Cependant, la marge d'erreur liée à la méthode (±0.08%) rend ce constat peu significatif d'un point de vue statistique. Un dernier échantillon, prélevé directement sous un encroûtement de type *char* (2014 IId), donne quant à lui un résultat significativement plus élevé (1.31%) ce qui confirme un enrichissement en azote des sédiments superficiels de ce foyer expérimental.

## 4.4. Extraits lipidiques (CG-SM)

Dans la mesure où les résultats des faciès sous-jacents des différentes structures expérimentales (Tableau IV.14)sont très proches de ceux de l'échantillon témoin M1, nous ne les présentons pas ici. Toutefois dans le cas du foyer 2014 nous avons conservé l'échantillon 2014-5 afin de s'assurer que la zone expérimentale de 2014 présentait un bruit de fond comparable à celui de la zone de 2012.

### *4.4.1. Résultats*

Les résultats obtenus en CG-SM sont détaillés ci-dessous. Les numéros portés sur chaque chromatogramme (TIC : *Total Ion Current*) renvoient aux composés n'appartenant pas aux séries de composés aliphatiques indiqués par des symboles (acides gras saturés et insaturés, alcanes, alcool, etc.). Leur identification est précisée dans l'Annexe F (Tabl. Ann. F.1), où se trouve également un tableau (Tabl. Ann. F.2) synthétisant les composés détectés pour chaque extrait.

#### *4.4.1.1. M1 (Figure IV.67)*

En corrélation avec sa faible teneur en MO, l'échantillon témoin a livré un très faible signal en CG-SM. Aussi, il a été nécessaire de le reconcentrer à plusieurs reprises (environ 6 fois plus concentré que les autres extraits) avant d'obtenir un chromatogramme exploitable. Ainsi, malgré un contenu lipidique diversifié, il ne faut pas perdre de vue la faible intensité de ce bruit de fond dans les conditions d'analyse des autres échantillons.

Les acides gras sont les principaux composés détectés, avec une prédominance de $C_{16:1}$, $C_{16:0}$, $C_{18:0}$ et $C_{18:1}$. La série des acides saturés va de $C_6$ à $C_{24}$, même si quelques acides longs impairs ($C_{19}$, $C_{21}$ et $C_{23}$) sont absents. Des acides méthylés (m-$C_{12}$ à $C_{16}$) ainsi que des monoacylglycérols (n° 47-49, 54 et 55), des diacylglycérols(n° 73-77 et 79) et duglycérol (n° 5) sont à signaler.

Une série discontinue d'alcools principalement pairs ($C_{12}$ à $C_{26}$) et une autre d'alcanes principalement impairs ($C_{17}$ à $C_{31}$) sont détectées. Les autres composés correspondent à du squalène (n° 58), des stérols (n° 61, 64 et 66) et à des terpènes (n° 65, 68 et 69).

#### *4.4.1.2. M2 II (Figure IV.68)*

Les composés détectés dans l'extrait lipidique de M2 II correspondent principalement à des acides gras saturés ($C_{6:0}$ à $C_{9:0}$, $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$) et un insaturé ($C_{18:1}$). D'autres acides sont repérables entre $C_{10}$ et $C_{17}$, ainsi qu'une courte série de diacides ($C_6$ à $C_{11}$) et d'acides méthylés ($C_{14}$ à $C_{17}$). Des monoacylglycérols (n° 44, 47, 49et 54-56), des diacylglycérols(n° 73-78) et le glycérol sont à signaler (n° 5). Enfin, notons la présence d'un dihydroxyacide $C_{18}$ (n° 45).

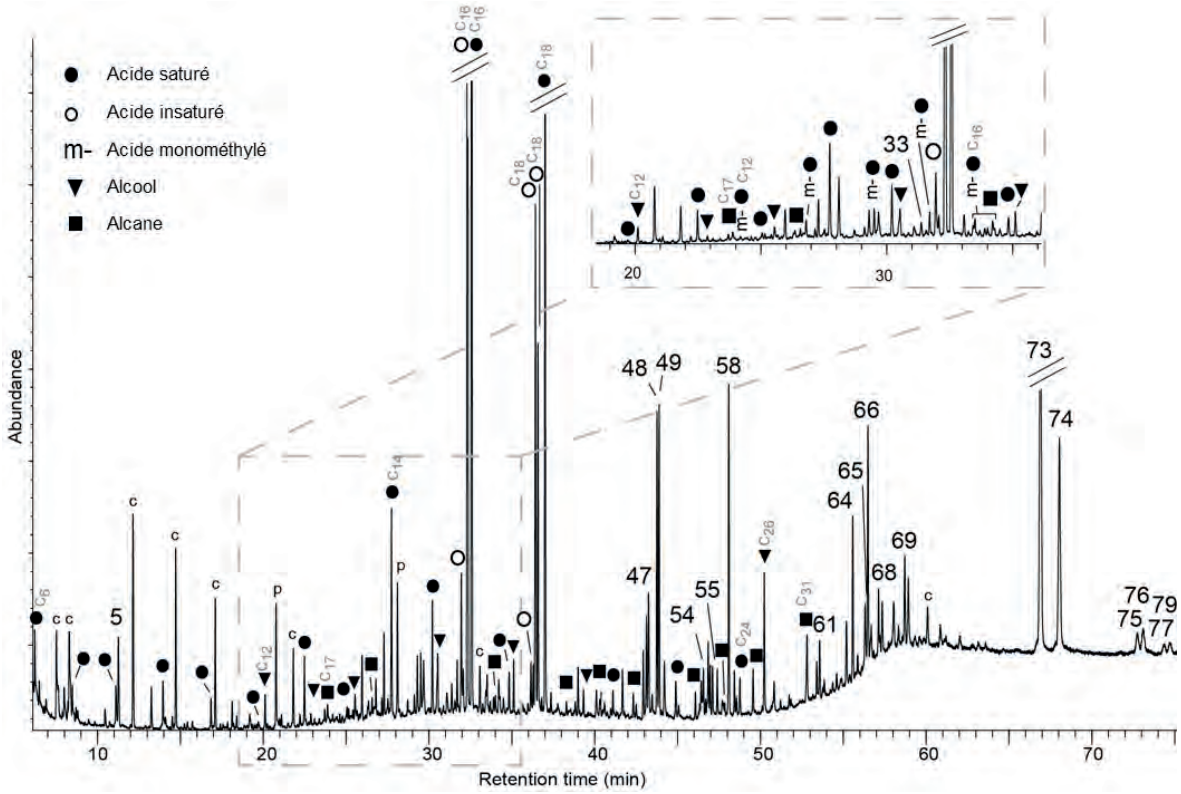



**Figure IV.67:** TIC de l'échantillon M1 après reconcentration (6x) (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

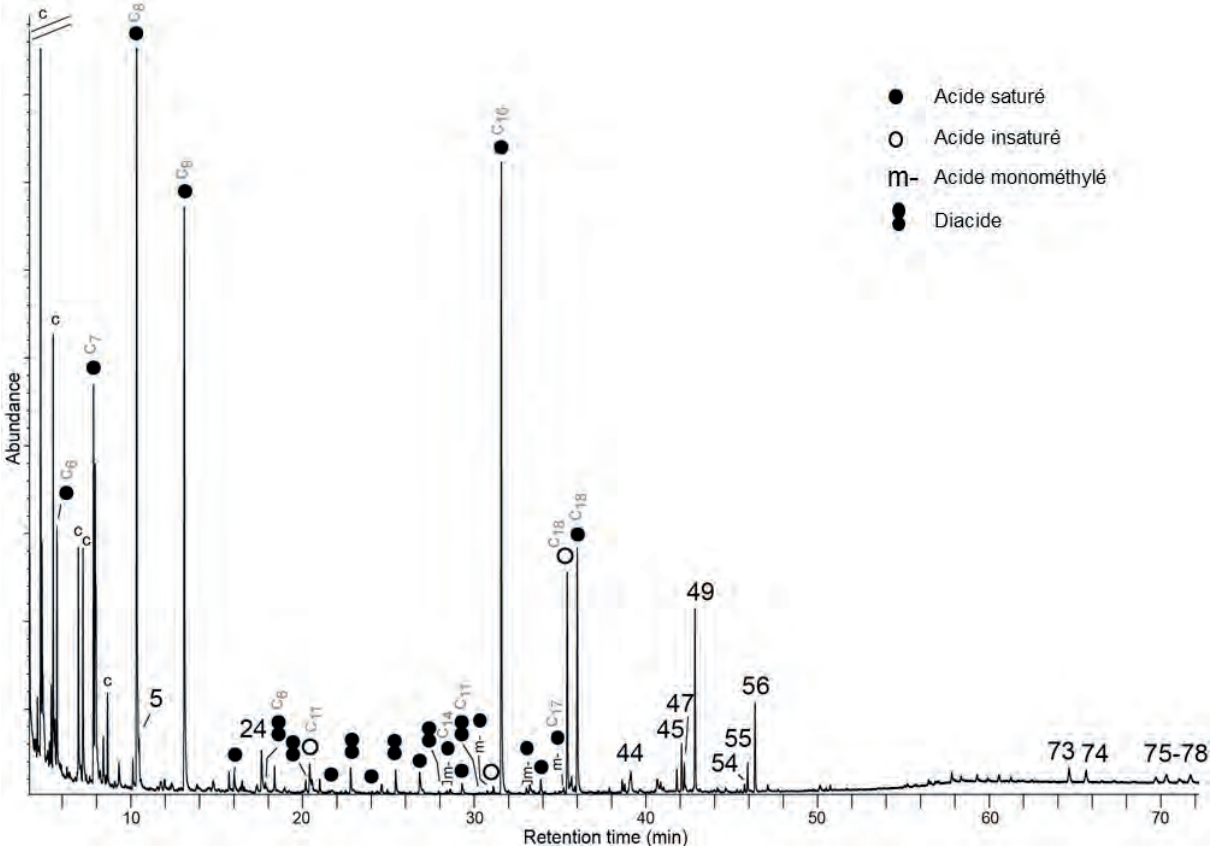



**Figure IV.68:** TIC de l'échantillon M2 II (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

#### 4.4.1.3. 2012J II (Figure IV.69)

Les acides gras sont bien représentés dans l'extrait lipidique de cet échantillon. Les insaturés $C_{18:0}$, $C_{16:0}$, $C_{8:0}$ et $C_{14:0}$ en particulier sont dominants, mais la série va de $C_6$ à $C_{26}$ malgré l'absence de quelques acides longs impairs. Des acides insaturés de $C_{16:1}$ et $C_{18:1}$ et des acides méthylés entre $C_{13}$ et $C_{16}$ complètent ce groupe de composés. Une série discontinue d'alcools principalement pairs ($C_6$ à $C_{30}$) et une autre d'alcanes ($C_{16}$ à $C_{33}$) sont détectées dans une moindre mesure.

Les autres importants contributeurs de cet extrait sont des composés phénoliques (n° 19 et 25) et benzoïques (n° 30). Des monoacylglycérols (n° 49 et 56), des diacylglycérols (n° 73-75 et 77) et du glycérol (n° 5) sont également détectés. Un dérivé du naphtalène (n° 29) est à signaler. Du squalène (n° 58) ainsi que des stérols (n° 61 et 66) complètent cette liste.

#### 4.4.1.4. 2012I II (Figure IV.70

Les acides gras sont les principaux constituants de cet extrait, avec notamment une forte contribution des acides saturés $C_{14:0}$ à $C_{18:0}$. Les acides plus courts, notamment de $C_8$ à $C_{13}$, sont cependant non négligeables. Une série de diacides ($C_4$ à $C_{11}$) et une autre d'acides méthylés ($C_8$ à $C_{17}$), des insaturés ($C_{16:1}$et $C_{18:1}$), des oxoacides, deux monoacylglycérols (n° 49 et 56)et du glycérol(n° 5) sont également détectés.

Deux autres séries sont à signaler. Il s'agit d'une série d'alcools courts ($C_{10}$ à $C_{17}$) et d'une série discontinue de cétones ($C_{14}$ à $C_{17}$ puis $C_{29}$, $C_{31}$, $C_{33}$ et $C_{35}$). Enfin, notons la présence de deux lactones (n° 35 et 38) et de deux dérivés benzoïques (n° 4 et 17).

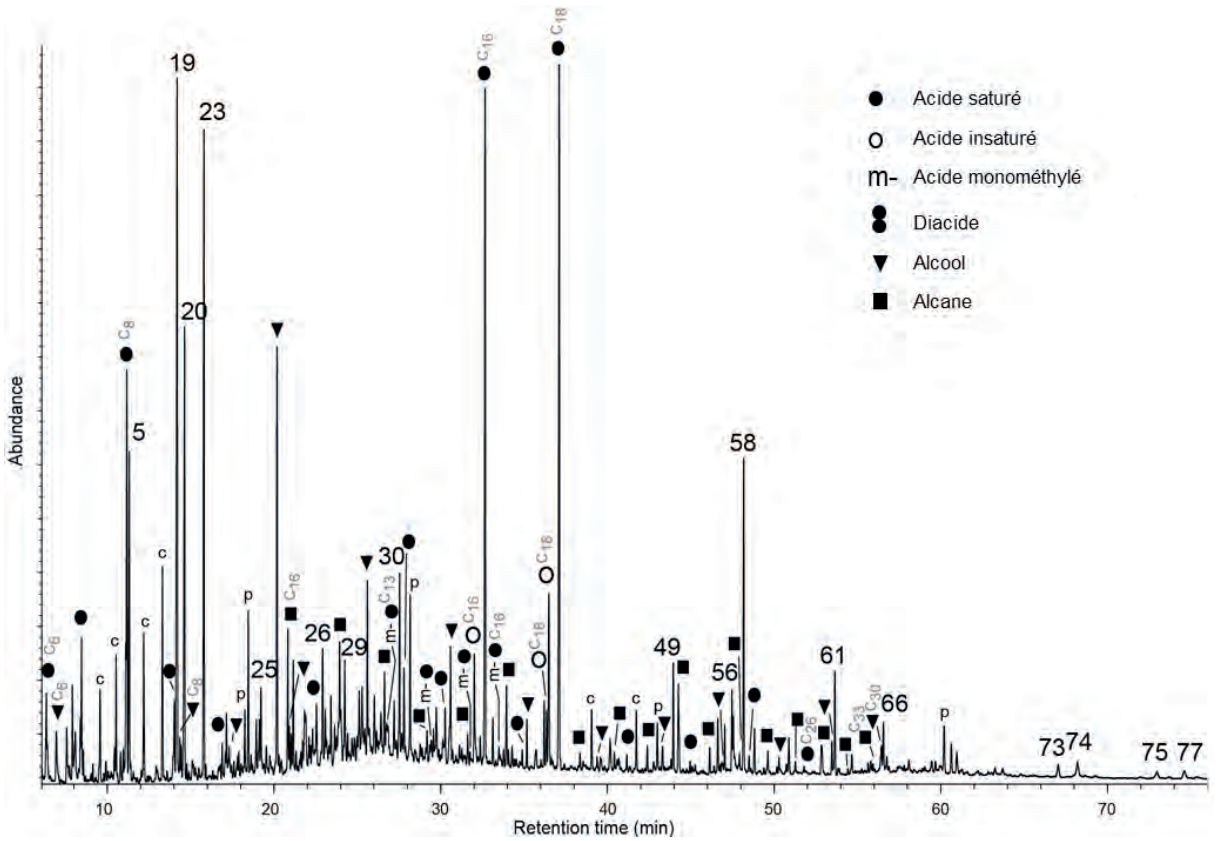



**Figure IV.69:** TIC de l'échantillon 2012J II (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

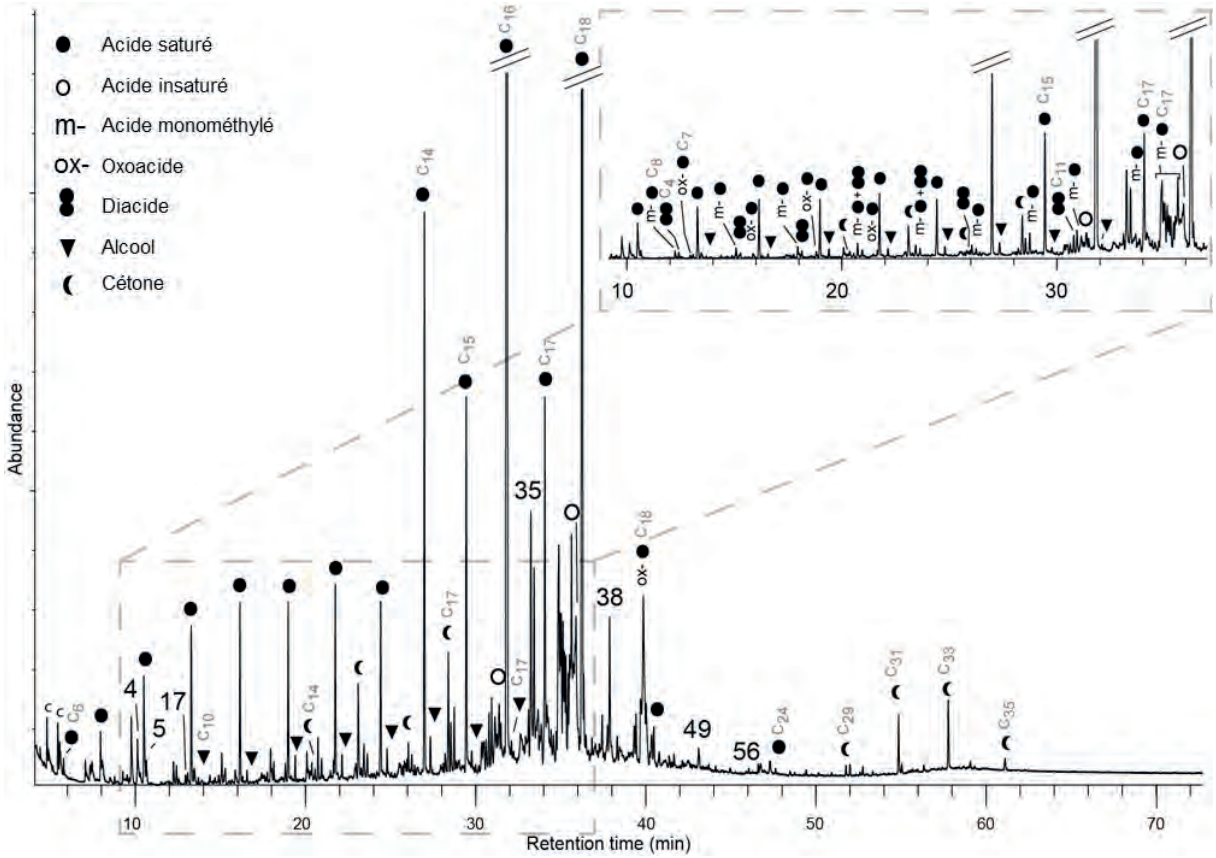



**Figure IV.70:** TIC de l'échantillon 2012I II (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

#### 4.4.1.5. 2012H II (Figure IV.71)

Les acides saturés $C_{18:0}$ et $C_{16:0}$ ainsi que l'insaturé $C_{18:1}$ dominent les composés détectés dans cet extrait. La contribution d'acides plus courts (notamment $C_{14:0}$, $C_{8:0}$et $C_{9:0}$) est également considérable. Des diacides ($C_4$ à $C_{11}$), des acides méthylés ($C_8$ à $C_{17}$) et des diacides méthylés ($C_8$ à $C_{10}$) sont présents ainsi qu'un oxoacide ($C_{18}$).

Des monoacylglycérols (n° 44, 47, 49 et 53-56), des diacylglycérols(n° 73-78) et du glycérol (n° 5) sont présents aux côtés de deux lactones (n°35 et 38). Enfin, une série d'alcools courts ($C_8$à $C_{17}$) et deux cétones ($C_{15}$ et $C_{17}$) sont détectés.

#### 4.4.1.6. 2014 I (Figure IV.72)

Comme pour l'échantillon de contrôle M1, la faible teneur en lipide a nécessité une reconcentration de l'extrait afin d'obtenir un chromatogramme exploitable. Cet extrait est environ deux fois plus concentré que ceux habituellement analysés directement après extraction.

Hormis des polluants (phtalates notamment) présents en forte quantité, ce sont les acides saturés $C_{18:0}$ et $C_{16:0}$ qui dominent cet extrait. Ces acides forment une série discontinue de $C_6$ à $C_{18}$ et sont accompagnés par les insaturés $C_{18:1}$et$C_{16:1}$ et un unique diacide ($C_9$). Deux séries incomplètes d'alcools principalement pairs ($C_{12}$ à $C_{28}$) et de n-alcanes impairs ($C_{21}$ à $C_{33}$) sont également détectées.

Des monoacylglycérols (n° 44, 49 et 56), des diacylglycérols (n° 74 et 78), du glycérol (n° 5), du squalène (n° 58) et deux stérols (n° 61 et 66) sont à signaler. Deux hétérocycles azotés (n° 3 et 6) sont également identifiés.

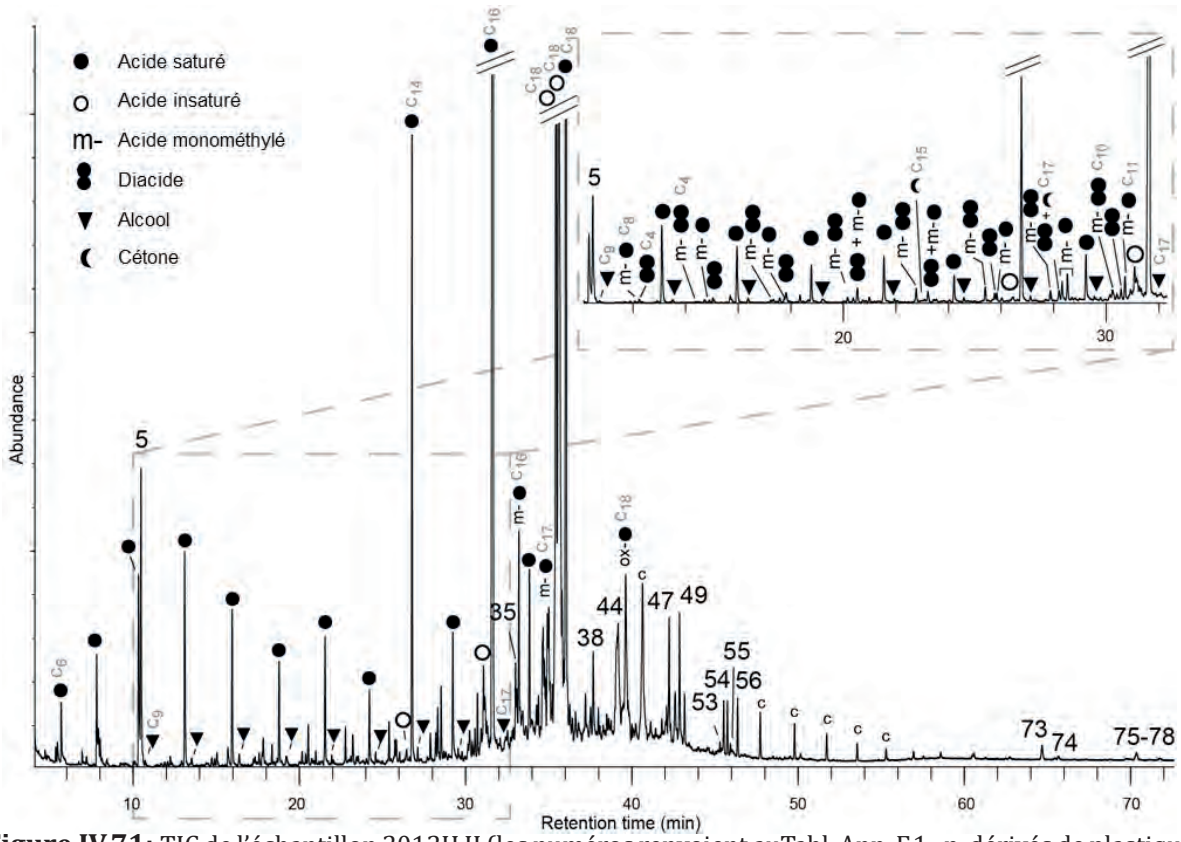



**Figure IV.71:** TIC de l'échantillon 2012H II (les numéros renvoient auTabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

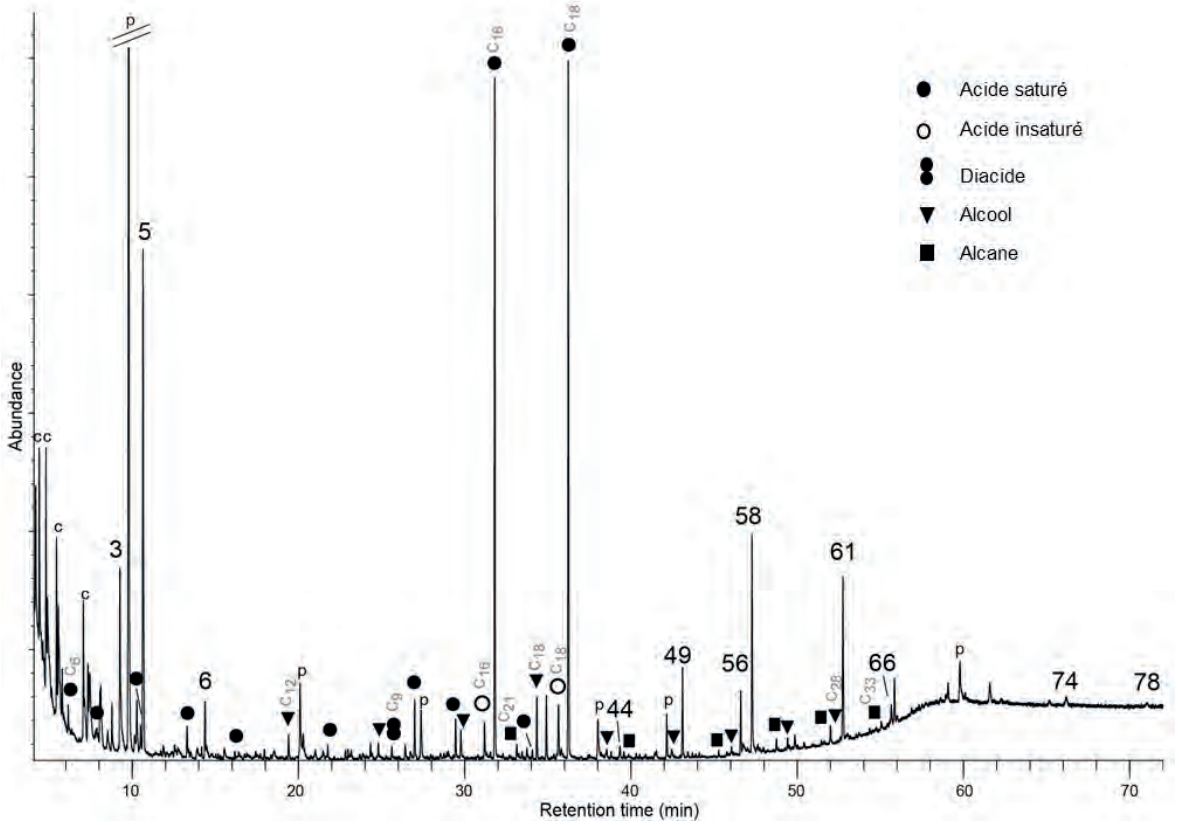



**Figure IV.72:** TIC de l'échantillon 2014 I (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

#### *4.4.1.7. 2014 IIa (Figure IV.73)*

L'extrait de cet échantillon est dominé par des acides saturés $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$ ainsi que les insaturés $C_{18:1}$(cis et trans). Dans une moindre mesure, les acides $C_{14:0}$, $C_{8:0}$, $C_{9:0}$et $C_{16:1}$ sont également bien représentés. Quelques acides méthylés ($C_{14}$ à $C_{16}$) ainsi que des alcools courts ($C_{12}$ à $C_{16}$) sont à signaler.

Des monoacylglycérols (n° 44, 47, 49, 55 et 56), des diacylglycérols (n° 73-78) et du glycérol (n° 5) sont présents ainsi que du cholestérol (n° 61) et du squalène (n° 58).

Des composés phénoliques (n° 7 et 25) et benzoïques (n° 4 et11) sont identifiés. Notons aussi la présence de deux lactones (n° 35 et 38). Un hétérocycle et un composé aromatique azotés (n° 9 et 10) ont également été détectés.

#### *4.4.1.8. 2014 IIb (Figure IV.74)*

Dans cet extrait, les composés détectés correspondent en premier lieu aux acides gras saturés ($C_{16:0}$, $C_{18:0}$ et $C_{14:0}$) et insaturés ($C_{18:1}$ et $C_{16:1}$). Les acides gras saturés de chaînes plus courtes ($C_5$ à $C_{13}$) sont également abondants dans cet échantillon, de même que des monoacylglycérols (n° 44, 49, 55 et 56), des diacylglycérols (n° 59 et 71-78), le glycérol (n° 5) et le cholestérol (n° 61). Dans une moindre mesure, une série d'alcools ($C_8$ à $C_{16}$), plusieurs acides méthylés ($C_{13}$ à $C_{17}$) et des diacides ($C_6$ à $C_{9,}$ $C_{11}$) sont également observés.

Des dérivés benzéniques (n° 14) et benzoïques (n° 4 et 13) sont à signaler. Plusieurs lactones (n° 31, 35 et 38) ainsi qu'une cétone courte ($C_{15}$) sont retrouvées. Enfin, plusieurs hétérocycles azotés (n° 1 et 2) et un nitrile (n° 32) ont également été détectés.

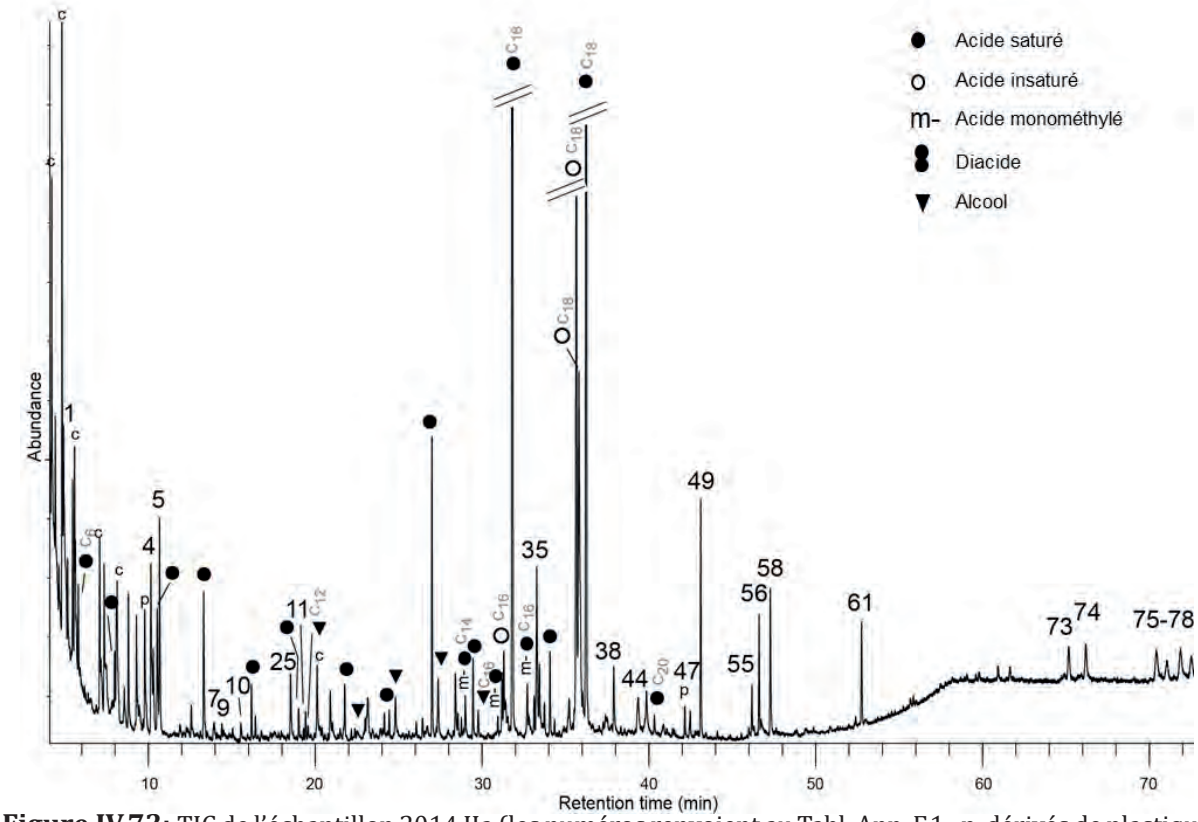



**Figure IV.73:** TIC de l'échantillon 2014 IIa (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

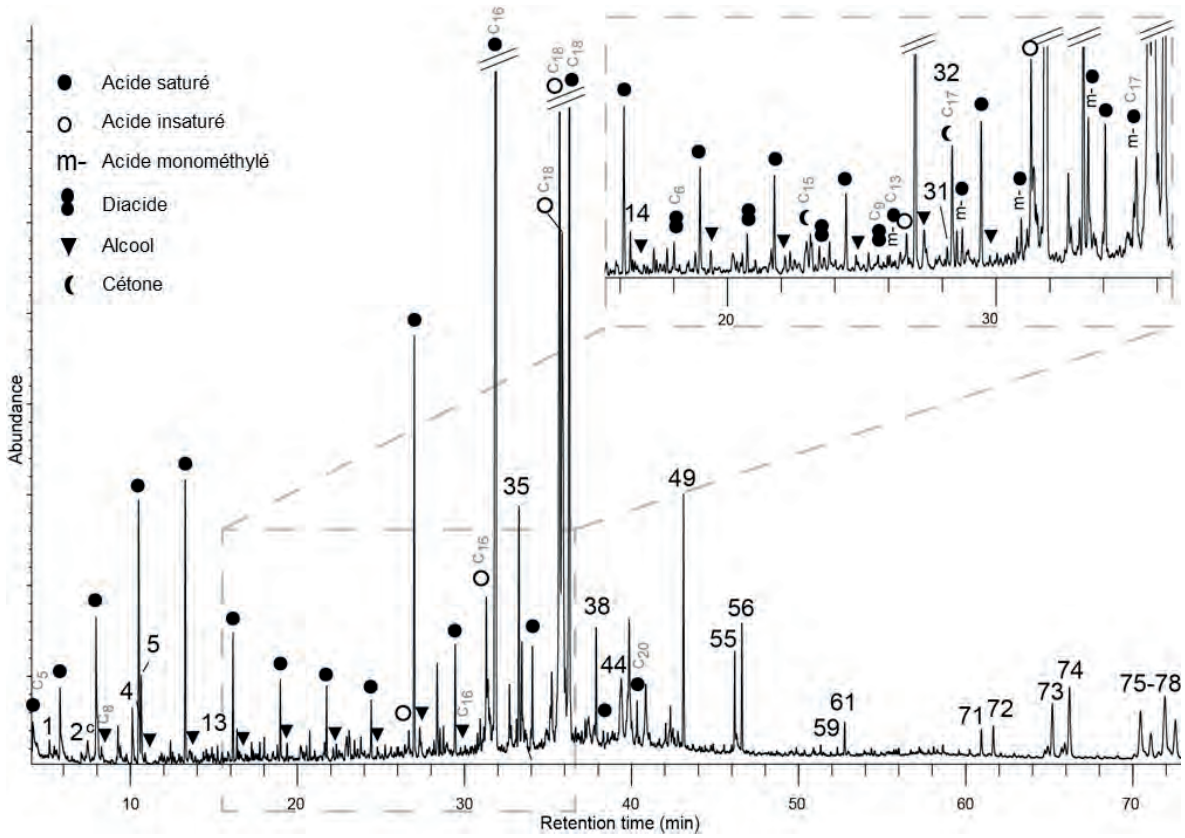



**Figure IV.74:** TIC de l'échantillon 2014 IIb (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

#### *4.4.1.9. 2014 IIc (Figure IV.75)*

Les polluants sont malheureusement abondants dans cet extrait (phtalates, squalène ?, etc.).

L'acide benzoïque (n° 4) est ensuite le principal contributeur suivi par les acides gras saturés $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$. Une série discontinue d'acides gras saturés ($C_6$ à $C_{18}$), des acides insaturés ($C_{16:1}$ et $C_{18:1}$) et quelques diacides sont observés. Plusieurs monoacylglycérols (n° 49 et 56), du glycérol (n°5), du squalène (n° 58), du cholestérol (n°61) et du sitostérol (n° 66) sont également détectés. De rares alcools ($C_{18}$ et $C_{20}$), un dérivé benzénique (n° 14) et un dérivé du naphtalène (n° 28) sont aussi identifiés.

De nombreux composés azotés sont également à signaler avec en particulier des hétérocycles (n° 1, 3, 6 et 16) et un aromatique (n°10).

#### *4.4.1.10. 2014 IId (Figure IV.76)*

Les acides gras saturés ($C_{16:0}$, $C_{18:0}$ et $C_{14:0}$) et insaturés ($C_{18:1}$ et $C_{16:1}$) sont les principaux contributeurs de cet extrait. Des acides saturés plus courts ($C_5$ à $C_{15}$) ainsi que deux acides plus longs ($C_{19}$ et $C_{20}$) sont également détectés. Une petite série de diacides ($C_5$ à $C_9$) et quelques acides monométhylés ont été repérés avec plusieurs monoacylglycérols (n° 47, 49 et 54-56), des diacylglycérols (n° 73-77 et 79), du glycérol (n° 5) et du cholestérol (n° 61).

Des composés benzoïques (n° 4 et 13), phénoliques (n° 12) et azotés sont également détectés. Ces derniers correspondent en particulier à des amines (n° 37, 42 et 43), des nitriles (n° 32 et 34) et à un composé hétérocyclique (n° 1). Notons enfin la présence de lactones (n° 35 et 38).

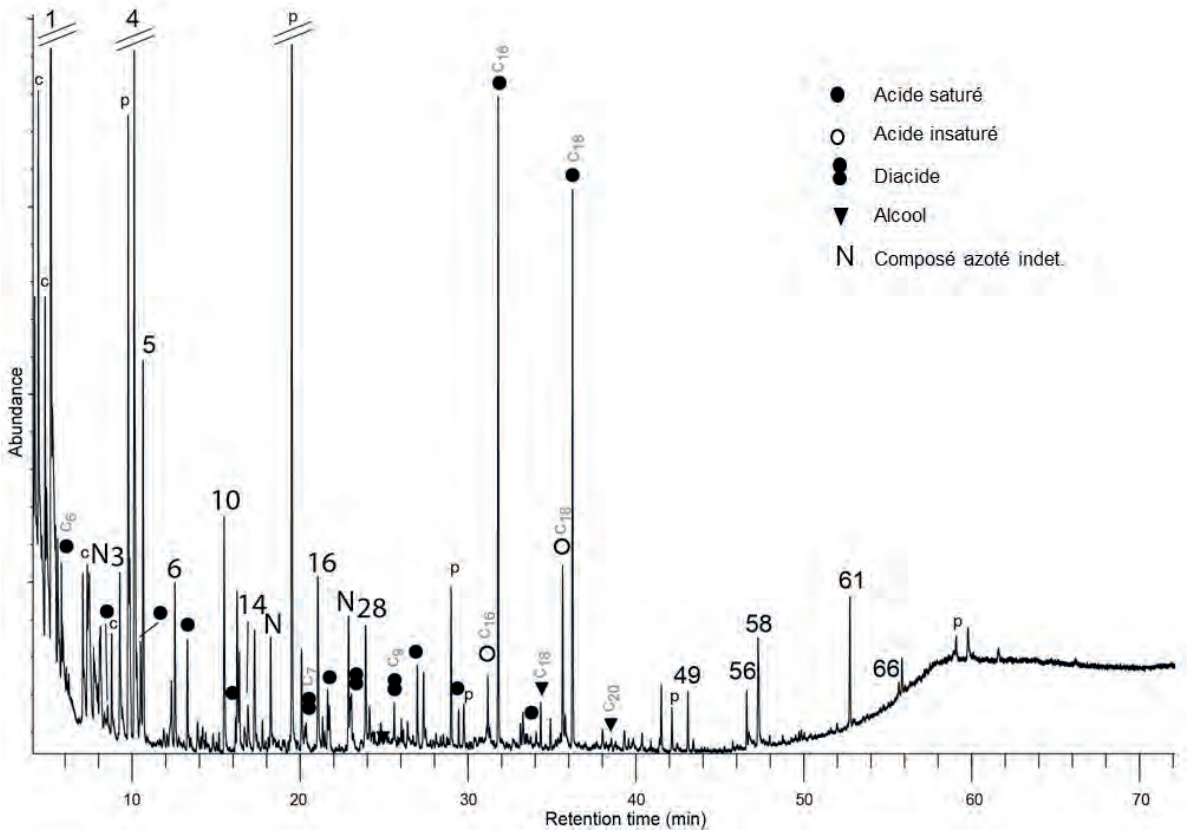



**Figure IV.75:** TIC de l'échantillon 2014 IIc (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

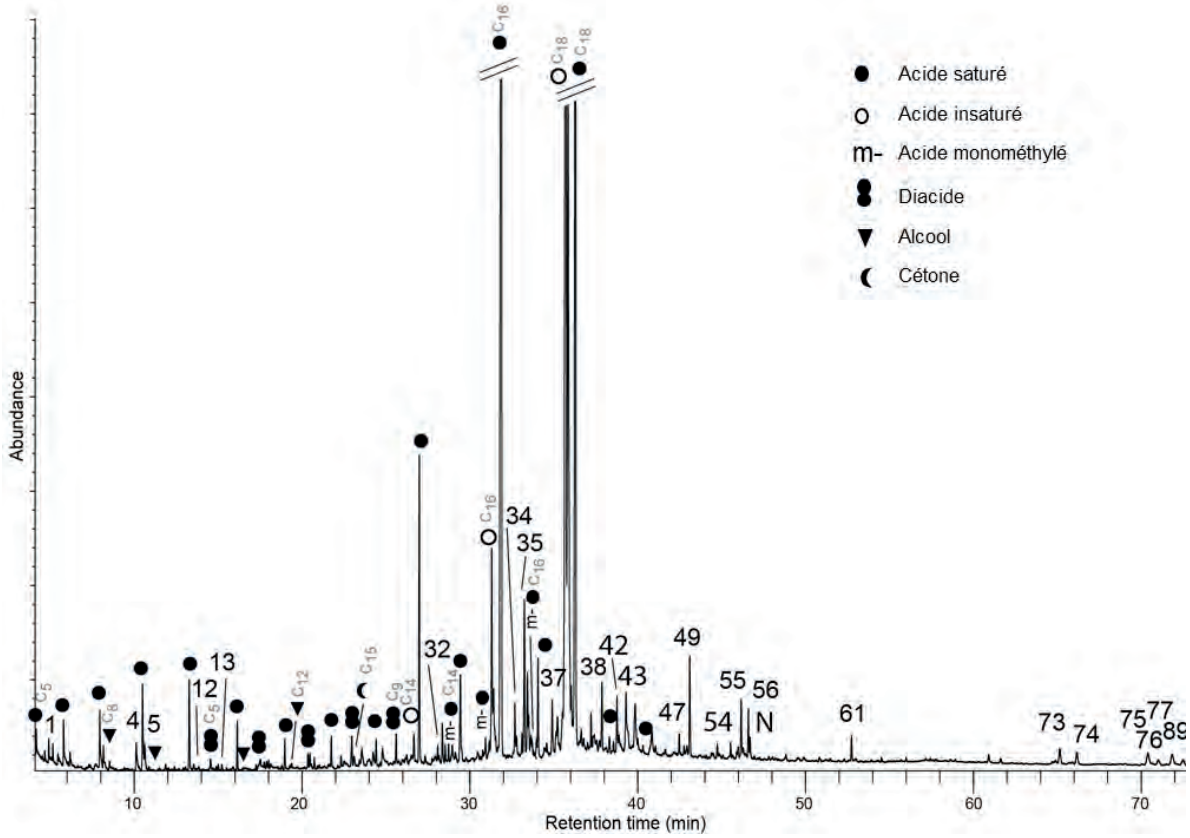



**Figure IV.76:** TIC de l'échantillon 2014 IId (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

### 4.4.2. Bilan de l'approche qualitative

#### 4.4.2.1. Bruit de fond des échantillons témoins

Les deux échantillons servant de témoins (M1 et 2014 I) ont livré un signal relativement diversifié, mais ténu. Dans les deux cas, seule une plus forte concentration des extraits a permis d'obtenir des chromatogrammes exploitables. Le bruit de fond lipidique du substrat des expérimentations semble donc minime.

D'un point de vue qualitatif, ce sont principalement des composés aliphatiques, et notamment des acides gras, qui sont détectés aux côtés de produits de la dégradation des triacylglycérols. Des stérols (cholestérol et phytostérols) sont également fréquents. Comme cela est développé plus loin, ces composés renvoient à une matière organique naturellement présente dans les sols et très probablement issue de MO végétale et/ou bactérienne, bien que la plupart d'entre eux soient relativement ubiquistes. Notons que dans 2014 I, de rares composés (un diacide $C_9$ et quelques alcools courts par exemple) évoquent des composés retrouvés dans les échantillons clairement affectés par nos expérimentations. Il est cependant difficile de dire s'il s'agit là du véritable signal « naturel » de cet échantillon de contrôle ou bien d'une contribution de l'expérimentation et donc d'une contamination.

#### 4.4.2.2. Éléments non diagnostiques

D'un point de vue qualitatif, la forte contribution des acides saturés $C_6$ à $C_{18}$, dominés par $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$, et la présence d'acides monométhylés sont récurrentes dans chacun de nos échantillons et ne constituent donc pas à proprement parler une signature spécifique. Nous verrons cependant plus loin (Cf. Partie IV.4.4.3) que leur distribution peut être porteuse de sens. Leur présence peut aussi bien signaler une MO issue de la biomasse végétale, qu'animale et/ou microbienne.

La présence de cholestérol est, elle aussi, systématique. En raison de son occurrence dans les tissus animaux, celui-ci est fréquemment considéré comme un marqueur de MO animale (Christie, 2014). Cependant on ne peut pas totalement exclure une origine fongique ou bactérienne (Huang et Meinschein, 1976 ; Volkmann, 2005 ; Christie, 2014), et ce composé n'est donc pas véritablement diagnostique.

Les acides monométhylés $C_{15}$ et $C_{17}$ sont souvent considérés comme des marqueurs de MO d'origine fongique et/ou bactérienne (Saiz-Jimenez and De Leeuw, 1986 ; Dudd *et al.*, 1998 ; Kanthilatha *et al.*, 2014 ; Spangenberg *et al.*, 2014). Cependant d'autres travaux (Dudd *et al.*, 1999 ; Christie, 2014) ont montré qu'ils pouvaient être produits dans le système digestif de ruminant. Dans le cadre de nos expérimentations, cette seconde possibilité ne peut être totalement exclue.

Enfin la présence de squalène, un précurseur de nombreux stérols, peut avoir une origine naturelle. Il s'agit également d'un plastifiant fréquemment utilisé et présent naturellement sur la peau (Evershed, 1993 ; Grenacher et Guerin, 1994 ; Heron *et al.*, 2010). Dans la mesure où plusieurs échantillons ont livré des composés très clairement liés à des pollutions issues de plastique (phtalates), cette dernière hypothèse est donc difficile à écarter.

#### 4.4.2.3. *MO végétale*

La présence de phytostérols relativement communs que sont le sitostérol et le stigmastérol et, dans un cas, de terpènes (taraxerone, α-amyrone et lupenone) renvoie clairement à la présence de MO végétale dans les échantillons de contrôle (M1 et 2014 I) ou impliquant l'utilisation de bois comme combustible (2012J et 2014 IIc ; Huang et Meinschein, 1976 ; Vilegas *et al.*, 1997; Mathe *et al.*, 2004 ; Simoneit, 2005 ; Hernández-Chávez *et al.*, 2012). Les composés aliphatiques de chaînes longues sont également fréquemment considérés comme des marqueurs de MO végétale. Ainsi, les alcanes, alcools (>$C_{17}$) et acides saturés (>$C_{18}$) des échantillons M1, 2012J, 2012I et 2014 IIa,b, c et d indiquent une présence claire de MO végétale. Dans le cas des alcanes il peut s'agir de composés issus de la cire épicuticulaire de divers végétaux (Spangenberg *et al.*, 2014) tandis que les alcools et les acides sont des composés plus ubiquistes de la dégradation de tissus végétaux (Evershed *et al.*, 1999 ; Poirier *et al.*, 2005 ; Knicker *et al.*, 2013).

Différents dérivés phénoliques et acides benzoïques retrouvés dans les échantillons 2012I, 2012J et 2014 IIa, b, c et d sont des sous-produits de la dégradation de la lignine (Simoneit *et al.*, 1993 ; Quénéa *et al.*, 2004 ; Simoneit, 2005 ; Regert *et al.*, 2006 ; Shadkami et Helleur, 2010). Dans la mesure où ils sont retrouvés exclusivement dans nos expérimentations impliquant l'utilisation de bois, ils peuvent être considérés, à la suite d'autres travaux (March *et al.,* 2014), comme des marqueurs de la contribution de ce type de combustible.

#### 4.4.2.4. *MO végétale thermo-altérée*

La présence d'HAP dans l'extrait de 2012J et de 2014 IIc peut être interprétée comme le résultat d'une carbonisation poussé de MO (Simoneit *et al.*, 1993 ; Knicker *et al.*, 2005 ; Kaal *et al.*, 2009 ; Alexis *et al.*, 2012 ; De la Rosa *et al.*, 2012). Leur présence dans les échantillons ayant impliqué l'usage de bois comme combustible laisse penser qu'il s'agirait donc de la trace de la carbonisation de ce type de matière. Dans les échantillons 2014 IIa, b et c la présence de dérivés benzéniques peut également être interprétée dans ce sens, car ils se retrouvent fréquemment dans les produits de la combustion du bois (Schauer *et al.*, 2001). Par ailleurs, l'absence de prédominance marquée des alcanes de chaînes impaires dans ces échantillons peut également être vue comme l'indice d'une altération thermique de MO ligneuse (Eglinton et Calvin, 1967 ; Wiesenberg *et al.*, 2009 ; De la Rosa *et al.*, 2012 ; March *et al.,* 2014).

#### 4.4.2.5. *MO animale*

Dans les expérimentations impliquant l'utilisation d'os ou de viande (M2, 2012H, 2012I et 2014) la présence de l'acide insaturé $C_{18:1}$ parmi les principaux contributeurs des extraits lipidiques est en accord avec son statut bien établi de marqueur de MO animale (Malainey *et al.,* 1999a ; Nieuwenhuyse *et al.*, 2015). Plusieurs autres composés reflètent la présence de graisse altérée par hydrolyse ou oxydation. Les contributions d'acides saturés de courtes chaînes ($C_8$ et $C_9$ en particulier), de diacides ($C_4$ à $C_{11}$), de (di)hydroxy-acides ou d'oxo-acides peuvent ainsi être attribuées à la dégradation d'acides insaturés, éventuellement d'origine animale dans les échantillons M2, 2012H, 2012J et 2014 (Wexler, 1964 ; Mills, 1966 ; Takatori *et al.*, 1986 ; Erhardt, 1998 ; Van Den Berg *et al.*, 2002 ; Rontani et Aubert, 2008). Il est également possible que le MAG 1-Monomyristin, et les autres dérivés de triacylglycérols, renvoient à la contribution de graisse

animale dans les échantillons des expérimentations impliquant de l'os ou de la viande (Nolte *et al.*, 1999). Toutefois le caractère ubiquiste de ces composés, qui par ailleurs sont pour beaucoup identifiés dans les contrôles, incite à la prudence.

#### *4.4.2.6. MO animale altérée thermiquement*

Dans les échantillons des expérimentations ayant impliqué la chauffe d'os (2012I et 2012H), la présence de diacides monométhylés courts ($C_4$ à $C_{10}$) et les alcools courts (< $C_{17}$) semblent correspondre à des marqueurs de l'altération thermique de MO animale, bien que peu de références existent (Nawar, 1989 ; Rogge *et al.*, 1991 ; Evershed *et al.*, 2002). Dans ces échantillons et dans ceux de l'expérimentation 2014 (2014 IIa, b, c et d), des γ-lactones et des cétones sont également détectés. Ce sont des marqueurs fréquemment mentionnés dans le cadre d'altération thermique de graisse et de viande (Nawar, 1969 ; Rogge *et al.*, 1991 ; Evershed *et al.*, 1995, 2002 ; Raven *et al.*, 1997 ; Schauer *et al.*, 1999 ; Lucquin, 2007 ; Belitz *et al.*, 2009).

Dans le cas de l'expérimentation 2014, des composés azotés, notamment des nitriles, des amides ainsi que des aromatiques ou des hétérocycliques (dérivés de la pyrimidine, benzamide, etc.) ont été détectés dans les extraits des échantillons 2014 IIa, b, c et d. Ces types de composé sont relativement peu fréquemment documentés et/ou considérés dans le domaine des résidus archéologiques dans la mesure où ils sont supposés avoir un faible potentiel de conservation (*e.g.* Eglinton et Logan, 1991 ; Evershed et Tuross, 1996 ; Peters *et al.*, 2005 ; Pollard *et al.*, 2007). Cependant, et malgré leur occurrence possible en lien avec de la MO végétale thermoaltérée (Makou *et al.,* 2009) ou des plastifiants (Grosjean et Logan, 2007), dans la mesure où nous ne les avons observés que dans les échantillons de l'expérimentation 2014, nous pensons qu'ils peuvent être considérés ici comme de bons marqueurs de MO animale, en particulier de viande, thermoaltérée (*e.g.* Nawar, 1989 ; Simoneit, 2002 ; Simoneit *et al.,* 2003 ; Cascarosa *et al.*, 2011 ; Berruti *et al.,* 2012 ; Rono *et al.*, 2017). Les nitriles et amides peuvent par exemple se former par l'altération thermique d'acides gras en présence d'azote (Simoneit *et al.*, 2003). Malgré tout, la reconnaissance de ces composés azotés à partir des extraits lipidiques demanderait à être précisée, éventuellement par des analyses complémentaires (*e.g.* Leinweber *et al.,* 2013).

#### *4.4.2.7. Synthèse*

Sans minimiser l'existence du bruit de fond naturel, en grande partie imputable à de la MO d'origine végétale inhérente aux sédiments constituant le substrat de nos expérimentations, plusieurs signatures spécifiques aux expérimentations effectuées se sont dégagées (Tableau IV.17).

En premier lieu, dans les foyers ayant fonctionné avec du bois une augmentation du nombre de composés marquant la présence de MO végétale très probablement imputable au combustible est observée (2012J, 2012I et 2014 IIa, b, c et d). Il s'agit en particulier d'acides benzoïques et de dérivés du phénol qui sont de bons marqueurs de la dégradation de la lignine. Dans le cas des foyers 2012J et 2014, ceux-ci sont accompagnés d'HAP et de dérivés benzéniques qui peuvent être considérés comme résultant de la carbonisation de MO végétale.

Dans les foyers ayant fonctionné avec de l'os (2012H et 2012I), de la viande (2014) et dans l'expérimentation M2 (MO os sans chauffe), plusieurs groupes de composés correspondent à de la MO animale, notamment de la graisse plus ou moins altérée. Il s'agit en particulier de l'acide insaturé $C_{18:1}$ et de diacides. Dans les foyers plus spécifiquement, plusieurs types de composés

reflètent l'altération thermique de la MO animale : γ-lactones et des cétones en particulier. La formation de diacides monométhylés courts ($C_4$ à $C_{10}$) et d'oxo-acides semble participer du même phénomène.

Le foyer ayant impliqué l'utilisation de bois et d'os (2012I) livre logiquement à la fois des marqueurs de MO végétale et de MO animale. Le même mélange est observé pour les échantillons 2014. Notons toutefois que dans l'échantillon 2014 IIa (sédiment rubéfié uniquement) la signature MO animale est plus ténue que dans les échantillons de sédiments noircis (2014 IIb, c et d).

Enfin, notons que dans les échantillons 2014 IIa, b, c et d des composés azotés ont été détectés et peuvent potentiellement correspondre à des marqueurs de MO animale, de viande thermoaltérée notamment.

| | **Contrôles** | | **Foyer bois** | **MO os +sol** | **Foyer OS** | **Foyer Os+bois** | **Foyer bois+viande** | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | **M1** | **2014 I** | **2012J** | **M2 II** | **2012H II** | **2012I II** | **2014 IIa** | **2014- IIb, c et d** | |
| *Acides saturés >$c_{18}$* | X | | X | | | X | X | X | **MO végétale** |
| *n-alcools >$c_{17}$* | X | X | X | | | | | | |
| *n-alcanes* | X | X | X | | | | | | |
| *Phytostérols* | X | X | X | | | | | X | |
| *Terpènes* | X | | | | | | | | |
| *Acides benzoïques* | | | X | | | | X | X | |
| *Composés phénoliques* | | | X | | | X | | X | |
| *Benzene derivatives et naphtalenes* | | | X | | | | X | X | **MO végétale thermo altérée** |
| *Diacides* | | (x) | | X | X | X | | X | **MO animale** |
| *(Di)hydroxy-acides* | | | | X | | | | | |
| *Diacides monomethyles <$c_{10}$* | | | | | X | | | | **MO animale faiblement altérée** |
| *Oxo-acides* | | | | | X | X | | | |
| *Acides monomethylés <m-$c_{12}$* | | | | | X | X | | | **MO animale thermo altérée** |
| *n-alcools <$c_{17}$* | | (x) | | | X | X | X | X | |
| *Cétones* | | | | | X | X | | X | |
| *y-lactones* | | | | | X | X | X | X | |
| *Amines / nitriles* | | | | | | | | X | |
| *Composés aromatiques azotés* | | (x) | | | | | X | X | |

**Tableau IV.17:** Synthèse des principaux marqueurs identifiés par CG-SM dans les extraits lipidiques issus des expérimentations.

### *4.4.3. Distribution des acides gras*

À partir des outils rappelés en Partie III.3.3.2, les distributions des acides gras des échantillons de contrôle et expérimentaux sont considérées ici afin d'évaluer deux aspects : l'état de la MO et son origine. Après avoir présenté les résultats propres à cette étude (cf. *infra*), une courte revue critique de cette approche est livrée à partir de données issues de la littérature (cf. Partie IV.4.4.3.3). Enfin, les résultats obtenus sont discutés au regard de cette revue (Partie IV.4.4.4).

#### *4.4.3.1. Distribution générale des acides gras des échantillons expérimentaux*

Les détails des distributions et des valeurs calculées pour leur analyse sont regroupés dans l'Annexe B.

La distribution des acides dans chacun des échantillons est très variable. D'un point de vue global, les acides détectés sont principalement compris entre $C_6$ et $C_{18}$, avec une contribution majoritaire des acides saturés et insaturés en $C_{16}$ et $C_{18}$ (Figure IV.77).

Cependant, quelques différences significatives méritent d'être notées. En effet, en fonction du type d'expérimentation l'abondance de certains acides semble sensiblement modifiée. Ainsi, dans le cas des expérimentations de foyer impliquant principalement de l'os (2012H) ou de la cuisson de viande (2014), les isomères de $C_{18:1}$ sont particulièrement présents (par exemple 31% pour 2012H II et 38.7% pour 2014 IId) ce qui semble indiquer une forte contribution de graisses animales (Malainey *et al.,* 1999a ; Nieuwenhuyse *et al.*, 2015). Cependant, cet acide insaturé est notoirement instable, et donc peu susceptible d'être préservé même à très court terme. Par exemple, même au sein des différents échantillons du foyer 2014 (IIa, b, c et d), son abondance est déjà très fluctuante (entre 11.9 et 38.7%).

Dans l'extrait de l'expérimentation M2, les acides saturés courts ($C_6$-$C_8$) représentent près de 57.4% de l'ensemble des acides détectés. Il s'agit très probablement du résultat d'une forte dégradation des acides insaturés présents dans la graisse issue des os fragmentés (Van Den Berg *et al.*, 2002 ; Rontani and Aubert, 2008 ; Malainey, 1997). Cela expliquerait la relativement faible contribution de $C_{18:1}$ (7.4%) contrairement à ce qui peut être attendu dans de la moelle fraîche (53% d'après Malainey *et al.,* 1999, mais où les acides < C9 ne sont pas détectés/mentionnés ; cf. Partie IV.4.4.3.3).

Enfin, on peut également noter que c'est dans l'expérimentation ayant eu comme combustible unique le bois (2012J) que la présence d'acide long (> $C_{18}$) est la plus marquée (4.6%), ce qui est cohérent avec la présence de composés principalement liés à de la MO d'origine végétale (Evershed *et al.*, 1999 ; Poirier *et al.*, 2005 ; Oros et Simoneit, 2001 ; Simoneit, 2002). Il faut cependant remarquer que dans cet échantillon la contribution des acides saturés courts entre $C_6$ et $C_{10}$ est relativement importante (23.7%).

Cette approche de la distribution des acides dans nos extraits est volontairement sommaire. En effet, plusieurs freins nous semblent devoir modérer ce type d'approche. En premier lieu, notre échantillonnage n'est pas suffisamment étendu pour une véritable approche statistique, et il serait souhaitable de disposer de réplicats de chaque type d'expérimentation. En second lieu, les valeurs présentées sont dépendantes à la fois du rendement de l'extraction (non contrôlé ici), de

la détection et de la précision de l'intégration des résultats. Sur ces aspects analytiques un travail de fond avec plus d'échantillons et de réplicats ainsi que l'utilisation de standards semblerait également utile pour obtenir des données plus fiables.

Afin d'objectiver ces observations, les différents outils présentés précédemment (cf. Partie III.3.3.2)ont été appliqués pour mieux cerner les tendances au sein de nos échantillons. Ces résultats sont livrés tels qu'ils ont été obtenus et en suivant les principes d'interprétation indiqués par leurs auteurs (rappelés sur chaque diagramme). La discussion sur l'applicabilité de ces outils et sur leur utilisation dans le contexte de ce travail, livrée après comparaison avec les données de la littérature, tempère ces résultats et doit impérativement être prise en compte pour les commenter.

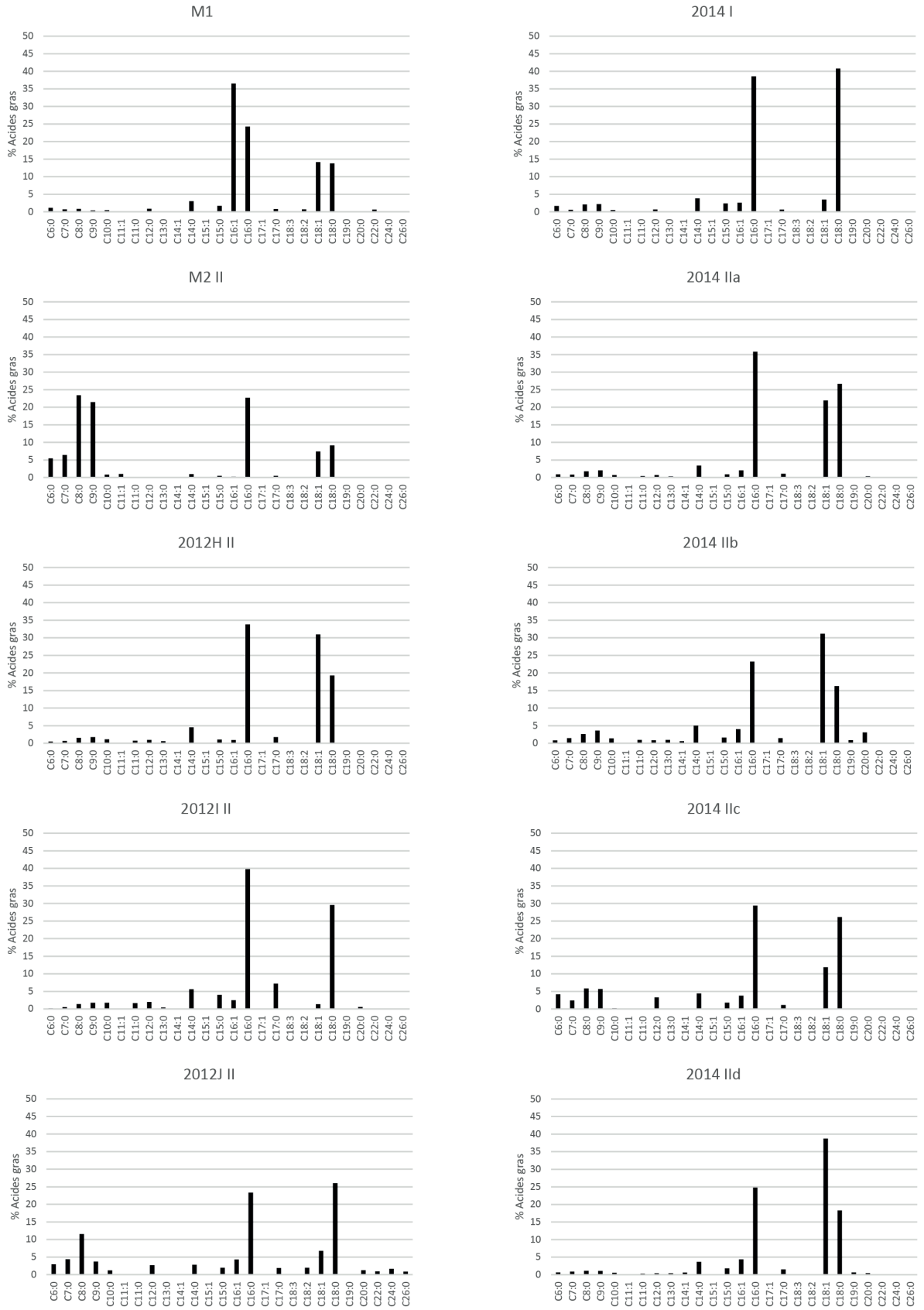



**Figure IV.77:** Abondances relatives des acides gras des échantillons expérimentaux. Les valeurs expriment des % des acides gras totaux de chaque extrait lipidique (cf. Annexe B).

#### 4.4.3.2. *État et origine de la MO*

- *CPI court ($C_{13-19}$ ; Figure IV.78)*

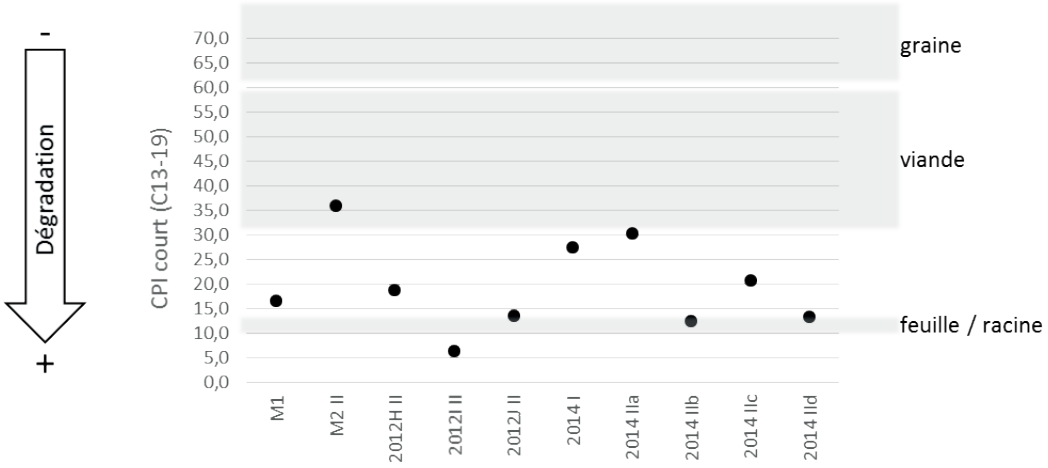



**Figure IV.78:** Carbon Preference Index des acides courts ($C_{13-19}$). La flèche indique la tendance attendue pour la dégradation (Cooper et Bray, 1963) et les zones grisées les propositions d'attribution d'origine de Lucquin (2007) à partir de son corpus expérimental.

Le CPI que nous avons employé ($C_{13-19}$) livre des valeurs hétérogènes (3.6 à 36.1) ce qui semble à la fois résulter de degrés de maturation variables, mais sans doute surtout de sources de MO très différentes (Lucquin, 2007). Notre échantillon témoin M1 donne une valeur de 16.7, ce qui peut correspondre à une MO végétale (racine ou feuilles) dégradée (Lucquin, 2007). Toutefois nous remarquons que l'échantillon sous-jacent au foyer 2014 (2014 I) donne une valeur (27.6) très nettement supérieure ce qui indiquerait une MO bien moins dégradée ou une contribution d'origine animale. Dans le foyer à bois 2012 J, la valeur obtenue (13.8) semble elle aussi cohérente avec une MO végétale (Lucquin, 2007).

Dans le cas des expérimentations impliquant de la MO animale, que ce soit de la graisse/moelle osseuse ou de la viande, les variations de CPI sont cohérentes avec une diminution en lien avec un degré de dégradation plus élevé. En effet, dans le cas des expérimentations impliquant de l'os (M2), la MO n'ayant pas subi de thermoaltération donne une valeur de 36.1 (comparable aux données de Malainey, 1997 ; cf. Partie IV.4.4.3.3). Les deux foyers 2012H et 2012I donnent respectivement un résultat de 19 et 6.6, ce qui semble indiquer que dans le foyer ayant fonctionné avec une part importante de bois la dégradation de la MO animale a été plus marquée. Dans le foyer 2014, la valeur de l'échantillon prélevé en profondeur dans la sole rubéfiée (IIa) est relativement élevée (30.4), ce qui est compatible avec une MO animale peu dégradée (Lucquin, 2007). Les trois autres résultats (IIb, c et d) sont nettement plus bas (11.1, 20.8 et 12.2), ce qui semble aller dans le sens d'une dégradation de la MO animale nettement plus marquée en surface de la structure.

- *Ratio Long vs short chains (Figure IV.79)*

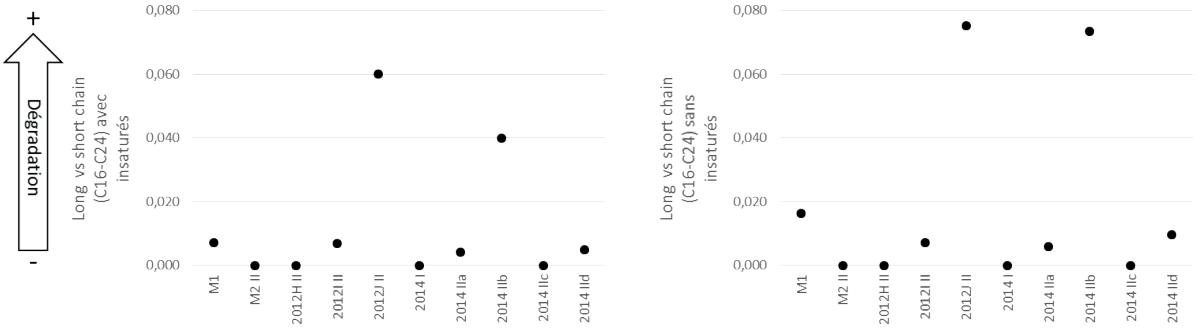



**Figure IV.79:** Ratios Long vs short chains (longs :$C_{20-24}$ ; short : $C_{16-19}$) calculés avec et sans les acides insaturés. La flèche indique la tendance attendue pour de la MO provenant de plantes fraîches ou d'origine microbienne/bactérienne (Wiesenberg *et al.*, 2010).

Ces ratios n'ont pu être calculés pour les quatre échantillons dépourvus d'acides > $C_{18}$ (Figure IV.77 et Figure IV.79). Les quatre échantillons livrant des valeurs relativement basses (M1, 2012I, 2014 IIa et d) sont compatibles avec une MO peu dégradée (Wiesenberg *et al.*, 2010). Les deux derniers échantillons (2012J et 2014 IIb) semblent quant à eux correspondre à une MO plus dégradée selon ces deux ratios.

Pour pallier l'absence d'acides longs dans certains échantillons, il a paru intéressant de modifier la gamme des longueurs de chaîne prises en compte comme cela a parfois été fait (*e.g.* Knicker *et al.*, 2013).Un ratio « Medium+long vs short chains » englobant les acides de longueurs de chaîne comprises entre $C_9$ et $C_{24}$ est proposé (Équation IV.1). Comme pour le ratio précèdent nous effectuons deux calculs, l'un prenant en compte les acides saturés et l'autre non (Figure IV.80). Le principe d'interprétation reste cependant le même en ce qui concerne la dégradation de la MO, une dégradation préférentielle des acides courts est attendue (Wexler, 1964 ; Mills, 1966 ; Erhardt, 1998 ; Van Den Berg *et al.*, 2002 ; Rontani et Aubert, 2008).Les valeurs basses sont donc censées correspondre à de la MO fraîche tandis que les valeurs plus élevées indiqueraient une MO plus dégradée.

$$\text{Medium + long vs short chains} = \sum(C_{16-24}) / \sum(C_{9-15})$$

**Équation IV.1:** Calcul du ratio Medium+long vs short chains.

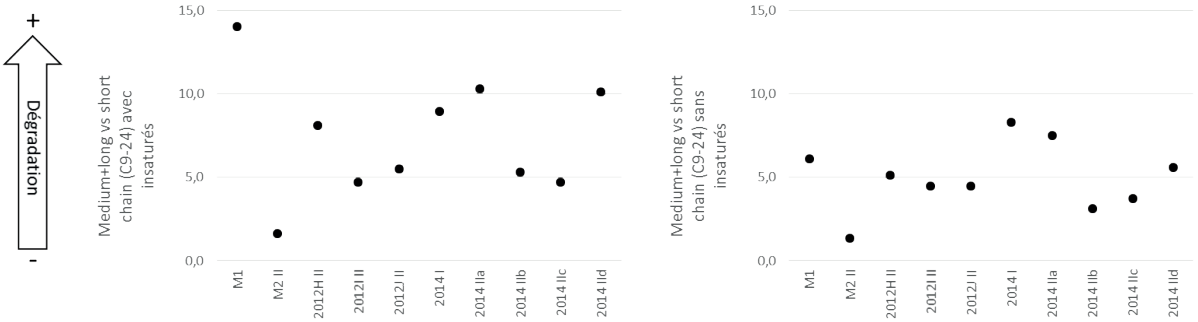



**Figure IV.80:** Ratios Medium+long vs short chains (medium + longs : $C_{16-24}$ ; short : $C_{9-15}$) calculés avec (à gauche) et sans les acides insaturés (à droite). La flèche indique la tendance attendue.

Avec cette méthode de calcul, tous les échantillons ont pu être analysés. Si l'on considère le calcul incluant les acides insaturés, quatre groupes se distinguent. L'échantillon M2 II a la valeur la plus basse et sa MO semble donc la moins dégradée. L'échantillon de contrôle M1, à l'inverse, a une valeur très haute ce qui indiquerait une MO très dégradée. Entre les deux, une série d'échantillons aux valeurs proches de 5 (2012I II, 2012J II, 2014 IIb et c) et une autre plus proche de 10 (2012H II, 2014 I, 2014 IIa et d) paraissent indiquer des degrés de dégradation modérés. Les mêmes tendances s'observent si l'on fait abstraction des acides insaturés, mais paraissent moins marquées. De plus, la dégradation de l'échantillon M1 paraît moins importante.

- *Estimation du degré d'insaturation (Figure IV.81)*

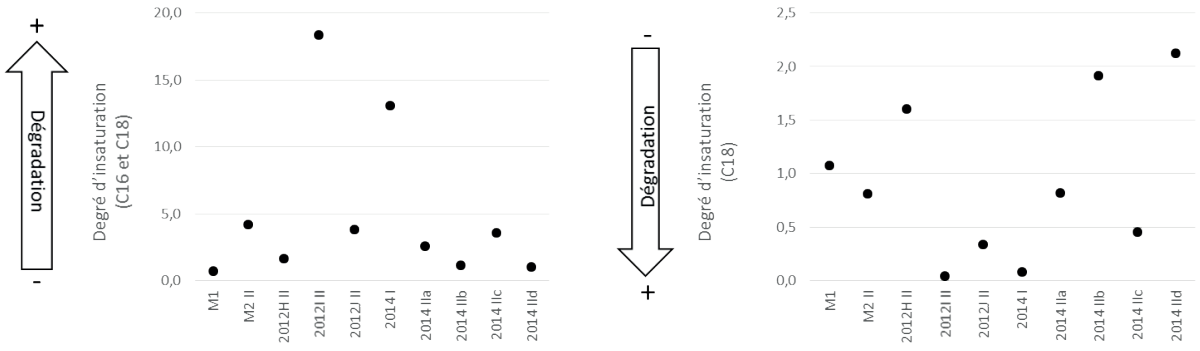



**Figure IV.81:** Estimations du degré d'insaturation en prenant en compte les acides $C_{16}$ et $C_{18}$ (à gauche) ou uniquement $C_{18}$ (à droite). Les deux flèches illustrent les tendances attendues (Wiesenberg *et al.*, 2010 et 2015).

À partir du calcul prenant en compte les acides $C_{16}$ et $C_{18}$, la majorité des échantillons paraît relativement peu dégradée (Wiesenberg *et al.*, 2015). Les échantillons 2012I II et 2014 I font figure d'exceptions avec des valeurs hautes du fait de leur faible teneur en acides insaturés.

Avec la seconde méthode de calcul prenant en compte uniquement les acides $C_{18}$, les différences sont nettement plus nombreuses. Trois échantillons (2012H II, 2014 IIb et d) aux valeurs supérieures à 1.5 paraissent peu dégradés tandis que quatre autres (2012I II, 2012J II, 2014 I et 2014 IIc), aux valeurs inférieures à 0.5, semblent l'être sensiblement plus (Wiesenberg *et al.*, 2010). Les trois échantillons restants, aux valeurs intermédiaires, doivent donc illustrer une dégradation modérée. Il faut cependant noter que les valeurs repères définies par Wiesenberg *et al.,* (2010) l'ont été dans le cas particulier de leurs travaux sur la MO végétale. Leur emploi ici n'est donc pas sans risque, et il parait donc plus prudent de se focaliser sur les tendances observées entre les échantillons plutôt que sur les données numériques.

- *Average Chain Lenght ($ACL_{FA}$ ; Figure IV.82)*

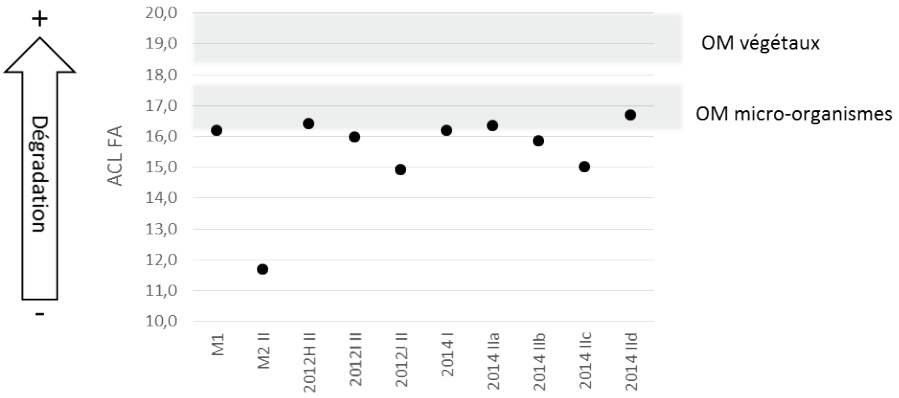



**Figure IV.82:** Average Chain Lenght des acides gras. La flèche indique la tendance attendue pour la dégradation (Wiesenberg *et al.*, 2009) et les zones grisées les propositions d'attribution d'origine (Wiesenberg *et al.*, 2010, 2015).

Les valeurs calculées sont relativement homogènes (14.91 à 16.71), hormis pour l'échantillon M2 (11.71). La valeur basse de l'échantillon M2 est due à la très forte représentation des acides courts ($<C_{10}$) et pourrait donc indiquer une MO (animale) peu dégradée. Pour les autres échantillons, les valeurs recouvrent en partie la zone attribuable à de la MO issue de micro-organismes. En ce qui concerne la dégradation de cette MO, les valeurs indiquent une MO dégradée.

- *Ratios $C_{16:0}$/ $C_{18:0}$ et $C_{18:1}$/$C_{16:0}$ (Figure IV.83)*

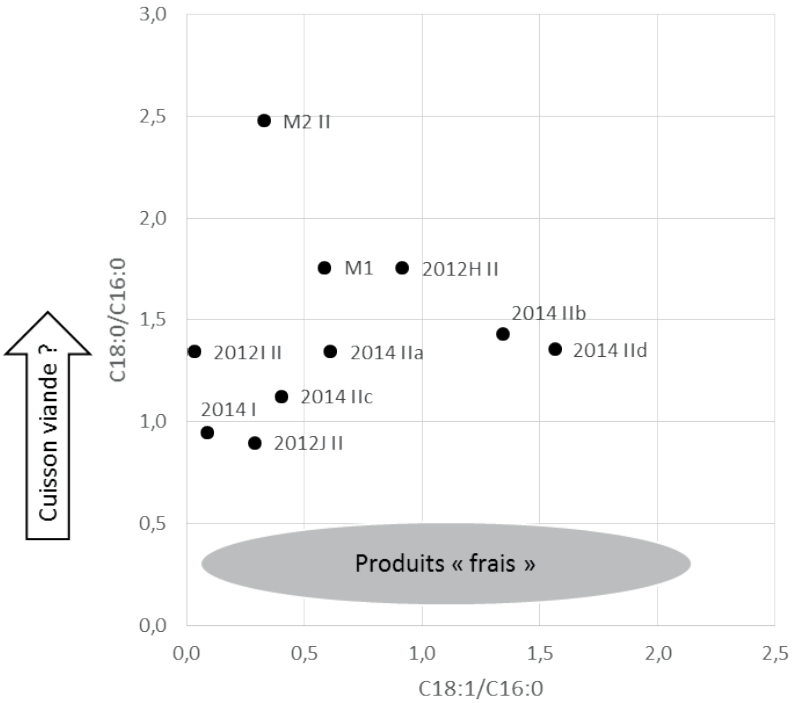



**Figure IV.83:** Biplot des ratios $C_{16:0}$ / $C_{18:0}$ et $C_{18:1}$/$C_{16:0}$. La flèche indique la tendance supposée pour la cuisson et l'ellipse indique les valeurs attendues pour des produits « frais » selon Skibo (1992).

À partir de la comparaison des ratios retenus par Skibo (1992) pour des résidus expérimentaux dans des céramiques, les résultats obtenus ici ne semblent pas interprétables.

- *%S (Figure IV.84)*

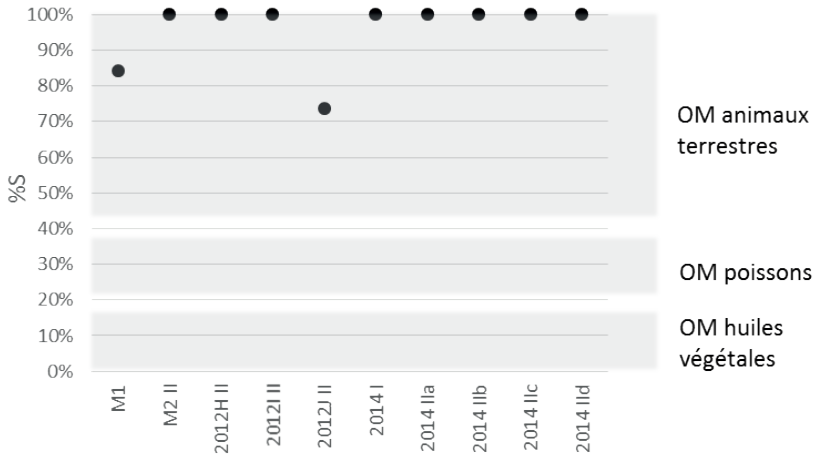



**Figure IV.84:** %S des acides gras. Les zones grisées illustrent les valeurs attendues pour différents types de MO à partir d'échantillons modernes (Marchbanks, 1989 cité par Malainey, 2011).

Du fait de l'absence d'acides polyinsaturés $C_{18:2}$ et $C_{18:3}$ dans la plupart des échantillons, ce ratio semble peu adapté dans notre cas. Notons que pour les deux seuls échantillons où ces acides sont présents (M1 : contrôle et 2012J II : foyer à bois), les valeurs obtenues sont paradoxalement compatibles avec une MO provenant d'animaux terrestres (Marchbanks, 1989 cité par Malainey, 2011**)**.

- *Index de saturation SI (Figure IV.85)*

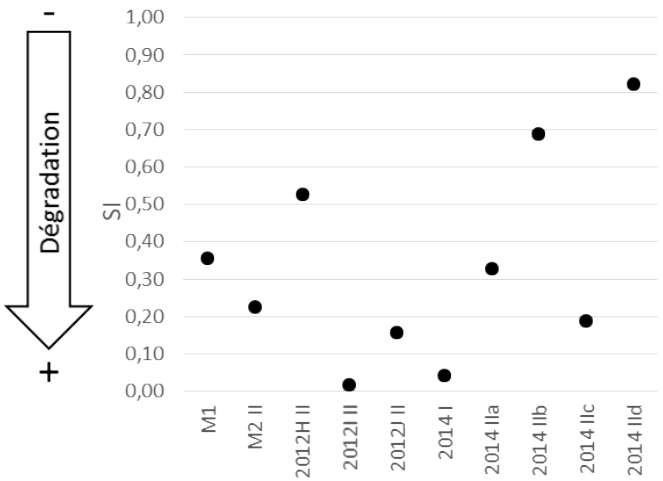



**Figure IV.85:** Index de saturation (SI) des acides gras. La flèche indique la tendance supposée pour la dégradation de la MO (disparition des acides insaturés).

Selon l'index de saturation de Loy (1994 cité par Malainey 2011), les échantillons avec les valeurs les plus élevées (2012H II, 2014 IIb et d) seraient les moins dégradés. À l'inverse, les valeurs très basses (2012I II et 2014 I) indiqueraient deux échantillons à la MO très dégradée. Entre ces extrêmes, les valeurs médianes semblent pointer des degrés de dégradation variables. Il est par ailleurs surprenant que l'échantillon M2, *a priori* ayant la MO animale la moins dégradée, n'obtienne pas une valeur plus élevée.

- *Critères de Malainey (1997 ; Tableau IV.18)*

| | Medium chain (C12:0+C14:0+C15:0) | C18:0 | C18:1 isomers | Origine possible (Malainey, 1997) |
|---|---|---|---|---|
| *M1* | 5,6 | 13,8 | 14,2 | ? |
| *M2 II* | 1,4 | 9,1 | 7,4 | ? |
| *2012H II* | 6,6 | 19,3 | 31,0 | ? |
| *2012I II* | 11,6 | 29,6 | 1,3 | Grand herbivore |
| *2012J II* | 7,4 | 26,0 | 6,8 | ? |
| *2014 I* | 6,9 | 40,8 | 3,5 | Grand herbivore |
| *2014 IIa* | 5,0 | 26,6 | 21,9 | Grand herbivore avec plante ou moelle osseuse |
| *2014 IIb* | 7,5 | 16,3 | 31,2 | ? |
| *2014 IIc* | 9,5 | 26,1 | 11,9 | Grand herbivore ? |
| *2014 IId* | 5,8 | 18,2 | 38,7 | ? |

**Tableau IV.18:** Identification de l'origine des échantillons expérimentaux à partir des critères de Malainey (1997). Les valeurs sont des %Acides gras.

L'application directe des critères établis par Malainey pour des résidus de poterie d'origines diverses livre des résultats peu probants. Une forte variabilité existe entre nos différents échantillons, et il semble délicat, compte tenu du faible nombre d'expérimentations et de répliquats de proposer de nouvelles clefs pouvant compléter celles proposées par Malainey. Les critères qu'elle retient pour l'identification d'acides provenant de la MO de grands herbivores (medium chain ($C_{12:0+14:0+15:0}$) : <15% ; $C_{18:0}$ : >27.5% et$C_{18:1}$ isomers : <15%) ou la moelle (medium chain ($C_{12:0+14:0+15:0}$) : Low ; $C_{18:0}$ : >25% et $C_{18:1}$ isomers : 15<x<25%) semblent en tout cas ne pas pouvoir être appliqués directement dans le contexte de nos structures de combustion expérimentales. Les résultats des expérimentations 2012I et 2014 sont proches de ce qui est attendu pour de la MO animale, mais par contre ceux des échantillons M2 II et 2012H II sont relativement éloignés des valeurs théoriques pour de la MO animale (moelle comme viande).

- *Critères d'Eerkens (2005 ; Figure IV.86 et Figure IV.87)*

Les quatre ratios pris en compte par Eerkens pour ses propositions d'origine de la MO ont été calculés pour nos échantillons expérimentaux. Les résultats sont extrêmement variables vis-à-vis des zones d'attributions qu'il a établies. Rappelons que ces estimations ont avant tout été conçues pour des résidus de poterie (cf. Partie III.3.3.2).

L'échantillon de contrôle M1 est attribué à une MO de plante (Figure IV.86) ou issue de graine (Figure IV.87). Le même constat peut être fait pour 2014 I, même si les valeurs sont moins clairement interprétables.

Nos expérimentations impliquant de la MO de mammifère terrestre en grande quantité ne sont que très rarement correctement discriminées. L'échantillon M2 II (moelle non thermo-altérée) est interprété de façon satisfaisante par la comparaison $C_{16:0}/C_{18:0}$ vs $C_{12:0}/C_{14:0}$(Figure IV.87), et proche des valeurs attendues pour $C_{16:1}/C_{18:1}$ vs $(C_{15:0+17:0})/C_{18:0}$ (Figure IV.86).

Les échantillons des deux foyers à os (2012H II et 2012I II) sont déjà plus atypiques. Leurs valeurs sont très variables pour $C_{16:1}/C_{18:1}$ vs $(C_{15:0+17:0})/C_{18:0}$, même si 2012H reste proche de la zone des mammifères terrestres (Figure IV.86). 2012I est quant à lui nettement plus proche des valeurs attendues pour la MO issue de plantes (Figure IV.86). Pour la comparaison $C_{16:0}/C_{18:0}$ vs

$C_{12:0}/C_{14:0}$, les valeurs de $C_{16:0}/C_{18:0}$ inférieures à 2 correspondent bien à ce qui est attendu pour la MO d'animaux terrestres, mais les valeurs de $C_{12:0}/C_{14:0}$ sont plus élevées que les 0.15 attendus (Figure IV.87).

Pour les quatre échantillons altérés du foyer 2014 (IIa, b, c et d) les valeurs de $C_{16:1}/C_{18:1}$vs $(C_{15:0+17:0})/C_{18:0}$ (Figure IV.86) sont assez cohérentes avec de la MO animale terrestre, bien que la plupart soient hors de la zone attendue. En ce qui concerne le rapport $C_{16:0}/C_{18:0}$ vs $C_{12:0}/C_{14:0}$ (Figure IV.87), les mêmes observations que pour les deux foyers à os peuvent être faites ($C_{16:0}/C_{18:0}$ <2 mais $C_{12:0}/C_{14:0}$ élevé).

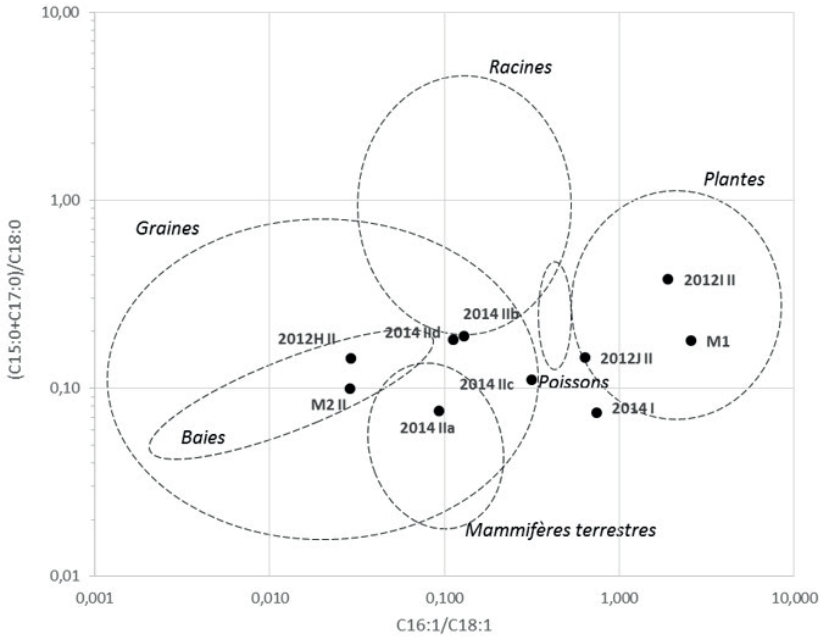



**Figure IV.86:** Biplot des ratios $C_{16:1}/C_{18:1}$ et $(C_{15:0+17:0})/C_{18:0}$ (ellipses d'après Eerkens, 2005).

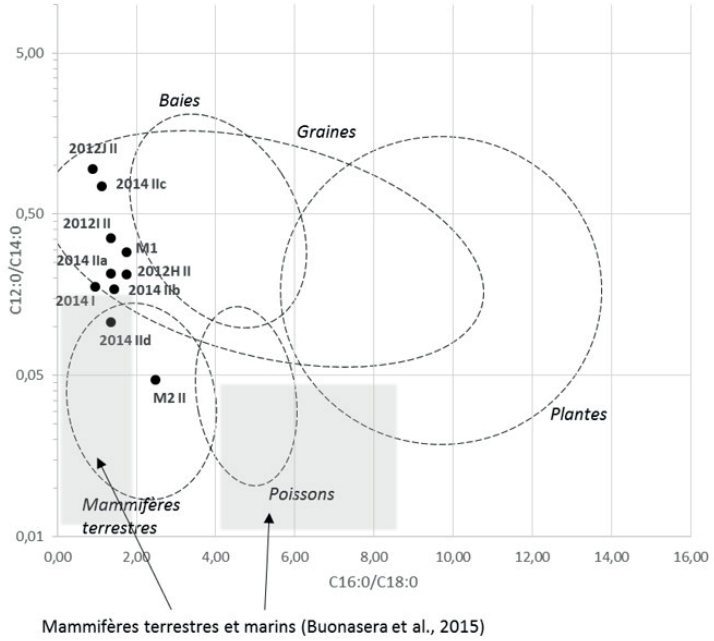



**Figure IV.87:** Biplot des ratios $C_{16:0}/C_{18:0}$ et $C_{12:0}/C_{14:0}$ (ellipses d'après Eerkens, 2005 et zones grisées d'après Buonasera *et al.,* 2015).

- *Distribution $C_{14:0}$, $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$ de Lucquin (2007 ; Figure IV.88)*

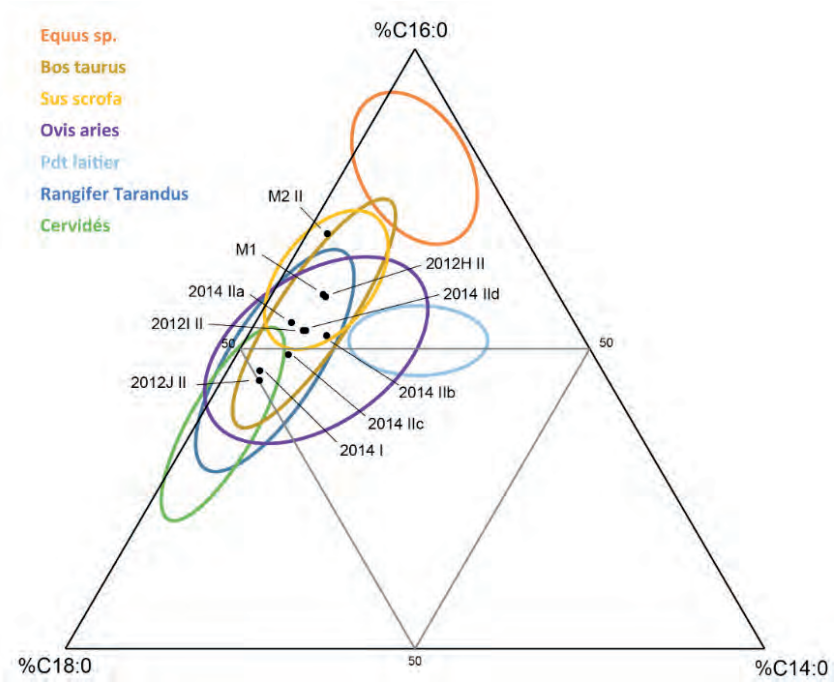



**Figure IV.88:** Diagramme ternaire des proportions relatives des acides $C_{14:0}$, $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$ des échantillons expérimentaux (ellipses d'après Lucquin, 2007 : compilation des Figures 78 à 83).

Les résultats obtenus en suivant la méthode proposée par Lucquin (2007) sont relativement cohérents avec les valeurs attendues pour de la MO animale au sens large. En effet, pour les expérimentations de foyer avec de l'os ou de cuisson de viande, les valeurs sont compatibles avec de la MO provenant de bovidé, de suidé, de cervidé ou de capriné, mais distinctes de celles correspondant à des produits laitiers ou de la MO d'équidé.

Malgré tout, notons que nos échantillons de contrôle (M1 et 2014 I) et de foyer à bois (2012J II) sont également compatibles avec ces mêmes attributions ce qui, en l'absence d'autres critères qualitatifs ou quantitatifs, rendrait l'interprétation de ces résultats pour le moins hasardeuse. Le fort recoupement qui affecte les différentes catégories au niveau spécifique ou du genre/famille rend par ailleurs l'interprétation « en aveugle » (c'est-à-dire sans informations contextuelles en particulier géographique, chronologique ou archéozoologique) plus que délicate.

#### 4.4.3.3. *Comparaison des résultats expérimentaux avec la littérature*

Afin de pouvoir comparer les résultats obtenus à partir de nos échantillons et plus largement d'évaluer les différents outils mis en œuvre, nous avons pris en considération une sélection de plusieurs échantillons de références disponibles dans la littérature. Le détail de ces références est donné en Annexe C.

Nous avons ainsi mobilisé douze échantillons documentant de la MO d'origine animale (viande, moelle, graisse) fraîche ou ayant subi différentes formes d'altération thermique (résidus de cuisson en poterie, foyer à os). Dix autres références documentent de la MO d'origine végétale ayant été thermoaltérée. Il s'agit à la fois de composés retrouvés dans les fumées de différentes expérimentations de combustion et de sédiments de forêts ayant été affectées par des incendies. Cette sélection, qui documente des contextes assez différents de nos propres expérimentations, cherche avant tout à savoir si les tendances observées dans nos foyers l'ont aussi été dans d'autres situations. Par ailleurs, il s'agit aussi d'un moyen d'évaluer si les outils que nous avons recensés peuvent être réellement employés dans notre cas, avec éventuellement quelques ajustements.

- *Carbon Preference Index ($CPI_{court}$ ; Figure IV.89)*

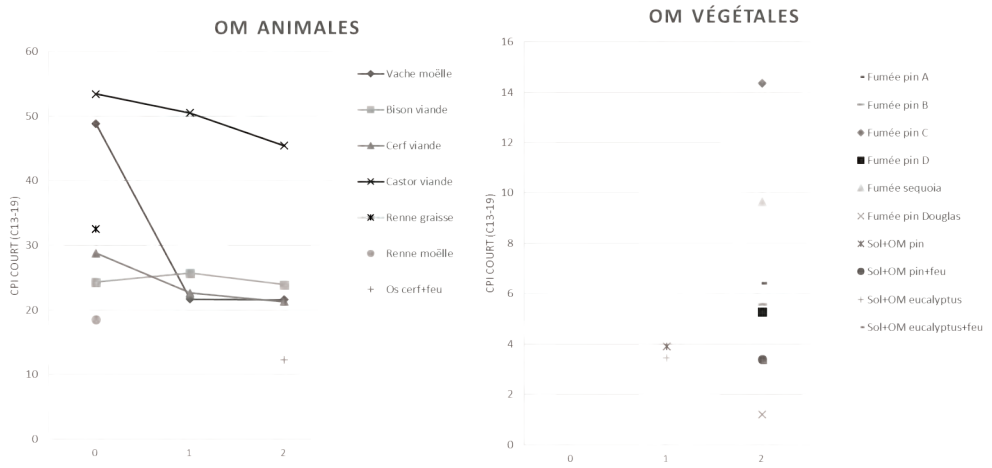



**Figure IV.89:** Carbon Preference Index des acides courts ($C_{13-19}$) des références de MO animales et végétales. Les valeurs indiquées en abscisse correspondent à une évaluation du degré de dégradation de la MO basée sur les données de Malainey (1997) et donnée à titre indicatif pour les autres références. 0 correspond à une MO fraîche, 1 à une MO moyennement dégradée et 2 à une MO fortement dégradée. Noter que les échelles sont différentes pour les axes des ordonnées.

Les résultats obtenus semblent bien corroborer le principe général d'une diminution de la valeur de CPI avec l'augmentation de l'altération des échantillons. C'est en particulier le cas pour les échantillons de MO animale suivie à trois états différents (0, 1 et 2). Dans le cas des échantillons de sol ayant subi des feux de forêt, une baisse du même type est observée mais à une échelle bien plus limitée.

L'hétérogénéité des valeurs absolues est frappante que ce soit au sein des références de MO animale ou végétale. Malgré tout, cela corrobore l'utilisation proposée par Lucquin (2007) du $CPI_{court}$ comme outils de différentiation entre plusieurs types de MO. Les valeurs élevées correspondent bien à de la MO animale, tandis que des valeurs basses sont à attribuer à de la MO végétale. Toutefois, des valeurs comprises entre 10 et 20 peuvent correspondre aux deux catégories.

L'intégration de plus de données permettrait sans doute d'affiner les différents critères de distinction. En l'état, cela confirme les remarques faites pour nos échantillons, mais ne permet pas d'être plus précis pour les échantillons présentant justement les mêmes valeurs intermédiaires.

- *Ratio Long-chains vs short-chains (Figure IV.90)*

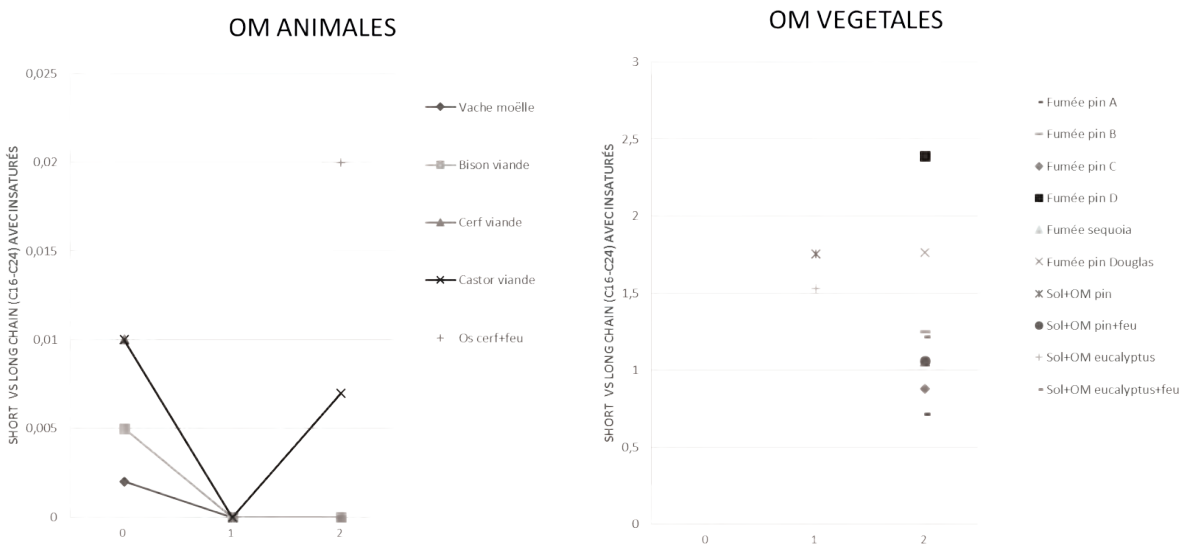



**Figure IV.90:** Ratios Long vs short chains (longs : $C_{20-24}$ ; short : $C_{16-19}$) calculés avec les acides saturés et insaturés des références de MO animales et végétales. Les valeurs indiquées en abscisse correspondent à une évaluation du degré de dégradation de la MO basée sur les données de Malainey (1997) et donnée à titre indicatif pour les autres références. 0 correspond à une MO fraîche, 1 à une MO moyennement dégradée et 2 à une MO fortement dégradée. Noter que les échelles sont différentes pour les axes des ordonnées.

Que l'on prenne en compte les acides insaturés ou non (voir Annexe C), la tendance attendue (augmentation du ratio avec la dégradation) n'est qu'exceptionnellement observée. Toutefois, du fait d'une bien plus importante contribution des acides longs ($>C_{19}$), les échantillons de MO végétales livrent des valeurs nettement plus élevées que ceux de MO animales. Il pourrait donc s'agir d'un moyen de distinguer ces deux origines.

Cela serait assez cohérent avec nos échantillons expérimentaux pour lesquels les foyers aux valeurs élevées sont ceux ayant fonctionné avec du bois.

La variante proposée prenant en compte les acides plus courts a également été appliquée aux références issues de la littérature (Figure IV.91).

En prenant en compte les acides saturés et insaturés, une diminution des valeurs est observable en lien avec l'augmentation de la dégradation, aussi bien avec les MO animales que végétales. Cela va à l'encontre des principes retenus pour de la MO provenant de plantes fraîches ou d'origine microbienne/bactérienne (Wiesenberg *et al.*, 2010). L'importante contribution des chaînes courtes pour les MO animales fraîches et leur dégradation rapide semblent notamment pouvoir expliquer ce phénomène. Pour les MO végétales, une étude plus détaillée incorporant des MO fraîches serait toutefois nécessaire pour préciser les processus à l'œuvre.

À partir de ces observations, les remarques formulées pour nos propres échantillons doivent donc être reconsidérées. En effet, nos échantillons impliquant de la MO animale (os ou viande) ont des valeurs très basses, souvent inférieures à 10, ce qui par comparaison indiquerait une MO très altérée. Les expérimentations impliquant du bois comme combustible sont quant à elles dans la norme de ce que nous avons observé pour les MO végétales altérées thermiquement.

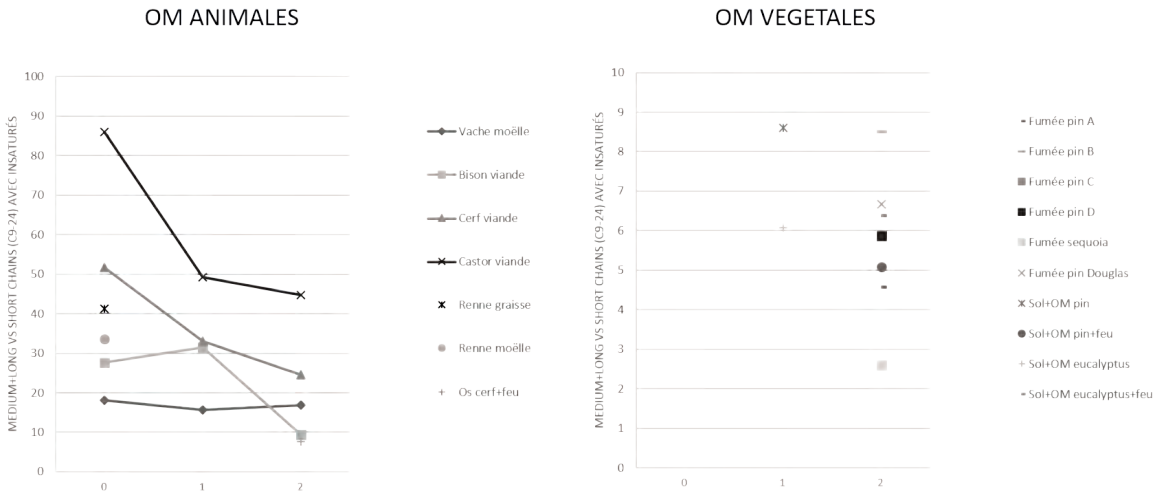



**Figure IV.91:** Ratios Medium+long vs short chains (medium + longs : $C_{16-24}$ ; short : $C_{9-15}$) calculés avec les acides saturés et insaturés des références de MO animales et végétales. Les valeurs indiquées en abscisse correspondent à une évaluation du degré de dégradation de la MO basée sur les données de Malainey (1997) et donnée à titre indicatif pour les autres références. 0 correspond à une MO fraîche, 1 à une MO moyennement dégradée et 2 à une MO fortement dégradée. Noter que les échelles sont différentes pour les axes des ordonnées.

- *Estimation du degré d'insaturation (Figure IV.92)*

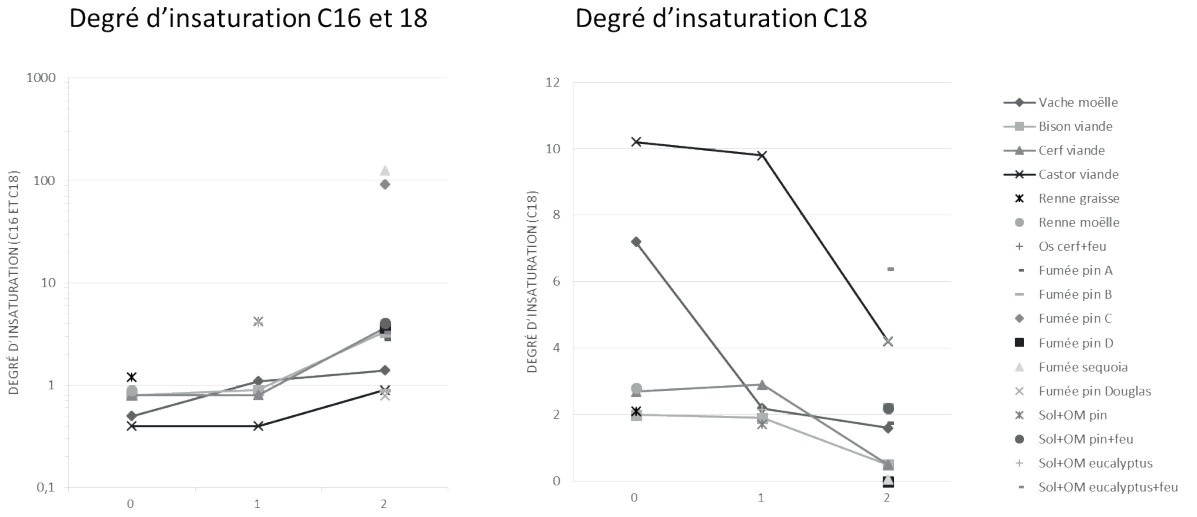



**Figure IV.92:** Estimations du degré d'insaturation en prenant en compte les acides $C_{16}$ et $C_{18}$ (à gauche) ou uniquement $C_{18}$ (à droite) des références de MO animales et végétales. Les valeurs indiquées en abscisse correspondent à une évaluation du degré de dégradation de la MO basée sur les données de Malainey (1997) et donnée à titre indicatif pour les autres références. 0 correspond à une MO fraîche, 1 à une MO moyennement dégradée et 2 à une MO fortement dégradée. L'axe des ordonnées du diagramme de gauche suit une échelle logarithmique.

Les résultats obtenus à partir des références confirment les tendances attendues pour les deux rapports. Avec la dégradation, la disparition des acides insaturés induit une baisse dans le cas de $C_{16}$ et $C_{18}$ et à l'inverse une augmentation dans le cas de $C_{18}$. C'est particulièrement le cas pour les échantillons de MO animale de 30 jours de Malainey quel que soit le calcul privilégié. Dans le cas des MO végétales affectées par le feu de forêt, les mêmes variations sont observées, mais avec des écarts moins conséquents. Globalement, la MO végétale thermoaltérée présente des valeurs élevées ($C_{16}$et $C_{18}$) ou hautes ($C_{18}$) qui illustrent sa faible teneur en acides insaturés.

Les remarques qui ont été faites pour les échantillons expérimentaux paraissent donc devoir être relativisées.

En effet, si les valeurs hautes ($C_{16}$ et $C_{18}$) des échantillons 2012I II et 2014 I peuvent bien traduire une MO animale et /ou végétale très dégradée, les valeurs plus basses, mais comprises entre 1 et 5 peuvent correspondre à des MO ayant déjà subi d'importantes altérations. Avec la seconde méthode de calcul prenant en compte uniquement les acides $C_{18}$, nos échantillons paraissent bien dégradés. En ce qui concerne les expérimentations impliquant de la MO animale, les valeurs inférieures à 2 sont à rapprocher des MO fortement dégradées de la littérature. Pour la MO végétale, la même remarque peut être faite.

Finalement, et même si au sein de nos échantillons il est sans doute possible de distinguer des niveaux de dégradation variables entre eux à partir du degré d'insaturation, il n'en demeure pas moins que tous semblent affectés par une dégradation importante.

- *$ACL_{FA}$ (Figure IV.93)*

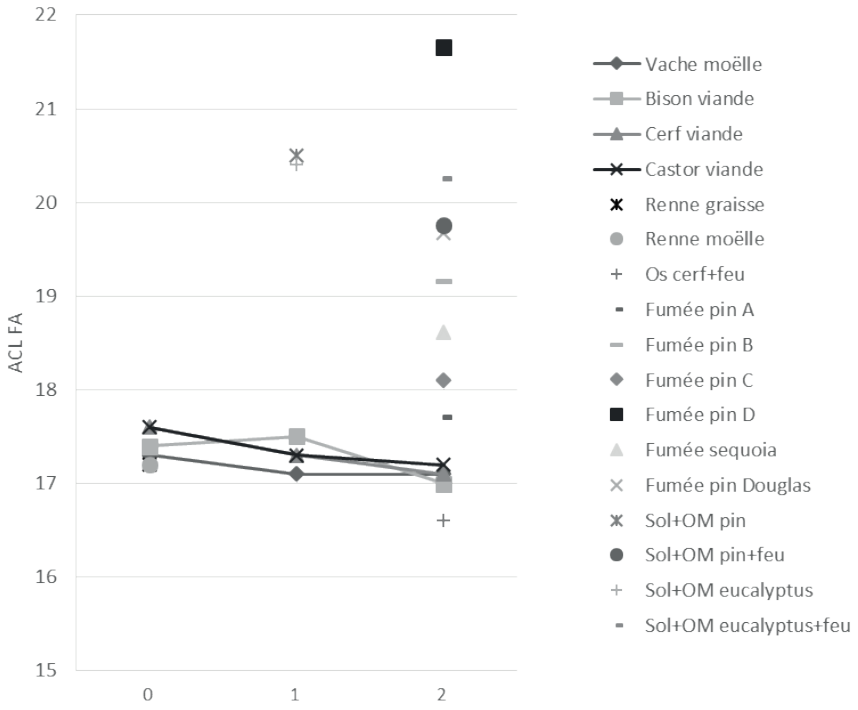



**Figure IV.93:** Average Chain Lenght des acides gras des références de MO animales et végétales. Les valeurs indiquées en abscisse correspondent à une évaluation du degré de dégradation de la MO basée sur les données de Malainey (1997) et donnée à titre indicatif pour les autres références. 0 correspond à une MO fraîche, 1 à une MO moyennement dégradée et 2 à une MO fortement dégradée.

En ce qui concerne l'origine de la MO, à partir des références de MO animale les valeurs obtenues sont relativement homogènes, groupées entre 16.6 et 17.6, ce qui recoupe la fourchette de la MO des micro-organismes définis par Wiesenberg *et al.,* (2010, 2015 ; de 16 à 18). Les valeurs plus élevées (>18) correspondent bien à des MO d'origine végétale, même thermoaltérées comme le proposaient ces mêmes auteurs. Toutefois il n'a pas été constaté de valeurs aussi basses que pour les échantillons M2 (12), 2012J (15) et 2014 IIc (15). Ces échantillons avec de fortes contributions des acides courts font donc figure d'exceptions en l'état.

Concernant la dégradation, nous observons que pour les deux types de MO, l'altération thermique induit une très légère baisse de l'ACL, ce constat est en opposition avec les propositions de Wiesenberg *et al.,* (2010). Ce phénomène s'explique notamment pour les échantillons de MO animale par la diminution de l'abondance des acides insaturés $C_{18:1}$. En fonction de la composition initiale de la MO, et éventuellement du mode dégradation, le principe d'interprétation de ce proxy semble donc devoir être adapté ce qui rend son utilisation délicate pour des MO dégradées d'origine inconnue.

- *Ratios $C_{16:0}/C_{18:0}$ vs $C_{18:1}/C_{16:0}$ (Figure IV.94)*

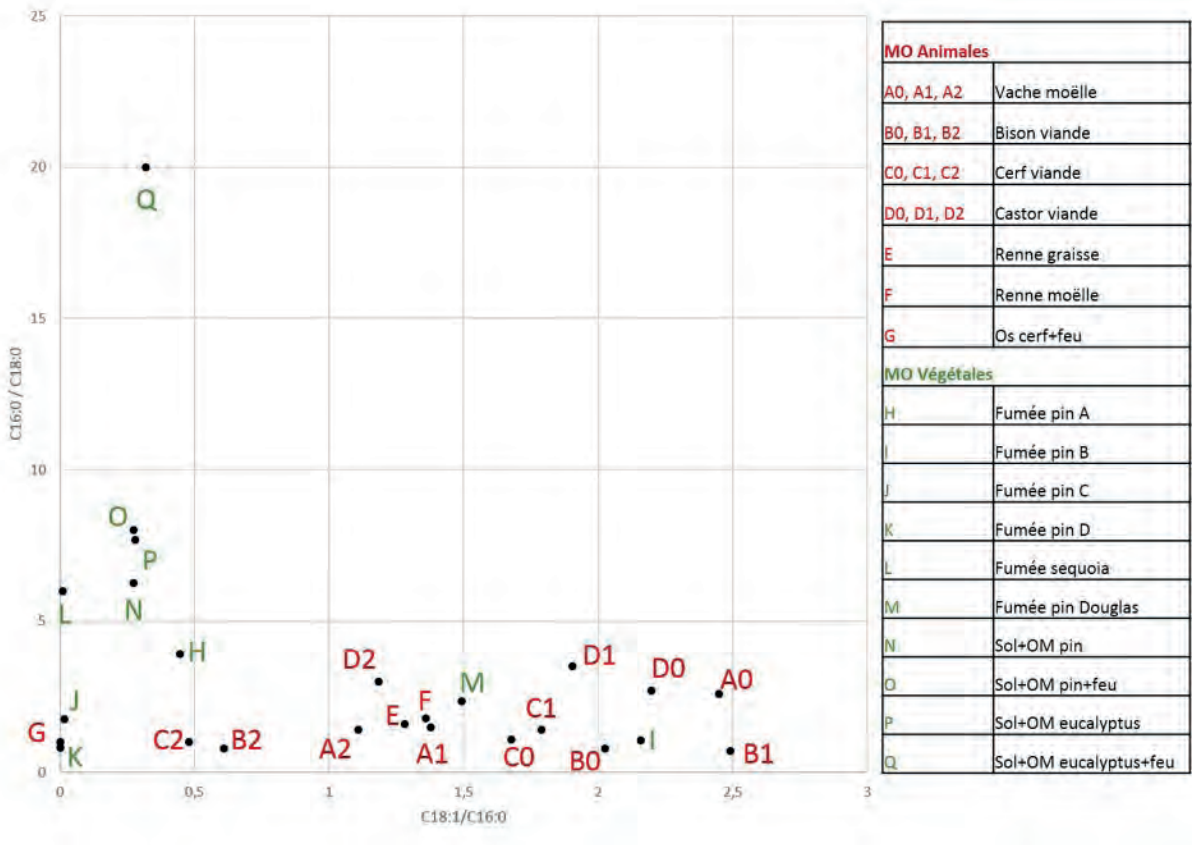



**Figure IV.94:** Biplot des ratios $C_{16:0}$ / $C_{18:0}$ et $C_{18:1}/C_{16:0}$ des références de MO animales et végétales.

Les ratios $C_{16:0}/C_{18:0}$ et $C_{18:1}/C_{16:0}$ proposés par Skibo (1992) appliqués aux références sélectionnées livrent des résultats variables. Une distinction assez franche entre MO animale et végétale semble s'opérer sur l'axe $C_{18:1}/C_{16:0}$ (limite à 0.5 environ). Notons également qu'une altération importante des échantillons de MO animales semble induire une diminution de ce ratio. Sur l'autre axe, les distinctions semblent plus délicates. Les valeurs les plus élevées sont toutes

issues de MO végétales, mais entre 0 et 5 les deux catégories sont représentées. Notons toutefois que la dégradation thermique des échantillons de sol+MO végétale induit une augmentation du rapport $C_{16:0}$/ $C_{18:0}$.

En conséquence, les échantillons des expérimentations semblent peu diagnostiques. Malgré tout, leurs valeurs ne sont pas aberrantes compte tenu des points de comparaison de MO animales ou végétales à notre disposition.

- *%S (Figure IV.95)*

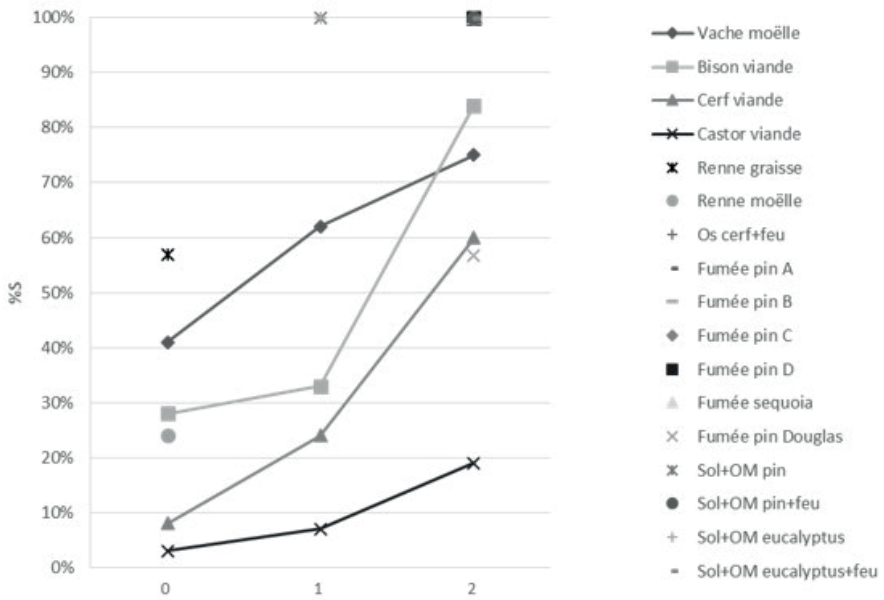



**Figure IV.95:** %S des acides gras des références de MO animales et végétales. Les valeurs indiquées en abscisse correspondent à une évaluation du degré de dégradation de la MO basée sur les données de Malainey (1997) et donnée à titre indicatif pour les autres références. 0 correspond à une MO fraîche, 1 à une MO moyennement dégradée et 2 à une MO fortement dégradée.

La très faible représentation des acides insaturés $C_{18:2}$ et $C_{18:3}$ dans les échantillons de MO végétales altérées par la chaleur (toutes les valeurs à 100% sauf une à 57%), complique l'utilisation de ce ratio. On peut cependant envisager que cette tendance soit typique de ce type de MO végétale altérée (Knicker *et al.*, 2013). La dégradation des MO animales conduit également à une disparition de ces acides et donc une élévation des valeurs. Il semble donc que des valeurs élevées de %S soient le signal d'une MO, animale comme végétale, fortement altérée. L'altération thermique peut sans doute accélérer ce phénomène, mais du fait de la disparition rapide des polyinsaturés $C_{18:2}$ et $C_{18:3}$ par les processus de dégradation taphonomiques, les valeurs hautes doivent sans doute être considérées comme le signal d'une MO dégradée au sens large.

Pour les échantillons des expérimentations, toutes les valeurs de %S sont supérieures à 70%, et plafonnent majoritairement à 100%, ce qui indiquerait plus un état de dégradation important qu'une origine préférentiellement animale de la MO.

- *Index de saturation SI (Figure IV.96)*

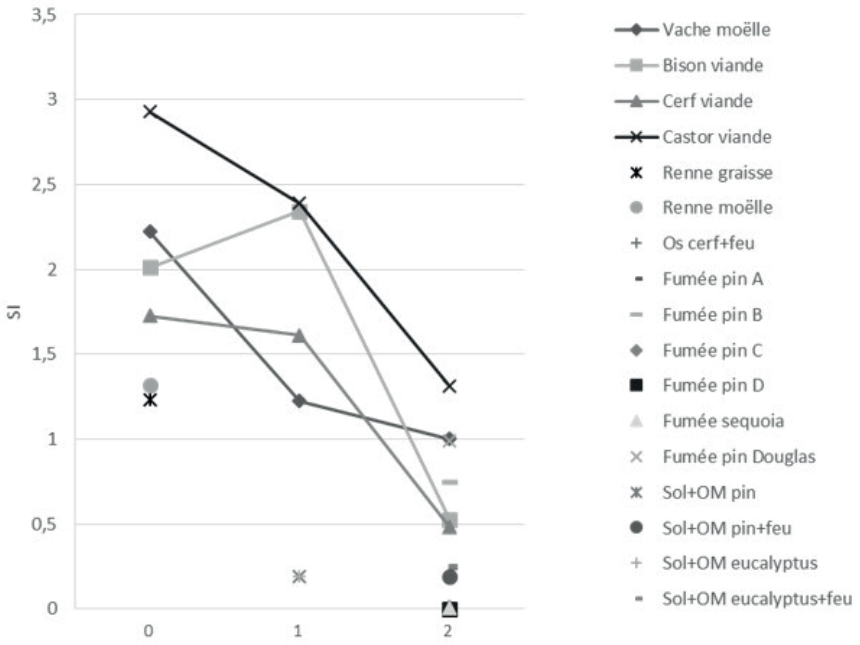



**Figure IV.96:** Index de saturation (SI) des acides gras des références de MO animales et végétales. Les valeurs indiquées en abscisse correspondent à une évaluation du degré de dégradation de la MO basée sur les données de Malainey (1997) et donnée à titre indicatif pour les autres références. 0 correspond à une MO fraîche, 1 à une MO moyennement dégradée et 2 à une MO fortement dégradée.

Cet index semble bien diminuer avec l'augmentation de la dégradation de la MO, ce qui conforte l'utilisation qu'il est proposé d'en faire ici. Les échantillons de MO animale à différents stades d'altération connaissent ainsi une baisse plus ou moins progressive de cet index. Pour les MO végétales, les valeurs sont extrêmement basses en raison de leurs faibles teneurs en acides insaturés $C_{18:1}$ et $C_{18:2}$.

En considérant les résultats des expérimentations, toutes nos valeurs sont comparativement basses (<1) ce qui correspondrait à des MO fortement dégradées, mais dont l'origine peut aussi bien être animale que végétale. Comme suggéré pour les autres proxies tachant d'évaluer le degré d'insaturation, il est sans doute possible de distinguer des niveaux de dégradation variables entre nos échantillons. Mais il n'en demeure pas moins que tous sont affectés par une dégradation importante.

- *Critères de Malainey (1997 ; Tableau IV.19)*

Les résultats observés montrent la difficulté à appliquer ce type d'approche à des échantillons ne correspondant pas à des résidus de poterie. Pour la MO animale, dans la moitié des cas, aucune proposition ne peut être faite en suivant les critères établis par Malainey. Pour les autres échantillons de ce type, les propositions qui sont faites sont assez cohérentes, mais manquent de précision. Il semblerait plus prudent de retenir par exemple les valeurs hautes de $C_{18:1}$ (>15) et basses de $C_{12:0+14:0+15:0}$ (<10) qui semblent communes à la plupart des échantillons de MO animale sectionnés ici.

Pour la MO végétale, la plupart des références sont attribuées à la catégorie « plante », ce qui est cohérent avec le type d'échantillon. Là aussi une catégorie plus large de MO végétale peut être construite en considérant les valeurs basses de $C_{18:1}$ (<15), basses de $C_{18:0}$ (<15) et plus élevées de $C_{12:0+14:0+15:0}$ (>10).

Même en procédant ainsi, nos échantillons expérimentaux ne seraient que très imparfaitement attribués. Il semble donc qu'avec cette approche, l'interprétation de MO mélangée et/ou thermoaltérée provenant de foyer demeure très discutable.

| | **Medium Chain (C12:0+C14:0+C15:0)** | **C18:0** | **C18:1 isomers** | **Possible origin (Malainey, 1997)** |
|---|---|---|---|---|
| *Vache moelle 0* | 4,4 | 8,2 | 53,0 | Castor |
| *Vache moelle 1* | 5,3 | 19,1 | 38,7 | ? |
| *Vache moelle 2* | 5,6 | 22,2 | 34,6 | ? |
| *Bison viande 0* | 3,3 | 22,4 | 38,2 | ? |
| *Bison viande1* | 2,9 | 26,1 | 44,3 | ? |
| *Bison viande 2* | 6,6 | 37,0 | 18,0 | Grand herbivore avec plante ou moelle |
| *Cerf viande 0* | 1,7 | 18,4 | 33,6 | ? |
| *Cerf viande 1* | 2,5 | 17,3 | 43,4 | ? |
| *Cerf viande 2* | 3,3 | 36,0 | 17,5 | Grand herbivore avec plante ou moelle |
| *Castor viande 0* | 1,1 | 6,4 | 38,3 | Castor |
| *Castor viande 1* | 1,9 | 6,3 | 42,0 | Castor |
| *Castor viande 2* | 2,2 | 11,2 | 39,4 | Castor |
| *Renne graisse* | 2,2 | 19,6 | 39,3 | ? |
| *Renne moelle* | 2,3 | 16,0 | 38,8 | ? |
| *Os cerf+feu* | 9,4 | 39,7 | 0 | Plante avec grand herbivore |
| *Fumée pin A* | 15,49 | 6,08 | 10,64 | Plante |
| *Fumée pin B* | 8,77 | 7,65 | 17,69 | Plante? Poisson ou maïs ? |
| *Fumée pin C* | 9,61 | 15,73 | 0,48 | Plante ? |
| *Fumée pin D* | 10,04 | 7,24 | 0 | Plante |
| *Fumée séquoia* | 22,61 | 3,75 | 0,21 | Plante |
| *Fumée pin Douglas* | 9,79 | 3,39 | 11,95 | Plante ? |
| *Sol+OM pin* | 6,94 | 2,74 | 4,71 | Plante ? |
| *Sol+OM pin+feu* | 10,46 | 2,75 | 6,06 | Plante |
| *Sol+OM eucalyptus* | 9,36 | 2,29 | 4,94 | Plante ? |
| *Sol+OM eucalyptus+feu* | 8,1 | 1,05 | 6,73 | Plante ? |

**Tableau IV.19:** Identification de l'origine des échantillons de référence de MO animales et végétales à partir des critères de Malainey (1997). Les valeurs sont des % des acides gras totaux de chaque échantillon.

- *Critères d'Eerkens (2005 ; Figure IV.97 et Figure IV.98)*

En ce qui concerne la reconnaissance de MO animale, nos références tirées de Malainey (1997) ont également été utilisées par Eerkens (2005) pour tracer ses ellipses. Ces échantillons sont donc logiquement correctement attribués. Les références que nous avons ajoutées (E, F et G) sont attribuées de façon satisfaisante compte tenu des informations dont nous disposons à leur sujet.

Pour ce qui est des références de MO végétale que nous avons ajoutées, les résultats sont plus inégaux. Du fait de la faible contribution des acides insaturés, le premier biplot (Figure IV.97) n'est pas complètement exploitable. Les valeurs de $(C_{15:0+17:0})/C_{18:0}$ sont cependant relativement élevées

(>0.2), ce qui coïncide avec les valeurs attendues par Eerkens pour la MO d'origine végétale et la distingue assez bien de la MO animale. Sur l'autre biplot (Figure IV.98), une partie de ces échantillons sont inclus ou proches de la zone attendue pour de la MO de graines ou de baies, ce qui est donc assez satisfaisant. Toutefois, les échantillons correspondant à de la MO végétale dans des sédiments (N, O et P) sont difficilement interprétables. Cela est dû à l'absence de l'acide $C_{12:0}$ dans ces références. Du point de vue du ratio $C_{16:0}/C_{18:0}$, ces références sont malgré tout compatibles avec une MO végétale. Enfin, la référence Q pâtit du même problème, mais est en plus affectée par une très faible contribution de $C_{18:0}$ (1.1%) ce qui explique sa position extrême sur le biplot.

À partir de ces observations, il est possible de préciser les remarques formulées à propos de nos propres échantillons (Figure IV.86 et Figure IV.87). Notamment, sur le biplot des ratios $C_{16:0}/C_{18:0}$ et $C_{12:0}/C_{14:0}$, nos valeurs un peu élevées sur l'axe $C_{12:0}/C_{14:0}$ sont donc cohérentes avec une contribution de MO végétale thermoaltérée. Pour l'autre biplot, il reste cependant difficile d'aller plus loin sur les interprétations à la vue de la dispersion des valeurs.

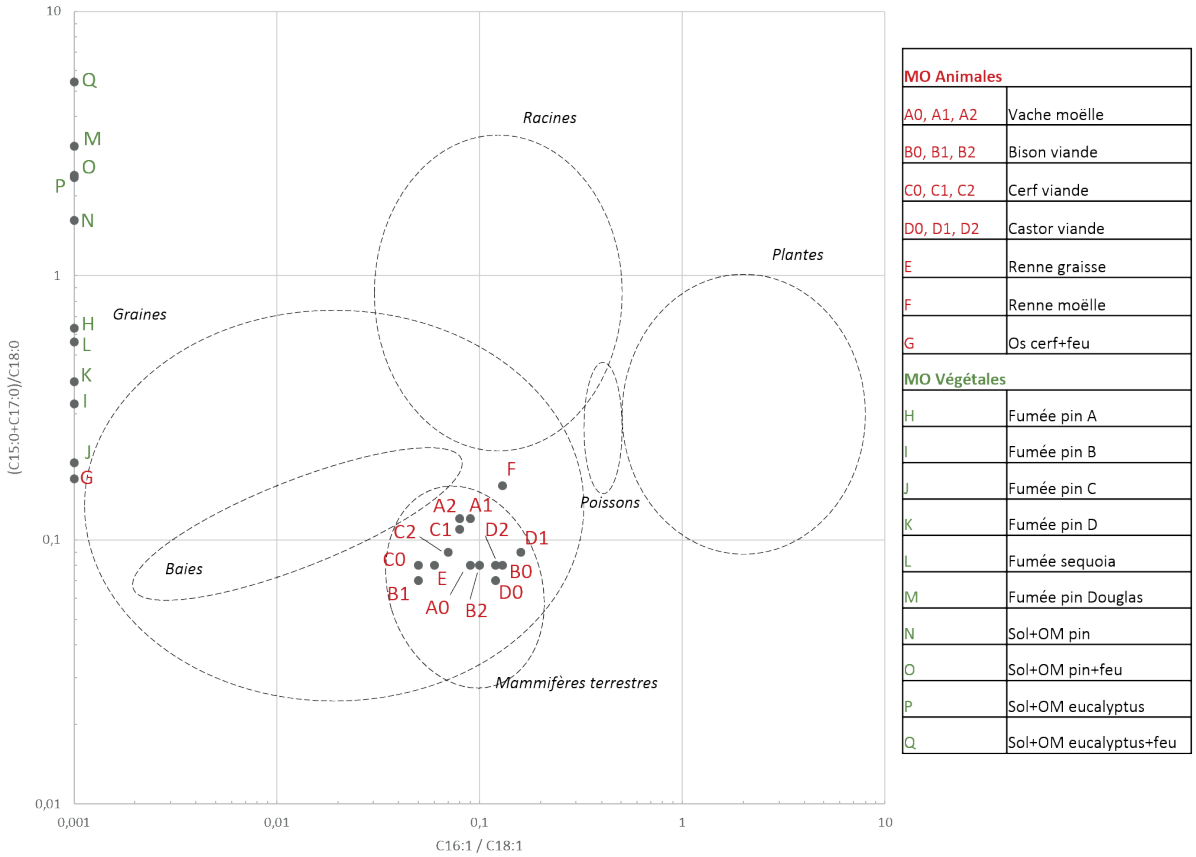



**Figure IV.97:** Biplot des ratios $C_{16:1}/C_{18:1}$ et $(C_{15:0+17:0})/C_{18:0}$ des échantillons de référence de MO animales et végétales (ellipses d'après Eerkens, 2005).

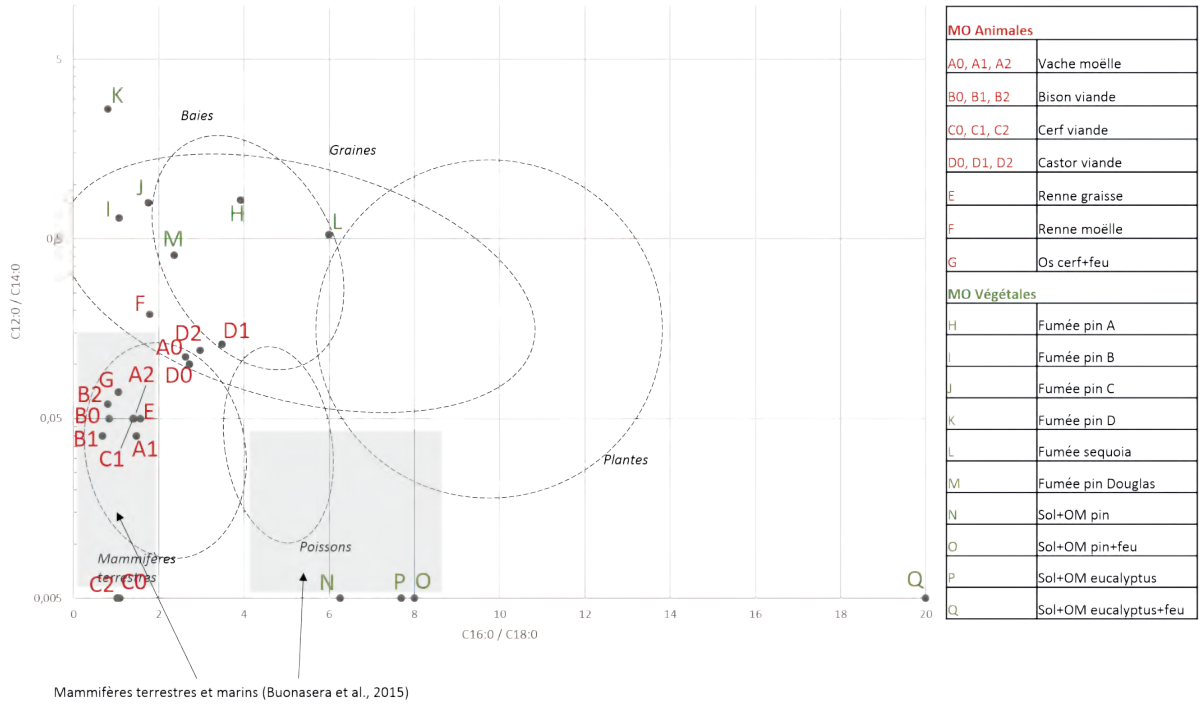



**Figure IV.98:** Biplot des ratios $C_{16:0}/C_{18:0}$ et $C_{12:0}/C_{14:0}$ des échantillons de référence de MO animales et végétales (ellipses d'après Eerkens, 2005 et zones grisées d'après Buonasera *et al.,* 2015).

- *Distribution $C_{14:0}$, $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$ (Lucquin, 2007 ; Figure IV.99)*

Les références de MO animales que nous avons retenues étant en grande partie les mêmes que celles ayant servi à établir les ellipses de Lucquin, la distribution de $C_{14:0}$, $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$ pour ces échantillons est donc en adéquation avec les valeurs attendues. L'échantillon Os cerf+feu (Kedrowski *et al.*, 2009), non impliqué dans le travail préalable de Lucquin, est lui aussi correctement discriminé par cette approche. Notons tout de même que les chevauchements sont importants, et, comme le dit l'auteur, c'est le contexte archéologique (principalement les données archéozoologiques) qui permet de réduire le nombre d'espèces concernées. Dans le cas des échantillons que nous avions retenus, les indications d'attributions semblent malgré tout cohérentes, bien que le chevauchement important des ellipses du renne, des cervidés et de la vache rende une attribution « à l'aveugle » plus que délicate. Notons par ailleurs que l'axe $C_{14:0}$ semble peu déterminant pour la sériation de la plupart des espèces et produits d'origine animale, à l'exception des produits laitiers.

Pour les références issues de produits d'origine végétale, l'application de cette démarche donne des résultats se différenciant par une plus grande proportion de $C_{14:0}$. Malgré tout, la plupart d'entre elles seraient compatibles avec ce qui est attendu pour de la MO animale. Là encore, seule une bonne connaissance du contexte permet d'éviter cet écueil. Notons tout de même que Lucquin (2007) propose pour les MO végétales d'avoir recours à un autre modèle de diagramme ternaire (%$C_{22:0}$, %$C_{24:0}$ et % $C_{26:0}$). Finalement, les résultats obtenus à partir de nos expérimentations sont donc globalement cohérents avec ce que l'on peut attendre de ce type de projection. Les échantillons contenant une forte proportion de MO animale sont correctement situés, mais il n'est donc pas non plus surprenant que nos témoins ou échantillons de foyers ayant fonctionné avec du bois recouvrent les zones où c'est de la MO animale qui est attendue.

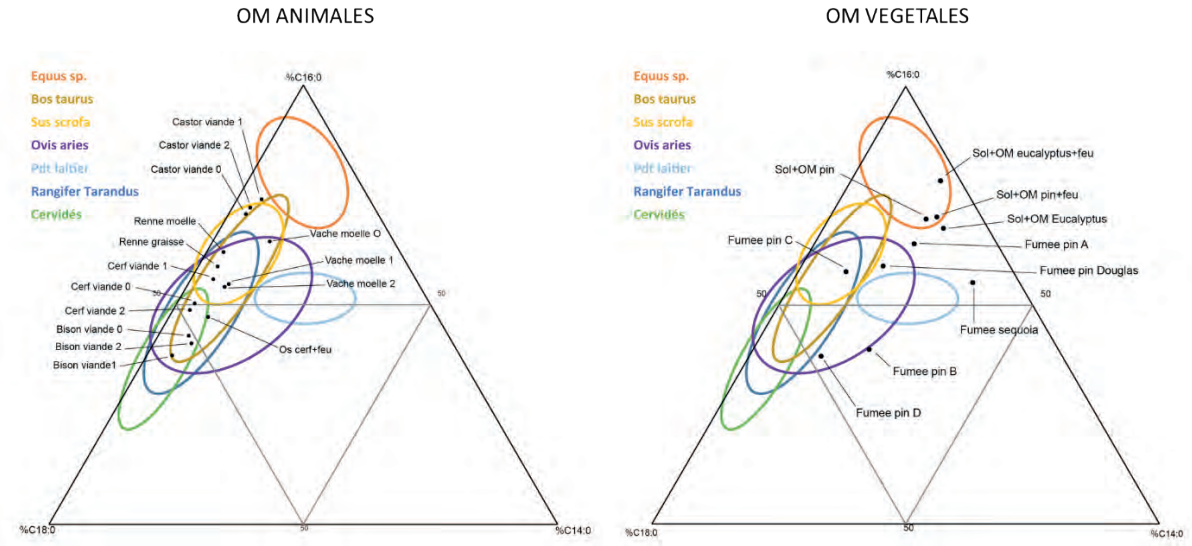



**Figure IV.99:** Diagramme ternaire des proportions relatives des acides $C_{14:0}$, $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$ des échantillons de référence de MO animales et végétales (ellipses d'après Lucquin, 2007 : compilation des Figures 78 à 83).

### 4.4.4. Bilan de l'approche quantitative

À partir de la distribution des acides gras, les deux objectifs étaient de préciser l'état de la MO de nos échantillons expérimentaux et de voir si l'origine de celle-ci pouvait être reconnue. Pour affiner nos résultats, nous avons également mobilisé des données provenant de la littérature afin de tester les différents proxies mis en œuvre.

En ce qui concerne les outils mis en œuvre pour évaluer l'état de la MO, nous avons vu que certains d'entre eux étaient parfaitement exploitables dans le contexte de nos expérimentations impliquant notamment de la MO animale thermoaltérée. Il s'agit par exemple du $CPI_{court}$, de l'$ACL_{FA}$, de l'estimation du degré d'insaturation et de l'index de saturation (SI). Les autres outils paraissent plus délicats à employer en l'état. En ce qui concerne la détermination de l'origine de la MO, la situation est également nuancée. Dans la plupart des cas, les origines proposées sont relativement cohérentes avec le contexte des expérimentations. Malgré tout, certains outils, comme les biplots de Skibo (1992), le %S de Marchbanks (1989), les critères de Malainey (1997) ou de Lucquin (2007) semblent à écarter du fait de nombreuses incertitudes. En aveugle notamment, de forts risques d'erreur existent et paraissent difficilement supprimables. À ce sujet, seul un niveau d'information raisonnable sur le contexte et éventuellement les résultats de l'analyse qualitative peuvent permettre une interprétation avec un certain degré de confiance.

Le tableau ci-dessous (Tableau IV.20) regroupe les résultats en termes de degré (-, +/- et +) de dégradation à partir des proxies les plus opérants.

| | **Contrôles** | | **MO os +sol** | **Foyer os + bois** | | **Foyer bois** | **Foyer bois + viande** | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | ***M1 I*** | ***2014 I*** | ***M2 II*** | ***2012H II*** | ***2012I II*** | ***2012J II*** | ***2014 IIa*** | ***2014 IIb*** | ***2014 IIc*** | ***2014 IId*** |
| *CPI court (C13-19)* | +/- | - | - | +/- | + | + | - | + | +/- | + |
| *Degré d'insaturation (C16 et C18)* | - | + | - | - | + | - | - | - | - | - |
| *Degré d'insaturation (C18)* | +/- | + | +/- | - | + | + | +/- | - | +/- | - |
| *$ACL_{FA}$* | +/- | +/- | - | +/- | +/- | +/- | +/- | +/- | +/- | +/- |
| *Index de saturation SI* | +/- | + | +/- | - | + | +/- | +/- | - | +/- | - |
| (-) peu dégradé ; (+/-) dégradation modérée ; (+) dégradation importante | | | | | | | | | | |

**Tableau IV.20:** Synthèse des résultats exploitables en termes de degré de dégradation des échantillons expérimentaux.

À partir de cette synthèse, la MO des échantillons M2 II et 2012H II paraît relativement bien préservée. À l'inverse, celle de l'échantillon du foyer 2012I II semble être très fortement dégradée. Tous les échantillons affectés par l'expérimentation de cuisson de viande 2014 semblent livrer une MO relativement peu dégradée. Finalement, la MO des deux échantillons de contrôle, M1 I et 2014 I semble elle aussi connaître une dégradation significative.

Le tableau suivant (Tableau IV.21) regroupe les propositions d'origine formulées à partir des outils et approches les plus opérants.

| | Contrôles | | MO os +sol | Foyer os + bois | | Foyer bois | Foyer bois + viande | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | ***M1 I*** | ***2014 I*** | ***M2 II*** | ***2012H II*** | ***2012I II*** | ***2012J II*** | ***2014 IIa*** | ***2014 IIb*** | ***2014 IIc*** | ***2014 IId*** |
| *CPI court (C13-19)* | V | A ? | A | | | V | A | V | | V |
| *$ACL_{FA}$* | M/A | | M/A | M/A | M/A | | M/A | M/A | | M/A |
| *Critères de Eerkens C16:1/ C18:1 et (C15:0+C17:0)/ C18:0* | V | V | A ? | A ? | V | V | A | A ? | A ? | A ? |
| *Critères de Eerkens C16:0/ C18:0 et C12:0/C14:0* | V | | A | | V | V | | | V | A |
| *Attribution majoritaire* | V | ? | A | A | V | V | A | ? | ? | A |
| (V) végétale ; (A) animale ; (M) micro-organisme | | | | | | | | | | |

**Tableau IV.21:** Synthèse des résultats exploitables en termes d'origine de la MO des échantillons expérimentaux.

La synthèse de ces résultats, en particulier l'attribution majoritaire, est généralement cohérente avec le contexte de nos expérimentations. Par exemple, la MO des foyers impliquant de la matière animale (os, viande) est correctement attribuée. Notons que dans le cas du foyer 2012I, mélangeant de l'os et du bois comme combustible, la MO reconnue oscille entre végétale et animale. Dans le cas du foyer à bois uniquement, la MO est correctement reconnue comme d'origine végétale. Pour l'échantillon de contrôle M1 I, c'est principalement une origine végétale qui est à retenir. Enfin, dans l'autre contrôle (2014 I) une contribution de MO animale est à suspecter ce qui peut suggérer que ce contrôle n'est probablement pas totalement valide.

Il faut cependant reconnaître que, pour la dégradation comme pour l'origine de la MO, seuls le recours à plusieurs outils ou approches et le recoupement de données qualitatives ont permis de correctement appréhender les échantillons issus des expérimentations. Par ailleurs, et notamment en ce qui concerne l'origine de la MO, les critères de reconnaissance ne semblent qu'imparfaitement adaptés à notre situation. En l'absence d'information complémentaire sur le contexte ou des marqueurs ou groupes de marqueurs spécifiques, il serait délicat de se prononcer sur l'origine de la MO des échantillons.

Il faut admettre que les points de comparaison demeurent trop peu nombreux, et que la problématique de l'impact de la thermoaltération sur les distributions d'acide mériterait des travaux nettement plus approfondis. La question de la prise en compte des acides insaturés, réputés peu stables dans le temps, est par exemple centrale. De même, l'effet de la dégradation thermique, sans compter celui de la dégradation microbienne, des acides, et des lipides en général, nécessiterait des recherches expérimentales plus poussées, faisant intervenir différents paramètres de température, de durée ou de conditions d'oxygénation par exemple.

## 4.5. Bulk OM (PyTMAH-CG-SM)

### *4.5.1. Résultats*

Les résultats obtenus en Py(TMAH)CG-SM sont détaillés ci-dessous. Les numéros portés sur chaque pyrochromatogramme renvoient aux composés n'appartenant pas aux séries de composés aliphatiques indiqués par des symboles (acides gras saturés et insaturés, alcanes, alcènes, etc.). Leur identification est précisée dans l'Annexe G (Tabl. Ann. G.1), où se trouve également un tableau (Tabl. Ann. G.2) synthétisant les composés détectés pour chaque échantillon.

#### *4.5.1.1. M1 (Figure IV.100)*

L'échantillon de contrôle M1 n'a livré qu'un signal très ténu, une fois les composés azotés liés au TMAH écartés. Seuls quatre très faibles pics ont été identifiés et correspondent à des dérivés benzéniques (n° 1, 9, 49 et 69).

#### *4.5.1.2. M2 II (Figure IV.101)*

Les produits de la thermochemolyse de cet échantillon sont dominés par les acides gras. Deux séries discontinues d'acides saturés ($C_{6:0}$ à $C_{19:0}$) et insaturés ($C_{7:1}$ à $C_{18:1}$) sont les principaux contributeurs avec notamment $C_{16:0}$, $C_{18:0}$, $C_{18:1}$, $C_{14:0}$, $C_{8:0}$ et $C_{9:0}$. Les diacides sont également d'importants contributeurs avec une courte série ($C_5$ à $C_{12}$). Quelques acides monométhylés saturés et insaturés sont également détectés (m-$C_9$ à $C_{16}$). Notons enfin une courte série d'alcènes ($C_{10}$ à $C_{16}$).

Les autres composés détectés correspondent à des dérivés du glycérol (n° 4 et 5) et à des composés aliphatiques comme un époxy- (n° 109), des méthoxy- (n° 108, 110 et 111) et un (di) méthoxy-acides en $C_{18}$ (n° 119). Notons également la présence de cycloheptanone (n° 8) et de nonanal (n° 20).

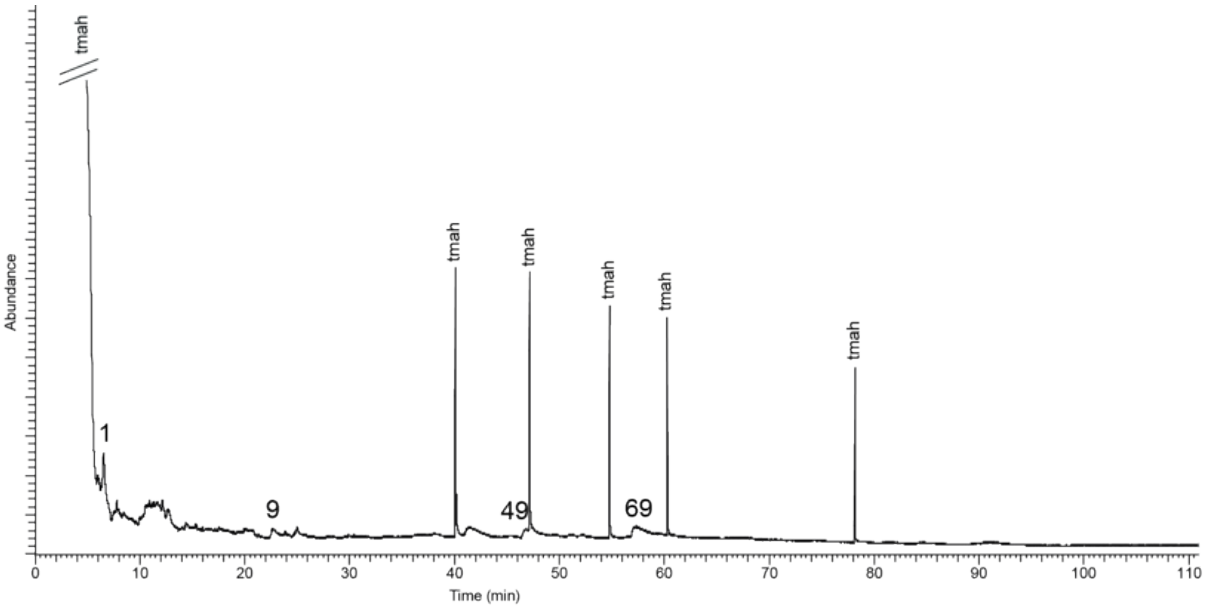



**Figure IV.100:** Pyrochromatogramme de l'échantillon M1 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

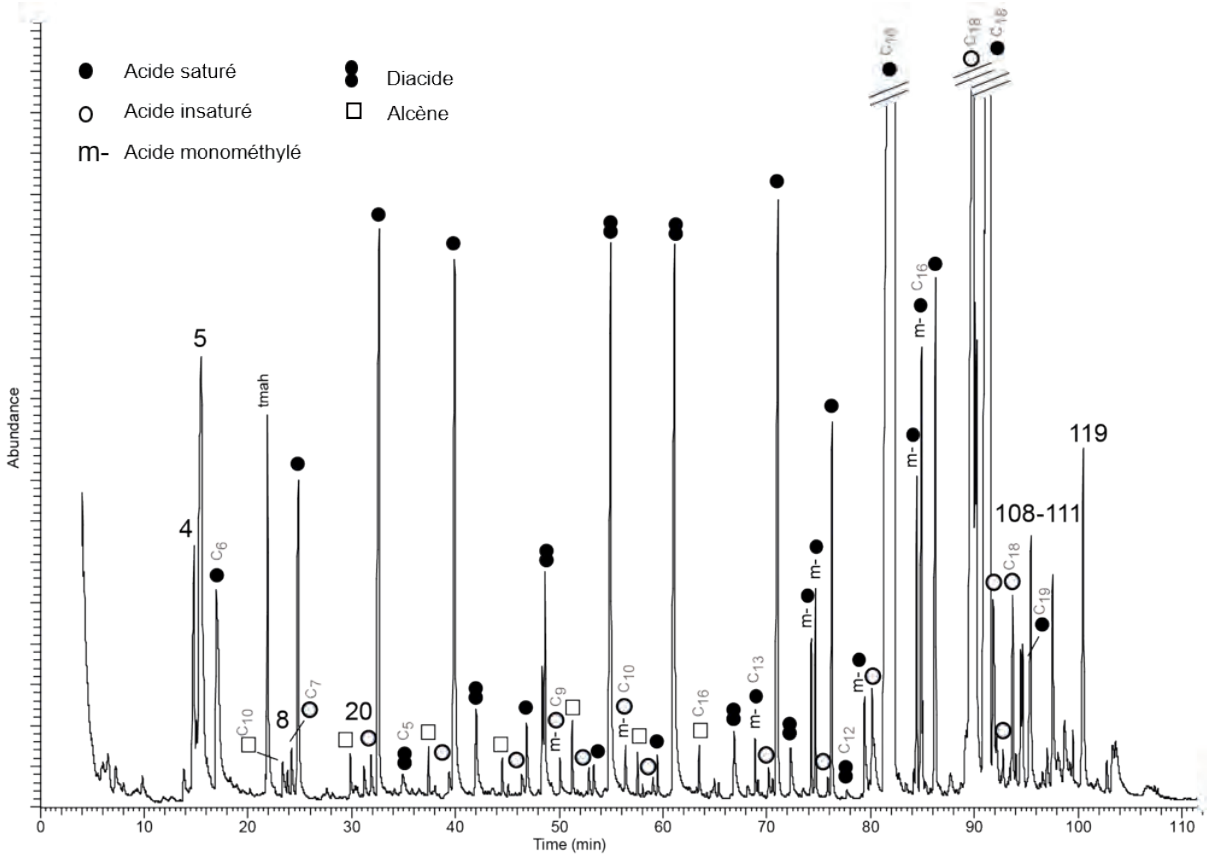



**Figure IV.101:** Pyrochromatogramme de l'échantillon M2 II (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

#### *4.5.1.3. 2012J II (Figure IV.102)*

Les composés détectés dans cet échantillon correspondent uniquement à des dérivés benzéniques. Il s'agit notamment de monométhyl- (n° 1), de tétraméthyl- (n° 24), de pentaméthyl- (n° 49) et d'hexaméthyl-benzènes (n° 69). Deux benzènes avec des groupes fonctionnels plus complexes complètent cette liste (n° 57 et 59).

#### *4.5.1.4. 2012H II (Figure IV.103)*

Cet échantillon est dominé par une série d'acides saturés et insaturés ($C_6$ à $C_{20}$). Les principaux contributeurs sont $C_{16:0}$, $C_{18:0}$, $C_{18:1}$, $C_{14:0}$ et $C_{17:0}$. Deux courtes séries d'acides monométhylés (m-$C_{14}$ à $C_{18}$) et de diacides ($C_7$ à $C_{12}$) ainsi qu'une série de doublets n-Alcanes/n-Alcènes ($C_{11}$à $C_{17}$) sont également identifiés.

Les autres composés détectés sont des composés aliphatiques comme des méthoxy- (n°110-113), un (di)méthoxy- (n° 119), un (di)hydroxy- (n° 114) et un ethyl- (n° 105) acides en $C_{18}$. Notons également la présence d'un dérivé du glycérol (n° 5) et d'un dérivé benzénique (n° 1).

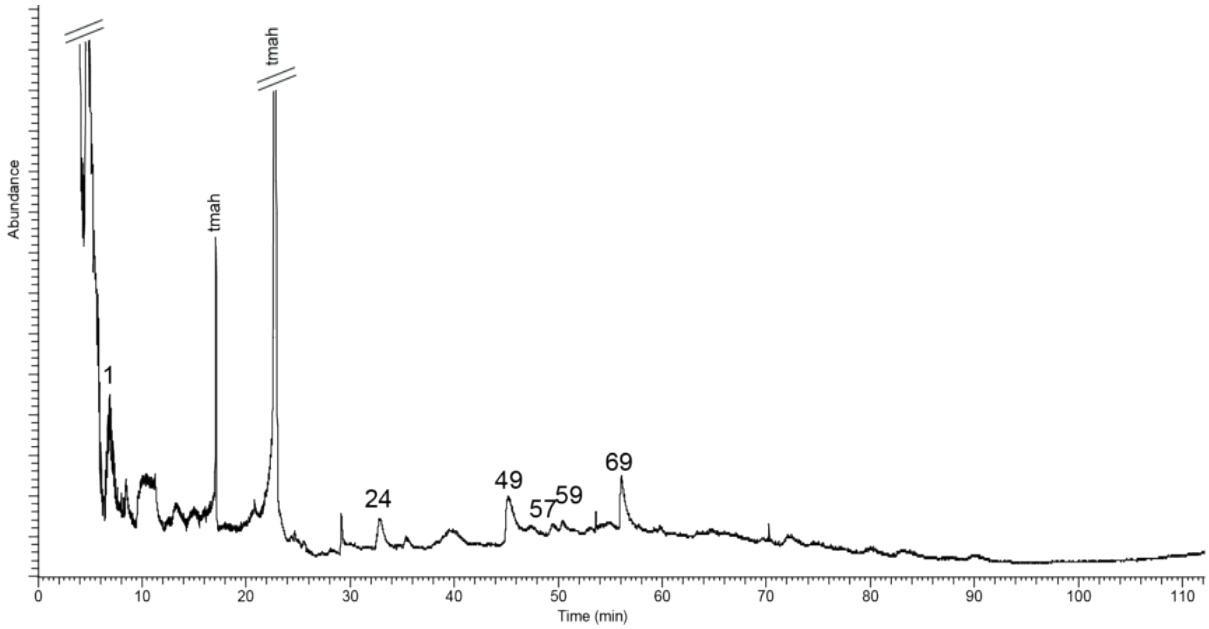



**Figure IV.102:** Pyrochromatogramme de l'échantillon 2012J II (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

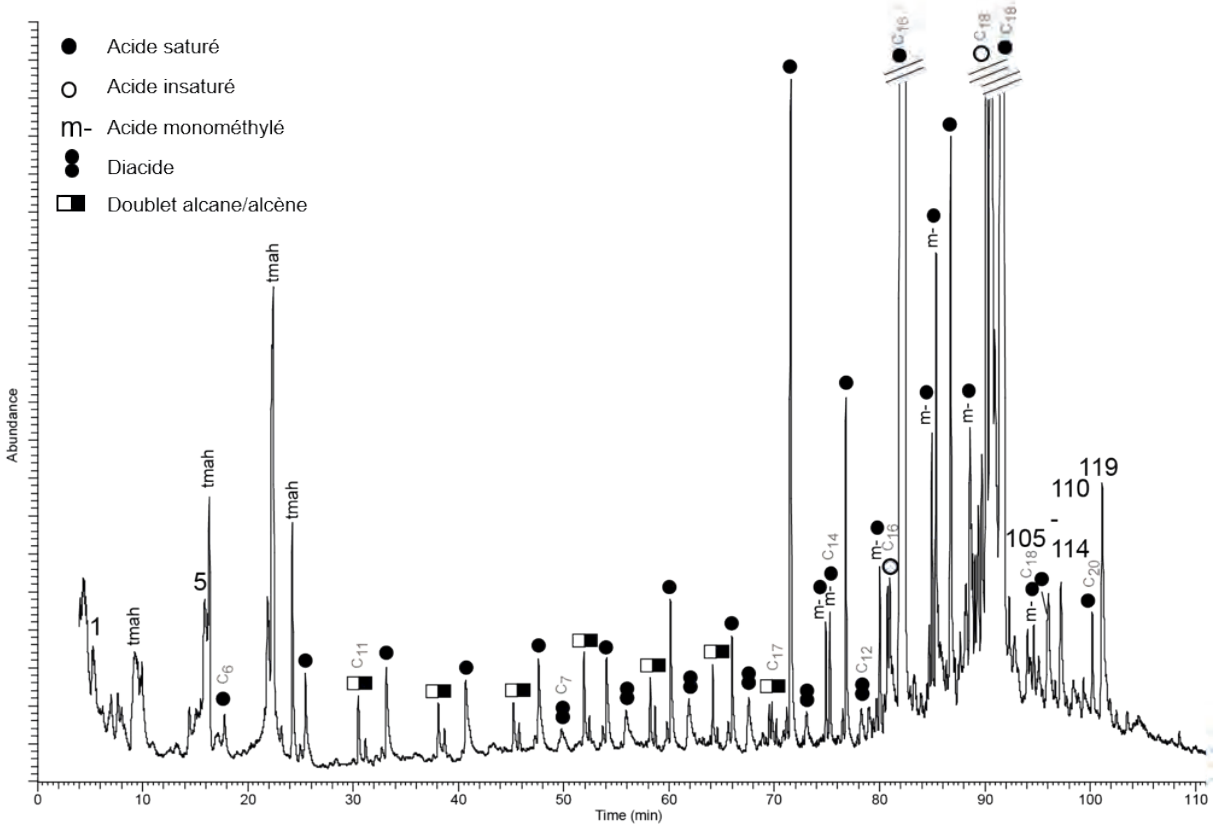



**Figure IV.103:** Pyrochromatogramme de l'échantillon 2012H II (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

#### *4.5.1.5. 2012I II (Figure IV.104)*

Les composés détectés dans cet échantillon sont principalement des acides saturés ($C_{8:0}$ à $C_{18:0}$) ainsi qu'une série de doublets alcanes/alcènes ($C_{11}$à $C_{17}$). Les deux principaux contributeurs sont les acides $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$. Quelques acides monométhylés sont également détectés (m-$C_{15}$ à $C_{17}$).

Les autres composés identifiés correspondent à des dérivés benzéniques (n° 1, 24, 49, 59 et 69) et à des HAP dérivés de l'indène (n° 51) et du naphtalène (n° 66, 84 et 93).

#### *4.5.1.6. 2014I (Figure IV.105)*

Les composés détectés dans cet échantillon sont relativement peu nombreux. Les composés identifiés correspondent principalement à des HAP dérivés du naphtalène (n° 74, 84, 93 et 98). Trois dérivés benzéniques (n° 49, 59 et 69) ainsi que deux acides insaturés ($C_{16:0}$ et $C_{18:0}$) sont également identifiés.

Notons cependant la présence de nombreux pics peu marqués s'apparentant à des composés azotés, mais non identifiés.

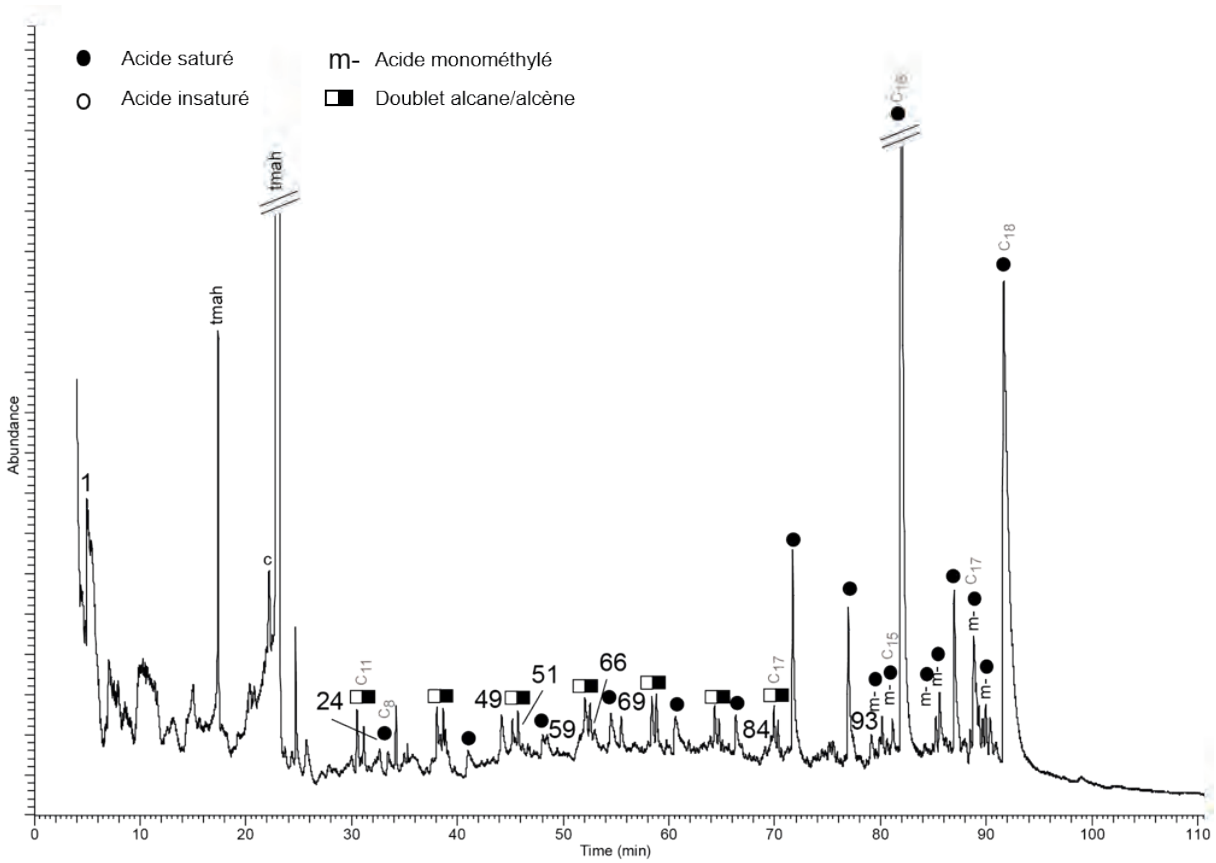



**Figure IV.104:** Pyrochromatogramme de l'échantillon 2012I II (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

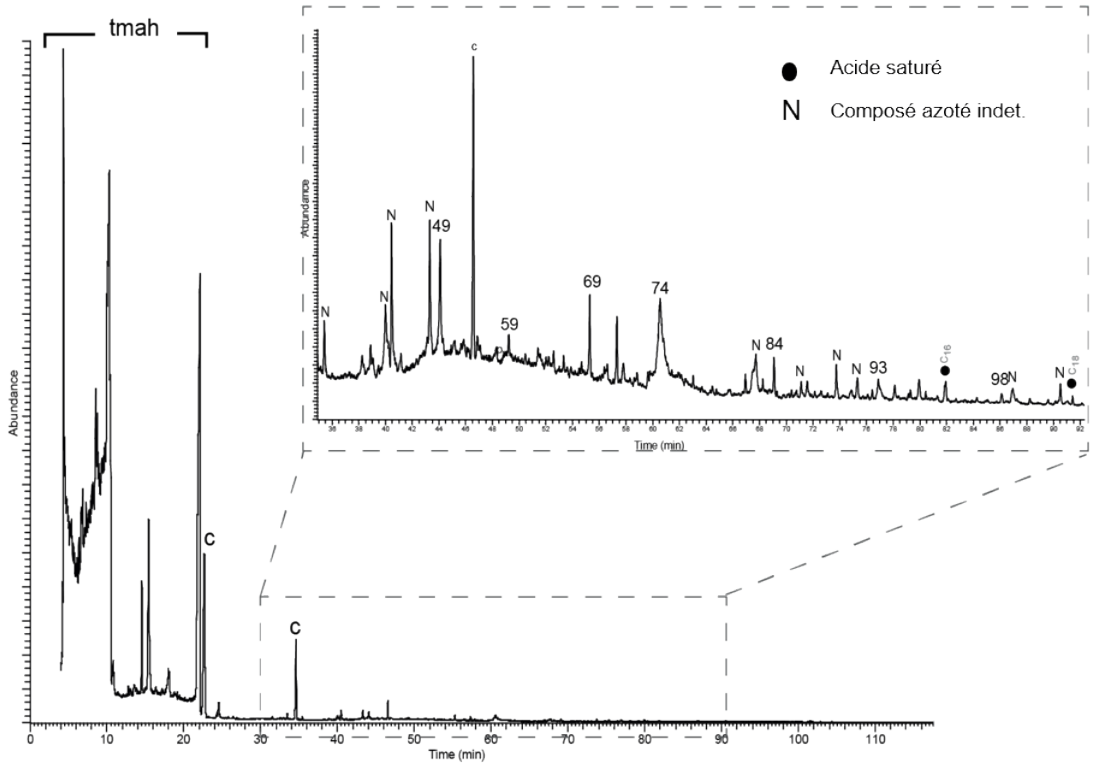



**Figure IV.105:** Pyrochromatogramme de l'échantillon 2014 I (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

#### *4.5.1.7. 2014 IIa (Figure IV.106)*

Les composés aliphatiques détectés dans cet échantillon sont peu nombreux. Il s'agit des acides saturés $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$ et de l'insaturé $C1_{8:1}$. Un diacide ($C_4$) et un acide monométhylé (m-$c_{10}$) ont également été identifiés.

Les autres composés identifiés correspondent à un dérivé du glycérol (n° 5) et à des composés aromatiques azotés (n° 16, 39 et 71). Un dérivé du sucre (n°63) est également à signaler. Par ailleurs, de l'acide benzoïque (n° 21), des dérivés benzéniques et phénoliques (n° 49 et 6) et des HAP (n° 29, 47 et 64) sont détectés. Notons enfin la présence de plusieurs composés azotés non identifiés.

#### *4.5.1.8. 2014 IIb (Figure IV.107)*

Cet échantillon est dominé par une série d'acides gras saturés ($C_{4:0}$ à $C_{20:0}$) et par quelques acides insaturés ($C_{18:1}$ et $C_{16:1}$ notamment). Une série de diacides ($C_4$ à $C_{13}$) et quelques acides monométhylés (m-$C_{14}$ à $C_{17}$ et un acide insaturé$C_{7:1}$) sont également repérés. Une série de doublets n-Alcanes/n-Alcènes ($C_{10}$ à $C_{17}$) est détectée.

Deux dérivés du glycérol (n° 4 et 5) ainsi que des composés aliphatiques comme des méthoxy- (n° 108 et 110), un (di)méthoxy- (n° 119) et un hydroxy-acides (n°60) sont identifiés. Une lactone (n° 118) est également détectée. Notons également la présence de deux amides (n° 115 et 120), de deux composés hétérocycliques azotés (n° 16 et 39) de quelques composés azotés non identifiés.

Plusieurs composés phénoliques (n° 10 et 18), des dérivés de la lignine (n° 11 et 13) ainsi qu'un acide benzoïque (n° 21) et un HAP (n° 15) complètent cette liste.

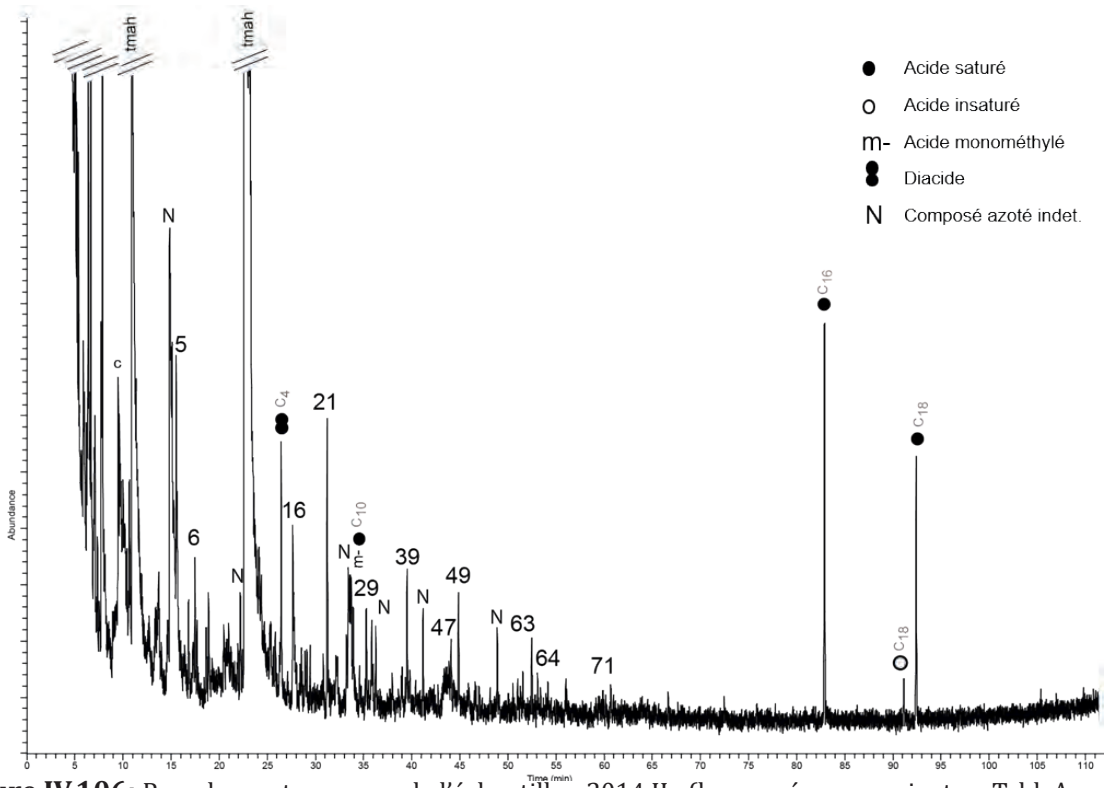



**Figure IV.106:** Pyrochromatogramme de l'échantillon 2014 IIa (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

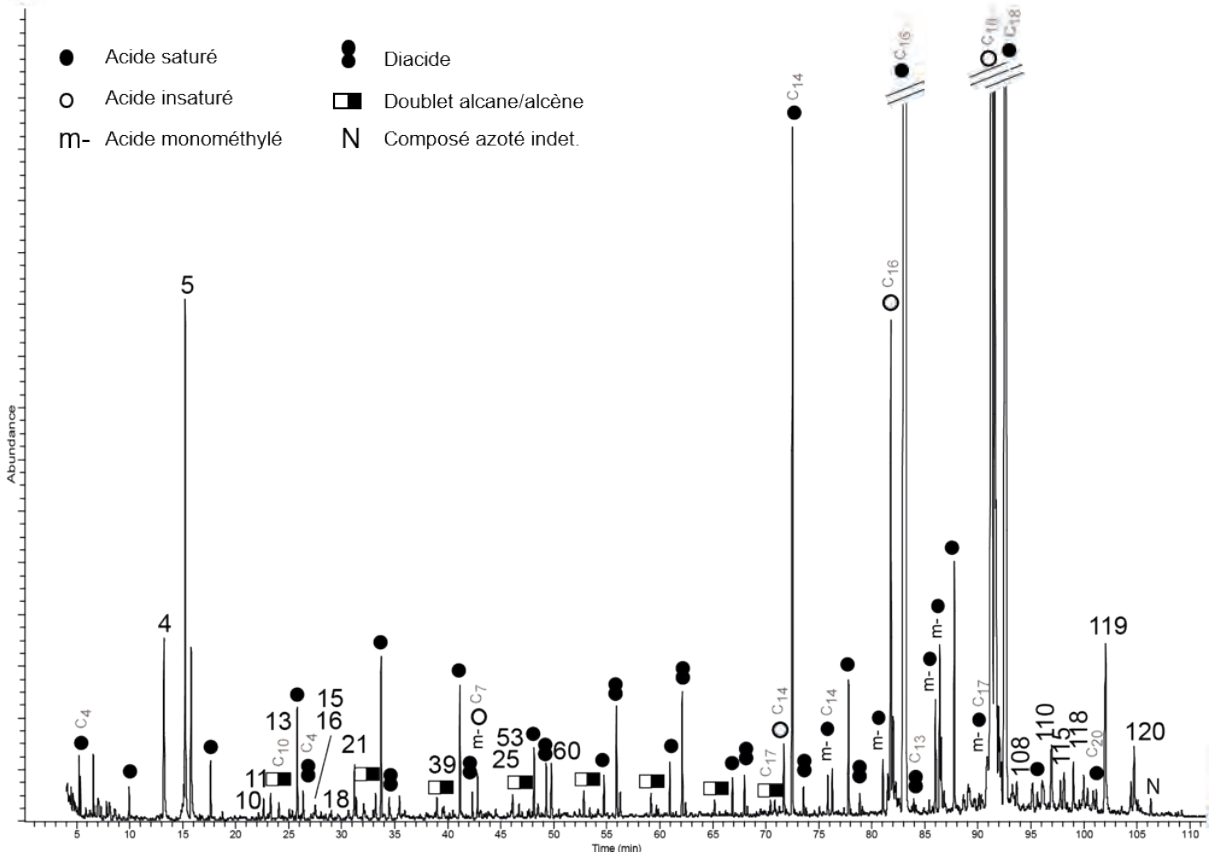



**Figure IV.107:** Pyrochromatogramme de l'échantillon 2014 IIb (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

#### 4.5.1.9. 2014 IIc (Figure IV.108)

Les composés détectés dans cet échantillon sont relativement peu nombreux. Ils sont dominés par l'acide benzoïque (n°21). Celui-ci est accompagné de quelques composés aliphatiques : acide gras saturé ($C_{16:0}$ et $C_{18:0}$) et diacides ($C_4$ et $C_5$).

Des composés aromatiques sont également détectés. Il s'agit de dérivés de la lignine (n° 6, 7 et 11) de dérivés benzoïques (n° 54) et de HAP (n° 29, 36 et 81). Plusieurs hétérocycles et aromatiques azotés (n° 16, 30, 33, 39 et 73) complètent cette liste, mais de plusieurs pics s'apparentant à des composés de ce type demeurent non identifiés.

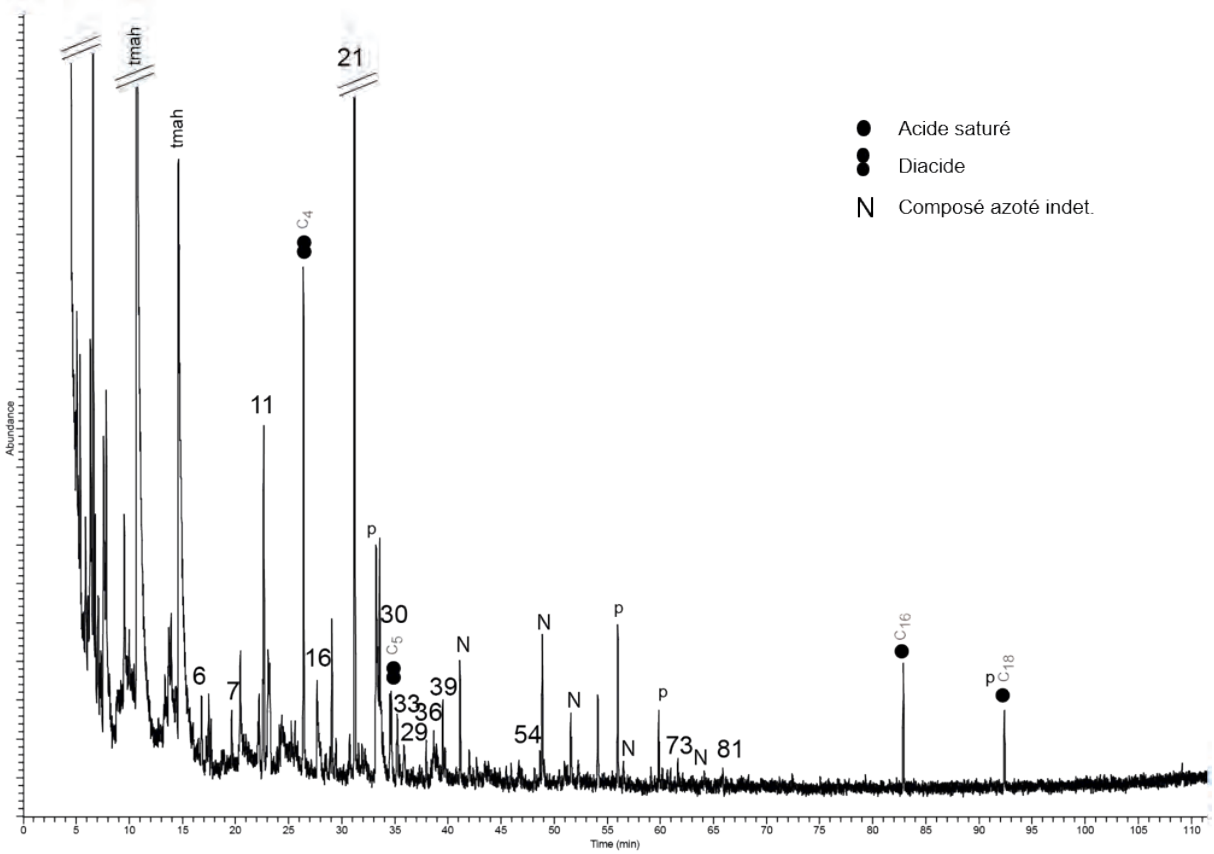



**Figure IV.108:** Pyrochromatogramme de l'échantillon 2014 IIc (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

#### 4.5.1.10. 2014 IId (Figure IV.109)

Les principaux contributeurs de cet échantillon sont les acides gras. Une série de saturés ($C_{6:0}$ à $C_{20:0}$), accompagnée de quelques insaturés ($C_{16:1}$ et $C_{18:1 \text{ et } 2}$), est détectée. Ces composés sont dominés par $C_{16:0}$, $C_{18:1}$, $C_{18:0}$, $C_{14:0}$ et $C_{16:1}$. Des acides monométhylés (m-$C_{13}$ à $C_{17}$), des diacides ($C_4$ à $C_{13}$) et une série de doublets n-Alcanes/n-Alcènes ($C_{10}$ à $C_{17}$) sont également identifiés.

Les autres composés détectés correspondent à l'acide benzoïque (n° 21), des dérivés benzoïques (n° 54) et benzéniques (n° 12, 13, 6 et 7).

Un diméthoxy-acide (n° 119), un méthoxy-acide (n° 56) ainsi qu'une lactone (n° 118) sont identifiés. Notons également la présence de deux aldéhydes (n° 20 et 40).

Enfin, deux amides (n° 115 et 120) et de nombreux composés aromatiques ou hétérocycliques azotés (n° 16, 25, 28, 34, 41, 46, 52, 58, 73 et 85) sont également identifiés aux côtés de plusieurs autres composés azotés indéterminés.

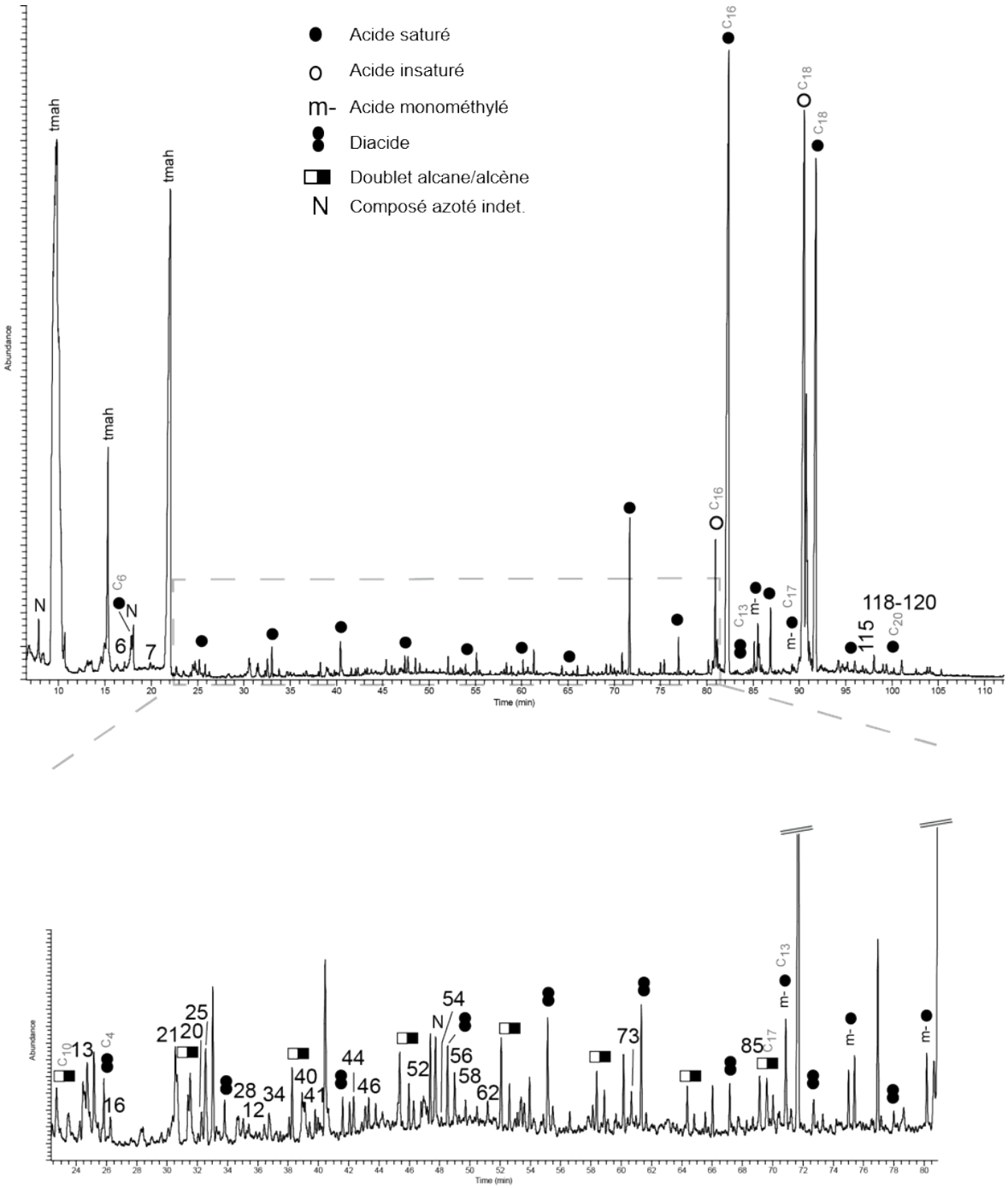



**Figure IV.109:** Pyrochromatogramme de l'échantillon 2014 IId (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

### 4.5.2. Bilan

#### 4.5.2.1. Bruit de fond naturel

Les deux échantillons de contrôle (M1 et 2014 I) ont livré très peu de composés, ce qui est en adéquation avec leurs faibles teneurs en carbone organique. Le contrôle M1 contient uniquement quelques méthylbenzènes et le contrôle 2014 I des méthylbenzènes, des HAP et des acides gras ($C_{16:0}$ et $C_{18:0}$).

Dans le contrôle M1 les composés aromatiques monocycliques détectés évoquent en premier lieu une contribution de MO végétale thermoaltérée (Derenne et Quénéa, 2015), mais vu leurs faibles intensités il est aussi envisageable qu'il s'agisse d'un effet de la méthode de l'analyse (pyrolyse de MO végétale « fraîche » ; Kaal *et al.*, 2008b). Pour le contrôle 2014 I la même remarque peut être formulée, mais l'association avec des HAP conforterait plutôt l'idée d'une MO initialement thermoaltérée. Ces résultats posent donc problème vis-à-vis du statut de contrôle de l'échantillon 2014 I. Cette contribution inattendue de MO végétale thermoaltérée pourrait en effet être le résultat d'une contamination du prélèvement ou bien indiquer que la profondeur où celui-ci a été effectué sous l'expérimentation 2014 n'était pas suffisante pour obtenir des sédiments non affectés.

#### 4.5.2.2. Éléments non diagnostiques

Les acides gras saturés ($C_{6:0}$ à $C_{18:0}$), dominés par $C_{18:0}$ et $C_{16:0}$, ainsi que les acides saturés monométhylés sont communs à la plupart des échantillons affectés par les expérimentations. Leur présence dans ces échantillons peut à la fois refléter des contributions animales, végétales et/ou microbiennes (Christie, 2014). Compte tenu de la méthode d'analyse employée, il est délicat de se référer aux abondances relatives de certains de ces composés pour préciser une origine potentielle (Derenne et Quénéa, 2015). L'importance des m-$C_{15}$ et $C_{17}$ dans certains échantillons (2012H II, 2012I II, 2014 IId et éventuellement M2 II) pourrait indiquer que ces composés sont liés spécifiquement à de la MO de ruminants (Dudd *et al.*, 1999 ; Christie, 2014) mais la possibilité d'une source fongique ou bactérienne (Saiz-Jimenez et De Leeuw, 1986 ; Dudd *et al.*, 1998 ; Kanthilatha *et al.*, 2014 ; Spangenberg *et al.*, 2014) ne peut être écartée.

Différents dérivés du glycérol ont également été détectés. Leur présence uniquement dans les échantillons impliquant de la MO animale (M2 II, 2012H II, 2012I II, 2014 IIa, b, c et d) incite à y voir une signature de ce type de MO (Evershed *et al.*, 2002 ; Ben Hassen-Trabelsi *et al.*, 2014). Toutefois une origine en lien avec la dégradation de triacylglycérols d'origine végétale n'est pas non plus impossible (Van Den Berg *et al.*, 2002 ; Maher et Bressler, 2007).

#### 4.5.2.3. MO végétale

Les indices de MO végétales se concentrent dans les échantillons affectés par l'expérimentation 2014. Il s'agit notamment d'acide benzoïque, de ses dérivés et de composés phénoliques qui s'apparentent à des produits de la dégradation de la lignine (Simoneit *et al.,* 1993 ; Quénéa *et al.*, 2004 ; Simoneit, 2005 ; Shadkami et Helleur, 2010). Il s'agit, entre autres, de méthoxy-benzène, d'acide méthoxy-benzoïque, de benzaldéhyde et d'acide cinnamique qui sont fréquents dans les dérivés de la lignine des végétaux supérieurs (Martín *et al.*, 1995 ; Del Rio *et al.*, 1998 ; Challinor, 2001 ; Quénéa *et al.*, 2004 ; Wahyudiono *et al.*, 2008).

Notons également la présence de lévoglucosane, un dérivé de carbohydrate pouvant indiquer la présence initiale de cellulose dans l'échantillon 2014 IIa (Quénéa *et al.*, 2005).

#### *4.5.2.4. MO végétale thermoaltérée*

Des composés aromatiques monocycliques ont été détectés en nombre variable dans la plupart des échantillons. Il s'agit de dérivés benzéniques qui sont globalement considérés comme des marqueurs de MO végétale thermoaltérée (*Black Carbon* : Knicker *et al.*, 2005 ; Kaal *et al.*, 2008a et b, 2009 ; Alexis *et al.*, 2012 ; De La Rosa *et al.*, 2012). La présence de HAP, comme le naphtalène et ses dérivés ou l'indène et ses dérivés, illustre également la combustion de MO végétale. Ces composés sont par exemple abondants dans les particules émises dans les gaz de la combustion de bois (Simoneit *et al.*, 1993 et 2000 ; Rogge *et al.*, 1998 ; Oros et Simoneit, 2001 ; Schauer *et al.*, 2001)

Du fait de la méthode d'analyse, il est possible qu'une partie de ces composés soit issue de la pyrolyse de MO végétale « fraîche « (Kaal *et al.*, 2008b). Toutefois, leur abondance dans les échantillons impliquant la combustion de bois (2012I II, 2012J II et 2014 IIa, b et c) et l'absence de produit de la pyrolyse de cellulose (hormis un exemple dans le cas de 2014 IIa) vont dans le sens d'une MO déjà thermo altérée et liée au type de combustible employé (Kaal *et al.*, 2008a et 2009).

#### *4.5.2.5. MO animale*

Les échantillons ayant impliqué de la MO animale, que ce soit issue d'os (M2 II, 2012H II et 2012I II) ou de viande (2014 IIa, b, c et d), ont livré des époxy-, méthoxy- et hydroxy-acides en $C_{18:0}$ et $C_{18:1}$ notamment. Ces composés peuvent être associés à la dégradation d'acides issus eux-mêmes de triacylglycérols (Nawar, 1969 ; Evershed *et al.*, 2002). Les diacides sont également nombreux dans ces échantillons et sont, avec les acides courts ($C_8$ et $C_9$ par exemple) et des rares acides insaturés monométhylés (m-$C_9$ et $C_{10}$), des composés issus de la dégradation d'acides gras notamment par oxydation (Wexler, 1964 ; Mills, 1966 ; Van Den Berg *et al.*, 2002 ; Rontani et Aubert, 2008).

Ces composés ne sont pas à proprement parler spécifiques de la MO animale, toutefois leur association entre eux (Evershed *et al.*, 2002) et avec une importante contribution de $C_{18:1}$ (Malainey *et al.*, 1999a ; Nieuwenhuyse *et al.*, 2015) va dans le sens d'un lien avec ce type de MO.

De rares aldéhydes ont également été détectés dans les échantillons M2 II et 2014 IId. Ce sont des composés qui peuvent correspondre dans ce contexte à l'oxydation d'acides d'origine animale. Toutefois les références à ce sujet sont, à notre connaissance, plus spécifiquement liées à de l'altération thermique de viande (Rogge *et al.*, 1991 ; Schauer *et al.*, 1999). Dans la mesure où ces composés sont retrouvés à la fois dans un échantillon impliquant de la MO animale n'ayant pas subi d'altération thermique (M2 II) ou, au contraire, ayant été chauffée (2014 IId) il est difficile d'être catégorique sur ce point.

#### *4.5.2.6. MO animale thermoaltérée*

Dans les échantillons de foyer impliquant de la MO animale (2012H II, 2012I II, 2014 IIb et d), des séries de doublets alcane/alcène ($C_{10}$ à $_{C17}$) sont observées. Cette association est fréquemment attribuée au phénomène d'altération thermique (Almendros *et al.*, 1988 ; Nawar, 1989 ; Oudemans et Boon, 1991 ; Simoneit, 2002 ; Eckmeier et Wiesenberg, 2009 ; Wiesenberg *et al.*, 2009). Dans

les échantillons 2014 IIb et d, de rares lactones, marqueurs d'altération thermique de graisse et de viande (Nawar, 1969 ; Rogge *et al.*, 1991 ; Evershed *et al.*, 1995, 2002 ; Raven *et al.*, 1997; Schauer *et al.*, 1999 ; Lucquin, 2007; Belitz *et al.*, 2009), sont aussi détectées.

Notons que dans les échantillons de l'expérimentation 2014 des amides (2014 IIb et d) et des composés azotés aromatiques (2014 IIa, b, c et surtout d) sont détectés. Compte tenu de la méthode d'analyse, il est cependant difficile d'écarter totalement la possibilité que ces composés cycliques soient des produits de la pyrolyse (Derenne et Quénéa, 2015). Malgré tout, compte tenu du contexte de l'expérimentation 2014, il est probable qu'au moins une partie d'entre eux correspondent à des produits de la dégradation thermique de MO riches en protéines comme la viande employée. Différents travaux sur les particules émises lors de la cuisson de viande (Rogge *et al.*, 1991 ; Schauer *et al.*, 1999 ; Oudemans et Boon, 1991 ; Simoneit, 2002 ; Chaala et Roy, 2003) ou la combustion de MO d'origine animale (Berruti *et al.*, 2012 ; Cascarosa *et al.*, 2011) mentionnent en effet la présence de ces types de composés azotés.

#### *4.5.2.7. Synthèse (Tableau IV.22)*

Les deux échantillons de contrôles (M1 et 2014 I) nous indiquent un bruit de fond extrêmement limité dont une part semble correspondre à la formation de composés benzéniques durant l'analyse. Dans le cas du contrôle 2014 I, il est toutefois difficile d'exclure que la présence de HAP reflète une influence de l'expérimentation sus-jacente.

L'échantillon issu de l'expérimentation de foyer à bois 2012J II a lui aussi livré un signal relativement faible. Il s'agit uniquement de composés benzéniques qui pourraient indiquer la contribution de MO végétale thermoaltérée. Il est cependant difficile de dire si cette altération est initiale ou imputable à la pyrolyse.

Dans l'échantillon de l'expérimentation M2, de nombreux groupes de composés aliphatiques illustrent la présence de MO issue la dégradation de triacylglycérols. Compte tenu de l'implication de graisse et de moelle dans cette expérimentation, il est donc probable que ces composés indiquent une contribution de MO animale faiblement dégradée.

Une partie de ces composés se retrouve également dans le prélèvement de l'expérimentation 2012H II qui impliquait la combustion des mêmes matériaux. Toutefois, la présence d'une série de doublets alcane/alcène et la réduction de la diversité de composés attribués à de la MO animale soulignent la dégradation thermique qui affecte la MO de cet échantillon.

Dans l'échantillon de l'expérimentation de foyer mélangeant du bois et de l'os (2012I II), les composés détectés illustrent ces deux sources de MO et leur thermoaltération. La présence de dérivés benzéniques et de HAP (dérivés du naphtalène notamment) est caractéristique d'une MO végétale carbonisée. La présence d'une série de doublets alcane/alcène serait quant à elle liée à l'altération thermique de MO en général. Notons qu'aucune trace de MO « fraîche » n'est observée hormis la présence d'acides gras relativement ubiquistes.

Les différents prélèvements provenant de l'expérimentation 2014 (cuisson de viande) livrent des résultats opposant l'échantillon 2014 IIa (sédiments rubéfiés) et les échantillons 2014 IIb, c et d (sédiments noircis). Le premier livre un signal illustrant la contribution de MO végétale thermoaltérée ou non. Les autres livrent également ces types de composés, mais aussi des éléments indiquant la contribution de MO d'origine animale. En particulier le prélèvement 2014 IId livre de

nombreux composés azotés pouvant illustrer la thermoaltération de MO riche en protéine. Il faut cependant noter que dans tous ces échantillons, y compris 2014 IIa, des composés azotés non identifiés sont détectés ce qui inciterait à pondérer en partie cette opposition.

| | **Contrôles** | | **Foyer bois** | **MO os +sol** | **Foyer OS** | **Foyer Os+bois** | **Foyer bois+viande** | | **Origine** |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | **M1** | **2014 I** | **2012J II** | **M2 II** | **2012H II** | **2012I II** | **2014 IIa** | **2014- IIb, c et d** | |
| *Acides benzoïque et deriv.* | | | | | | | x | x | **MO végétale** |
| *Lignine deriv.* | | | | | | | x | x | |
| *Cellulose deriv.* | | | | | | | x | | |
| *Benzène deriv.* | (x) | x | x | | | x | (x) | | **MO végétale thermoaltérée** |
| *HAP* | | x | | | | x | x | x | |
| *Acides insaturés monométhylés* | | | | x | | | | | **MO animale** |
| *Méthoxy-, époxy- et hydroxy-acides* | | | | x | x | | | x | |
| *Diacides* | | | | x | x | | (x) | x | |
| *Aldéhydes* | | | | x | | | | x | |
| *Amides* | | | | | | | | x | **MO animale thermoaltérée** |
| *N. Arom./hétéro.* | | | | | | | | x | |
| *y-lactones* | | | | | | | | x | |
| *Doublets alcane/alcène* | | | | | x | x | | x | |

**Tableau IV.22:** Synthèse des principaux marqueurs identifiés par Py(TMAH)-CG-SM dans les échantillons des expérimentations.

### 4.6. Synthèse des analyses géochimiques

L'analyse des échantillons témoins, en particulier celle de M1, met en évidence un bruit de fond relativement ténu d'un point de vue quantitatif (teneur en carbone organique inférieure à 0.3%). Du point de vue de l'analyse moléculaire de ce bruit de fond, les résultats obtenus par CG-SM et en Py(TMAH)CG-SM mettent en évidence qu'il s'agit d'un mélange de MO organiques relativement ubiquistes, pointant dans certains cas vers une origine végétale.

L'analyse des sédiments d'un des foyers ayant fonctionné uniquement avec du bois (2012J) a montré que, compte tenu de la méthode employée, aucune augmentation de la teneur en $C_{org}$ n'était observable. Cependant, d'un point de vue qualitatif, les résultats obtenus par CG-SM et en Py(TMAH)CG-SM indiquent que la MO contenue dans ces sédiments correspond en particulier à de la MO d'origine végétale dont certains composés indiquent qu'elle a subi une altération thermique.

L'échantillon provenant de l'expérimentation M2 documente des sédiments ayant été imprégnés de MO issue de la dégradation d'os fragmentés, mais non altérés thermiquement. La mesure de la teneur en carbone organique (4.7%) indique un fort enrichissement des sédiments en MO. L'analyse moléculaire, quant à elle, a permis de reconnaître des ensembles de composés qui signent la contribution de cette MO d'origine animale.

L'échantillon provenant d'un foyer ayant fonctionné avec de l'os principalement (2012H) présente une teneur en $C_{org}$ nettement supérieure au contrôle (2.3%). Du point de vue du contenu moléculaire, cet échantillon livre un signal qui correspond à des composés d'origine animale dont certains ont été altérés thermiquement.

Dans les sédiments du foyer 2012I ayant fonctionné avec un mélange de bois et d'os, la teneur en carbone organique est légèrement plus élevée (0.9%) que celles des contrôles. Mais compte tenu de la méthode employée, cette variation n'est pas statistiquement significative. Malgré tout, l'analyse par CG-SM et en Py(TMAH)CG-SM indique, qu'en plus d'une MO d'origine végétale en partie thermoaltérée, ces sédiments contiennent des composés d'origine animale dont certains sont thermoaltérés.

Le foyer 2014, ayant fonctionné avec du bois et servi à la cuisson de viande, a fait l'objet d'un échantillonnage plus détaillé dans le but de prendre en compte d'éventuelles variations latérales et verticales. L'échantillon de contrôle (I) pris sous la structure visait à vérifier l'équivalence du bruit de fond de la zone expérimentale de 2014 avec celle de 2012. Nous avons vu que si sa teneur en carbone est bien similaire, le contenu moléculaire reconnu par CG-SM et en Py(TMAH)CG-SM porte les traces d'une faible contribution de MO animale et végétale en partie thermoaltérées. Il n'est donc pas à exclure ce que cet échantillon n'ait pas été pris suffisamment profondément pour échapper à l'influence de l'expérimentation, ou bien qu'une contamination ait eu lieu durant son prélèvement. Malgré ces quelques bémols, le bruit de fond local demeure minime (0.2%$C_{org}$) et dominé par des composés issus de MO ubiquistes ou végétales similaires à celles du contrôle M1.

Quatre échantillons documentent différents points des sédiments visiblement altérés par le fonctionnement du foyer 2014. Le premier (IIa) correspond à des sédiments rubéfiés pris en profondeur. Sa teneur en carbone organique est similaire à celle de l'encaissant (0.2%) et son contenu lipidique est dominé par de la MO d'origine végétale en partie thermoaltérée. Notons cependant que quelques indices mettent en évidence une contribution de MO animale thermoaltérée dans ces sédiments. Les échantillons IIb et IIc correspondent aux sédiments noircis situés au-

dessus de ceux de IIa. Leurs teneurs en carbone sont supérieures à celle de l'encaissant (2.1 et 0.5%) et, bien que la seconde valeur soit à la limite de la marge d'erreur de la technique d'analyse, montrent qu'une forte variabilité latérale existe au sein d'une même structure en ce qui concerne l'enrichissement en carbone causé durant le fonctionnement et l'utilisation du foyer. D'un point de vue qualitatif, ces deux échantillons documentent tous deux la contribution de MO végétale et animale ayant en partie été altérées thermiquement. Cependant, là aussi une certaine variabilité existe puisque les composés identifiés ne sont pas tous les mêmes entre ces deux échantillons. Le dernier échantillon, IId, a été prélevé en subsurface sous un encroûtement carbonisé (voir Figure IV.63). Sa teneur en carbone organique est très élevée (9.8%) ce qui indique un fort apport en MO par rapport aux échantillons de contrôle. Le contenu moléculaire de ces sédiments indique la présence de MO végétale en partie thermoaltérée mais surtout une forte contribution de composés attribués à une origine animale dont une part est elle aussi thermoaltérée.

À la différence des autres échantillons de cette étude, ceux provenant du foyer 2014 ont permis la quantification de leur teneur en azote (%N). Celle-ci est plus élevée dans les échantillons noircis et notamment pour IId. Ces résultats vont de pair avec l'identification de composés azotés dans ces échantillons ce qui les démarque nettement de ceux où de l'os a été mis en œuvre.

À partir des données issues de l'analyse des extraits lipidiques par CG-SM, nous avons entrepris d'étudier la distribution des acides gras afin de mieux définir l'origine de la MO et son état. Cette analyse s'est adossée sur celle de données tirées de la littérature afin mettre en évidence les points forts, mais également les limites de ce type de démarche. Les outils mis en œuvre pour l'évaluation du degré de dégradation livrent des résultats compatibles avec les paramètres expérimentaux et les observations de terrain. Notamment, les MO des foyers ayant fonctionné avec du bois (2012I et J), et ayant *a priori* atteint des températures plus importantes, semblent plus dégradées que celles de l'expérimentation M2 et du foyer 2012H. En ce qui concerne l'origine de la MO, le recoupement de plusieurs approches permet de donner des estimations généralement cohérentes de l'origine de la MO des différents échantillons. Malgré tout, plusieurs problèmes et biais ont été mis en évidence aussi bien en ce qui concerne les référentiels disponibles que la compréhension des mécanismes à l'œuvre. Il semble donc très délicat, en l'état, de pouvoir utiliser ces outils en aveugle pour étudier de la MO issue de sédiments de structure de combustion.

# 5. Synthèse des résultats expérimentaux

## 5.1. Rappel des principaux résultats

L'étude à différentes échelles des 13 foyers expérimentaux réalisés entre 2012 et 2014 a permis de mettre en évidence plusieurs registres d'information. Ils concernent à la fois le fonctionnement de différents types de structure, en particulier sur la question de l'utilisation de types de combustible différents (bois et/ou os), mais aussi les critères macroscopiques, micromorphologiques et géochimiques permettant de les caractériser.

### *5.1.1. Observation de terrain (cf. Partie IV.2)*

Un premier axe visait à comparer des foyers à bois ayant fonctionné avec des quantités de combustibles variables et ayant été utilisés ou non à plusieurs reprises. L'épaisseur de sédiments rubéfiés au niveau de la sole de ces structures a ainsi été particulièrement observée puisque d'un point de vue archéologique il s'agit d'un critère fréquemment mobilisé pour évaluer la durée et l'intensité de fonctionnement d'un foyer. Il a ainsi été montré que la quantité de combustible, la durée et le nombre d'utilisations étaient faiblement corrélés à l'épaisseur de sédiments rubéfiés. En effet, c'est l'intensité du fonctionnement, exprimée par la vitesse de combustion, qui explique le mieux les différences d'épaisseur. Dans ce registre, l'importance de la gestion du combustible par l'opérateur du foyer est donc loin d'être négligeable. Il en ressort également qu'il paraît difficile de considérer comme acquise l'idée qu'un foyer ayant fonctionné longtemps et/ou à plusieurs reprises soit caractérisé par une forte épaisseur de sédiments rubéfiés.

Par ailleurs, les différences caractérisant l'utilisation de l'os comme combustible ont été étudiées. Du point de vue de l'aspect fonctionnel, nos résultats sont concordants avec les travaux antérieurs et illustrent les spécificités de ce choix technique : flammes importantes, faible chaleur émise, contraintes de la préparation du combustible et de surveillance de la structure. La fouille des structures expérimentales a montré qu'une claire distinction existait entre les foyers ayant impliqué l'utilisation d'os (et dans une moindre mesure de viande) à ceux ayant uniquement impliqué du bois. L'utilisation d'os induit un noircissement important des premiers centimètres depuis la surface de la sole alors que dans le cas de l'utilisation de bois, seul un noircissement superficiel est constaté. Il faut également noter que dans le foyer 2012 H, un important écoulement latéral de fluide graisseux a été observé.

### *5.1.2. Étude micromorphologique (cf. Partie IV.3)*

L'analyse de lames minces issues des structures expérimentales s'est concentrée sur 3 aspects principaux.

Dans un premier temps, c'est la caractérisation de l'encaissant qui a été effectuée. Celui-ci correspond en tout point aux données antérieures concernant la formation SJ du site de Régismont-le-Haut. Deux faciès qui se distinguent notamment par leurs degrés d'évolution pédologique ont été identifiés. Le premier et le plus fréquent, SJ « classique », correspond à des dépôts colluviaux sablolimoneux relativement peu évolués tandis que le second, SJ « à nodules carbonatés », enrichi

en matériaux fins et présentant des traits calcitiques plus développés semble correspondre à l'horizon iluvié d'un solum tronqué. Dans tous les cas, les matériaux sédimentaires et les traits pédologiques les affectant sont semblables, ce qui offre un cadre relativement homogène pour nos expérimentations. Il faut souligner que peu de traces de constituants organiques ont été observées dans cet encaissant ce qui, *a priori*, facilite la détection de changements dans ce domaine en lien avec les expérimentations.

La caractérisation de l'altération thermique des constituants minéraux a ensuite été conduite. D'un point de vue qualitatif, celle-ci ne présentait que peu de variations en fonction des différents paramètres expérimentaux. En effet, c'est principalement la fraction fine qui est touchée ce qui se traduit par une oxydation correspondant à la rubéfaction observée sur le terrain. Les constituants grossiers calcaires sont parfois également oxydés, mais ce n'est pas systématique. Le reste des constituants, notamment les sables de quartz, ne sont quant à eux pas affectés par les expérimentations. Ces observations permettent de proposer, par comparaison avec la littérature, que les températures atteintes dans les sédiments sont relativement peu élevées, inférieures à 500°C, mais même plus probablement inférieures à 300°C dans la plupart des cas. Notons enfin que les traits calcitiques sont affectés de façon aléatoire par cette élévation de la température. Comme pour les constituants calcaires, il est probable que leur composition, et notamment l'inclusion ou non de matériaux ferreux susceptibles d'être oxydés, joue un rôle déterminant à cet égard.

Finalement, l'observation de la partie superficielle de chacun de ces foyers a permis de préciser la nature des noircissements observés sur le terrain. Dans le cas des foyers à bois, un dépôt superficiel de matières carbonisées est constaté, mais le noircissement ou brunissement sous-jacent semble correspondre à la réduction des constituants ferreux de la matrice fine et peut- être pour partie à l'altération de la MO héritée. En effet, aucune trace d'apport de matériaux carbonés dans la porosité ou dans la masse n'est constatée dans ce cas. À l'inverse, dans le cas des foyers ayant fonctionné avec de l'os, et dans une moindre mesure dans celui des foyers à bois ayant servi à la cuisson de viande, l'important noircissement observé sur le terrain correspond à un véritable apport en matières organiques. En effet, des revêtements sont observés autour de constituants et dans la porosité. Leur présence diminue en profondeur ce qui indique une mise en place par percolation depuis la surface. Un gradient existe également entre la proche surface, où ces matériaux sont carbonisés, et les profondeurs plus importantes où ils sont seulement brunifiés. Ce gradient indique un degré d'altération thermique variable en fonction de la profondeur et donc des températures atteintes dans les sédiments. Compte tenu des observations de terrain, il est proposé que ces matériaux correspondent aux fluides graisseux s'échappant des os durant leur montée en température, percolant dans les sédiments et altérés par les températures atteintes en leur sein.

#### *5.1.3. Étude géochimique (cf. Partie IV.4)*

Une sélection de structures expérimentales a fait l'objet d'analyses visant à quantifier le carbone organique, puis à caractériser les lipides et enfin la MO globale (bulk OM). Le bruit de fond local a été pris en compte au moyen d'échantillons de contrôle.

Ce bruit de fond local se caractérise par une faible teneur en carbone organique (< à 0.3%) des sédiments de la formation SJ. Le contenu lipidique est faible, mais diversifié et correspond à de la MO relativement ubiquiste pouvant provenir de sources animales ou bactériennes et à de la MO d'origine végétale.

Sur cette base, nous avons pu mettre en évidence des différences nettes, à la fois sur le plan quantitatif et qualitatif, entre les différentes expérimentations. Le foyer ayant fonctionné avec du bois ne présente pas d'enrichissement en carbone organique alors que c'est le cas pour les échantillons provenant des foyers ayant fonctionné avec de l'os ou ayant servi à la cuisson de viande.

Du point de vue du contenu moléculaire, des signatures distinctes ont permis de distinguer la contribution de MO d'origine animale dans les foyers à os ou ayant cuit de la viande. À l'inverse, dans le foyer à bois seul de la MO végétale en partie thermoaltérée est identifiée. Dans le détail, il est possible que la contribution de composés azotés dans le foyer où de la viande a été cuite puisse permettre de le distinguer de ceux où de l'os a servi de combustible.

Ces observations, ainsi qu'une revue de la littérature ont permis de proposer des signatures pour différents types et états de MO. La distribution des acides gras a été prise en compte afin de tester et, dans certains cas, de préciser plusieurs proxies pouvant aider à l'analyse de la MO issue des structures de combustion.

### 5.2. Discussion

La mise en perspective de ces résultats obtenus à différentes échelles d'analyse permet à la fois de préciser les processus affectant les constituants de l'encaissant des foyers expérimentaux et de suivre les variations qui sont liées aux différents paramètres expérimentaux.

La prise en compte des propriétés de l'encaissant a permis de préciser la façon dont celui-ci, et en particulier ses constituants minéraux, réagissait à l'altération thermique. Il a également été vu de quelle façon l'intensité de fonctionnement des foyers, pouvant se traduire sous la forme d'une vitesse de combustion, influait directement sur l'épaisseur de sédiment rubéfié. Ce facteur est à cet égard prédominant sur la durée de fonctionnement, le nombre d'utilisations ou la quantité de combustible.

La faible teneur en matière organique de cet encaissant, attestée par les études micromorphologiques et géochimiques, a permis de prendre en considération d'éventuelles différences induites par les expérimentations. En effet, les observations de terrain ont montré une nette différence entre les foyers à bois, présentant un liseré noirâtre peu épais en surface, et les foyers à os ou ayant servi à cuire de la viande qui présentaient un noircissement prononcé de la partie supérieure des sédiments de la sole. D'un point de vue micromorphologique comme géochimique, ces observations s'expliquent par deux processus distincts. Dans le cas des foyers à bois, il s'agit de l'altération thermique (carbonisation et brunissement) de la MO présente naturellement dans les sédiments. La teneur en carbone de ces échantillons n'augmente pas, ce qui indique que les dépôts superficiels de résidus de combustion particulaires (suie) observés sur le terrain ne pénètrent pas ou très peu en profondeur. Dans le cas des foyers à os et ayant servi à la cuisson de viande, un apport de MO par percolation est constaté et se traduit par une

augmentation significative de la teneur en carbone de ces sédiments. Cette MO est cependant également en partie thermoaltérée sous l'effet de la chaleur. L'analyse géochimique confirme cette remarque et a mis en évidence une origine animale pour cette MO.

À partir de ce corpus expérimental, plusieurs faisceaux d'indices permettent donc de distinguer clairement les foyers en fonction de leur mode de fonctionnement, en particulier pour ce qui est de l'implication d'os vis-à-vis de celle du bois. À propos de l'utilisation, il demeure difficile de percevoir à partir de l'observation des soles uniquement dans quelle mesure un foyer a été utilisé à plusieurs reprises ou non. Cependant, l'épaisseur des sédiments rubéfiés peut informer sur l'intensité maximale atteinte durant son utilisation. Concernant la question de la cuisson de la viande, les caractères physiques et chimiques des foyers ayant eu cette fonction recoupent en grande partie ceux des foyers ayant impliqué de l'os. Il apparaît cependant que la prise en compte des MO azotées issues de matériaux riches en protéines comme la viande peut être un moyen de distinguer ces deux cas de figure.

Ces résultats viennent préciser un certain nombre de points déjà soulevés dans des études expérimentales antérieures (cf. Partie II.2.2).

Les expérimentations impliquant l'utilisation d'os rejoignent d'un point de vue pratique les conclusions de Costamagno, Théry-Parisot et leurs collaborateurs (*e.g.* Théry-Parisot et Costamagno, 2005 ; Costamagno *et al.*, 2009). La faisabilité de l'utilisation de ce type de combustible est confirmée, mais son caractère contraignant mérite une nouvelle fois d'être souligné. En effet, son emploi seul semble difficile et les contraintes de préparation (fracturation) et d'utilisation (surveillance et entretien fréquent) ainsi que ses propriétés thermiques sont très spécifiques. Le recours à ce type de combustible semble donc fortement organisé et il paraît difficile d'envisager qu'il puisse s'agir uniquement d'une réponse expédiente à la rareté de combustibles ligneux comme cela a été proposé pendant longtemps (voir par exemple Perlès, 1977). Sur la question des écoulements de fluide graisseux et de leur imprégnation dans les sédiments, les observations antérieures de Sellami (Sellami *in* Rapport RGT 2006) et de Hérisson et collaborateurs (Hérisson, 2012 ; Hérisson *et al.*, 2013) sont répétées. Ce phénomène constitue donc une spécificité de l'emploi de combustible osseux encore riche en matière grasse.

Les observations concernant l'altération thermique des sédiments contribuent à l'établissement de référentiels de différents types de matériaux exposés à la chaleur (*e.g.* Aldeias *et al.*, 2016a). Le type de sédiment considéré ici, correspondant à des limons argilocarbonatés avec des sables de quartz et de rares inclusions calcaires, réagit à la chauffe principalement par une oxydation de sa fraction fine. Les éléments calcaires réagissent de façon aléatoire, sans doute en raison de leur plus ou moins grande teneur en fer (Aldeias *et al.*, 2016a), et les quartz ne sont pas affectés peut-être pour la même raison, mais plus certainement en raison de températures atteintes trop basses (Wattez, 1992). Il a cependant été mis en évidence que l'épaisseur de sédiment affecté n'était pas seulement fonction de la durée de l'utilisation, du nombre d'utilisations ou de la quantité de combustible. L'intensité du fonctionnement semble être le facteur prépondérant, ce qui implique que sans une connaissance au moins sommaire de certains paramètres expérimentaux, il est difficile d'avancer des hypothèses détaillées à partir de la seule observation de l'épaisseur de sédiments rubéfiés.

Enfin, du point de vue de la prise en compte de la MO dans ce type de structure, les résultats obtenus ont montré que même dans un substrat pauvre comme la formation SJ, le peu de MO héritée présent dans les sédiments pouvait conduire à un brunissement de la partie haute de la sole. Cette MO semble correspondre en partie à de la MO végétale thermoaltérée, présente naturellement à l'état frais dans ces sédiments. Ces observations rejoignent celles faites par Mallol et collaborateurs (Mallol *et al.*, 2013a) et soulignent l'importance de la prise en compte du contenu organique initial des sédiments à toutes les échelles d'analyse.

Dans le cas des foyers à bois, une contribution superficielle de résidus de combustion comme de la suie est observée sur le terrain et grâce à la micromorphologie. Hormis cela, aucun transfert n'est observé en profondeur ce qui est confirmé par l'absence d'élévation de la teneur en carbone organique. À défaut de processus post-dépositionnels induisant l'incorporation de résidus de combustion aux sédiments rubéfiés, le contenu organique de tels faciès ne livrerait donc que bien peu d'informations sur le fonctionnement de la structure. À l'inverse dans le cas des foyers impliquant des matières animales (os ou viande), un net enrichissement est constaté ce qui implique que la MO de ce type de faciès peut potentiellement livrer des informations directes en termes de fonctionnement ou d'utilisation. À ce titre, notons qu'une bonne part des analyses géochimiques antérieures ayant porté sur des structures de combustion ont justement livré des résultats documentant principalement des MO d'origine animale (*e.g.* Lucquin, 2007 ; Kedrowski *et al.,* 2009 ; Buonasera *et al.*, 2015 ; Choy *et al.*, 2016).

D'un point de vue méthodologique, et notamment en ce qui concerne l'interface entre la micromorphologie et la géochimie organique, nous avons vu, grâce à un échantillonnage plus étoffé du foyer 2014 pour la géochimie, l'importante variabilité latérale et verticale existant au sein d'une même structure. Celle-ci se traduit à toutes les échelles d'analyse, mais en ce qui concerne la géochimie organique il est patent qu'un seul échantillon par structure induit un risque en termes de représentativité aussi bien sur le plan quantitatif que qualitatif. En tout état de cause, l'idéal serait de pouvoir réaliser cet échantillonnage une fois l'analyse macro et microscopique effectuée. Toutefois, compte tenu des contraintes de terrain et des délais de préparation et d'analyse cela paraît difficilement envisageable. Une solution pourrait être de doubler les échantillonnages de sédiments orientés et de les stocker convenablement en attendant une série de prélèvements approfondis guidés par les analyses (micro-) contextuelles.

# Partie V. Régismont-le-Haut

# 1. Régismont-le-Haut : un campement aurignacien du sud de la France

Le site de Régismont-le-Haut est un campement de plein air aurignacien localisé dans le sud de la France (Figure V.3 et Figure V.5). Avant de préciser les structures qui font l'objet de ce travail (cf. Partie V.1.2.7), nous présenterons brièvement le contexte archéologique général de l'Aurignacien (cf. *infra*), l'historique des recherches sur le site et les données issues des fouilles récentes (cf. Partie V.1.2).

Deux publications sous presse présentent et, pour certains points, approfondissent les informations synthétisées ci-dessous (Anderson *et al.*, sous presse ; Bon *et al.*, sous presse). Le lecteur intéressé y trouvera notamment des discussions détaillées sur l'industrie lithique et l'interprétation fonctionnelle qui est faite des différents espaces.

## 1.1. Contexte archéologique : l'Aurignacien

L'Aurignacien est classiquement défini comme le premier techno-complexe du Paléolithique supérieur étendu à l'échelle de l'Europe (Figure V.1). Comme pour beaucoup de subdivisions de la Préhistoire, l'Aurignacien, tel qu'il est compris actuellement, est le résultat d'une longue tradition de travaux puisant leurs sources à la fin du XIXe siècle. Il serait hors de propos de dresser ici un panorama exhaustif des recherches et des questionnements passés ou actuels, un certain nombre de travaux récents fournissant par ailleurs des synthèses où l'on trouvera des références abondantes (*e.g.* Bon, 2002, 2009 et 2010 ; Bar-Yosef et Zilhão, 2006 ; Teyssandier, 2007 ; Michel, 2010 ; Otte, 2010).

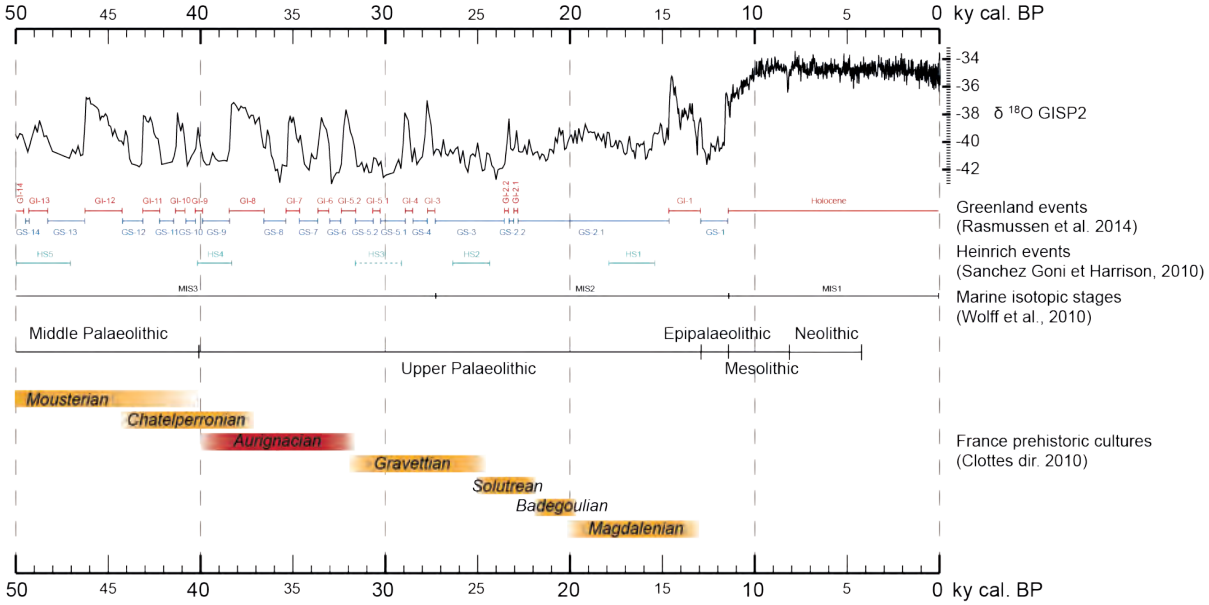



**Figure V.1:** L'Aurignacien dans le cadre chronologique et climatique de la fin du Pléistocène et de l'Holocène en Europe occidentale.

Toutefois, il convient de rappeler un certain nombre de grands faits qui permettent de distinguer l'Aurignacien, certes de manière quelque peu caricaturale. Sur le plan biologique, il s'agit en Europe occidentale du premier technocomplexe attribué à l'Homme moderne, Homo sapiens.

D'un point de vue technologique, cette période est caractérisée par une systématisation conjointe des débitages laminaires et lamellaires (*e.g.* Teyssandier *et al.,* 2010). Le premier permettant la réalisation d'un outillage où dominent grattoirs et lames retouchées est souvent attribué à la sphère domestique, tandis que le second semble plutôt voué à la production de supports destinés aux activités cynégétiques (Figure V.2). Toujours d'un point de vue technique, la production d'outils et de pointes de projectile en matière dure animale est une autre tendance s'affirmant durant l'Aurignacien (*e.g.* Tartar *et al.*, 2006 ; Figure V.2). Enfin, c'est aussi avec l'Aurignacien que les manifestations d'ordre symbolique se multiplient : éléments de parures, art rupestre et mobilier (*e.g.* Valladas *et al.,* 2001 ; Conard, 2009 ; Figure V.2). Ces multiples éléments ont fait, et font toujours, de l'Aurignacien un sujet majeur dans les discussions sur les notions de transition entre Paléolithique moyen et supérieur, d'émergence de l'Homme anatomiquement moderne et de modernité comportementale en Europe (*e.g.* Zilhão, 2006 ; Teyssandier, 2007).

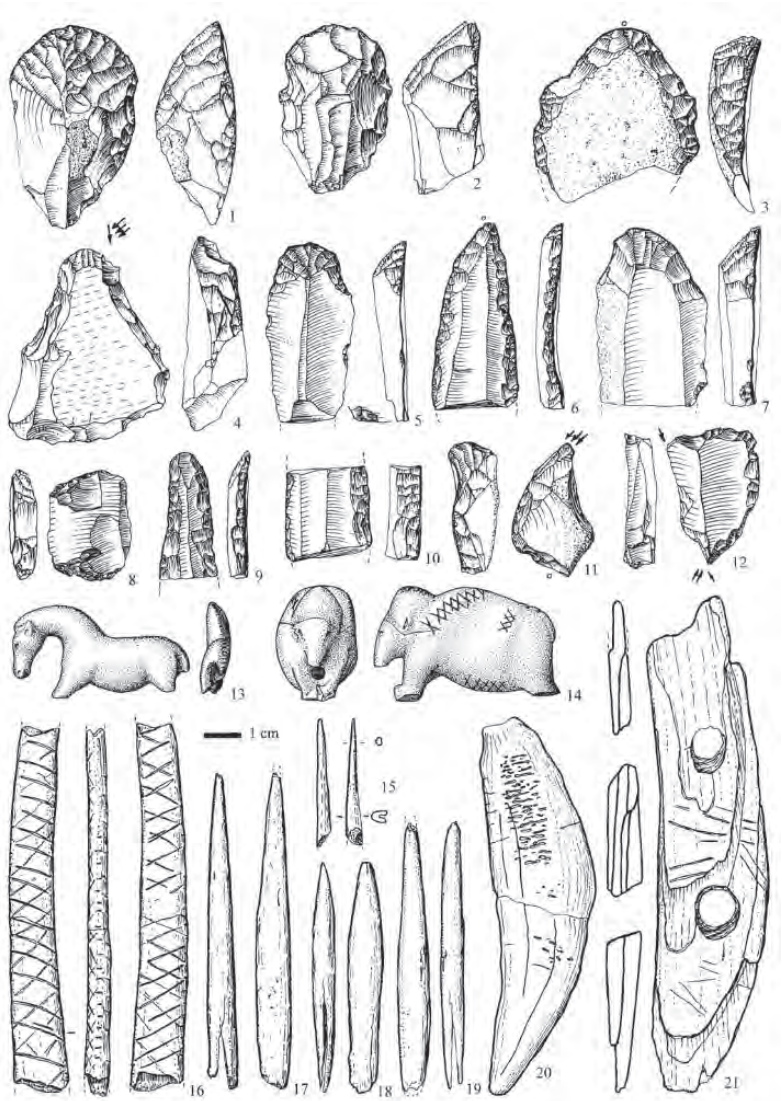



**Figure V.2:** Planche synthétique du mobilier aurignacien de Vogelherd (Jura Souabe, Allemagne). Assemblage de pièces provenant des niveaux IV et V et appartenant à une expression récente de l'Aurignacien (d'après Hahn, 1977, repris de Conard et Bolus, 2003).

En termes chronologiques, l'Aurignacien est subdivisé sur la base des données technologiques principalement. Pour ce qui est de la France, les grandes lignes des ensembles (re)définis par A. Michel (2010 ; Tableau V.1) sont généralement acceptées, avec du plus ancien au plus récent :

- Le Protoaurignacien
- L'Aurignacien ancien
- L'Aurignacien moyen
- L'Aurignacien récent
- Les Aurignaciens évolué et final

| | **Michel, 2010** | **BP** | **Cal. BP** |
|---|---|---|---|
| *Aurignacien récent/ évolué et final* | Aurignacien « final » | Vers 28 000 ? | Vers 32 120 ? |
| | Aurignacien récent à burins des Vachons | Vers 28 000 ? | Vers 32 120 ? |
| *Aurignacien récent* | Aurignacien récent à burins busqués déstructurés | 30 000 – 28 000 ? | 34 687 – 32 120 ? |
| | Aurignacien récent à museau / busqués | 30 000 – 28 000 ? | 34 687 – 32 120 ? |
| *Aurignacien moyen* | Aurignacien moyen | 32 000 – 30 000 ? | 36 644 – 34 687 ? |
| *Aurignacien ancien* | Aurignacien ancien | 36/34 000 – 32 000 ? | 41 210 / 38 843 – 36 644 ? |
| *Protoaurignacien* | Protoaurignacien | Avant 36/35 000 ? | Avant 41 210 / 40 257 ? |

**Tableau V.1:** Proposition de chronologie de l'Aurignacien de la France (d'après Michel, 2010).

Le sud de l'Allemagne et le sud de la France tiennent une place particulièrement importante dans l'étude de cette période. Cela tient d'une part aux contextes souvent favorables à la préservation des gisements et, d'autre part, à une longue tradition de travaux dans ces régions. Des initiatives récentes ont cependant démontré le potentiel d'autres régions, en France (Bodu *et al.*, 2013b) et ailleurs, tandis que, plus largement, il apparaît dorénavant que l'Aurignacien ne peut être compris sans envisager un espace dépassant largement les frontières de l'Europe actuelle (Teyssandier, 2007 ; Otte, 2010).

Malgré tout, le sud de la France demeure un terrain idéal pour l'étude de cette période au regard de l'abondance de sites fouillés et la documentation disponible (Figure V.3). L'essentiel du corpus est composé de sites en grotte ou en abri, avec une nette surreprésentation du nord de l'Aquitaine. En ce qui concerne les sites de plein air, bien qu'un assez grand nombre ait été mis en évidence, notamment grâce à des opérations de fouilles préventives, il faut reconnaître que leur préservation est inégale. C'est sur ce dernier point que le site de Régismont-le-Haut apporte des informations remarquables.

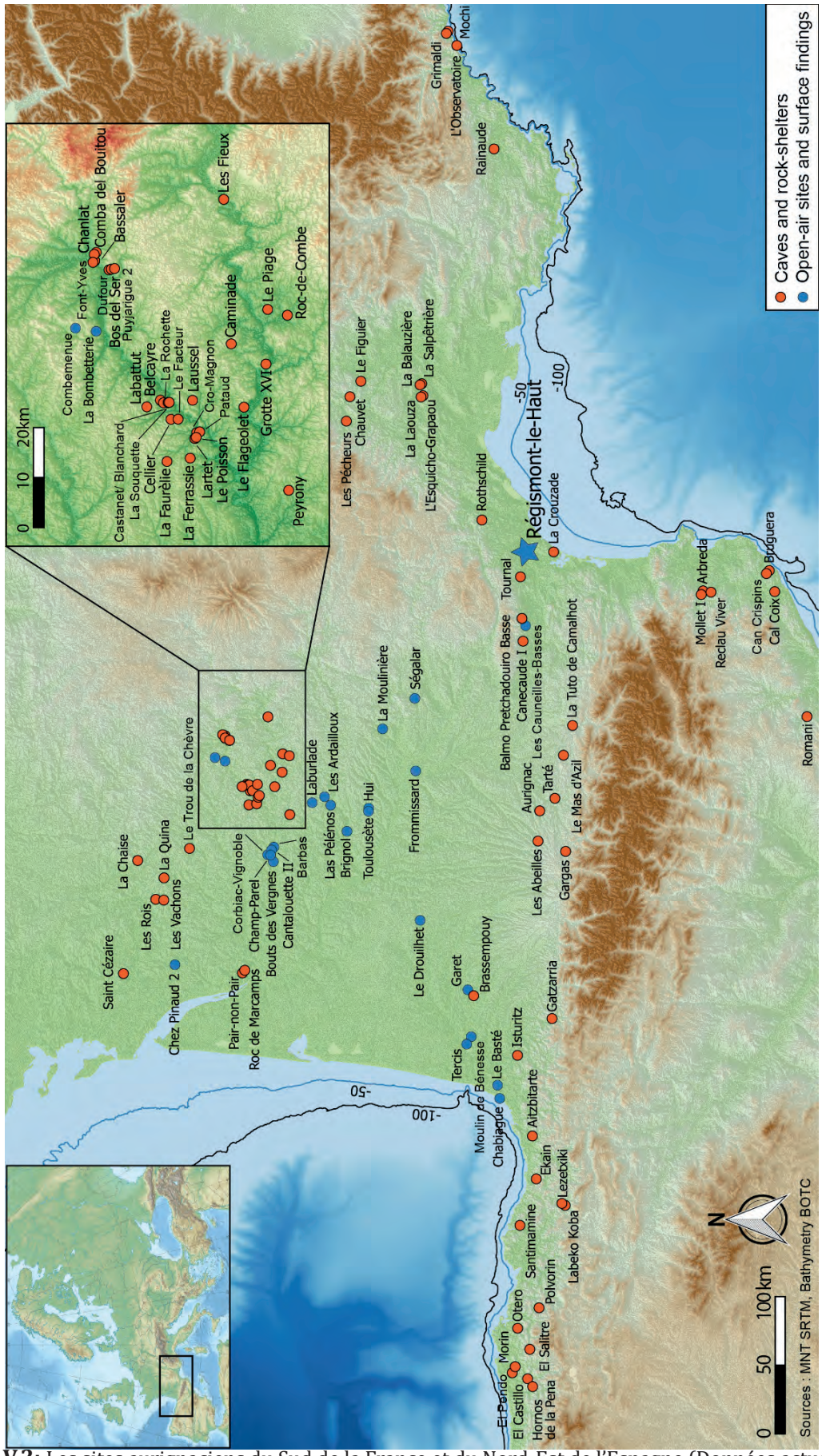



**Figure V.3:** Les sites aurignaciens du Sud de la France et du Nord-Est de l'Espagne (Données actualisées à partir de Bon, 2002).

## 1.2. Présentation du site

### *1.2.1. Historique des recherches*

Le site de Régismont-le-Haut fut découvert en 1961 à l'occasion de travaux agricoles. L'exploitant d'alors, A. Bouscaras, fit appel à l'archéologue G. Maurin qui conduisit une série de petits sondages et la fouille d'un espace d'une soixantaine de m$^2$ durant l'hiver 1961-62 (Maurin et Ambert, 1979 ; Maurin, 2006 ; Figure V.4).

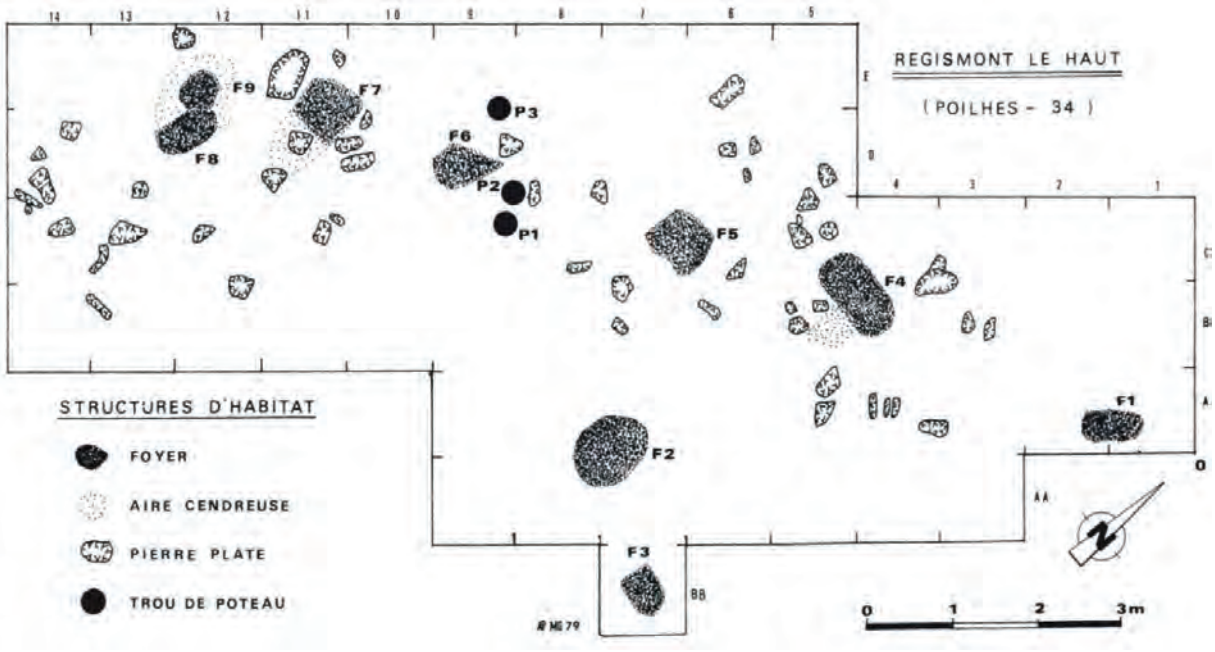



**Figure V.4:** Plan des fouilles de G. Maurin à Régismont-le-Haut en 1961-62 (d'après Maurin et Ambert, 1979).

La fouille révèle notamment un ensemble de 9 foyers, parfois « appareillés » de blocs calcaires (Maurin et Ambert, 1979 ; Maurin, 2006). De petites dépressions interprétées avec prudence comme des trous de calage de poteau sont également mentionnées. Le mobilier provenant des fouilles et du matériel remanié lors des travaux agricoles s'élève alors à environ 1500 pièces (Bon, 2002). Il est dominé par les vestiges lithiques, mais quelques coquillages et os sont également retrouvés. Sur la base de l'étude du mobilier lithique, le site est alors attribué à l'Aurignacien ancien au sens large. Une datation $^{14}$C obtenue par la suite relativise cette attribution en fournissant un résultat plus récent (Laboratoire de Monaco en 1981-82, 27 400 ± 900 BP ; Maurin, 2006).

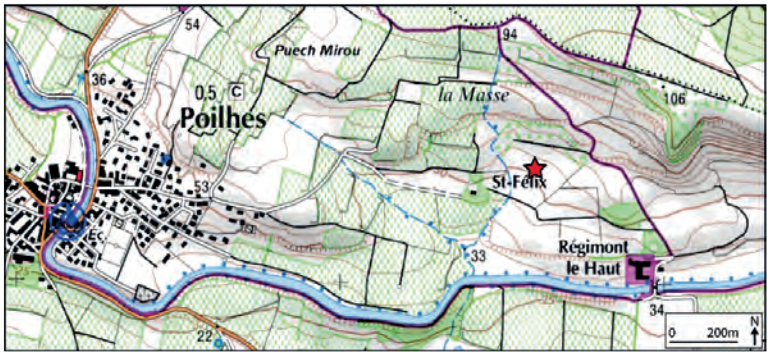
La série lithique issue de ces fouilles sera notamment étudiée par G. Laplace (voir par exemple Laplace, 2006) et D. Sacchi (Sacchi, 1986) avant d'être reprise par F. Bon lors de sa thèse de doctorat (2000). Celui-ci conclut alors aux termes de son étude techno-économique que la série présente une originalité certaine vis-à-vis des industries habituellement attribuées à l'Aurignacien ancien (Bon, 2002). Toutefois, la faible taille de l'échantillon, ainsi que l'indigence des données radiométriques (une autre datation $^{14}$C a donné 18 670 ± 600 BP ; Ly-4815) l'empêchent alors de pousser plus avant cette réflexion.

De nouvelles opérations sont engagées sur le terrain dès 2000 et vont profondément transformer notre connaissance du site. Elles se poursuivent toujours actuellement sous la forme d'opérations de fouilles programmées sous la direction de F. Bon et de R. Mensan (Rapports RGT 2000-2016). Une synthèse des principaux résultats de ces travaux récents est livrée ci-dessous.

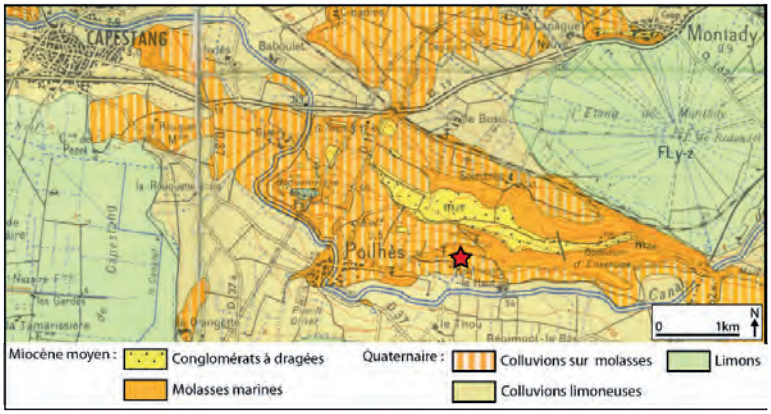
### *1.2.2. Contexte géologique et géomorphologique*

Le site de Régismont-le-Haut se situe sur la commune de Poilhes, dans le département de l'Hérault, à une dizaine de kilomètres à l'ouest de Béziers. Cette région, le Biterrois, est une vaste plaine alluviale qui s'étend de la Montagne Noire à la Méditerranée (Bon et Mensan, 2007 ; Figure V.5). La géologie du Biterrois se caractérise par des formations fluviatiles récentes (pliocènes et quaternaires) ainsi que par des reliquats de formations tertiaires (oligocènes et miocènes) qui constituent les quelques reliefs dominants dans la plaine (Berger *et al.,* 1982). L'ensemble de la région est drainé par de nombreux cours d'eau : Aude, Hérault, Orb ainsi que leurs affluents qui témoignent d'une dynamique hydrique encore marquée. Il faut enfin noter la présence de dépressions éoliennes qui ont également contribué à modeler le paysage ancien (par exemple les étangs de Montady et de Capestang à proximité du site ; Figure V.5c).

a - Localisation du site de Régismont-le-Haut (Cliché Géoportail, Carte IGN, 1:256000)




b - Localisation du site de Régismont-le-Haut (Cliché Géoportail, Carte IGN, 1:25000)




c - Localisation du site de Régismont-le-Haut (BRGM, Carte géologique 1039, 1:50000)

**Figure V.5:** Localisation et contexte géologique du site de Régismont-le-Haut (étoile rouge ; d'après Lejay, 2012).

Le gisement est localisé au pied de l'une de ces formations tertiaires, la colline d'Ensérune. Celle-ci est composée de différents types de matériaux détritiques miocènes : molasses marines et conglomérats à dragées (Berger *et al.*, 1982 ; Figure V.5). Le site est situé sur un replat au sud de la colline et bénéficie ainsi d'une relative protection face aux vents, parfois violents, qui érodent les formations géologiques de la région. La parcelle sur laquelle se trouve le site est par ailleurs ceinturée par deux ravines qui contribuent à canaliser les ruissellements et, de cette manière, à la préservation du niveau archéologique. Les études géomorphologiques et topographiques menées par R. Mensan et F. Sellami démontrent que les occupants du site se sont installés dans deux paléochenaux déjà en partie comblés qui bordaient alors des reliefs marneux aujourd'hui disparus (Rapport RGT 2003, Bon et Mensan, 2007 ; Pradeau *et al.*, 2014 ; Figure V.6). Le remplissage de ces dépressions est essentiellement d'origine colluviale, bien qu'une partie de ses composants trouve sa source dans l'érosion éolienne des formations voisines. La stratigraphie générale du secteur comprenant le niveau archéologique aurignacien[1] établie dans les premières années de la reprise des fouilles est la suivante (Rapport RGT 2000-2004 ; Tableau V.2):

| Horizon | Description |
|---|---|
| *CB* | Horizon de labour couvrant toute la parcelle |
| *CR* | Horizon de défonçage agricole de 1961, discontinu |
| *SJ* | Colluvions sablolimoneuses et apports éoliens homogènes brun-orangé, contenant d'abondants nodules carbonatés compacts (diamètre 1-2 cm). Contient le niveau archéologique aurignacien. |
| *Mc GP* | Marnes colluvionnées/pédogénèse, contenant d'abondants nodules carbonatés pulvérulents (diamètre 1-4cm) |
| *Me* | Marnes en place |

**Tableau V.2:** Synthèse stratigraphique à partir des tranchées A, C, D et E notamment (d'après Rapports RGT 2000-2004).

La formation du site peut être résumée en trois grandes étapes :

- Les marnes (Me) correspondent à la formation encaissante. Ces formations ont ensuite été entaillées et localement colluvionées par au moins trois chenaux ayant fonctionné à des époques différentes. Elles ont connu en surface une évolution pédologique ayant causé la formation de nodules carbonatés (Mc GP).
- Ces chenaux ont été comblés au cours du Pléistocène et de l'Holocène de matériaux colluviaux mêlés à des matériaux éoliens (SJ). L'occupation aurignacienne est implantée dans deux de ces dépressions partiellement remplies. Elle est finalement recouverte de matériaux similaires.
- D'importants phénomènes d'érosion et les pratiques culturales modernes (CR et CB) ont en grande partie tronqué et homogénéisé les formations superficielles, participant à la régularisation de la surface telle que nous la connaissons actuellement.

1 Plus de détails sur la topographie et la géomorphologie de la parcelle dans son ensemble sont présentés et synthétisés dans le Rapport RGT 2004 par exemple.

En conséquence, la topographie initiale de l'implantation aurignacienne est incertaine. Malgré tout, la présence de reliefs marneux relativement importants est suspectée, notamment au nord du paléochenal NE-SW[2] (Figure V.6). Ces élévations ont potentiellement pu constituer un élément déterminant dans la sélection du lieu d'implantation d'un campement en offrant une protection naturelle contre les intempéries (Bon et Mensan, 2007). Du fait de l'érosion naturelle et des pratiques agricoles, l'appréciation de l'extension initiale du gisement est elle aussi entravée. La superficie préservée est actuellement estimée à environ 430 $m^2$ (Rapport RGT 2016 ; Figure V.6).

Les études plus récentes, que ce soit en micromorphologie (Rapport RGT 2005) ou les nouvelles tranchées J et K (Rapports 2012 et 2014), sont venues confirmer les grandes lignes de ces conclusions. Elles ont toutefois permis de préciser la nature et les processus de dépôts de la formation SJ, ainsi que de mieux cerner la topographie des paléochenaux dans lesquels se sont implantés les Aurignaciens. À ce titre la coupe établie en 2014 dans la tranchée K révèle les changements de dynamique hydrique affectant la formation SJ, relativisant son caractère homogène (Rapport RGT 2014 ; Figure V.7). Elle met également en évidence la probable disponibilité d'éléments calcaires de module pluridécimétrique à proximité immédiate de l'occupation aurignacienne dans le colmatage du paléochenal, remarque qui fut vérifiée dans les secteurs 56 et 65 durant les fouilles des campagnes 2014 et 2015[3]. Cependant, il faut noter que la nature de ces calcaires très arrondis est différente de celle de la plupart de ceux présents sur le niveau archéologique et qui ont plus probablement été collectés en amont au niveau des affleurements.

2 Par souci d'uniformité avec les publications passées ou à venir traitant de Régismont-le-Haut, nous utilisons ici le nord géographique « réel » dans nos descriptions. Il convient de garder à l'esprit que celui-ci présente un décalage d'environ -40° avec le nord « fouille » correspondant à l'orientation du carroyagesur le terrain. En conséquence, une certaine prudence est nécessaire lors de la consultation des rapports de fouille où les orientations sont majoritairement indiquées en fonction du nord « fouille ».

3 Le dépôt graveleux le plus haut identifié dans la tranchée K affleure en bordure sud de l'occupation aurignacienne au niveau des $m^2$ 289G10, 102G11, 162G11 et 4G11 (Rapport RGT 15).

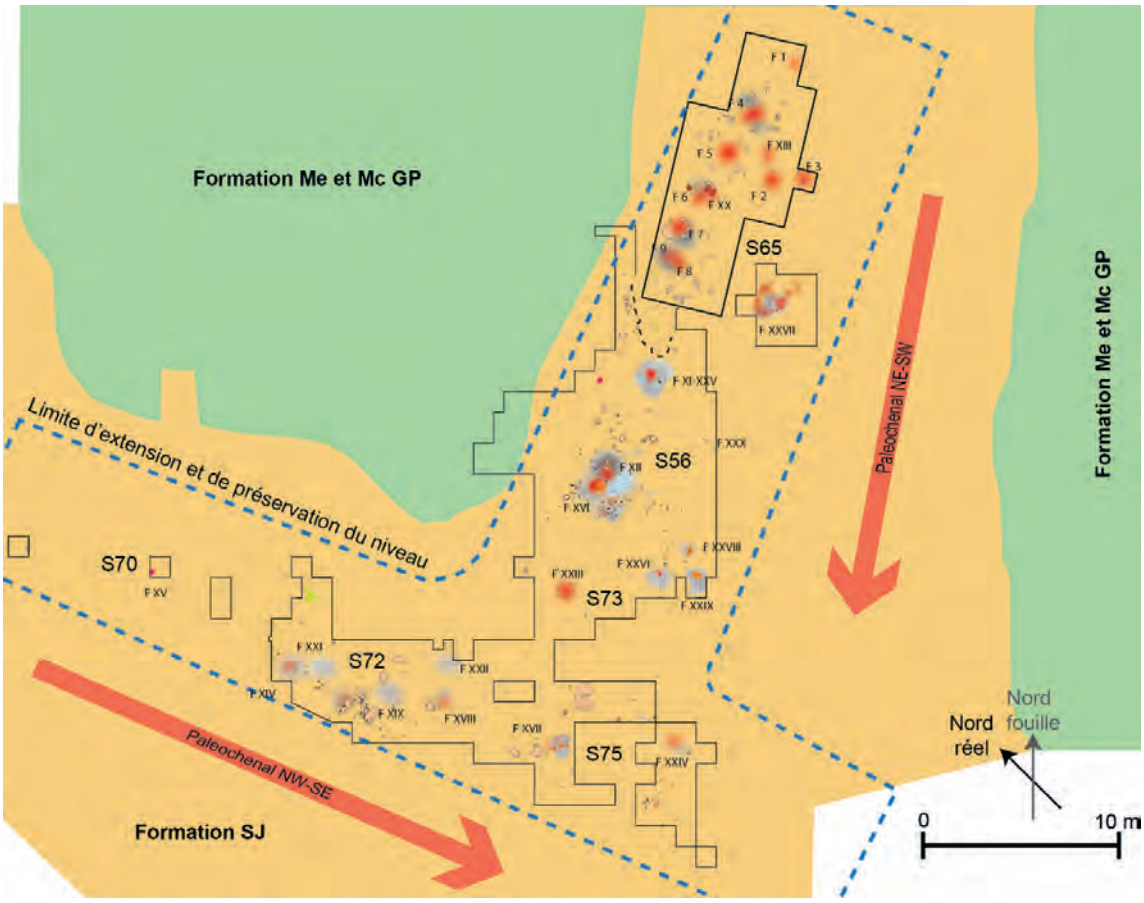



**Figure V.6:** Plan général du site de Régismont-le Haut (d'après Rapport RGT 2016, modifié). Les zones fouillées délimitées en noir correspondent aux fouilles de G. Maurin (nord du S65) et aux fouilles récentes (S56- sud 65-66-70-71-72-73). Les limites d'extension et de préservation du niveau (pointillés), ainsi que celles des formations sédimentaires s'appuient sur de nombreux sondages et tranchées non reportés sur le plan.

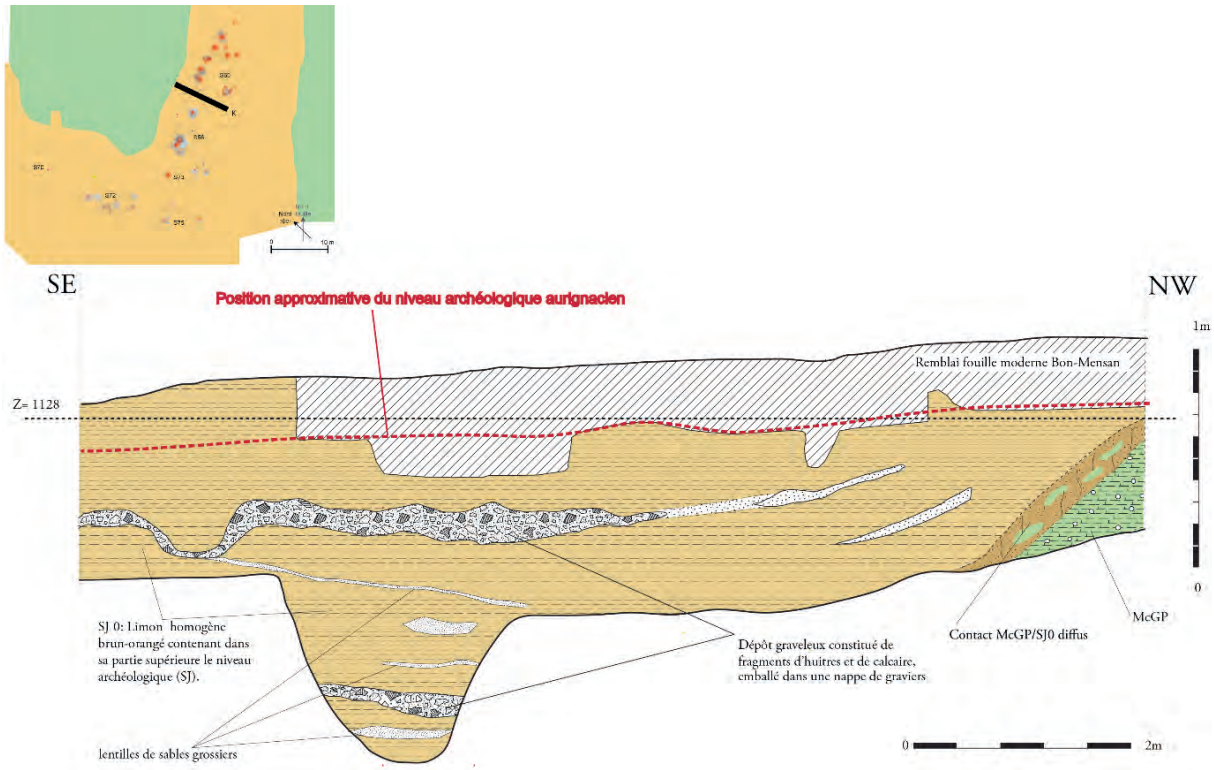



**Figure V.7:** Régismont-le-Haut, coupe de la tranchée K (d'après Mensan *in* Rapport RGT 14).

### *1.2.3. Caractéristiques du niveau archéologique*

Le niveau aurignacien de Régismont-le-Haut se caractérise par un mobilier archéologique abondant dont la répartition spatiale, nous le verrons plus bas, illustre une très faible remobilisation. Ce matériel est associé à de nombreuses structures, de combustion notamment, mais également des aménagements de blocs calcaires.

Le matériel lithique domine l'assemblage. Les travaux antérieurs (Bon, 2002 ; Ménard, 2007) et les études en cours (Anderson, thèse en cours) mettent en évidence la présence d'un outillage domestique en silex (grattoirs, lames retouchées) réalisé sur de robustes supports laminaires visiblement débités hors du site. Les opérations de taille ayant lieu sur place s'orientent d'une part vers l'entretien de l'outillage existant et, d'autre part, vers la production de petites lames, de lamelles et d'éclats (Pradeau *et al.*, 2014 ; Anderson *et al.*, sous presse ; Bon *et al.*, sous presse ; Figure V.8). Quelques galets de quartzite ont été utilisés comme percuteurs ou enclumes et quelquefois débités en éclats, lesquels sont eux aussi retouchés.

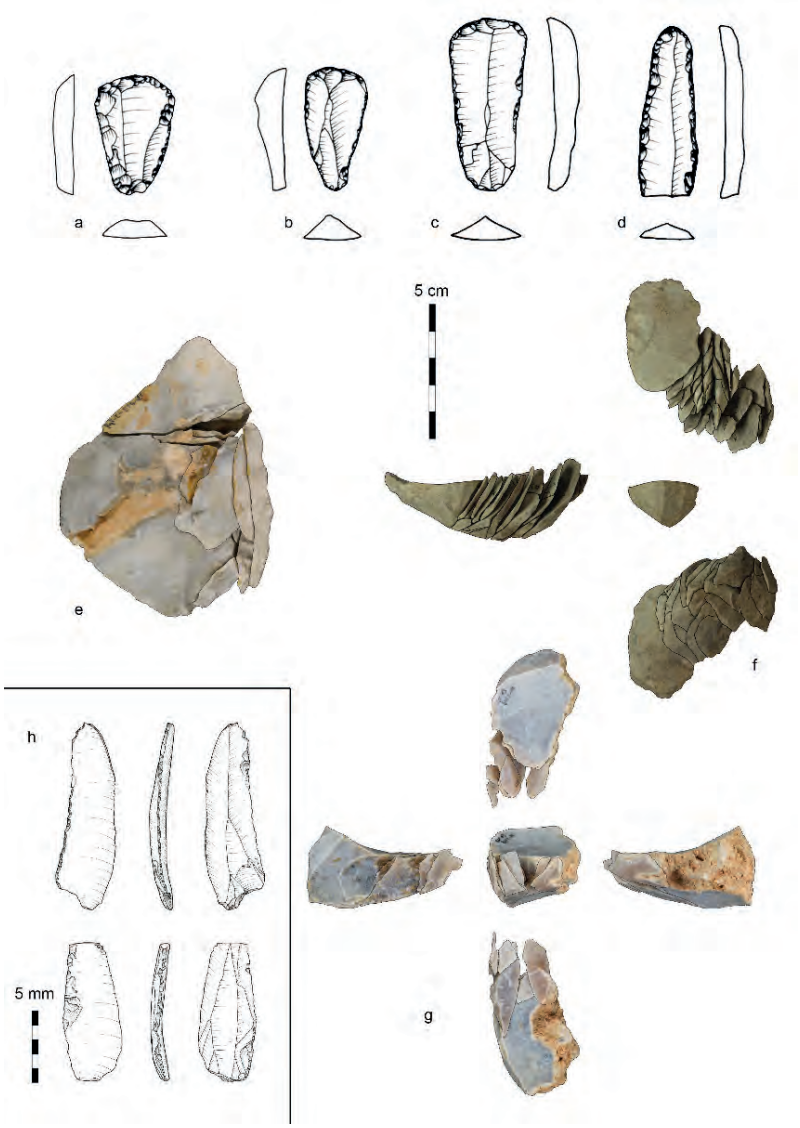



**Figure V.8:** Régismont-le-Haut, échantillon de mobilier lithique provenant de différents secteurs du site de Régismont-le-Haut : a, b, c : grattoirs sur lame ; d : lame retouchée ; e : nucléus à petites lames sur tranche d'éclat ; f, g : nucléus carénés en forme d'ogive ; h : lamelles retouchées (dessins et remontages : F. Bon, C. Ménard et L. Anderson ; d'après Bon *et al.*, sous presse).

Le mobilier d'origine animale se décompose en deux catégories. La première regroupe les fragments osseux, souvent très altérés et parfois brûlés. Quelques pièces de grandes dimensions mieux préservées, tel le crâne provenant de S72, ont permis d'identifier le bison (*Bos priscus*). D'autre part, près de 80 coquilles ou fragments de mollusques marins ont été retrouvés (Figure V.9). Les provenances des diverses espèces identifiées indiqueraient l'exploitation de ces ressources prélevées à l'état fossile au sein des anciens cordons littoraux méditerranéens. Un tiers de ces coquillages sont perforés, attestant de leur utilisation potentielle sous forme de parures (Heckel *in* Rapport RGT 2015)

Pour finir, des matières colorantes minérales principalement ferrugineuses sont retrouvées sous la forme de matériaux bruts (blocs et fragments) ou transformés en poudre (en épandage sur le sol ou recouvrant certains outils lithiques). Une étude récente sur le sujet a démontré un haut degré d'organisation au sein du site concernant la préparation et l'utilisation de ces matériaux (Pradeau *et al.,* 2014).

Les structures de combustion sont constituées de 30 foyers[4] (dont 9 identifiés et fouillés par G. Maurin lors de ses travaux de 1961-62) associés à de multiples épandages de résidus de combustion et de matériaux brûlés. Dans leur état de découverte, les foyers présentent généralement peu ou pas de traces d'appareillement, sauf dans le cas du foyer 7. G. Maurin décrit la plupart de ces 9 foyers comme étant installés dans des dépressions d'une dizaine de centimètres de profondeur (Maurin, 2006). Cela constitue une différence notable avec les foyers retrouvés lors des fouilles modernes qui sont en généralement des structures installées à plat à l'exception des foyers XVIII, XXV, XXVII et peut-être XXIII. Les fouilles récentes ont largement démontré la difficulté à distinguer d'éventuels creusements sur le terrain du fait de la nature homogène des sédiments encaissants et recouvrant le niveau. Aussi, il convient de demeurer prudent dans l'attente d'un réexamen approfondi de la question.

Les autres structures correspondent à des blocs de roche sédimentaire issus des formations voisines, éventuellement récupérés à proximité du site. Ces blocs sont dispersés sur une large part du site, mais sont parfois organisés en structures évidentes. Outre les cas des blocs ceinturant le foyer 7, et les quelques éléments plus petits associés au foyer XII, quelques ensembles méritent d'être mentionnés. Il s'agit notamment de l'assemblage de blocs et dalles situé à l'ouest du S72 (Figure V.10). Par ailleurs, G. Maurin a identifié lors de ses recherches 3 trous pouvant selon correspondre à des calages de poteau (Maurin et Ambert, 1979 ; Maurin, 2006). Certaines dépressions similaires associées à des blocs calcaires du S56 viennent peut-être corroborer cette hypothèse. Enfin, plusieurs dépressions dont l'origine anthropique est pressentie ont été reconnues à la surface du site. Elles sont volontiers remplies de mobilier, notamment dans le S56 au sud des foyers XII et XVI.

4 Les foyers de la fouille Maurin sont numérotés en chiffres arabes (1 à 9) tandis que ceux des fouilles récentes le sont en chiffres romains (X à XXX).

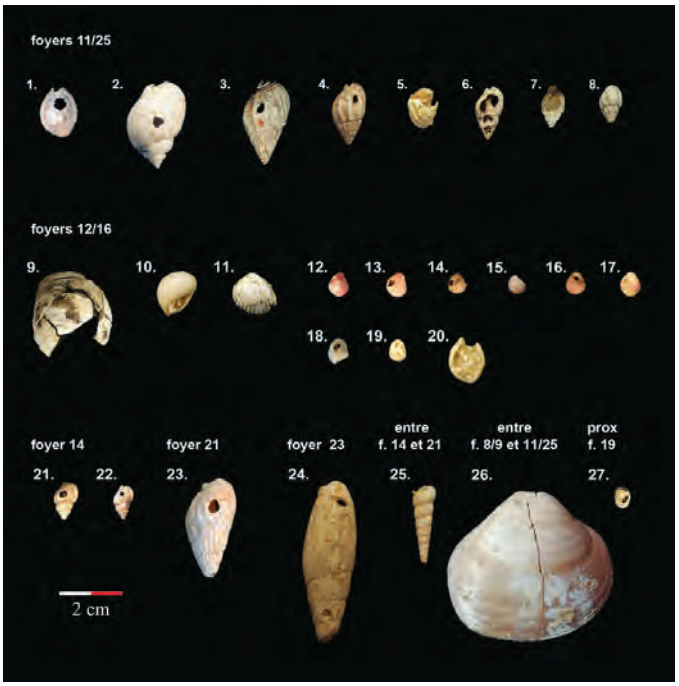



**Figure V.9:** Régismont-le-Haut, coquillages entiers ou presque entiers, la plupart perforés, répartis selon les abords des différents foyers où ils ont été recueillis lors des fouilles récentes.1. *N. gibbosulus* perforé, 2. *N. mutabilis* perforé, 3-4. *N. reticulates* perforés, 5-6. *N. reticulates* incomplets, 7. *N. nitidus* incomplet, 8. *N. nitidus* non-perforé, 9. *Naticidae sp.* perforé (remontage de 5 fragments ; un 6ème fragment non porté sur cette image provient du foyer 29), 10. *Natica sp.*incomplet, 11. *G. violacescens*(?) non-perforé, 12-17. *H. sanguineum* perforés, 18-19. *C. neritea* perforé, 20. *N. gibbosulus*, incomplet., 21-22. *N. nitidus* perforés, 23. *N. reticulatus* perforé, 24. *Mitra sp.* perforé, 25. *Turritella sp.* incomplet, 26. *G. violecescens* incomplet (remontage de 2 fragments, dont un issu des remblais Maurin), 27. *C. neritea* perforé. (Clichés C. Heckel ; d'après Bon *et al.*, sous presse)

**Figure V.10:** Régismont-le-Haut, vue du S72 en cours de fouilles (2006-2008). Au premier plan, la structure de blocs et dalles de calcaire gréseux ou coquillier (Photo F. Bon).

### 1.2.4. Répartition des vestiges

Nous avons déjà mentionné que l'occupation suit l'orientation des deux paléochenaux (Figure V.6 et Tableau V.3). Les différentes structures de combustion s'y répartissent en 7 secteurs arbitraires liés à l'avancée des travaux de terrain comme il suit :

| Paléochenaux | Secteurs | Foyers |
|---|---|---|
| *NE-SW* | 65 | 1-9, XIII, XX et XXVII |
| *(Locus 1)* | 56 | X, XI, XII, XVI, XXV et XXX |
| | 73 – sud S56 | XXIII, XXVI, XXVIII et XXIX |
| *NW-SE* | 70 | XV |
| *(Locus 2)* | 72-74 | XIV, XVIII, XIX, XXI et XXII |
| | 75 | XVII et XXIV |

**Tableau V.3:** Régismont-le-Haut, répartition des différents foyers et secteurs de fouilles en fonction des deux paléochenaux.

Nous présenterons ci-dessous une brève description de l'organisation des vestiges, en suivant le découpage du site en secteurs.

#### *1.2.4.1. Paléochenal NE-SW : Nord du S65 (Fouilles Maurin) et Sud du S65 (Fouilles récentes)*

Le S65 a pendant longtemps correspondu à la fouille de G. Maurin (1961-62) qui avait été recherchée puis explorée de nouveau entre 2001 et 2009 afin de la repositionner vis-à-vis des fouilles récentes (Figure V.11). Des neuf foyers identifiés lors de fouilles Maurin, nous reprenons la description suivante à F. Bon (Rapport RGT 2008), elle-même inspirée des notes de G. Maurin (synthèse dans Maurin et Ambert 1979 et Maurin 2006).

« Dans le secteur de*s fouilles (actuellement S65), les structures les plus évidentes sont 9 foyers, dont 7 sont schématiquement alignés dans l'axe général de la pente (les foyers 8 et 9 étant adjacents. G. Maurin les décrit de la façon suivante : « Légèrement creusés en cuvette dans les marnes miocènes rubéfiées par le feu, ces aires de combustion avaient 2 cm de profondeur à la périphérie et 10 en leur centre ». De forme circulaire ou allongée, les foyers ont un diamètre compris entre 50 et 80 cm. Certains sont environnés d'un épandage de cendres. Ils contiennent une terre charbonneuse à laquelle se mêlent fréquemment des os brûlés. Ainsi, G. Maurin écrit dans son cahier de fouilles à propos du foyer 2 qu'il est « composé de cendres et d'un magma d'os brûlés et brisés », précisant que certains d'entre eux paraissent « provenir d'une grosse faune ». C'est également le cas des foyers 4, 5, et 8, alors qu'ils sont absents du foyer 7. Dans le foyer 6, des ossements apparemment non brûlés se trouvent « sous le foyer, plus bas que les premières concrétions ». D'autres ossements non brûlés sont également associés aux foyers 4 et 8.*

*G. Maurin précise que* « *À l'entour de la plupart [des foyers], des pierres plates, parfois calcinées, sont les vestiges d'aménagements dont le sens exact nous échappe ». Un seul foyer est véritablement bordé de pierres (foyer 7), mais la plupart d'entre elles sont effectivement localisées dans un rayon de moins d'un mètre à partir de la bordure d'un foyer (cela concerne 35 des 49 pierres, toutes sans exception étant dans un rayon de moins de 2 mètres). Ajoutons que le cahier de fouilles ne mentionne qu'une seule pierre comme étant brûlée, laquelle se trouve à un peu moins de 2 mètres au sud-est des foyers 7 et 8-9. Ce document nous apprend également que 11 pierres sont verticales.* À *proximité du foyer 6, G. Maurin a enfin observé « 3 trous circulaires de 15 cm de diamètre, sur 20 de profondeur, remplis de cendre ». Situés à faible distance les un des autres, ils sont prudemment interprétés comme*

*l'éventuel « emplacement de poteaux (?) de structures aériennes disparues ». Il les décrit dans son cahier de fouilles comme des « blocs de cendre », signalant la présence « d'un éclat de silex à la base de l'un d'entre eux ».*

*À ces observations sur la nature des structures de foyer relevées par Guy Maurin, il faut ajouter l'information selon laquelle ceux-ci concentrent dans leur périphérie immédiate la majeure partie du mobilier recueilli lors de ses fouilles. Ainsi, 72% du matériel lithique est localisé dans un rayon de moins d'un mètre à partir de la bordure d'un foyer (soit 494 pièces sur les 687 que compte le produit des fouilles Maurin ; Bon, 2002).*

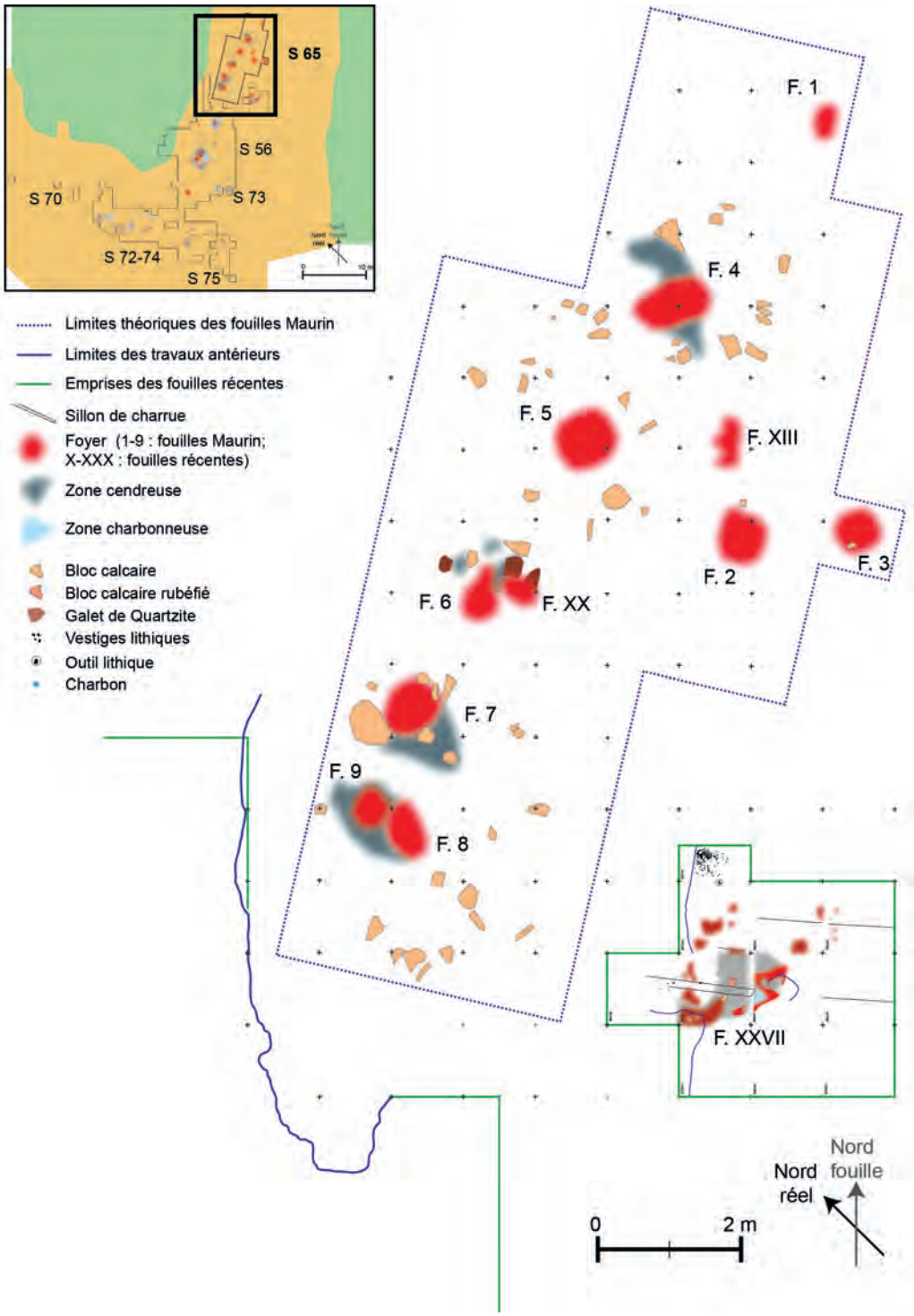



**Figure V.11:** Régismont-le-Haut, plan du secteur 65, état campagne 2015 (d'après rapport RGT 2016, modifié).

*Lors de l'étude des documents réunis par G. Maurin (Bon, 2002), nous nous sommes appuyés sur ces descriptions, sur les plans de répartition comme sur la nature du mobilier recueilli, afin de distinguer deux principales catégories de foyer. La première d'entre elles réunie les foyers 4, 5 et le groupe des foyers 7-8-9. La richesse du mobilier qui les entoure ainsi que sa diversité — chacun de ces assemblages recouvrant toutes les catégories de mobilier identifiées à l'échelle de l'ensemble de la surface explorée par Guy Maurin — nous avaient incités à reconnaître des foyers « principaux », pouvant correspondre à l'emplacement de trois unités domestiques. Cette interprétation reposait également sur le fait que les nappes de vestiges qui entourent ces foyers sont elles-mêmes plus ou moins ceinturées par des blocs calcaires pouvant évoquer des aménagements de protection et de délimitation. En revanche, un groupe de 4 autres foyers (F1, F2, F3 et F6) nous avait semblé pouvoir représenter des structures annexes, livrant un mobilier plus pauvre, relevant apparemment d'activités plus spécialisées, et dépourvues de blocs calcaires pouvant matérialiser la présence d'une structure de protection.»* (Rapport RGT 2008 : p.25-26)

À ces 9 foyers (**F. 1 à 9** ; Figure V.11) il convient d'ajouter deux structures découvertes lors de l'exploration du S65 en 2002 et 2008. Il s'agit pour la première d'un foyer (F XIII) mis au jour durant le creusement de la tranchée C, une vingtaine de centimètres plus bas que l'horizon fouillé par Maurin (tache J du Rapport RGT 2002). La seconde correspond également à une zone de sédiment rubéfié (F. XX, tache O du Rapport RGT 2008), repérée en 2008 à proximité de l'emplacement supposé du foyer 6. Si pour le **foyer XIII** la nature en place des sédiments rubéfiés est avérée par une étude micromorphologique (Sellami *in* Rapport RGT 2005 ; Lejay, 2012), dans le cas du **foyer XX**, en l'absence d'élément déterminant et d'étude complémentaire, le statut de foyer à part entière ne peut être avéré. Il n'est en effet pas impossible que les sédiments rubéfiés de la tâche O correspondent à une extension du foyer 6 non décelée par G. Maurin (Rapport RGT 2009).

Les fouilles de 2014 ont mis au jour d'autres vestiges immédiatement au sud des fouilles Maurin. Bien que les opérations de terrain soient encore préliminaires, elles attestent de la présence d'un important foyer en cuvette (**F. XXVII** ; Figure V.12) associé à du mobilier lithique.

**Figure V.12:** Régismont-le-Haut, S65, m$^2$ 308-307G10, le foyer XXVII en cours de fouille, campagne 2015.

#### *1.2.4.2. Paléochenal NE-SW : S56*

Le S56 correspond à un vaste espace organisé autour des **foyers X, XI, XII, XVI et XXV**. Fouillé sur plus de 85 m$^2$ entre 2000 et 2005 puis de 2010 à 2015, c'est le secteur qui de loin a livré le plus de mobilier à l'échelle du site (près de 65% des 20000 artefacts cotés à ce jour sur l'ensemble du site).

Le **foyer X** et ses abords ont malheureusement souffert des travaux agricoles (Figure V.13) En l'état, le mobilier environnant se résume à une pièce lithique et le foyer en lui-même est de dimensions modestes (env. 25 cm de diamètre pour 2 cm d'épaisseur). Il s'agit d'une structure disposée à plat (Rapport RGT 2011).

Nous empruntons en grande partie la description du **foyer XI** et de ses abords au Rapport RGT 2011. Nous y avons apporté quelques amendements en fonction des travaux récents, et notamment la mise en évidence du **foyer XXV** à proximité immédiate Figure V.13).

« *Le foyer XI se présente sous la forme d'une sole horizontale subcirculaire d'un diamètre d'environ 40/50 cm, marquée par une coloration rouge-orangé du sédiment. Dans sa frange sud-ouest, cette teinte rouge-orangé de la sole laisse place à une coloration plus foncée, formant une* « langue » étirée dans cette direction. Deux petites plages de sédiment r*ubéfié (5 et 10 cm de dimension maximale) sont par ailleurs présentes à quelques distances au nord et* à l'est de la sole (35 et 45 cm de *sa bordure). Cette sole est entourée d'une auréole de sédiment brun, de forme irrégulière, oscillant entre 30 et 85 cm d'extension à partir de sa bordure, pour une épaisseur de l'ordre de 2 à 3 cm. Au sud-ouest, la sole surplombe légèrement, de l'ordre de 2 à 3 cm, la nappe environnante de sédiment brun, la légère « estrade » sur laquelle elle est implantée contrebalançant de la sorte la pente naturelle du niveau, orientée ausud/sud-ouest. Au sud de la sole, au sein de la nappe de sédiment brun, se trouve une première cuvette peu profonde (2-3 cm), d'un diamètre de l'ordre de 20 à 30 cm (« cuvette noire »).* [L'étude d'un prélèvement micromorphologique a démontré qu'il s'agissait en réalité d'un autre foyer en place, le foyer XXV (voir Partie V.3.5)]. *Un peu plus au sud encore, et cette fois-ci en dehors de l'auréole de sédiment brun, se trouve une seconde cuvette (« cuvette rouge »), légèrement plus grande (environ 35 cm de diamètre) pour une profondeur maximale identique (3 cm). Enfin, des concentrations de charbons forment une auréole discontinue en lien avec l'épandage de sédiment brun dans toute la périphérie nord-est du foyer ; au sud-ouest, des tâches de sédiment imprégné de matière colorante rouge sont présentes en périphérie de l'auréole de sédiment brun, notamment aux alentours de la seconde cuvette (« cuvette rouge »).*

[Les foyers XI et XXV sont entourés] *d'une riche nappe de mobilier, principalement constituée de vestiges lithiques (environ 2130 pièces relevées, sans compter le produit des tamisages), suivies par les charbons (une centaine d'exemplaires) et les nodules de colorants (une centaine d'exemplaires également). À ceci, s'ajoutent quelques os brûlés, quelques fantômes d'os (une dizaine) et 10 coquillages dont 6 perforés. Précisons qu'une grande majorité du matériel lithique est de très petite dimension, près de 80% des pièces cotées mesurant moins de 1 cm.* » (Rapport RGT 2011 : p.42-44).

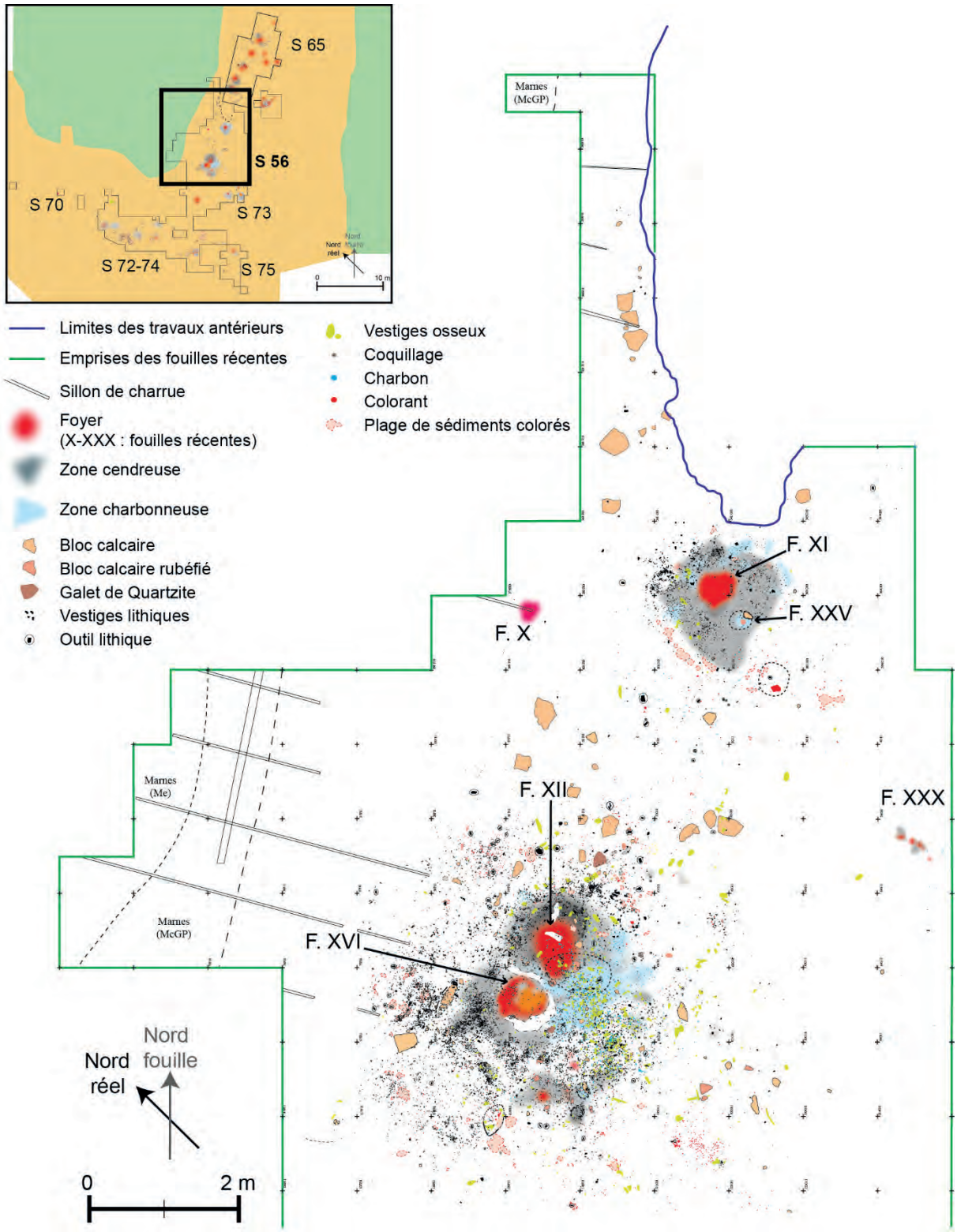



**Figure V.13:** Régismont-le-Haut, plan du secteur 56, état campagne 2016 (d'après rapport RGT 2016, modifié).

Les **foyers XII et XVI** constituent l'espace le plus dense et certainement le plus complexe de ceux connus à Régismont-le-Haut à l'heure actuelle. Les deux foyers, les 7 cuvettes qui leur sont associées ainsi que l'abondant mobilier (lithiques : ~10500 dont 65 retouchés ; colorants : 1837 ; pierres (blocs et fragments) : ~247 ; coquillages : 24 ; os : ~763 dont plus de la moitié sont brûlés,

etc. ; Rapport RGT 15 ; Figure V.14) occupent une surface d'une trentaine de $m^2$. Cet imposant ensemble est actuellement en cours d'étude d'une part dans le cadre de cette thèse, mais également dans celui de celle de L. Anderson portant sur l'industrie lithique. D'autres études sont également en cours (tracéologie : M. de Araujo Igreja ; parure : C. Heckel) ou ont fait l'objet de publications récentes (voir Pradeau *et al.*, 2014 sur la question des matières colorantes).

Si l'on s'en tient à la description des évidences matérielles et de leur répartition (Figure V.14) :

- Le **foyer XII** se présente sous la forme d'une superposition de faciès de sédiments affectés de manière variable par la combustion. Deux niveaux rubéfiés ont été perçus à la fouille ainsi qu'un niveau de sédiment brunâtre les séparant de façon discontinue. Le niveau rubéfié le plus bas (Sole inférieure, ~50*30cm) semble installé dans une dépression, par la suite comblé en partie avant la mise en place d'un deuxième niveau rubéfié (Sole supérieure ; ~80*50cm) quelques centimètres plus haut. En périphérie de ce foyer, le sédiment est également fortement bruni, notamment au nord et à l'est.
- Le **foyer XVI** se présente sous la forme d'une sole rubéfiée d'environ 60 cm de diamètre recouverte d'un sédiment brun/noir charbonneux. Localement, la sole présente une couleur orangée et une texture « poreuse » tranchant nettement avec les éléments décrits précédemment. Le sédiment bordant la structure est plus brun que le SJ naturel, sans toutefois être aussi sombre que celui bordant le flanc nord-est du F. XII. Ce foyer est nettement délimité au sud et à l'est par un bourrelet de sédiment semblable au SJ, qui de fait le sépare clairement du F XII.
- Plusieurs **aménagements** méritent d'être mentionnés, bien que leurs fonctions nous échappent en grande partie. Sept cuvettes de dimensions variables (C. 1-7: Figure V.14) ont notamment été repérées, grâce au fait qu'elles concentrent du mobilier, comme c'est par exemple le cas de C. 4 avec des vestiges osseux en quantité. La plus grande de ces cuvettes (C. 1) est associée à une étape antérieure au fonctionnement de la sole supérieure de F. XII puisque celle-ci la recouvre largement. Notons également que d'assez nombreux blocs et dalles calcaires sont présents à proximité des foyers XII et XVI. Pour trois d'entre elles, fichées dans le niveau, un probable usage en guise de calage de poteau est pressenti. Enfin, certains de ces blocs présentent des traces de chauffe indiquant un lien avec les deux foyers.
- Concernant la **répartition du mobilier**, la question est complexe et en cours d'exploration. Nous nous contenterons de noter la présence d'une très forte concentration de mobilier, en particulier lithique, à proximité immédiate des deux foyers sauf au sud-est. La zone située au nord-est et à l'est des foyers regroupe des matières colorantes ainsi que la plupart des coquillages et du matériel lithique retouché. La zone située au sud-est semble moins riche en matériel. Au sud des foyers se concentrent la plupart des vestiges osseux et des charbons, mais aussi une grande quantité de matériel lithique et de colorants dispersés. Plus à l'ouest et au nord, un semis diffus de matériel lithique et de colorant est présent. Au nord des foyers le mobilier est moins abondant. Une bande d'une trentaine de centimètres de large est nettement dépourvue de mobilier (axe ouest-est). L'adéquation de cette observation avec plusieurs pierres fichées évoquées plus haut soutient l'hypothèse d'un effet de paroi à ce niveau en lien avec une structure d'habitat.
- Enfin, le **foyer XXX**, découvert durant la campagne 2016, se présente pour le moment sous

la forme de petites plages de sédiments rubéfiés ou bruns et de quelques charbons de bois (Rapport RGT 2016). Il conviendra dans les années venir de poursuivre la fouille de cette structure dont, pour le moment, le statut de véritable foyer est loin d'être avéré.

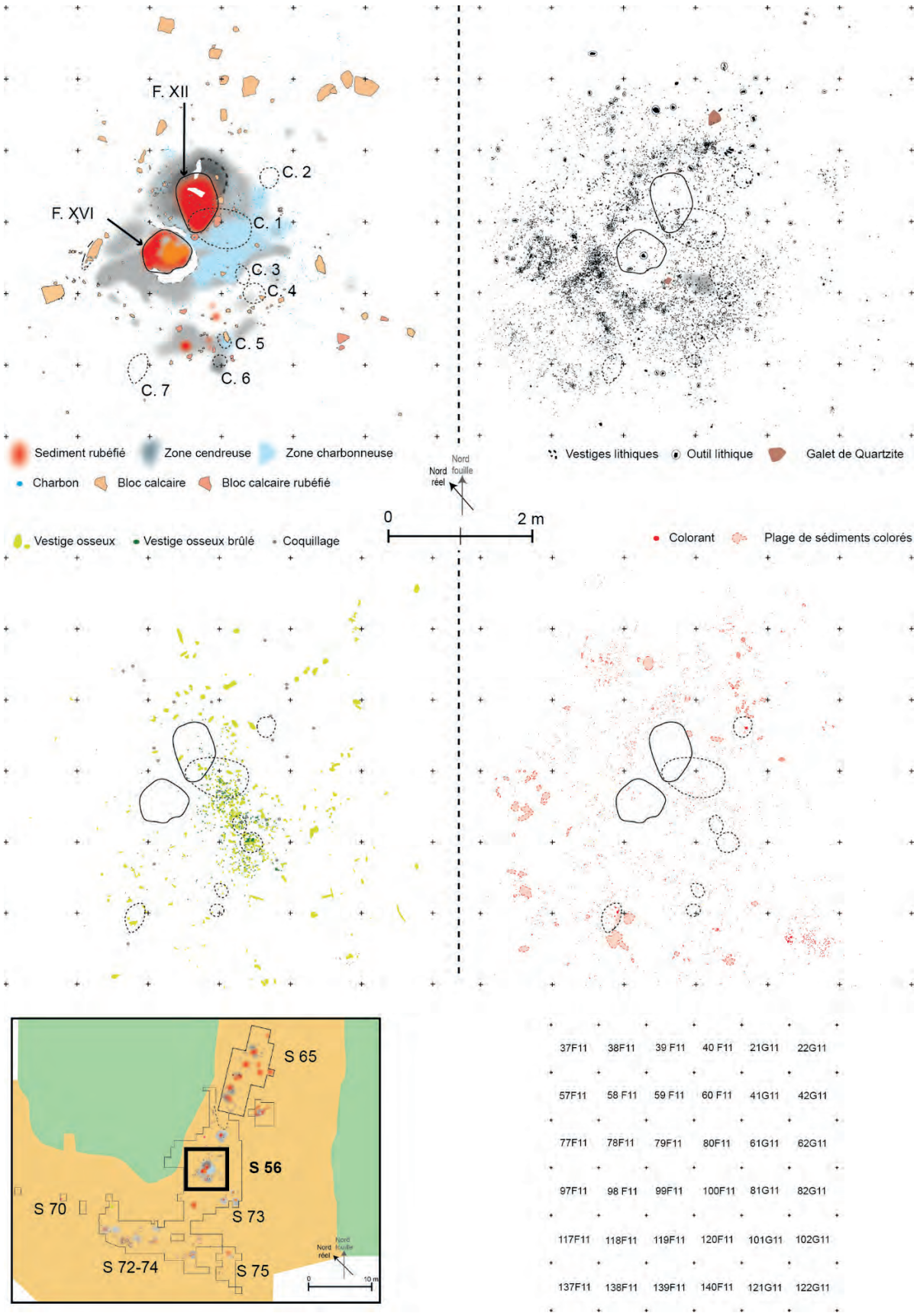



**Figure V.14:** Régismont-le-Haut, S65, les foyers XII et XVI et leurs abords, état campagne 2015 (d'après Rapport RGT 2016, modifié).

#### *1.2.4.3. Jonction des paléochenaux NE-SW et NW-SE : Sud du S56 et S73*

Le S73 est localisé à la jonction des paléochenaux abritant le niveau aurignacien (Figure V.15). L'exploration de ce secteur a débuté en 2008 pour s'assurer de la connexion entre l'occupation identifiée dans le paléochenal NE-SW (S65 et 56) et celle du paléochenal NW-SE (S70, 72-74 et 75). D'un point de vue stratigraphique et topographique, les vestiges découverts dans le S73 sont bien localisés dans le prolongement de ceux de S56 et de S72 (Rapport RGT 2009 ; Figure V.15), confortant l'unicité du niveau. D'un point de vue archéologique le mobilier retrouvé, lithique principalement, et les structures du S73 semblent avant tout dépendre de l'ensemble formé par les foyers XII et XVI (Rapport RGT 2015). Malgré tout, la poursuite des recherches entre les S73 et S75, zone pour le moment peu explorée, viendra peut-être relativiser cette impression.

Quatre structures de combustion ont pour l'heure été identifiées dans le S73. Il s'agit en particulier du **foyer XXIII** découvert en 2010 dont l'implantation dans une petite dépression (diam 75 cm, 5 cm de profondeur) a été identifiée à la fouille. La sole du foyer ne couvre qu'une surface de 40 cm de diamètre dans cette dépression. Le tout est associé à un petit poste de débitage situé à l'ouest (Figure V.15). Les **foyers XXVI, XXVIII et XXIX** sont situés en bordure sud de l'emprise des fouilles actuelles. Bien que le nom de foyer leur ait été donné, il convient de relativiser cette attribution. En effet, il s'agit de plages de sédiments enrichis en résidus de combustion, mais l'altération thermique du sédiment observé sur le terrain est minime pour F XXVI et les F XXVIII et XXIX, découverts en 2015, et qui demandent encore à être fouillés de façon détaillée.

#### *1.2.4.4. Paléochenal NW-SE : S70*

Le S70 correspond aux traces d'occupation identifiées le plus au nord-ouest du paléochenal NW-SE. Celles-ci sont relativement limitées, mais l'emprise explorée l'est également (Figure V.16). Le **foyer XV**, découvert en 2005, et ses abords demeurent encore peu connus malgré le nouveau sondage effectué à proximité en 2015 (Rapports RGT 2005 et 2015).

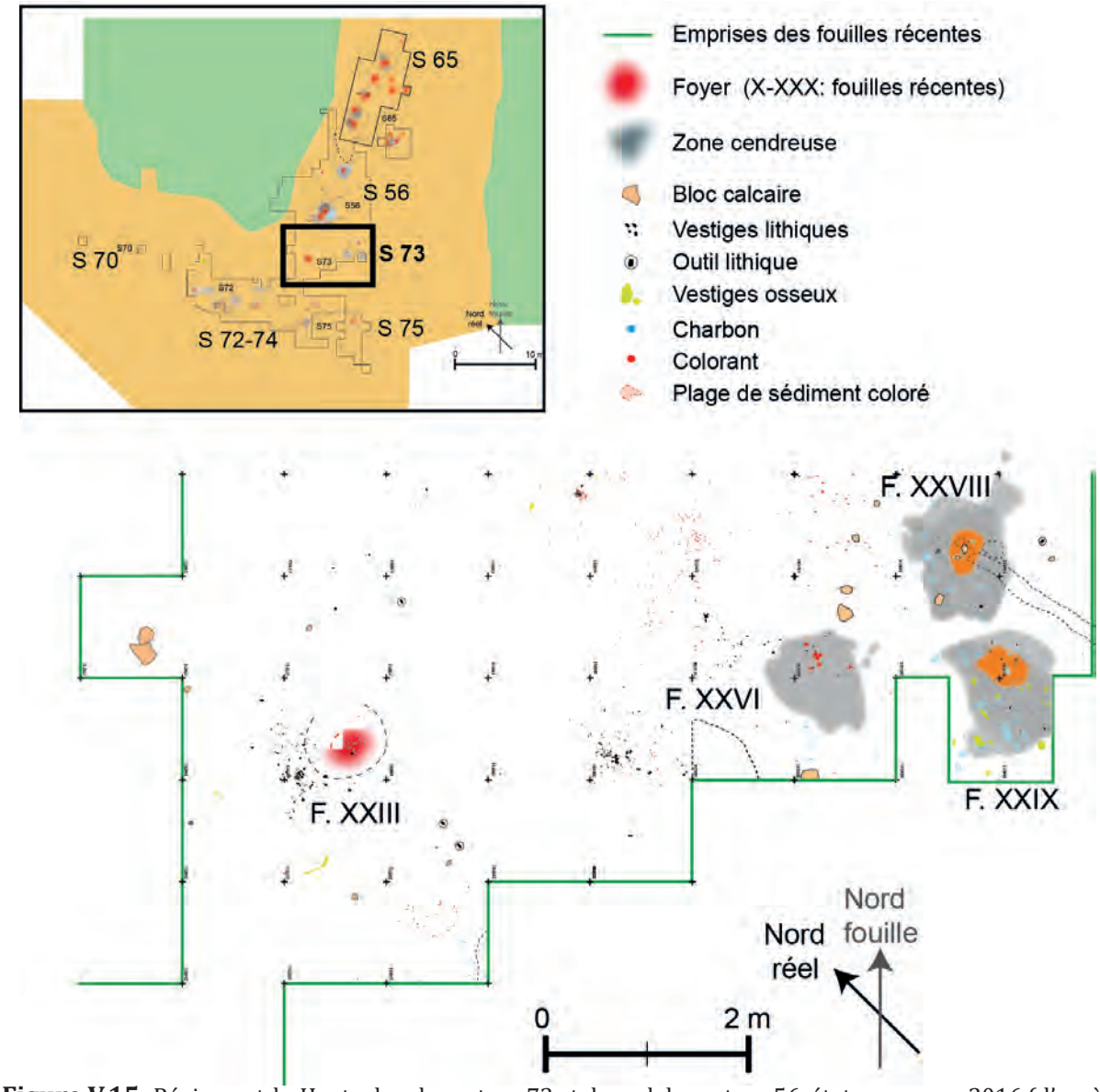



**Figure V.15:** Régismont-le-Haut, plan du secteur 73 et du sud du secteur 56, état campagne 2016 (d'après Rapport RGT 2016, modifié).

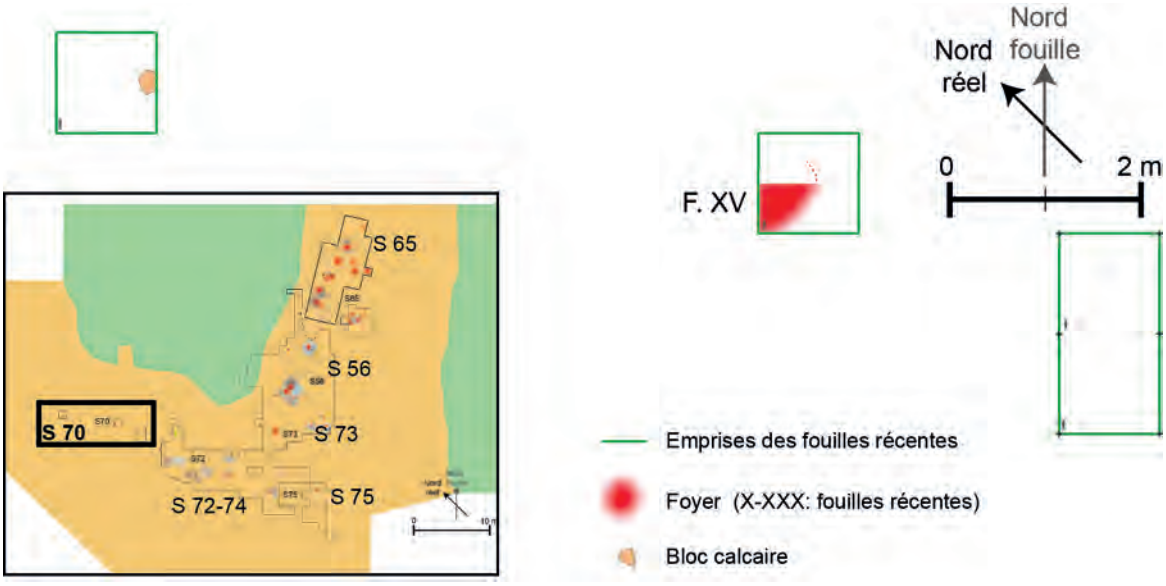



**Figure V.16:** Régismont-le-Haut, plan du secteur 70, état campagne 2016 (d'après Rapport RGT 2016, modifié).

*1.2.4.5. Paléochenal NW-SE : S75*

À l'autre extrémité du paléochenal NW-SE, le S75 a été exploré pour le moment sur une surface de 40 m$^2$. Hormis deux foyers, ce sont notamment de grandes dalles de calcaire posées à plat qui caractérisent ce secteur (Figure V.17). L'exploration de ce secteur est toujours en cours et sa description est donc volontairement sommaire.

En 2013, le **foyer XXIV** a été identifié et fouillé dans un espace relativement pauvre en matériel archéologique (Rapport RGT 2013). Il s'agit d'une structure d'environ 50x 40 cm, présentant du sédiment rubéfié sur 1 cm d'épaisseur. Ses abords immédiats n'ont livré que peu de matériel (2 esquilles de silex, 2 fragments de matière colorante, 1 bloc de roche calcaire apparemment non chauffé et une cinquantaine de charbons de bois). Un peu plus au sud-est, une autre structure de combustion est pressentie (tirets rouges sur Figure V.17), mais n'a pas été explorée pour le moment.Le **foyer XVII** se présente lui aussi sous la forme d'une plage de sédiment rubéfié mais n'est pour le moment pas fouillé extensivement.

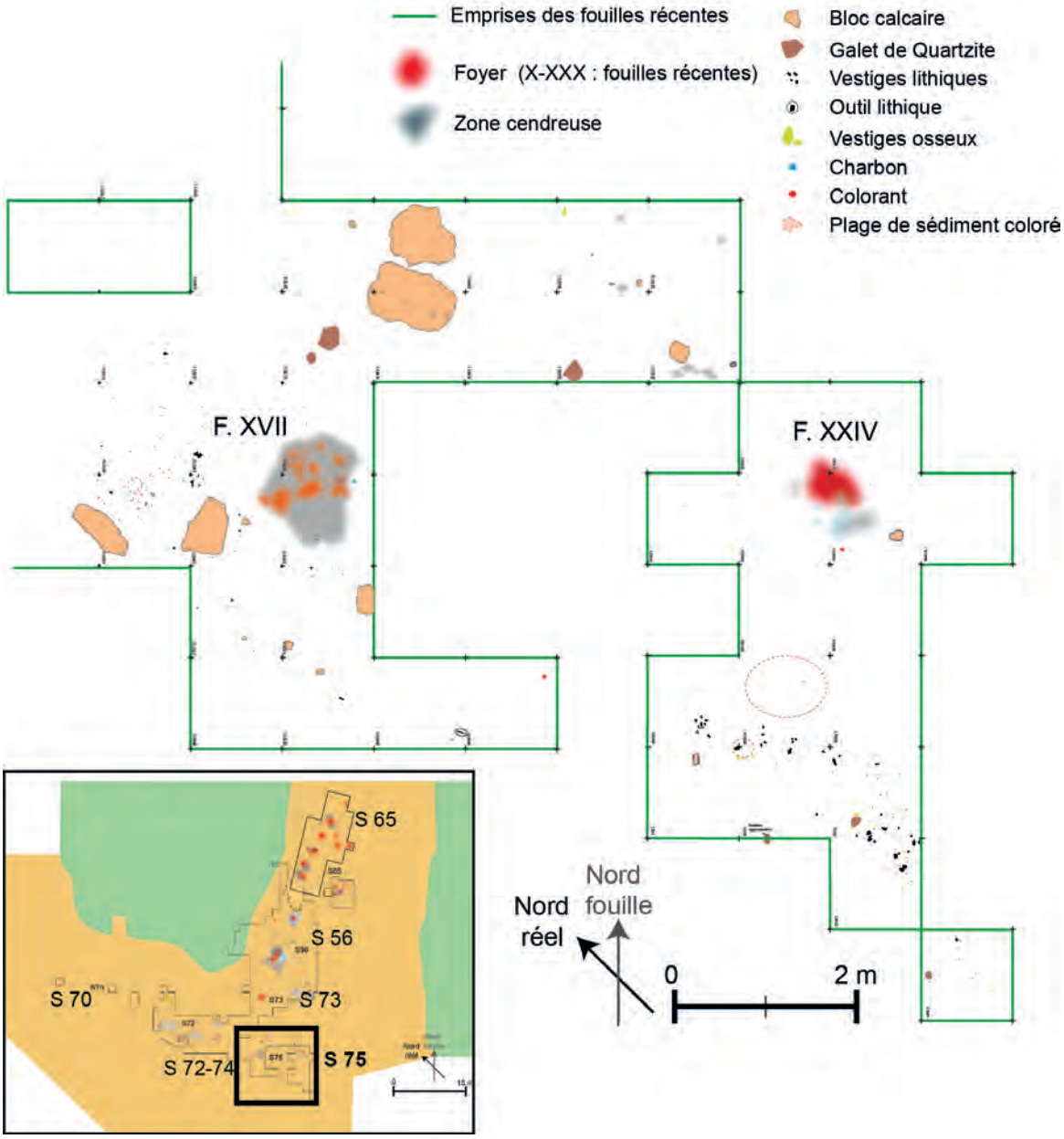



**Figure V.17:** Régismont-le-Haut, plan du secteur 75, état campagne 2016 (d'après Rapport RGT 2016, modifié).

#### *1.2.4.6. Paléochenal NW-SE : S72-74*

Le S72-74[5]correspond à un espace d'environ 60 m² explorés entre 2003 et 2010. Ce secteur a livré un total de 5 foyers autour desquels des vestiges diversifiés s'organisent (Figure V.18). Ce mobilier est peu abondant comparativement au S56 (lithique : env. 1300 pièces, os : 103, coquillages : 5, colorants : env. 600). Nous présentons ci-dessous un rapide aperçu de ces différents éléments et de leur organisation à partir de la synthèse qui en a été effectuée en 2011 (Rapport RGT 2011).

- Le **foyer XIV** correspond à une sole de sédiment rubéfié disposé à plat présentant un diamètre d'environ 45 cm. Celle-ci est bordée d'une auréole de sédiment brun rouge, dont le contact avec la sole est assez diffus.
- Le **foyer XXI** se présente sous la forme d'une large zone de sédiment brun-noir (90x70cm) au sein de laquelle une zone restreinte de sédiment rubéfié est incluse (~10 cm de diam.).
- Le **foyer XIX** est décrit comme une concentration de papules de sédiments rouge-orangé (diam. 30cm) entourés d'une auréole de sédiments bruns riches en matériaux cendreux et charbonneux (diam. 90 cm).
- Le **foyer XVIII** correspond à une structure établie dans une cuvette bilobée d'environ 70x50cm. Une sole marquée par du sédiment rubéfié sur 0,5 cm est identifiée au sein du lobe sud-est. L'ensemble de la structure est ensuite recouvert d'un sédiment brun-noir. Le lobe sud-est présente enfin un horizon de sédiment orangé. De nombreux charbons de bois et os brûlés ont été observés notamment dans les sédiments brun-noir évoqués précédemment.
- Le **foyer XXII** est matérialisé par une zone de sédiment brun-noir (90x50cm) contenant notamment des os brûlés. Aucune trace de sédiment rubéfié n'a été décelée, mais l'exploration de cette structure n'est pas encore achevée. L'organisation des vestiges en périphérie plaide malgré tout en faveur de l'interprétation de F. XXII comme un foyer à part entière (Rapport RGT 2010)

Les aménagements du S72-74 sont matérialisés par la présence de nombreux blocs et dalles calcaires de grandes dimensions. Certains d'entre eux sont manifestement organisés en une vaste structure localisée entre les foyers XXI et XIX (Figure V.10 et Figure V.18). D'autres grosses dalles sont également présentes à proximité de foyers (XVII et XVIII) sans que leur disposition évoque un réel appareillement des structures de combustion.

Le mobilier recueilli dans le secteur est caractérisé par un outillage présentant une abondance d'éclats de quartz et quartzite complétés par des lames retouchées en silex (Rapport RGT 2009). Un poste de débitage de petites lames et de lamelles est présent à proximité du foyer XXI. Les restes osseux sont également abondants dans ce secteur, avec notamment un crâne de bison découvert à l'est du foyer XIV. Les matières colorantes sont elles aussi nombreuses et ont visiblement été broyées sur place à l'aide de macro outils en calcaire par exemple entre les foyers XIV et XXI ou à proximité du foyer XVIII (Pradeau*et al.*, 2014). Notons enfin que seulement 5 coquillages ont été retrouvés lors de la fouille de ce secteur.

5 Il résulte de la jonction de plusieurs fenêtres de sondages effectués dans le secteur (Sondages 67, 68, 69, 71, 72 et 74), d'où une certaine confusion sur son appellation d'un rapport à l'autre.

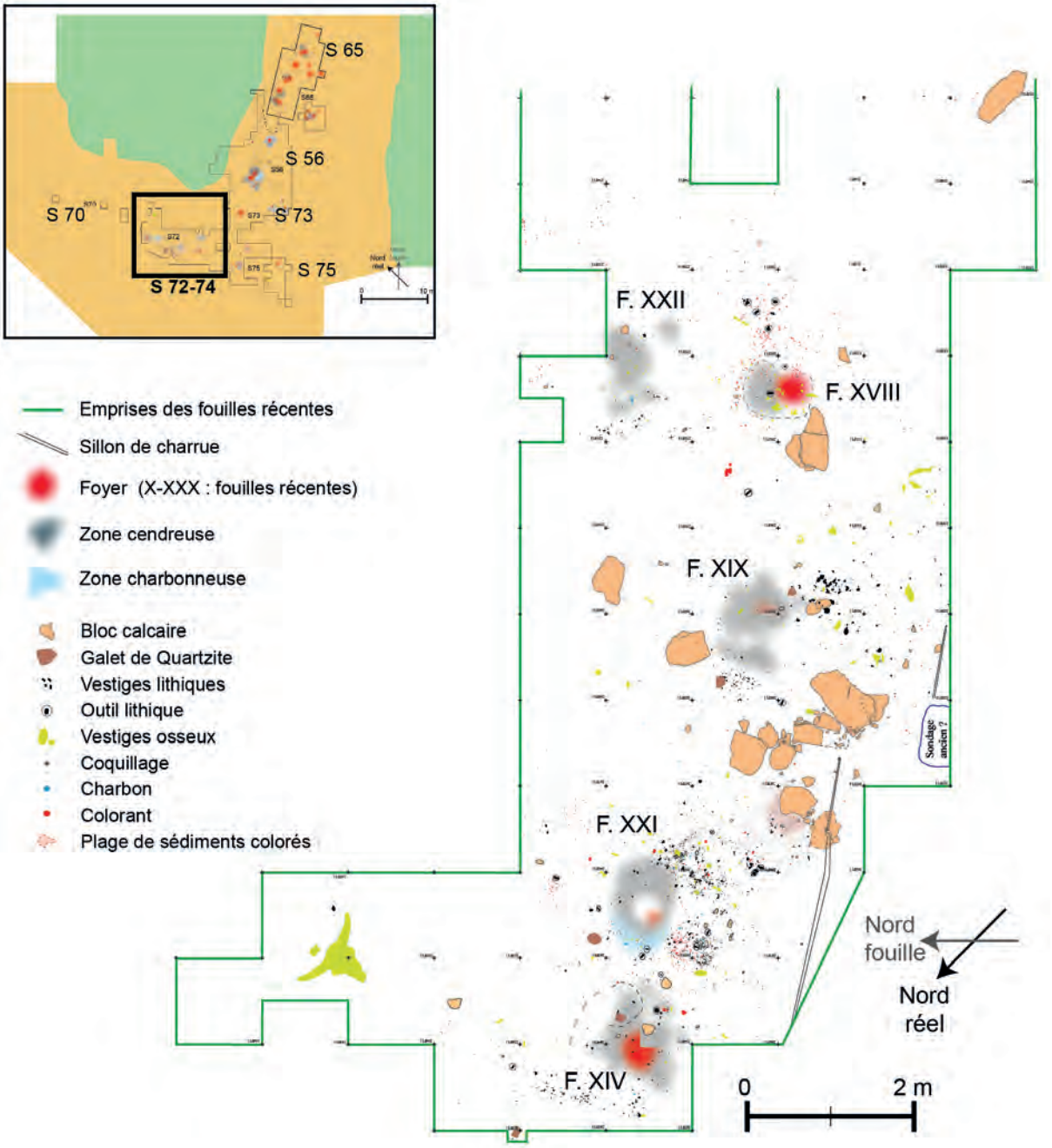



**Figure V.18:** Régismont-le-Haut, plan du secteur 72-74, état campagne 2016 (d'après Rapport RGT 2016, modifié).

### *1.2.5. Principaux éléments d'interprétation*

À partir des données de terrain et des études réalisées ou en cours, la définition de nombreuses aires d'activité est proposée (Anderson *et al.*, sous presse ; Bon *et al.*, sous presse). Ces aires correspondent à des registres techniques variés, parmi lesquels :

- Production de support lithique
- Confection et réfection d'outillage lithique
- Boucherie et traitement de peau
- Tri et transformation de matière colorante
- Utilisation de matière colorante

Nous dressons ci-dessous un essai de synthèse de ces différents registres d'activité en fonction de leur répartition autour des différents foyers (Tableau V.4).

À partir de ces différentes observations et de leur comparaison en termes de complémentarité fonctionnelle, il est proposé d'interpréter le site de Régismont-le-Haut en vertu de deux espaces correspondant à chacun des deux paléochenaux (Bon et Mensan*,* 2007 ; Pradeau *et al.,* 2014 ; Anderson *et al.*, sous presse ; Bon *et al.*, sous presse):

- Le premier locus (**Locus 1** : paléochenal NE-SW, S65, 56 et 73 ; Figure V.19) correspondrait à une zone « domestique » résultat de l'addition de plusieurs unités centrées autour de foyers principaux (F XII-XVI, 7-8-9 et 4-5 par exemple) et environnées de leurs satellites (F X, XI, XIII, 1, 6 etc.). Les activités s'y déroulant y seraient très diversifiées : taille de la pierre, traitement de peau, utilisation de colorant, habitat.
- Le second (**Locus 2** : paléochenal NW-SE ; S70, 72-74 et 66 ; Figure V.19) serait quant à lui une zone « atelier » où les activités, bien qu'également diversifiées, s'organiseraient de manière plus spécialisée en fonction des espaces.

L'une des questions auxquelles les travaux récents se sont intéressés concerne la chronologie interne du site de Régismont-le-Haut et, plus largement, son positionnement dans le technocomplexe aurignacien.

Sur le premier point, les travaux de terrain ainsi que les différentes opérations de remontage sur le matériel lithique tendent à démontrer la contemporanéité des activités s'étant déroulées au sein de chacun des loci. En ce qui concerne la relation entre les deux loci, la liaison au moyen de remontages se fait encore attendre. Malgré tout la complémentarité des activités, des matières exploitées et la cohérence stratigraphique (Figure V.20) sont une série d'arguments plaidant en la faveur d'une occupation unique. En ce qui concerne la datation globale du site de Régismont-le-Haut, la nature du gisement ne facilite pas l'obtention de dates radiométriques. En effet la majorité des échantillons de charbon de bois et d'os envoyés pour datation se sont revélés être indatables en raison de leur faible teneur en carbone (Rapports RGT 2009, 2010 et 2015). Malgré tout, deux groupes de dates ont été obtenus. Le premier centré autour 28 000 BP (env. 32/33 kycalBP) concerne le S65-56 (Locus 1), le second autour de 32 000 BP (env. 36/37 kycalBP) est lié au S72 (Locus 2). Le premier renverrait à un contexte relativement récent de l'Aurignacien tandis que le second pointe vers une phase plus ancienne (Tableau V.1). Le manque de séquences de référence dans le secteur ne facilite également pas le positionnement des industries lithiques dans un cadre

qui, visiblement, s'éloigne de celui construit principalement à partir des données du Périgord. Le positionnement chronologique précis du niveau aurignacien de Régismont-le-Haut reste donc encore à déterminer (Anderson *et al.*, sous presse).

| Secteur | Foyer | Production lithique (silex) : poste(s) de débitage | Confection/réfection d'outils lithiques (silex) | Outils lithiques (Silex) | Production lithique (quartz et quartzite) | Utilisation lithique (quartz et quartzite | Tri et transformation colorants | Utilisation colorant | Présence de coquillage | Os brûlé |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *S65* | F 1 | Non | Oui | Oui | ? | ? | ? | ? | ? | ? |
| | F 2 | ? | Oui | Oui | ? | Oui ? | ? | ? | ? | Oui |
| | F 3 | Non | Non | Non | Non | Non | ? | ? | ? | ? |
| | F 4 | Oui | Oui | Oui | ? | ? | ? | ? | Oui | Oui |
| | F 5 | Oui | Oui | Oui | ? | Oui ? | ? | ? | Oui | Oui |
| | F 6 | Oui | Oui | Oui | ? | ? | ? | ? | ? | ? |
| | F -/8/9 | Oui | Oui (F8-9) | Oui | ? | ? | ? | ? | Oui | Oui en F8 / Non en F7 / ? en F9 |
| | F XIII | | | | | | | | | |
| | F XX | | | | | | | | | |
| | F XXVII | … | … | … | … | … | … | … | … | … |
| *S56* | F X | Non | Non | Non | Non | Non | Non | Oui | Non | Non |
| | F XI-XXV | Oui | Oui | Oui | Oui ? | Oui | | Oui | Oui | Oui |
| | F XII-XVI | Oui | Oui | Oui | Non ? | Oui ? | Oui | Oui | Oui | **Oui** en F12 |
| *S56sud/73* | F XXVI, XXVIII et XXIX | Non | Non | (F28) | Non | Non | Non | | Oui en F29 | Oui en F29 |
| | F XXX | … | … | … | … | … | … | … | … | … |
| | F XXIII | Oui | Non | Oui | Non | Non | Non | Oui | Oui | Non |
| *S72-74* | F XIV | Oui ? | Oui | Oui | Oui | Oui | | Oui | Oui | Oui |
| | F XXI | Oui | Oui | Oui | Non | Oui | Oui | Oui | Oui | Oui |
| | F XIX | Non ? | Oui ? | Oui | Oui | Oui | Non | | Oui | Oui |
| | F XVIII | Non | Non | Oui | Non | Oui ? | Oui | Oui | Non | Oui |
| | F XXII | … | … | … | … | … | … | … | … | … |
| *S75* | F XVII | … | … | … | … | … | … | … | … | … |
| | F XXIV | … | … | … | … | … | Non | Non | Non | Non |
| *S70* | F XV | … | … | … | … | … | … | … | … | … |

**Tableau V.4:** Synthèse des principales activités représentées à proximité des foyers de Régismont-le-Haut (d'après Bon *et al.*, sous presse, modifié). En gras les concentrations remarquables, « ? » manque d'informations (fouilles anciennes), « … » étude/fouille en cours.

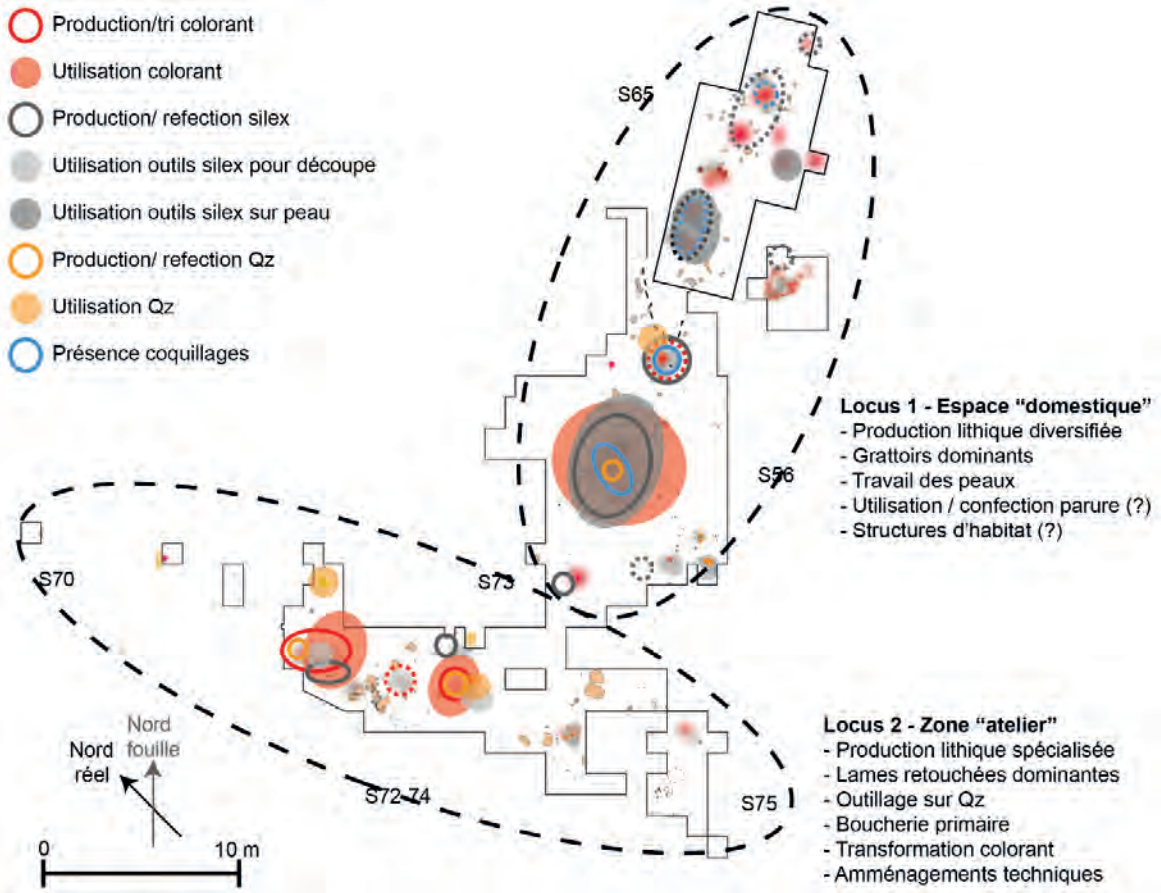



**Figure V.19:** Synthèse des données et interprétation globale de Régismont-le-Haut en 2015, (synthèse d'après Bon, 2002 ; Rapports RGT 2000-2016 ; Maurin, 2006 ; Pradeau *et al.,* 2014 ; Anderson *et al.,* sous presse ; Bon *et al.*, sous presse).

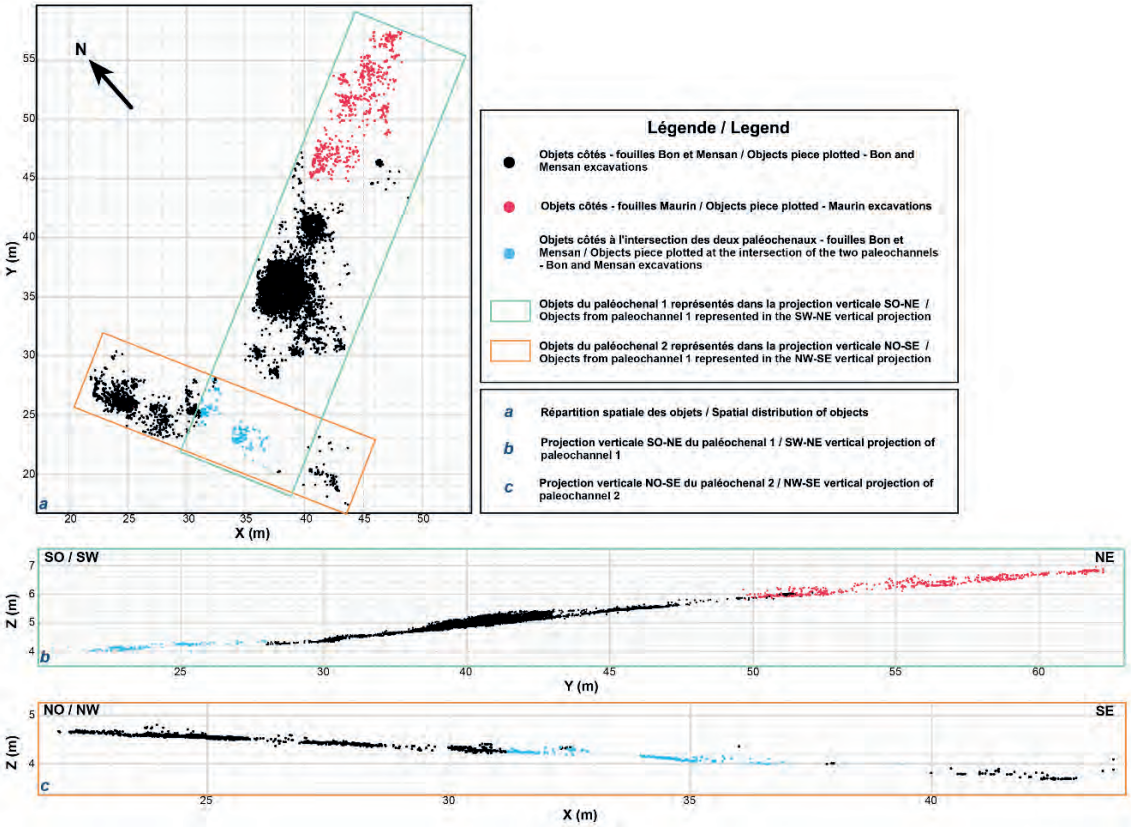



**Figure V.20:** Projection du mobilier coté au sein des deux paléochenaux (d'après Anderson *et al.*, sous presse).

### *1.2.6. Études antérieures sur les structures de combustion*

Depuis la reprise des opérations en 2000, une série d'études se sont intéressées aux structures de combustion du site de Régismont-le-Haut.

F. Sellami s'est notamment penché sur l'étude micromorphologique des foyers X, XII et XIII (Rapports RGT 2005 et 2006). Ces travaux ont notamment permis de distinguer les foyers X et XIII, marqués par la présence de sédiments rubéfiés, du foyer XII où une imprégnation de matériaux organiques a été observée. À partir des observations de terrains couplées à l'étude des lames minces, un fonctionnement relativement court a été proposé, notamment sur la base de la faible épaisseur de sédiments rubéfiés, et de la préservation de matière organique dans les soles. Dans le cas du foyer XII, ce fonctionnement aurait cependant comporté au moins quatre phases distinctes correspondant au creusement d'une cuvette, au fonctionnement d'un premier foyer, au comblement de la cuvette puis au fonctionnement d'un nouveau foyer sur la surface comblée.

L'observation d'une imprégnation organique dans le foyer XII a rapidement conduit à formuler l'hypothèse d'une origine liée à la présence de graisse animale. Afin de tester cette hypothèse, des expérimentations ont eu lieu dès 2003 avec notamment pour objectif de différencier un foyer ayant fonctionné uniquement avec du bois (Foyer expé A) d'un foyer ayant fonctionné avec du bois, mais ayant servi à brûler des matières animales dont de la graisse de bœuf (Foyer expé B). L'observation des structures ainsi produites sur le terrain et en lames minces a montré que l'implication de graisse dans le fonctionnement du Foyer expé B conduisait à une importante imprégnation de graisses à l'état fluide par percolation de celles-ci au travers des sédiments. De plus, la sole ainsi produite était extrêmement noircie, et bien plus résistante à l'érosion que celle, uniquement rubéfiée, du Foyer expé A (expérimentations réalisées en 2003, prélevées en 2005 ; Rapports RGT 2005 et 2006).

À la suite de ces travaux, nous avions repris l'étude des foyers X, XII et XIII, complétés du foyer XIX, dans le cadre d'un mémoire de master 2 (Lejay, 2012). Ce travail avait notamment permis de préciser les mécanismes impliqués dans la préservation de ces foyers, à savoir la formation de faciès hydrofuges (*water-repellent layer*) dans certains foyers et dans tous les cas un recouvrement rapide après la disparition de la partie aérienne comportant les résidus de combustion. Nous concluions également que, d'un point de vue micromorphologique, le foyer XIX, bien qu'intensément bioturbé, présentait des caractères communs avec le foyer XII, notamment le même type d'imprégnation organique du sédiment.

Parallèlement, S. Costamagno a supervisé en 2006 une série d'expérimentations portant sur l'utilisation d'os en guise de combustible (Rapport RGT 2006 ; Costamagno *et al.*, 2010) sur lesquelles nous revenons plus loin (cf. Partie V.5.2). Ces foyers expérimentaux ont montré que l'usage d'os occasionnait un noircissement marqué de la sole, comme c'était déjà le cas pour le Foyer expé B de F. Sellami.

### *1.2.7. Les structures retenues pour l'étude*

Dans le cadre de cette étude, nous nous sommes particulièrement attaché à l'étude des structures suivantes (Figure V.21) :

- Le complexe formé par les **foyers XII** et **XVI** ainsi que la **cuvette 1** située à proximité.
- Le complexe formé par les **foyers XI** et **XXV**
- Le **foyer XXIII**
- Le **foyer XXIV**

Cependant, dans le cadre de nos discussions et comparaisons, les résultats antérieurs concernant d'autres structures ainsi que des prélèvements déjà étudiés seront régulièrement mobilisés.

Cette sélection est bien sûr tributaire de l'avancée des travaux de terrain et des échantillons disponibles ou réalisables. Malgré tout, ce corpus permet d'aborder deux axes de réflexion concernant les structures de combustion du site.

Il permet d'abord d'étudier plusieurs cas de figure reconnus sur le terrain. Les foyers XII-XVI et XI-XXV correspondent à des structures complexes présentant les sédiments brunâtres associés par les études antérieures à des imprégnations organiques. Les foyers XXIII et XXIV sont quant à eux des foyers relativement simples et essentiellement matérialisés par des sédiments rubéfiés. Le foyer XXIII est situé en dans une légère dépression tandis que le foyer XXIV correspond à une structure à plat.

En outre, ces structures nous permettent de documenter des secteurs et des situations variés au sein des deux loci du site. En effet, les foyers XII-XVI et XI-XXV correspondent à des structures complexes implantées au cœur des plus fortes concentrations de mobilier du Locus 1 « domestique ». Le foyer XXIII est situé en périphérie de ces ensembles et semble correspondre à une structure dédiée à un registre d'activité plus limité. Enfin le foyer XXIV rappelle le précédent, mais est situé au sein du locus 2 « atelier » ce qui nous permettra de poursuivre les comparaisons entre les deux loci en prenant en compte le fonctionnement et l'utilisation des structures de combustion.

## 2. Les structures de combustion : données de terrain

Le contexte de découverte de chacune des structures discutées ci-dessous a été précisé plus haut (cf. *supra*). Ce chapitre a pour objectif de présenter en détail les renseignements obtenus pour chacune d'elles lors des opérations de terrain. À partir de ces informations, nous verrons quelles sont les conclusions qu'il est possible de tirer, mais aussi quelles sont les hypothèses pour lesquelles des analyses complémentaires sont nécessaires.

### 2.1. État de la documentation

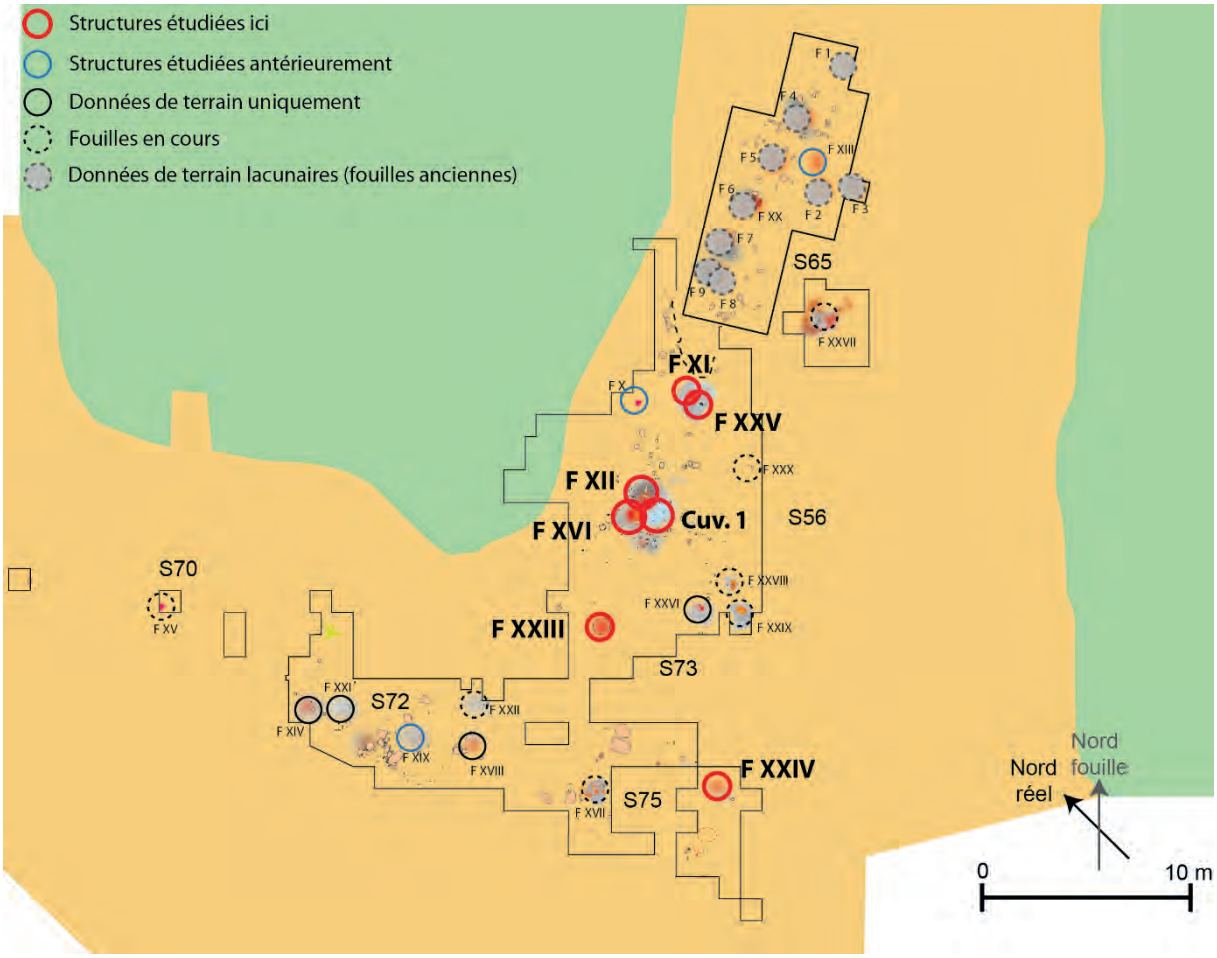



**Figure V.21:** Localisation des différentes structures mentionnées dans le texte (d'après Rapport RGT 2015).

Les foyers 1 à 9 (Figure V.21) provenant des fouilles 1961-62 sont documentés par les brèves publications de G. Maurin (Maurin et Ambert, 1979 ; Maurin, 2006 ; Figure V.4) et par ses notes de terrain assorties de quelques photographies (Maurin, carnets de fouille inédits). Malgré la qualité du travail de terrain, ces descriptions anciennes demeurent sommaires et il est difficile de les mobiliser de manière satisfaisante ici. À titre d'exemple, bien que la plupart de ces foyers soient décrits comme « creusés en cuvette » ou « de coupe lenticulaire » et comblés de « cendres et esquilles d'os » (Maurin, 2006), aucune coupe stratigraphique précise ni description fine des comblements de ces foyers ne nous est parvenue. C'est d'autant plus regrettable que les foyers

que décrit ainsi G. Maurin semblent relativement différents de ceux identifiés durant les fouilles modernes, qui sont majoritairement plats et dépourvus de résidus de combustion. Le foyer XXVII, découvert en 2014 à proximité du secteur fouillé par G. Maurin (S65), vient toutefois apporter un éclairage nouveau aux descriptions des foyers 1 à 9 en se présentant sous une forme qui les rappelle davantage, en particulier au travers d'une morphologie en cuvette et d'un remplissage riche en résidus de combustion (voir Figure V.12 ; Rapports RGT 2014 et 2015).

L'exploration du secteur fouillé par Maurin lors des campagnes récentes, bien qu'elle ait permis d'assurer le raccord de nos travaux, n'a cependant livré que de maigres informations sur les structures en elles mêmes (voir Rapport RGT 2009 pour une synthèse). En effet, une partie des structures semble avoir été détruite à l'issue des opérations de Maurin. Des structures laissées plus ou moins intactes (F. 4, 5, 7 8, 9) ont été observées sur le terrain, mais leur étude détaillée n'a pas été entreprise pour le moment.

Concernant les structures découvertes depuis 2000, la documentation est abondante, mais néanmoins inégale. Certaines structures sont encore mal connues, car elles n'ont pas encore été explorées suffisamment (foyers XV, XVII, XXII, XXVII, XXVIII, XXIX et XXX ; Figure V.21). D'autres sont relativement bien connues, car elles ont été explorées durant plusieurs années (foyers XIV, XIX et XVI). Enfin, certaines ont également fait l'objet d'études micromorphologiques (foyers X, XIII et XVIII, structure « léopard », voir Partie V.1.2.6 ; Figure V.21).

Les **foyers XI, XXV, XII, XVI, XXIII et XXIV** ainsi que la **cuvette 1** (Figure V.21) sur lesquels se concentre cette étude sont tous des structures découvertes et fouillées récemment pour lesquelles une abondante documentation (plans, relevés, photographies, etc.) est disponible. De plus, hormis les foyers XI et XXV, ce sont des structures que nous avons pu observer directement et, dans la plupart des cas, fouiller et échantillonner nous même.

## 2.2. Description et stratigraphie

### *2.2.1. Les foyers XI et XXV*

#### *2.2.1.1. Description*

Le foyer XI, localisé à l'intersection des m$^2$ 361G10, 362G10, 381G10 et 382G10, est décrit comme une sole irrégulière de sédiments rubéfiés rouge-orangé sur une surface d'environ 50 cm de diamètre pour une épaisseur pouvant atteindre 5 cm (Figure V.22 et Figure V.23). Son implantation horizontale pourrait résulter d'un aménagement visant à compenser la pente naturelle du sol dans le secteur. Hormis cela aucun aménagement particulier (appareillage de blocs par exemple) n'a été décelé. Au sud-ouest de la sole, une zone de sédiments apparemment rubéfiés, mais de teinte plus sombre (brun rougeâtre), a été décrite comme potentiellement perturbée. Au nord et à l'est, deux petites plages peu épaisses de sédiments rubéfiés ont également été observées (respectivement 10 et 5 cm dans leurs longueurs maximales). Autour de la sole se déploie une auréole de sédiments bruns, charbonneux et riches en mobilier archéologique. À l'est du foyer, ces sédiments bruns semblent combler une légère dépression, tandis qu'à l'ouest ils semblent s'appuyer sur le léger surplomb sur lequel la sole est installée. Tous ces éléments étaient recouverts par d'abondants nodules de carbonate. Des agrégats de matériaux rubéfiés issus de la structure ont été décelés à des altitudes plus élevées, évoquant des remontées de sédiment par bioturbation.

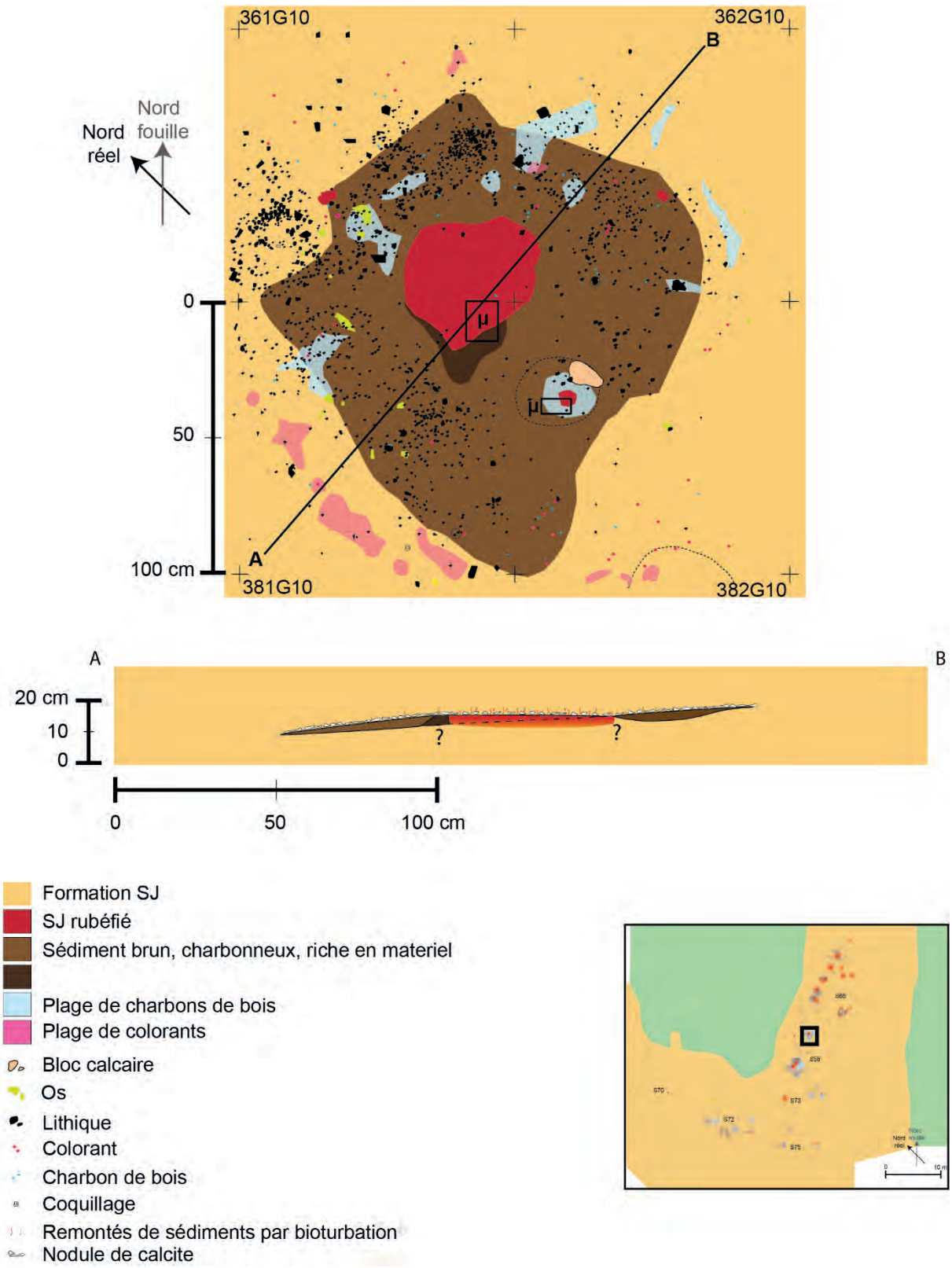



**Figure V.22:** Plan détaillé des foyers XI et XXV et de leurs abords et coupe théorique du foyer XI (d'après Rapport RGT 2015 et documents de fouilles 2005 et 2011, inédits)

**Figure V.23:** Régismont-le-Haut, S56. Vue des foyers XI et XXV en cours de fouille en 2011 (cliché F. Bon).

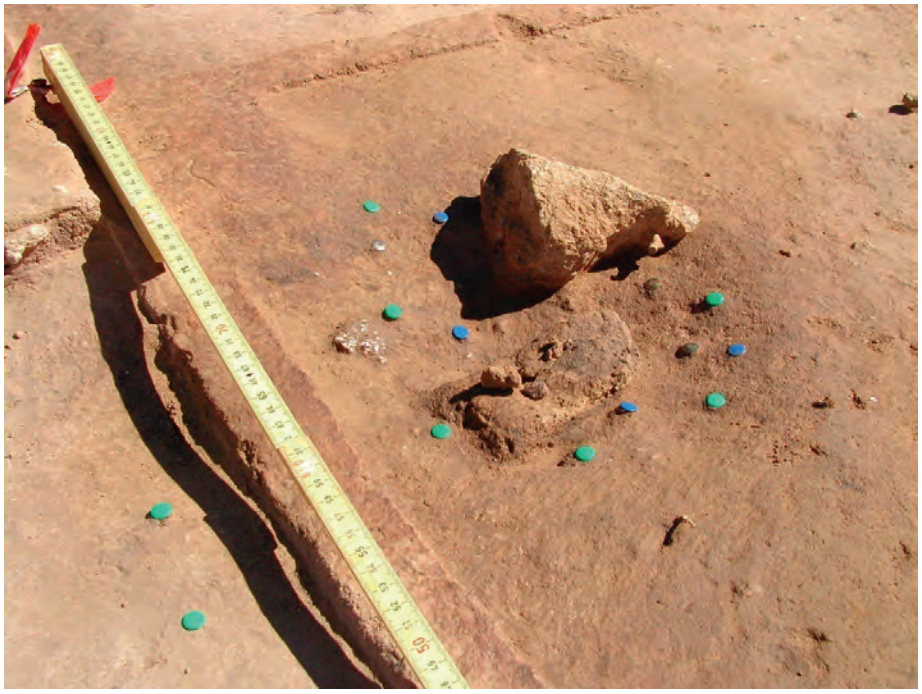


**Figure V.24:** Régismont-le-Haut, S56. Vue en cours de fouille en 2004 de la cuvette au sud du foyer XI devenue le foyer XXV (cliché F. Bon).

Les abords de la structure ont livré un abondant mobilier décrit plus haut (cf. Partie V.1.2.4). Notons que des plages de concentrations charbonneuses ont été repérées préférentiellement dans la moitié nord-est de la structure, tandis que les plages de colorants sont plutôt situées dans la moitié sud-ouest. À propos des combustibles, l'étude anthracologique a démontré la présence de charbons de *Pinus sylvestris/nigra* (Rapport RGT 2005). Des fragments d'os brûlés, bien que peu nombreux et de petites dimensions, sont également à mentionner.

Un prélèvement micromorphologique a été effectué en 2011 au cœur du foyer XI (Figure V.22 et Figure V.23) : *RGT11 F11b, 381G10*). Avant que celui-ci ne soit imprégné en vue de réaliser une lame mince (*F XIb*), nous avons prélevé dans le bloc 4 échantillons de sédiment en vue d'analyses géochimiques ultérieures (*RGT F XIb I* à *IV*).

Immédiatement au sud du foyer XI, en 382G10, une petite cuvette (environ 25 cm de diamètre pour 2 à 3cm de profondeur) est visible (Figure V.22). Celle-ci contenait, outre un sédiment très charbonneux, un bloc calcaire apparemment non brûlé et du sédiment visiblement rubéfié (Figure V.24). À l'issue d'une étude préliminaire des lames minces réalisées (*RGT11 F XIa(a) et (b*) ; Rapport RGT 2013) à partir du bloc micromorphologique prélevé en 2011 (*RGT11 F11a, 382G10*), nous avons avancé que cette cuvette était très probablement un foyer en place, que nous avons dénommé F XXV. Les arguments micromorphologiques qui appuient cette identification sont développés plus loin (cf. Partie V.3.5).

Bien que de taille modeste, ce F XXV est l'un des rares foyers en cuvette provenant des fouilles modernes et pour lequel nous disposons de lames minces documentant le comblement de telles structures.

#### *2.2.1.2. Interrogations*

Les abords du foyer XI documentent des activités relativement nombreuses qui visiblement s'organisent autour de cette structure. Toutefois, la localisation et la morphologie exactes de la structure restent à préciser. En effet, le fait que la structure n'ait pas été fouillée intégralement et l'indigence des données stratigraphiques entretiennent un certain flou sur les relations entre les différentes zones de sédiments « rubéfiés » ou « bruns », les « cuvettes et une éventuelle « estrade ». Par ailleurs, le fait que la plupart des résidus de combustion aient été retrouvés en périphérie de la structure pose question sur d'éventuelles opérations d'entretien ayant conduit à cette dispersion particulière.

Les deux principaux axes de réflexion sur le foyer XI concernent donc :

- La morphologie initiale de la structure et son évolution taphonomique ;
- La relation entre les résidus de combustion environnants et le fonctionnement du foyer.

À propos de la cuvette située au sud, en réalité un petit foyer (XXV), sa non-reconnaissance sur le terrain illustre la difficulté à définir les critères diagnostiques d'un foyer de ce type sur le terrain. En ce qui concerne l'interprétation archéologique, la morphologie de la structure (petite dépression) et la présence d'un bloc en son sein constituent un cas original à l'échelle du site. La fonction d'une telle structure, putativement un « satellite » du foyer XI, demande donc une analyse approfondie.

L'étude conduite ici se concentrera donc pour ce foyer sur les points suivants :

- Assurer le statut de foyer et préciser ses caractères diagnostiques ;
- Questionner le fonctionnement et la fonction de la structure, notamment vis-à-vis du proche foyer XI.

### 2.2.2. Les foyers XII et XVI et la cuvette 1

#### 2.2.2.1. Description

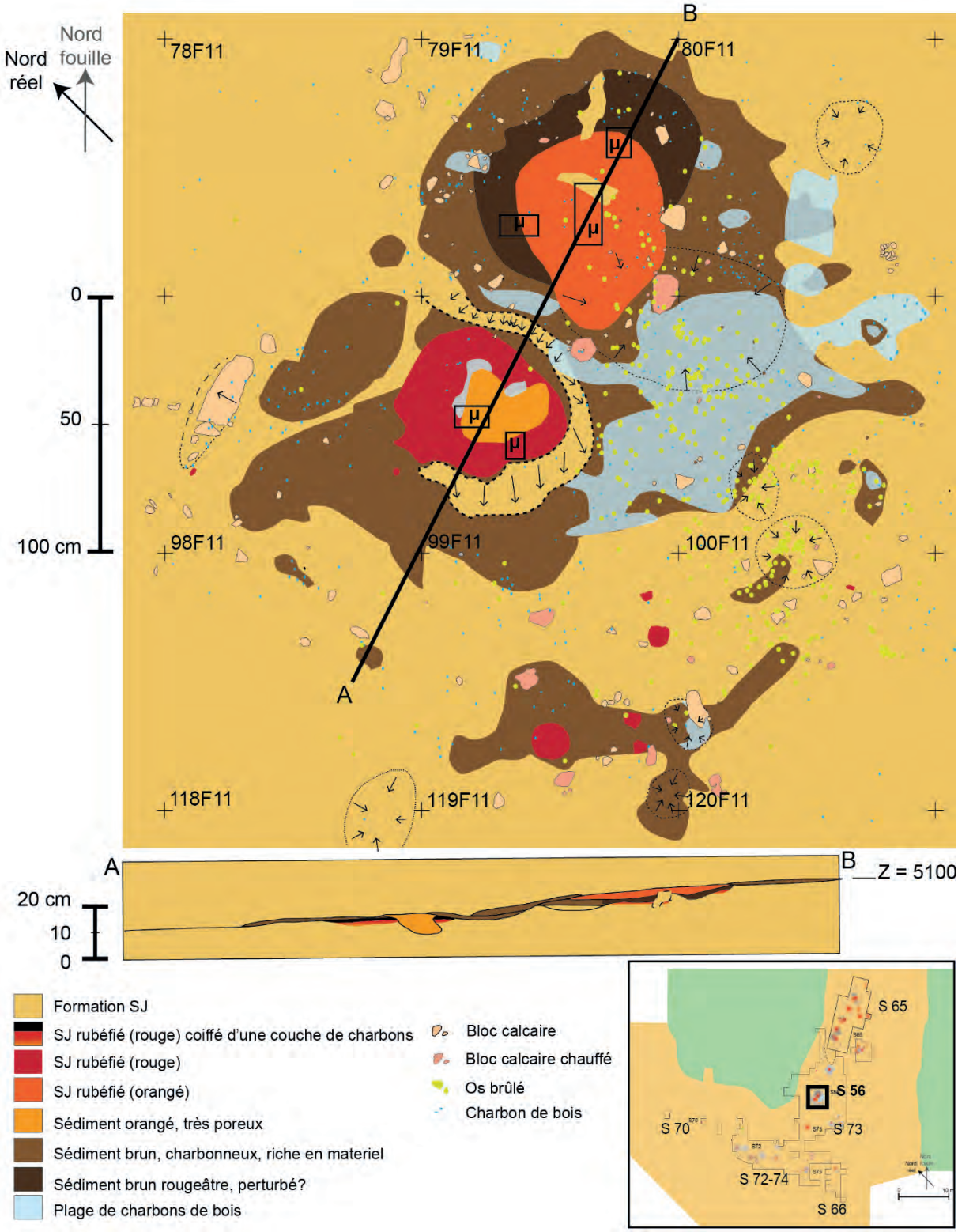



**Figure V.25:** Plan sélectif et coupe théorique des foyers XII et XVI et de leurs abords (d'après Rapport RGT 2016 et documents de fouilles inédits).

Le foyer XII est localisé principalement dans le m² 79F11 tandis que le foyer XVI est centré sur la moitié ouest du carré adjacent 99F11 (Figure V.25). Ces deux structures sont environnées, outre un abondant mobilier (Partie V.1.2.4), de 7 structures en creux localisées au sud (en aval des foyers selon la topographie locale). Au nord, en amont des foyers, trois structures évoquant des trous de calage sont alignées selon un axe ouest-est. Au sud-ouest des foyers, en 119F11, des plages ténues de sédiment rubéfié ont également été repérées. Enfin, de larges plages de sédiment brunâtre, plus ou moins charbonneux, entourent et parfois recouvrent ces différents aménagements.

À ce stade de la description, il convient de préciser que les méthodes de fouille retenues sur le terrain concernant ces structures ont avant tout favorisé une approche planimétrique[1] (Figure V.26). En effet, l'unicité présupposée du niveau archéologique a justifié cette orientation au détriment d'une prise en compte poussé de la stratigraphie. Cependant, l'avancée des recherches a mis en avant la succession de différents aménagements sur lesquels nous reviendrons. L'absence de repères stratigraphiques continus s'est alors avérée problématique pour reconstituer les différentes étapes de fonctionnement de cet espace. Restituer la dynamique d'aménagement de ce secteur se révèle donc être une tâche ardue. La lecture des synthèses proposées lors de chaque rapport de fouilles (notamment Rapports RGT 2011-2014), illustre bien la difficulté à envisager dans l'espace des structures très bien décrites d'un point de vue horizontal, mais dont les interactions verticales sont souvent mal cernées. Ce dernier point est également compliqué par la nature même de l'encaissant sédimentaire, très homogène à l'échelle macroscopique, au sein duquel il est difficile de repérer d'éventuels éléments de stratigraphie.

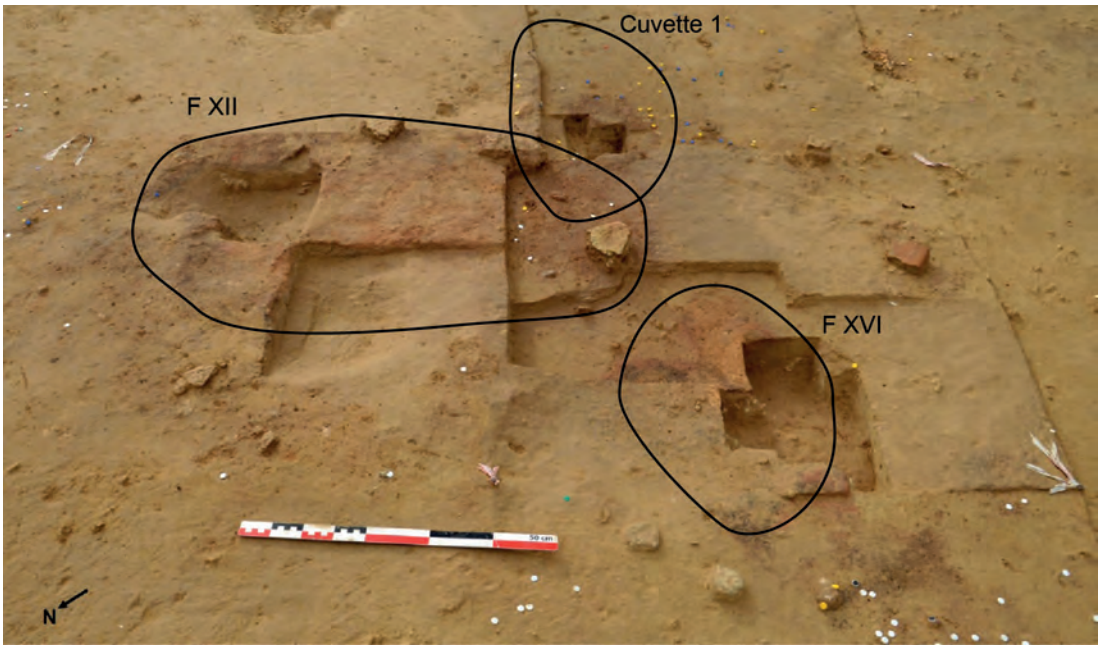



**Figure V.26:** Régismont-le-Haut, S56. Vue des foyers XII et XVI et de leurs abords au début de la campagne 2014.

1 La méthode de fouille adoptée à Régismont-le-Haut depuis 2000 implique le relevé systématique en 3D à partir de photographies redressées de chaque artefact (silex, os, charbons, calcaires, etc.) et ce indépendamment de sa taille. Concernant les foyers, l'approche retenue le plus souvent a été celle de la fouille en quarts opposés. Cependant cette méthode n'a pas toujours été conduite à son terme puisque les coupes et les relevés nécessaires n'ont pas tous été effectués. Par ailleurs, la priorité a été donnée à une préservation de la « surface archéologique » ce qui s'est parfois fait au détriment des structures de combustion considérées longtemps en plan et non dans l'espace.

Les dernières observations menées sur le terrain (campagnes 2013-2015) ont eu, entre autres, pour objectif de venir pallier cette indigence des données stratigraphiques. À cette occasion, de nouvelles coupes ont été effectuées là où c'était encore possible, et une reprise de la documentation antérieure a été entreprise afin de pouvoir proposer un modèle de la zone des foyers XII et XVI qui prenne en compte les données verticales et horizontales. Malgré tout, un certain nombre d'incertitudes demeurent, auxquelles cette étude tentera de répondre.

En l'état de nos recherches, à partir de données de terrain, il est possible de résumer les différents éléments à notre disposition de la façon suivante (Rapports RGT 2014 et 2015 ; Figure V.27):

– Premier état :

Creusement (?)de plusieurs dépressions (cuvette 1 à 7) .

Mise en place structures de calage.

Mise en place et fonctionnement des deux foyers dans des dépressions (creusées ?) séparées par un « bourrelet » de sédiment apparemment anthropique. Le fonctionnement des deux foyers semble plus ou moins contemporain. Ils sont en tous cas recouverts tous deux par l'ensemble des sédiments bruns du second état.

Comblement de la base de la cuvette 1 par du matériel et du SJ (pas de résidus de combustion).

– Second état :

Recouvrement par une nappe plus ou moins continue de sédiments bruns riches en matériel dont des résidus de combustion.

Comblement des cuvettes 1, 3 et 4 avec notamment des os brûlés.

La surface du foyer XII est coiffée de sédiments nettement plus sombres que ceux bordant les structures, formant ce qui a été décrit dans un premier temps sur le terrain comme deux « cuvettes (Rapport RGT 2002) puis comme deux « lobes » de sédiment imprégné de MO (Rapports RGT 2011-12). Les dernières campagnes de fouille ont finalement montré que ces deux ensembles n'en formaient probablement qu'un seul à l'origine (voir plus bas ; Rapports RGT 2014-15).

– Troisième état :

Une quantité assez importante de sédiments vient couvrir la surface du foyer XII et une partie de la cuvette 1, formant ainsi une surface quasi horizontale en léger surplomb vis-à-vis du secteur aval.

Un second foyer (foyer XII, « sole supérieure ») a fonctionné sur cette surface et a rubéfié le sédiment, créant une sole épaisse de 5 à 6 cm au maximum et de couleur orangée. Il semble avoir été au moins partiellement appareillé de blocs calcaires, notamment au sud où trois blocs calcaires semblent correspondre à ce type d'aménagement.

– État final :

Une vaste plage de sédiments charbonneux vient napper le secteur aval. Des blocs calcaires, dont certains chauffés sont également retrouvés dans cette direction.

Les abords du foyer XII sont marqués par un sédiment brun, riche en mobilier et résidus de combustion, identique à celui mentionné pour le recouvrement du premier état.

Plusieurs petites plages de sédiments rubéfiés, dont le caractère remanié est pressenti, sont retrouvées toujours dans ce secteur aval ($m^2$ 118F11 notamment).

Le foyer XII semble affecté par plusieurs perturbations (racine, terrier ?). Ainsi la sole supérieure du foyer XII et les sédiments très bruns sous-jacents semblent avoir été tronqués par ces bioturbations. Le foyer XVI semble lui aussi affecté par des perturbations sous la forme d'une troncature de la sole comblée par des sédiments orangés très aérés. Plus largement toute la surface des foyers semble avoir été affectée à la fois par une carbonatation assez intense (mise en place de nodules carbonatés) et par des phénomènes de bioturbation ayant pu conduire localement à la remontée de sédiment ou de mobilier quelques centimètres au-dessus de leur position initiale.

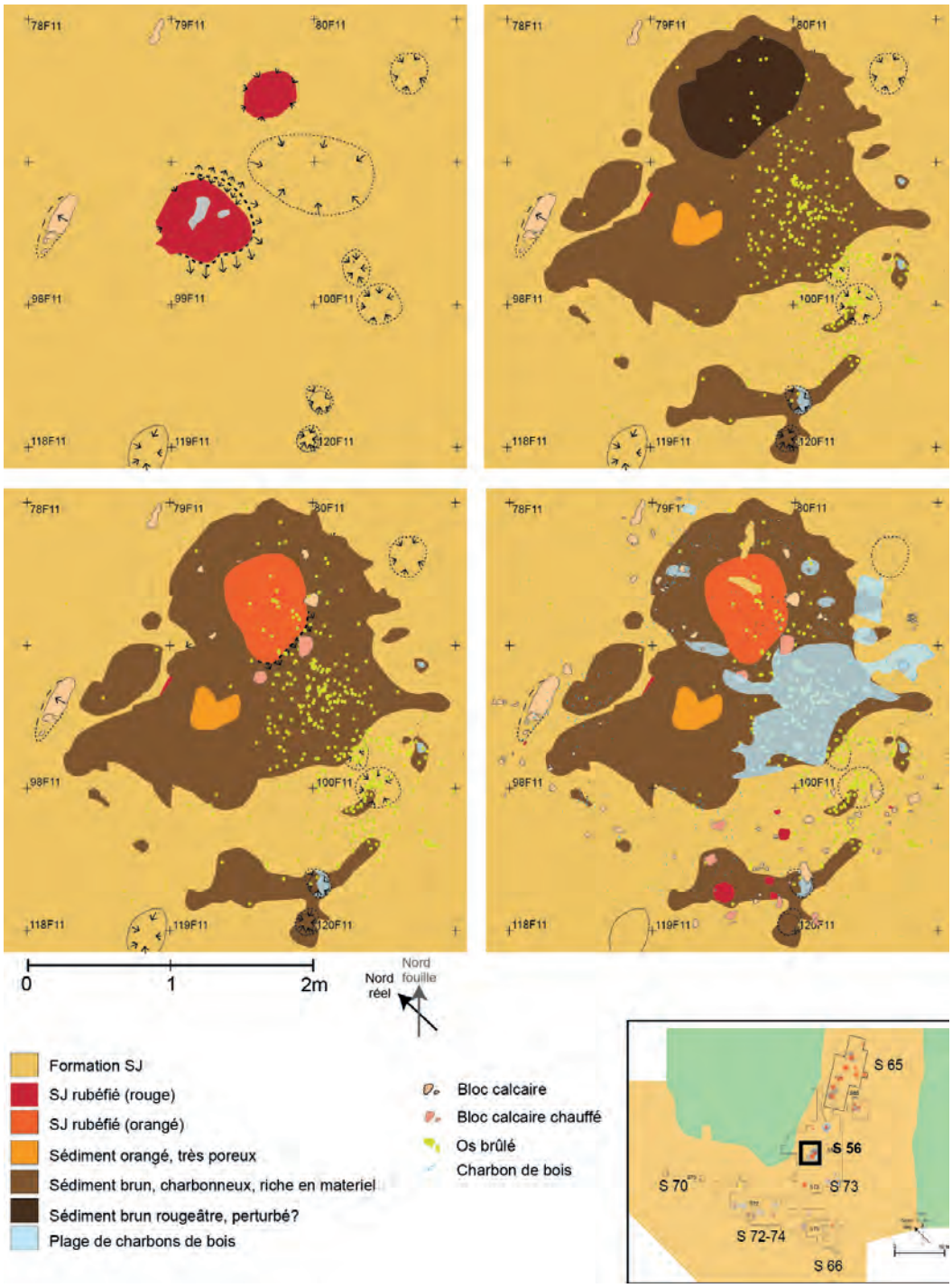



**Figure V.27:** Proposition de reconstitution des différentes étapes de fonctionnement des foyers XII et de leurs abords (d'après Rapport RGT 2015).

- *La cuvette 1*

Cette dépression, située au croisement des m² 79, 80, 99 et 100F11, se présente sous la forme d'un ovale d'environ 50 cm par 80 cm. La profondeur de cette dépression est difficile à estimer dans la mesure où la partie supérieure de son comblement se mêle au sédiment brunâtre qui recouvre les abords des foyers XII et XVI. Elle est évaluée entre 5 et 7 cm sur la base de la distribution du mobilier en son sein. Sa base livre sur une épaisseur de 1 à 2 cm des sédiments proches du SJ auxquels sont mêlés un mobilier lithique et osseux apparemment non brûlés et quelques matières colorantes. Cet ensemble est recouvert par 4 à 5 cm de sédiments brunâtres, riches en mobilier de toutes sortes et notamment en charbon de bois et os parfois brûlés. Ce sédiment est très proche de celui qui recouvre les abords des foyers dans ce secteur, si bien que leur distinction semble impossible (si tant est qu'elle ait un sens).

On notera que, comme pour les nombreuses autres cuvettes découvertes dans le secteur, c'est avant tout l'observation d'artefacts présentant des orientations et des pendages révélateurs qui a permis de suivre les pourtours et le fond de cette dépression. Sa partie supérieure et son comblement brun étaient bien distincts du SJ encaissant, aucune différence n'a été observée dans la partie inférieure, livrant pourtant un abondant mobilier.

Nous l'avons dit, le sommet de cette dépression comblé est recouvert par l'auréole de sédiment brun entourant le foyer XII, mais tout le nord de la structure est également recouvert par les sédiments rubéfiés formant la sole dite « supérieure » du même foyer. Par ailleurs, deux blocs de calcaire rubéfié participant vraisemblablement à la délimitation de cette sole sont posés sur le comblement de la cuvette 1. Tous ces arguments nous incitent à dire que la cuvette 1 donc et son comblement sont antérieurs à la mise en place et au fonctionnement de la sole supérieure du foyer XII.

Il faut reconnaître que le caractère anthropique de cette dépression demeure incertain. S'agit-il réellement d'une structure excavée ? Et si oui, dans quel but ? Ou bien s'agit-il d'une dépression naturelle autour et dans laquelle différentes activités humaines ont laissé leurs traces ? En l'état, les indices permettant de trancher dans un sens ou dans l'autre sont pour le moins indigents.

- *Le foyer XII*

Le foyer XII a été décrit jusqu'en 2013 comme résultant de l'association d'une vaste sole de sédiment rubéfié recouvrant en partie des sédiments bruns résultant d'une imprégnation par des fluides organiques carbonisés et bordée de sédiments bruns, riches en mobilier et en résidus de combustion (Rapport RGT 2013 pour une synthèse ; voir Figure V.14 pour une vision détaillée de la répartition des différentes catégories d'artefacts). Toutefois, les dernières campagnes de fouille s'étant penchées sur ce foyer (2014-2015) ont mis en évidence l'existence sous l'ensemble précédemment décrit d'un autre niveau de sédiments rubéfiés recouverts d'une fine couche charbonneuse. Bien que l'étendue de ce second ensemble soit modeste (il est de plus préservé de façon discontinue), nous l'avons considéré comme résultant d'un état antérieur de fonctionnement du foyer XII (« sole inférieure »), le distinguant ainsi de la vaste sole orangée précédemment identifiée (« sole supérieure » ; Rapport RGT 2014)

En définitive, le foyer XII regroupe les éléments suivants (Figure V.28):

– - Une sole inférieure (b) installée dans ce qui semble être une dépression assurant sa

délimitation au moins à l'ouest (« bourrelet » avec le foyer XVI = bord de cuvette ?). Ses dimensions reconnues sont de 50x30cm, mais elle pourrait avoir été légèrement plus étendue vers l'est comme le suggèrent quelques traces de sédiment rubéfié observées dans cette direction. L'épaisseur de cette sole n'excède pas 1 cm.

- - Une couche de sédiment brun à noir (c), discontinue recouvre et dépasse largement cette sole inférieure. Celle-ci recouvre au total une surface d'environ 100x60 cm. Son épaisseur est comprise entre 1 cm sur ses bords et 4 cm en son centre. C'est cette couche de sédiments qui a été interprétée comme résultant de l'imprégnation par des fluides organiques partiellement carbonisés (Sellami *in* Rapport RGT 2005)
- - Une sole supérieure (d) installée sur un apport de SJ venant couvrir les ensembles précédents, ainsi que la cuvette 1 déjà comblée, et ménageant une surface horizontale en surplomb du foyer XVI. Ces sédiments rubéfiés (orangés) ont une épaisseur comprise entre 5 et 6 cm et couvrent une surface d'environ 80x50cm.

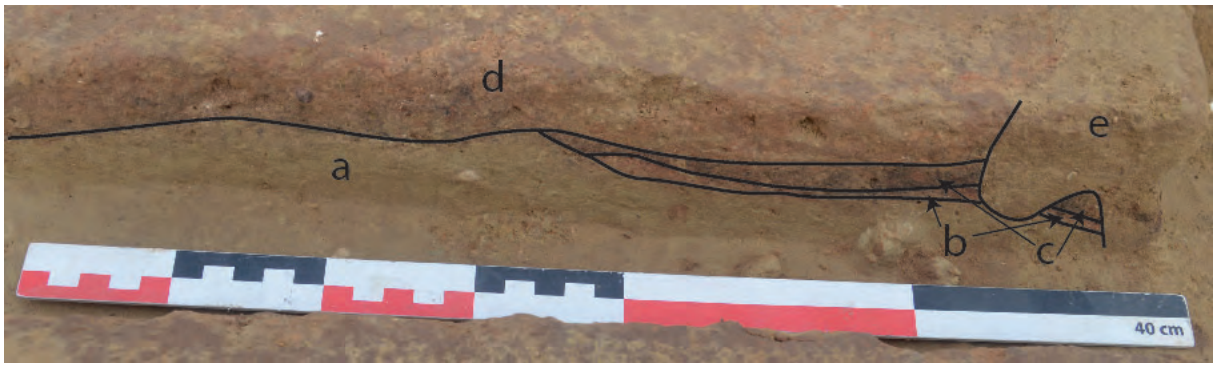



**Figure V.28:** Régismont-le-Haut, S56. Vue en coupe du foyer XII en 2014. a) encaissant SJ, b), sédiment rubéfié rouge « sole inférieure », c) sédiment brun foncé « imprégnation organique », d) sédiment rubéfié orangé « sole supérieure » et e) bioturbation.

Les pourtours du foyer XII sont marqués par une auréole de sédiments bruns riches en résidus de combustion de petite dimension (microcharbons) et d'artefacts. Des plages de sédiments localement plus charbonneux ont été identifiées en particulier au sud dans le sens de la pente. Les fragments d'os (parfois brûlés) sont également plus nombreux dans cette direction.

- *Le foyer XVI*

Les dernières campagnes ont également permis de renouveler la perception du foyer XVI qui était décrit jusqu'en 2012 comme une « *petite plage de sédiments rubéfiés* » (Rapport RGT 2012 : p. 28). En effet, les travaux de 2013 à 2015 ont mis en avant une structure finalement plus vaste et plus complexe que ce qui était perçu auparavant (Rapports RGT 2013-2015).

Le foyer XVI est situé en contrebas du foyer XII et en est séparé par ce qui est décrit comme un « bourrelet » de sédiment. La sole de sédiment rubéfié (rouge) a une épaisseur d'environ 1 cm (Figure V.29 : b). Au milieu de la sole, un recouvrement de sédiment charbonneux sur 1 à 2 cm d'épaisseur est observé (c) tandis que le reste de la sole et le pourtour du foyer sont bordés de sédiment brun riche en résidus et mobilier (d). Le centre de la structure paraît tronqué et comblé de sédiments orangés présentant une structure très aérée (e).

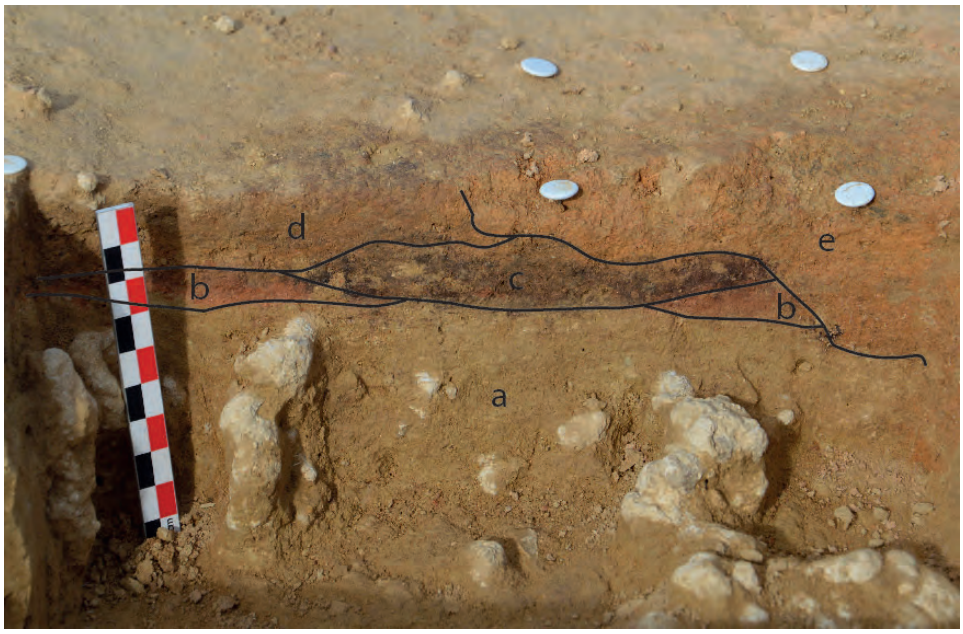



**Figure V.29:** Régismont-le-Haut, S56. Vue en coupe du foyer XVI en 2013. a) encaissant SJ avec nombreux nodules, b), sédiment rubéfié rouge, c) sédiment brun « charbonneux », d) sédiment brun et e) troncature comblée de sédiments oranges vifs aérés.

#### *2.2.2.2. Interrogations*

L'ensemble formé par les foyers XII et XVI représente à l'échelle du site la zone la plus riche en termes de mobilier et la plus complexe en termes de structuration de l'espace. Les deux foyers paraissent jouer un rôle déterminant dans l'organisation et le déroulement des activités en périphérie, mais ont visiblement également fait l'objet de nombreuses interventions. Bien que certains points demeurent incertains dans le déroulement de la micro-histoire de ces foyers, un fonctionnement en plusieurs phases est perceptible et a occasionné différents stades d'aménagement. Par ailleurs, différents faciès sédimentaires ont été décrits sur le terrain (sédiments rubéfiés rouges ou orangés, sédiments bruns plus ou moins sombres), mais, en l'état, il est difficile de dépasser la simple description macroscopique de ces variations. Les travaux antérieurs suggèrent cependant l'importance de la prise en compte de la MO pour expliquer ces phénomènes. Finalement, les observations de terrain ont illustré de potentiels aménagements anthropiques (« cuvette », « bourrelet », apport de sédiments), mais aussi des perturbations pouvant localement être significatives. Là encore, un travail de fond paraît nécessaire pour mieux restituer l'aspect initial des structures.

Les principaux points qui seront explorés dans la présente étude sont exposés ci-dessous.

Concernant les foyers XII et XVI :

- Définition des constituants sédimentaire et géochimique des différents faciès ;
- La relation entre les résidus de combustion environnants et le fonctionnement des foyers ;
- Mise en place et évolution des différents faciès (action anthropique ?, prise en compte des phénomènes taphonomiques).

Pour la Cuvette 1 :

- Vérifier l'origine de cette cuvette ;

– Nature, origine et mise en place du comblement ;

– Évolution taphonomique.

Finalement, en ce qui concerne l'ensemble de cette zone :

– Existe-t-il des différences de fonctionnement et/ou de fonction qui justifient la proximité des foyers XII et XVI et les transformations du foyer XII ?

– Dans quelle mesure les processus anthropiques vs. taphonomiques ont-ils impacté ces foyers et leurs abords ?

### *2.2.3. Le foyer XXIII*

#### *2.2.3.1. Description*

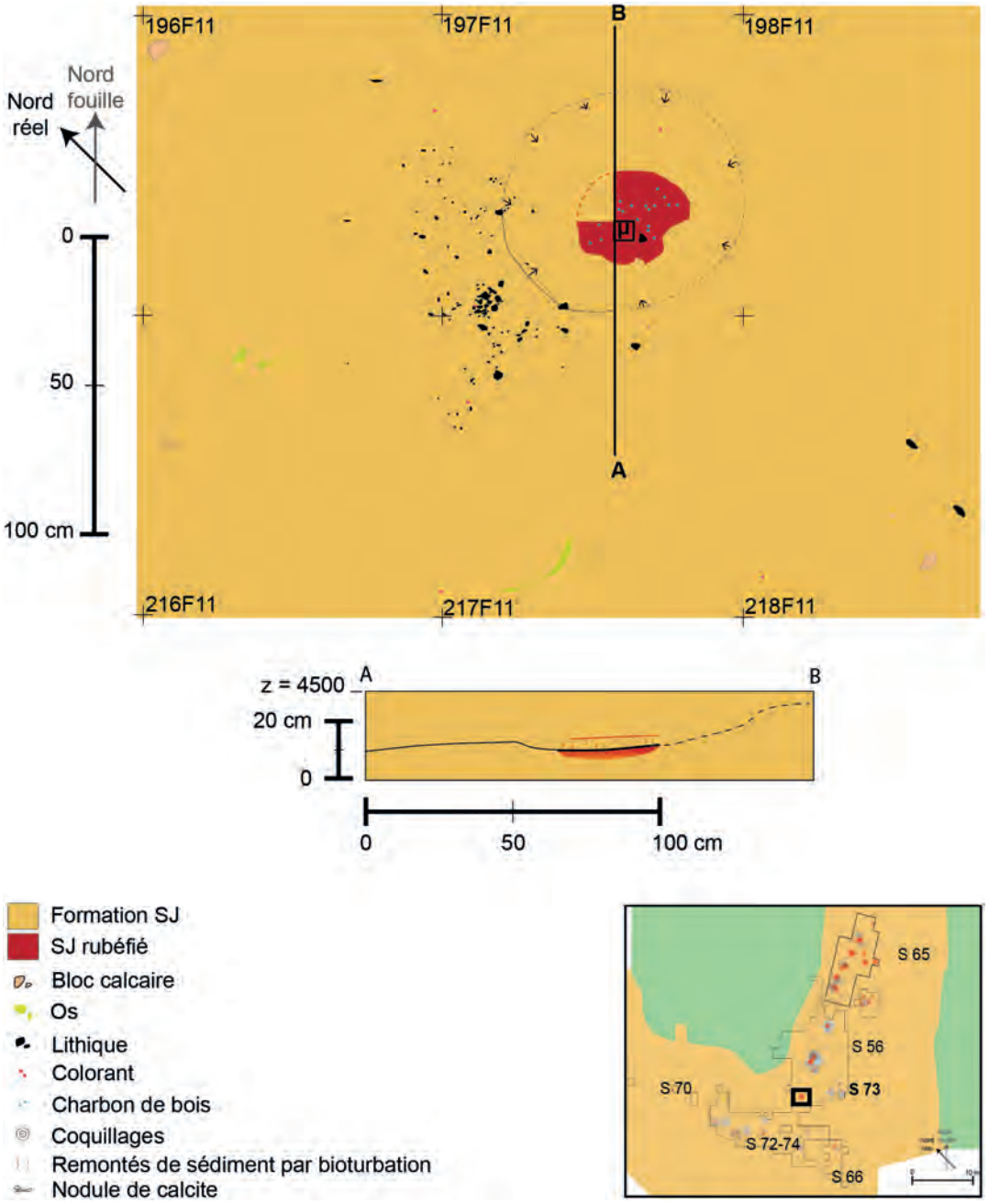



**Figure V.30:** Plan détaillé du foyer XXIII et de ses abords et coupe théorique du foyer (d'après Rapport RGT 2015 et documents de fouilles 2010 et 2011, inédits).

Le foyer XXIII, situé au centre du m²197F11 du S73, est implanté dans une dépression dont le diamètre est estimé à 75 cm pour une profondeur de 5cm (Figure V.30). La partie nord du foyer et de la dépression n'a pas été fouillée afin de ménager un témoin de la structure dans l'optique d'éventuels prélèvements complémentaires.

Les sédiments rubéfiés constituant la sole de la structure occupent une surface d'environ 30 par 40 cm et se retrouvent au centre de la dépression. Leur épaisseur maximale est de 2.5cm. Durant la fouille de cette cuvette, des traces de sédiment rubéfié (« papules ») mêlées au SJ ont été repérées à la verticale du foyer sur une hauteur d'une dizaine de centimètres (Figure V.31). La sole en elle-même présente une couleur orangée à rouge et des limites franches avec l'encaissant.

**Figure V.31:** Régismont-le-Haut, S73. Vue du foyer XXIII en cours de fouille en 2010. Les punaises vertes marquent la présence de charbons de bois à la surface de la sole, les punaises rouges correspondent aux « papules » de sédiment rubéfié dans le sédiment au-dessus de la sole (Cliché F. Bon).

À la surface de la sole, des charbons de bois sont mentionnés (Théry-Parisot, étude en cours). Par ailleurs, le reste du comblement de la dépression abritant le foyer est très pauvre en mobilier et résidus de combustion. Seuls quelques artefacts lithiques tapissant les parois et le fond de cette dépression ont permis d'en reconnaître les limites avec quelques certitudes (Rapport RGT 2010). Au sud-ouest du foyer, un petit amas d'éclats de silex, correspondant de toute évidence au débitage d'un même bloc, a livré 114 pièces. Les rares fragments d'os observés ne présentaient pas de trace de chauffe, tout comme le fragment de calcaire retrouvé au sud du foyer.

#### *2.2.3.2. Interrogations*

À partir de ces observations de terrain, certains points justifient une étude détaillée de cette structure :

- Quelle est la nature de la dépression dans laquelle est situé le foyer XXIII ?
- Peut-on proposer une mode de fonctionnement et éventuellement une fonction pour cette structure apparemment moins complexe que par exemple les foyers XII-XVI et XI-XXV ?
- Impact des processus taphonomiques ?

### 2.2.4. *Le foyer XXIV*

#### 2.2.4.1. *Description*

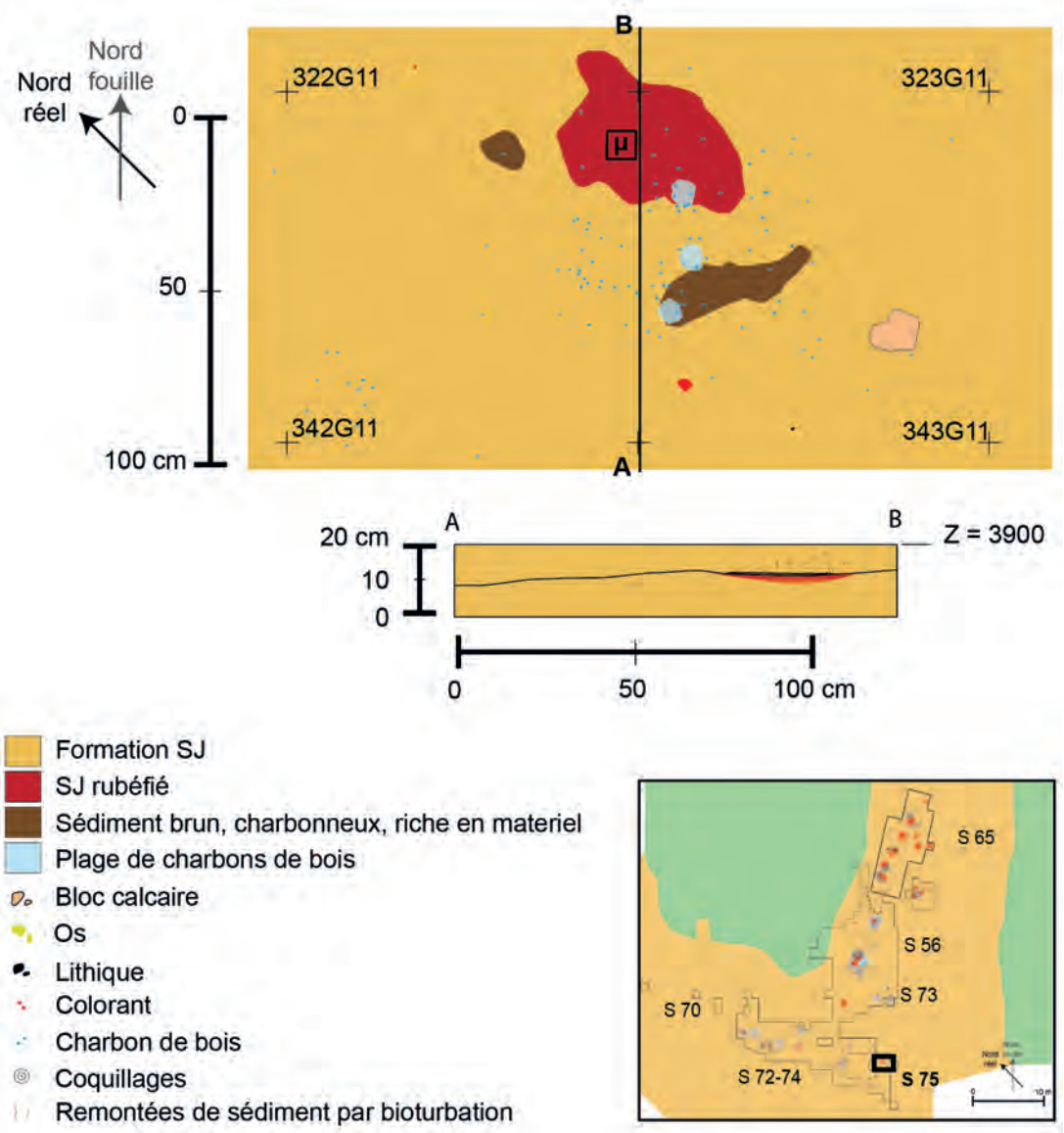



**Figure V.32:** Plan détaillé du foyer XXIV et de ses abords et coupe théorique du foyer (d'après Rapport RGT 2015 et documents de fouille 2011-2013, inédits).

Le foyer XXIV, localisé dans les m$^2$ 342 et 343G11, se présente sous la forme d'une sole irrégulière de 55 cm par 40cm (Rapport RGT 2013 ; Figure V.32). La fouille de la structure et de ses environs a montré qu'il s'agissait d'une structure disposée à plat, sans aménagement apparemment. Notons qu'un unique bloc calcaire, apparemment non brûlé, a été repéré à quelques distances au sud du foyer. Aux abords du foyer, deux zones de sédiment brunâtre ont été repérées ainsi que trois plages de sédiment très charbonneux. Plus largement, les charbons de bois (Théry-Parisot, étude en cours) sont relativement abondants sur et à proximité de ce foyer tandis que les ossements, brûlés ou non, sont totalement absents.

D'un point de vue stratigraphique, la sole de ce foyer présente la succession d'un faciès rubéfié rouge orangé pouvant atteindre 3 cm au centre de la structure et d'un faciès également rubéfié, mais de teinte plus foncée d'environ 0.5 à 1 cm d'épaisseur (Figure V.33). La limite supérieure est très lâche du fait de la remontée de sédiment sous l'action de bioturbations (« papules » de sédiment observé plusieurs cm au-dessus de la structure ; inclusion de SJ non altéré). Les observations effectuées sur le terrain ont également souligné que d'assez nombreuses racines étaient présentes au niveau de ce foyer. Enfin des nodules carbonatés ont été observés à la fois sous et sur la sole du foyer.

**Figure V.33:** Vue en coupe du foyer XXIV durant la campagne 2013.

#### *2.2.4.2. Interrogations*

- Quel(s) fonctionnement(s) et quelle(s) utilisation(s) pour cette structure ?
- Nature et origine de la couche brunâtre supérieure ?
- Mécanismes et impacts des perturbations observées ?

### 2.3. Bilan des interrogations

Chaque structure ou groupe de structures retenues pour cette étude présente donc à la fois des spécificités et des points communs en ce qui concerne les problématiques à explorer.

Pour toutes, une meilleure prise en compte des phénomènes taphonomiques paraît nécessaire afin de proposer une meilleure restitution de l'état initial des structures. En effet, et malgré une préservation globalement très satisfaisante du niveau archéologique, les observations de terrain ont montré une fréquente corrélation entre les structures de combustion et la présence d'indices de bioturbation. Ces phénomènes ne sont pas absents du reste du site, mais il semble, au minimum, que l'aspect des sédiments affectés par la combustion rende leur perception plus facile. La nature même de ces sédiments, souvent enrichie en résidus de combustion, peut également avoir joué un rôle actif en stimulant l'activité biologique. Autant de paramètres qu'il faudra prendre en compte afin de clarifier, par exemple, l'organisation complexe des foyers XI, XII et XVI.

Ces considérations ne doivent cependant pas masquer l'intérêt des actions anthropiques en lien avec ces structures. Les interrogations à ce sujet se placent à plusieurs niveaux. Chaque structure retenue présente par exemple un aspect général particulier, notamment ce qui concerne la présence d'aménagement (ou l'absence d'aménagement), qu'il sera tentant d'interpréter en termes fonctionnels une fois une meilleure caractérisation effectuée. Les réflexions à propos du fonctionnement sont relativement classiques, mais méritent également des investigations. Notamment, la question des combustibles, en particulier la place de l'os, demande à être approfondie dans la mesure où les associations perçues sur le terrain dans ce registre semblent illustrer une certaine variabilité. La question du rythme de fonctionnement des structures demande aussi à être précisée, ne serait-ce qu'au regard des écarts qui existent en termes de concentrations de mobilier associées à chacune d'elles.

Finalement, à l'échelle du site et de ses deux loci, ces différentes analyses doivent alimenter des problématiques plus larges concernant le statut des structures de combustion. La forte diversité morphologique, et probablement fonctionnelle, de la trentaine de foyers reconnus à ce jour s'inscrit dans le cadre d'un site où de nombreuses formes de spécialisation et de complémentarité des espaces ont déjà été illustrées. Il semble maintenant nécessaire d'inclure les activités liées au feu, ou au minimum les structures qui les permettent, dans ce cadre interprétatif plus large. À ce titre, le corpus réuni pour cette étude se veut représentatif de la plupart des cas de figure rencontrés sur le terrain. Il sera donc possible, avec toute la prudence nécessaire, de tenter de généraliser les résultats obtenus ici à des structures dont l'étude n'est plus réalisable ou n'est pas encore entamée.

# 3. Étude micromorphologiquedes des structures de Régismont-le-Haut

L'analyse micromorphologique a porté sur des échantillons provenant des 7 structures de Régismont-le-Haut ainsi qu'un témoin de l'encaissant du niveau archéologique (Tableau V.5). Après une brève description de cet encaissant (Partie V.3.1), cette section livre les résultats obtenus, structure par structure (Partie V.3.2 à Partie V.3.8). La présentation des données suit la superposition des faciès reconnus et consiste, pour chacun d'entre eux, en une description de la microstructure, des constituants et des traits avant une interprétation de ces éléments. Ces différents faciès sont ensuite discutés les uns vis-à-vis des autres pour chaque structure. Ces résultats sont finalement comparés dans une partie de bilan (Partie V.3.9).

| ***Structure*** | **Lame mince** | **prélèvement µ et provenance** |
|---|---|---|
| *Témoin zone archéo 39F11* | 39F11 | Ech. « RGT00 39F11 E7 », $m^2$ 39F11 |
| *Foyer XXIII* | RGT11 FXXIIIa | Ech. « RGT11 F23 », $m^2$ 197F11 |
| | RGT11 F XXIIIb | Idem |
| *Foyer XXIV* | RGT13 FXXIV | Ech. « RGT13 F24 », $m^2$ 342G11 |
| *Foyer XI* | RGT11 FXIb | Ech. « RGT11 F11b », $m^2$ 381G10 |
| *Foyer XXV* | RGT11 F XIa a | Ech. « RGT11 F11a», $m^2$ 382G10 |
| | RGT11 F XIa b | Idem |
| *Foyer XII* | RGT14 79F11N | Ech. « RGT14 79F11 », $m^2$ 79F11 |
| | RGT14 79F11S | Idem |
| | F XII (1) | Ech. « RGT02 E2, cuvette ouest », $m^2$ 79F11 |
| | F XII (2) | Ech. « RGT03 foyer 12, cuvette brune », $m^2$ 79F11 |
| *Foyer XVI* | RGT13 F XVI 1 | Ech. « RGT13 FXVI (1) », $m^2$ 99F11 |
| | RGT13 F XVI 2 | Ech. « RGT13 F XVI (2) », $m^2$ 99F11 |
| *Cuvette 1(100F11)* | RGT13 100F11 | Ech. « RGT13 100F11 », $m^2$ 100F11 |

**Tableau V.5:** Échantillons de Régismont-le-Haut étudiés ici.

## 3.1. Témoin zone archéo 39F11

L'encaissant du niveau archéologique correspond à la formation SJ définie lors de la reprise des fouilles en 2000 par F. Sellami (Rapport RGT 2000). Dans la mesure où cette formation a été par ailleurs décrite (Rapports RGT 2000-2005 par exemple ; cf. Partie IV.3.2 et Partie V.1.2.2), nous nous contenterons ici d'en présenter les grandes lignes afin de contextualiser les observations ultérieures concernant les structures archéologiques. Nous avons choisi pour ce faire la lame mince issue du prélèvement effectué en 39F11 et décrite préalablement par F. Sellami (Rapport RGT 2005). Celle-ci documente donc au plus près le contexte du nord-est du S56, et donc les structures voisines (foyers XI et XXV à environ 3,5m à l'est ; foyers XII et XVI et cuvette 1 à environ 2m au sud-ouest).

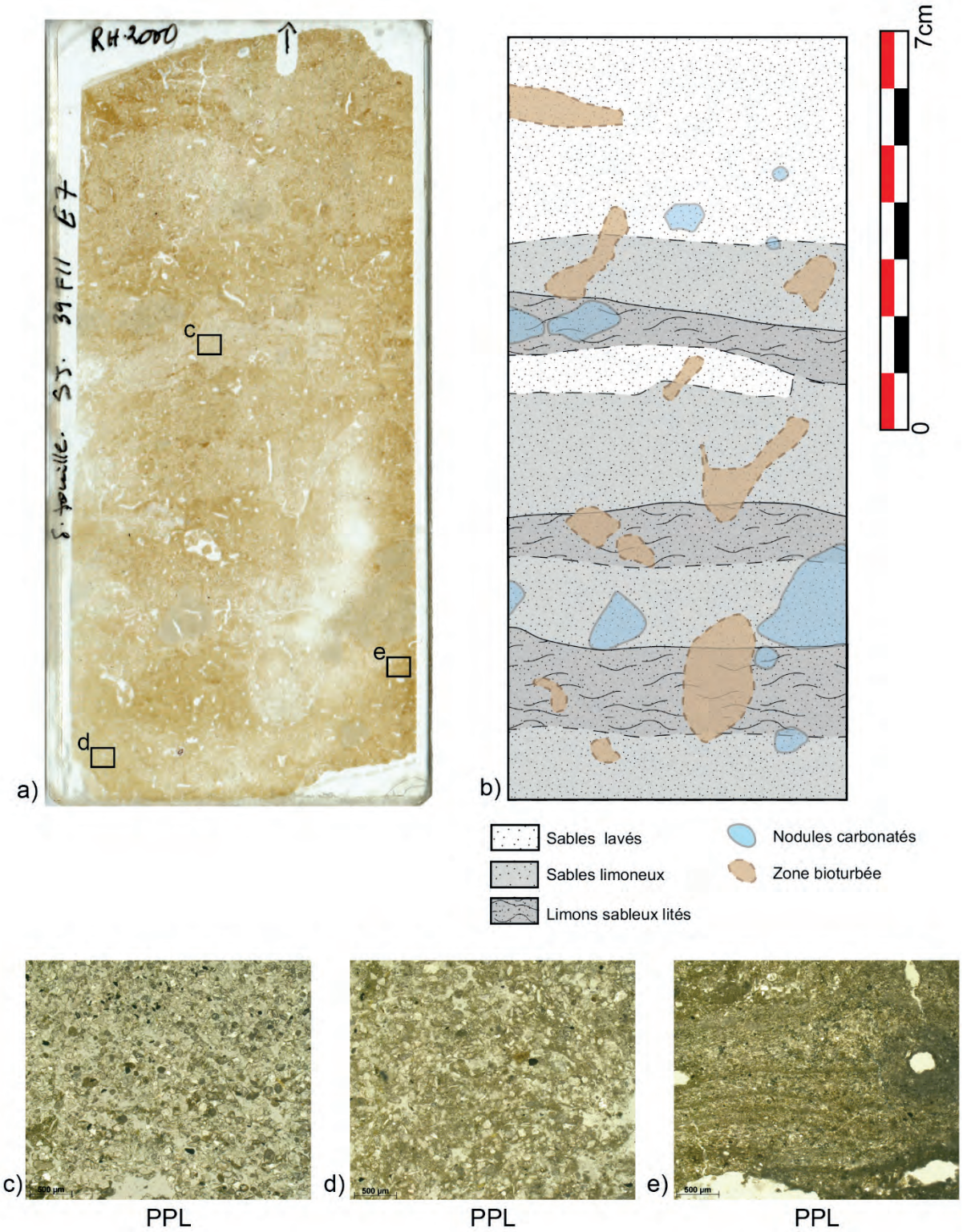



**Figure V.34:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT00 39F11. a) scan numérique de la lame mince et localisation des microphotographies. b) Schéma descriptif des principaux faciès et traits observés. c) Sables lavés fins à très fins de quartz ; bien triés et arrondis ; assemblage monique ; vides d'entassements abondants. d) Sables limoneux ; assemblage porphyrique ; porosité essentiellement canaliculaire. e) Limons sableux finement lités ; assemblage porphyrique ; porosité essentiellement canaliculaire ; noter les hyporevêtements calcitiques à droite de l'image.

### 3.1.1. Description

- *Microstructure et assemblage*

Les sédiments observés ont une microstructure massive avec une porosité abondante sous forme de chenaux (4 à 8% ; Figure V.34). Localement de fins litages peuvent être observés (Figure V.34e). Des vides d'entassement sont également à noter, notamment dans les zones où la fraction fine est peu présente (Figure V.34c). La fraction fine et la fraction grossière se distribuent généralement selon un mode porphyrique assez lâche (*single to double spaced porphyric* ; Figure V.34d et e). Du fait de la distribution assez variable des différentes fractions, il existe cependant des zones à tendance plus monique ou même enaulique.

En fonction de ces paramètres, et de leurs constituants, il est possible de distinguer trois faciès différents (Figure V.34a). Le premier (Figure V.34c) correspond à des sables lavés massifs à assemblage monique où peu de limons sont présents. Le second correspond à des sables limoneux également massifs à assemblage monique (Figure V.34d). Enfin, des zones de limons sableux finement lités sont également reconnues (Figure V.34e).

- *Constituants*

La fraction grossière se compose très majoritairement de sables fins à très fins de quartz (50-200µm) ainsi que de rares éléments plus grossiers (sables moyens de quartz, graviers et sables calcaires). Quelques paillettes de mica sont également présentes au sein des sables très fins. La fraction fine quant à elle se compose de matériaux argilolimoneux carbonatés. Sa couleur est brune à grise en PPL, tandis qu'en OIL elle est jaune pale. Observée en XPL, la b-fabrique est de type cristallique calcitique. De rares particules opaques sont également présentes au sein de la micromasse, expliquant en partie sa teinte brune. Ces deux groupes de constituants se distribuent verticalement en alternances de niveaux de sables lavés (C/f ~80/20), de sables limoneux (C/f ~40/60) et de limons argileux (C/f ~20/80).

- *Traits pédologiques*

Les traits liés à la dissolution et la précipitation de la calcite sont abondants au sein de cette formation. Ils se manifestent sous la forme de revêtements et surtout d'hyporevêtements de la porosité (Figure V.34e). La formation de nodules de carbonate est également attestée sur toute la hauteur du prélèvement. D'assez nombreux indices d'activités biologiques sont également observables. Ils correspondent au creusement et au comblement de chenaux par la mésofaune du sol, bien que l'activité racinaire puisse également être à l'origine de certains creusements. Le comblement des chenaux mobilise des matériaux identiques à l'encaissant.

- *Interprétation :*

Comme cela a déjà été démontré (Sellami *in* Rapport RGT 2003, 2005 ; Bon et Mensan, 2007 ; Lejay, 2012), la formation SJ correspond à un ensemble de colluvions sablo-limoneuses relativement homogène et massif. La succession de faciès de sables lavés, de sables limoneux et de limons sableux avec laminations corrobore une mise en place par des processus de dépôts de faible énergie qui, malgré une certaine variabilité verticale (et sans doute latérale), semblent relativement continus (Courty *et al.,* 1989 ; Bertan et Texier, 1999 ; Mücher *et al.,* 2010). En effet, aucun indice d'une véritable surface stable dans le temps n'est clairement décelable en raison

de la continuité des processus sédimentaires et pédologiques. Toutefois, et compte de tenu de la période de mise en place de ces dépôts, il n'est pas impossible qu'une partie de ces variations soit liée à des processus de type alternance gel/dégel avec notamment la formation de fines laminations rappelant des organisations en lentilles (Van Vliet-Lanoë, 2010).

Les constituants qu'ils soient fins ou grossiers correspondent principalement à des matériaux sédimentaires provenant de l'érosion et du colluvionnement des formations détritiques voisines (notamment des marnes ; cf. Partie V.1.2.2). Les quelques micas présents, de provenance probablement plus lointaine, ainsi que l'aspect bien arrondi des sables semblent indiquer qu'une origine éolienne est envisageable pour une partie de ces matériaux (Courty *et al.,* 1989).

Ces sédiments sont notamment très pauvres en constituants organiques, hormis quelques traces de tissus racinaires dans la macroporosité. Ceux-ci sont dégradés en place dans la porosité, au sein de pelotes de déjection et redistribués dans la masse sous forme de fines ponctuations (Stolt et Lindbo, 2010). Les traces d'une activité biologique relativement intense sont observables. Elle a contribué à accentuer le caractère homogène du SJ en y intégrant des matériaux identiques aux constituants, tout en oblitérant une partie des structurations héritées des mécanismes de dépôt (Kooistra et Pulleman, 2010). La présence de nombreux traits calcitiques quant à elle peut aussi être imputée en partie à l'activité biologique, racinaire notamment (Weider et Yaalon, 1987 ; Verrachia, 2002). Toutefois, des variations dans le régime hydrique du sol peuvent également participer à la formation de ces traits (Kemp, 1995 ; Becze-Deák *et al.*, 1997 ; Durand *et al.,* 2010).

### *3.1.2. Synthèse*

L'homogénéité des constituants reflète des processus sédimentaires mobilisant les mêmes matériaux locaux issus de l'érosion des formations détritiques voisines (marnes en particulier). Ces processus semblent avant tout relever de mécanismes de faible énergie comme le ruissellement dont les variations d'intensité expliquent les légères différences observées à ce niveau d'un microfaciès à l'autre. Les processus pédologiques mis en évidence indiquent que ces dépôts ont par la suite évolué sous l'influence potentielle de phénomène de gel/dégel et surtout de l'activité biologique (activité racinaire et de la mésofaune).

Toutefois, les processus sédimentaires et pédologiques sont synchrones, ce qui explique l'absence de développement de véritable sol pérenne au niveau de cet échantillon. Malgré tout, et même si l'échantillon 39F11 n'en est pas le meilleur représentant, la prise en compte de l'intégralité des échantillons provenant de Régismont-le-Haut (voir notamment Partie IV.3.2) montre que localement les sédiments de la formation SJ ont pu connaître des degrés d'évolution plus marquée. Bien que relativement homogène, il ne faut donc pas perdre de vue qu'à l'échelle microscopique une certaine variabilité latérale et verticale existe au sein de la formation SJ.

### 3.2. Le foyer XXIII

Le foyer XXIII est documenté par deux lames minces de format 60x40mm : RGT11 F XXIII (a) et RGT11 F XXIII (b). Toutefois, la première est de qualité assez médiocre en raison d'un amincissement trop important, notre étude se base donc principalement sur la seconde lame mince. Nous avons distingué sur cette lame une succession de 3 faciès (Figure V.35b). Notre description suit l'ordre de ces faciès de haut en bas, en prenant soin de préciser l'altération du sommet du faciès [1].

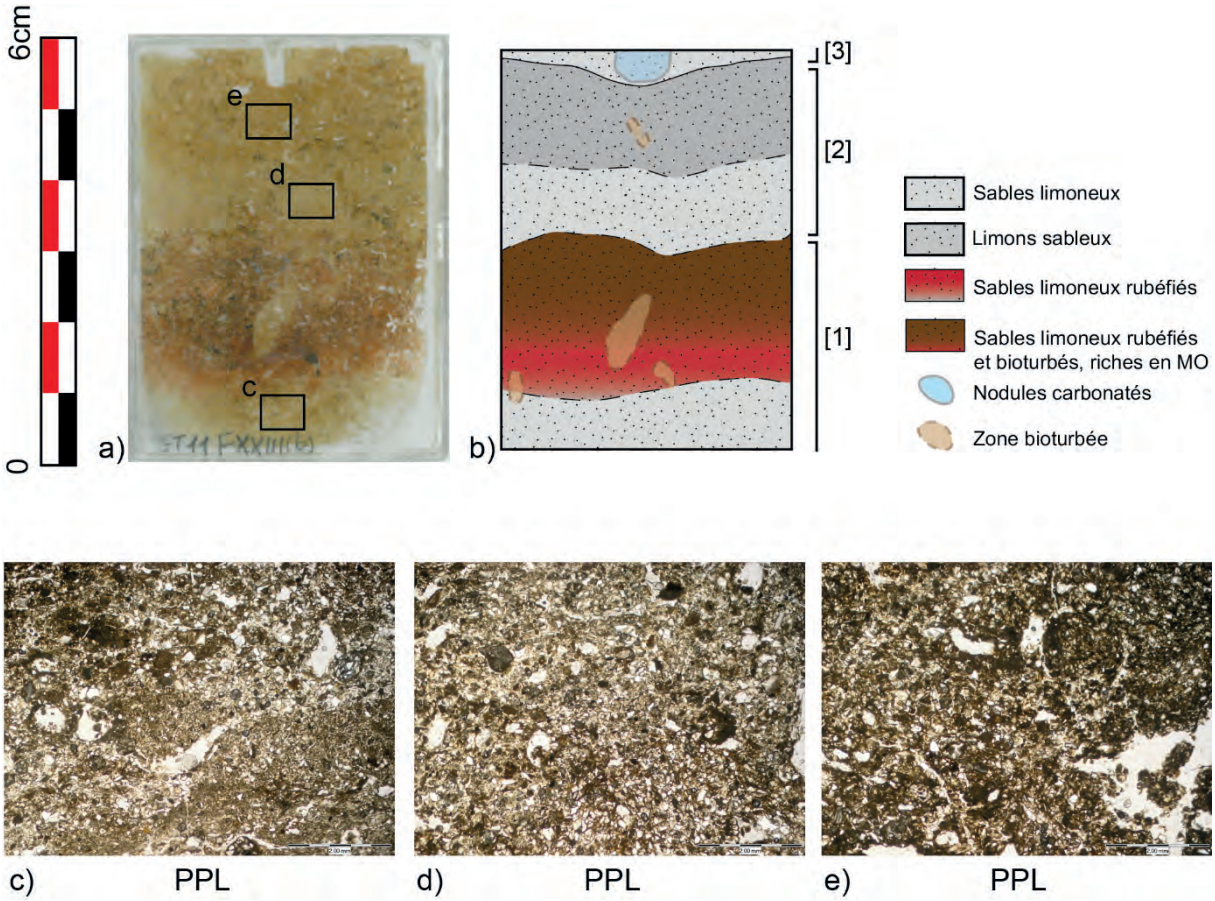



**Figure V.35:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT11 FXXIII(b). a) Scan numérique de la lame mince et localisation des microphotographies. b) Schéma descriptif des principaux faciès et traits observés. c) Sables limoneux ; assemblages porphyriques ; porosité essentiellement canaliculaire. d) Sables limoneux ; assemblages porphyriques ; porosité essentiellement canaliculaire. e) Limons sableux ; assemblage porphyrique ; porosité essentiellement canaliculaire.

#### *3.2.1. Le faciès encaissant [1]*

- *Microstructure et assemblage*

Le faciès encaissant présente une microstructure massive, avec une porosité (4 à 5%) constituée de chenaux principalement (Figure V.35c, d et e). Les différentes fractions s'organisent de façon porphyrique. Dans la mesure où la répartition de ces fractions peut légèrement varier latéralement et verticalement, ce faciès s'apparente à des sables limoneux allant aux limons sableux (Figure V.35a et b).

- *Constituants*

Les constituants grossiers sont dominés par des sables fins à très fins de quartz complétés de quelques sables et graviers calcaires. La fraction fine est composée de limons argileux carbonatés. La proportion de ces constituants grossiers et fins est relativement variable, avec un ratio C/f compris entre 20/80 et 40/60.

- *Traits pédologiques*

Les traits liés à l'activité biologique sont marqués par la présence de nombreux chenaux. Les traits calcitiques sont également bien attestés avec de nombreux hyporevêtements et la formation peu avancée de quelques nodules.

- *Interprétation*

Les différentes caractéristiques de ce faciès sont semblables à celles reconnues dans les autres échantillons provenant de la formation SJ (*e.g.* 39F11 : sables limoneux). L'encaissant observé dans ce faciès entre donc dans la variabilité de la formation SJ.

### *3.2.2. Altérations du faciès [1]*

- *Description*

Le sommet du faciès [1] présente sur une hauteur de 20mm un ensemble de traits venant modifier le faciès décrit précédemment. D'une part, les sédiments présentent une teinte orangée en LN, résultant de l'oxydation de la fraction fine. Celle-ci est caractérisée par une légère perte de réfringence en XPL et surtout par une couleur orange à rouge en OIL (Figure V.36). La fraction grossière sableuse n'est pas affectée, mais certains constituants d'origine calcaire, ainsi qu'une partie des traits calcitiques sont également légèrement oxydés comme en atteste leur couleur orangée en OIL.

D'autre part, un brunissement important du sommet du faciès est également constaté en PPL et en OIL. Celui-ci affecte la masse des sédiments et semble trahir la présence de MO. Ce trait recouvre en grande partie celui marquant la rubéfaction du sédiment, toutefois la répartition initiale de ces deux altérations est incertaine en raison de processus post-dépositionnels importants. Sur les 5 premiers millimètres à la base du faciès, seule la rubéfaction est présente. En gagnant en hauteur, les traits de rubéfaction et de brunissement sont étroitement mêlés.

En effet, les traits liés à l'activité biologique sont très marqués à ce niveau. Le creusement de chenaux et leur comblement par des pelotes de déjection constituées de matériaux divers (SJ non altéré, SJ rubéfié, SJ brunifié et rubéfié) ont causé un important brassage (Figure V.37). La porosité est d'ailleurs légèrement plus abondante (6 à 8%) que dans le faciès sous-jacent. La microstructure observée est relativement grumeleuse bien que la porosité interagrégats soit peu (ou plus) développée. Les chenaux observés sont parfois associés à des hyporevêtements calcitiques non oxydés.

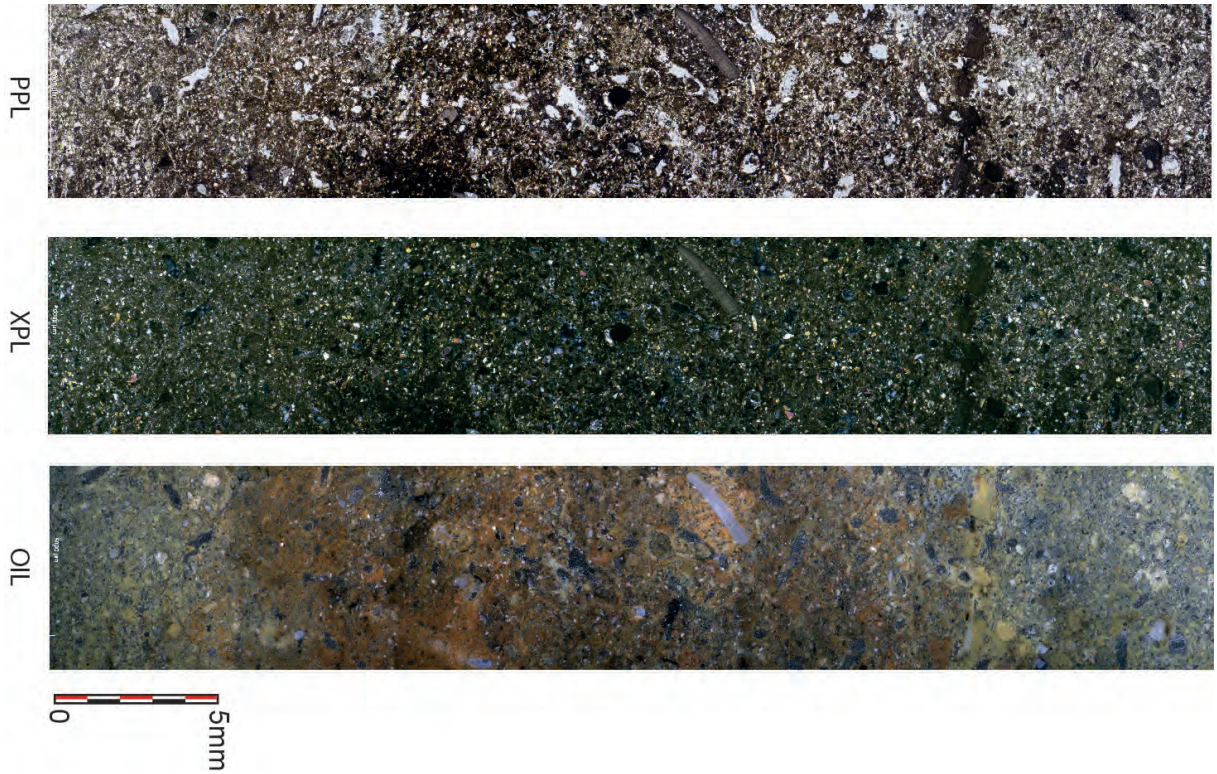



**Figure V.36:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT11 FXXIII(b). Sommet rubéfié et brunifié du faciès [1] (assemblage de microphotographies).

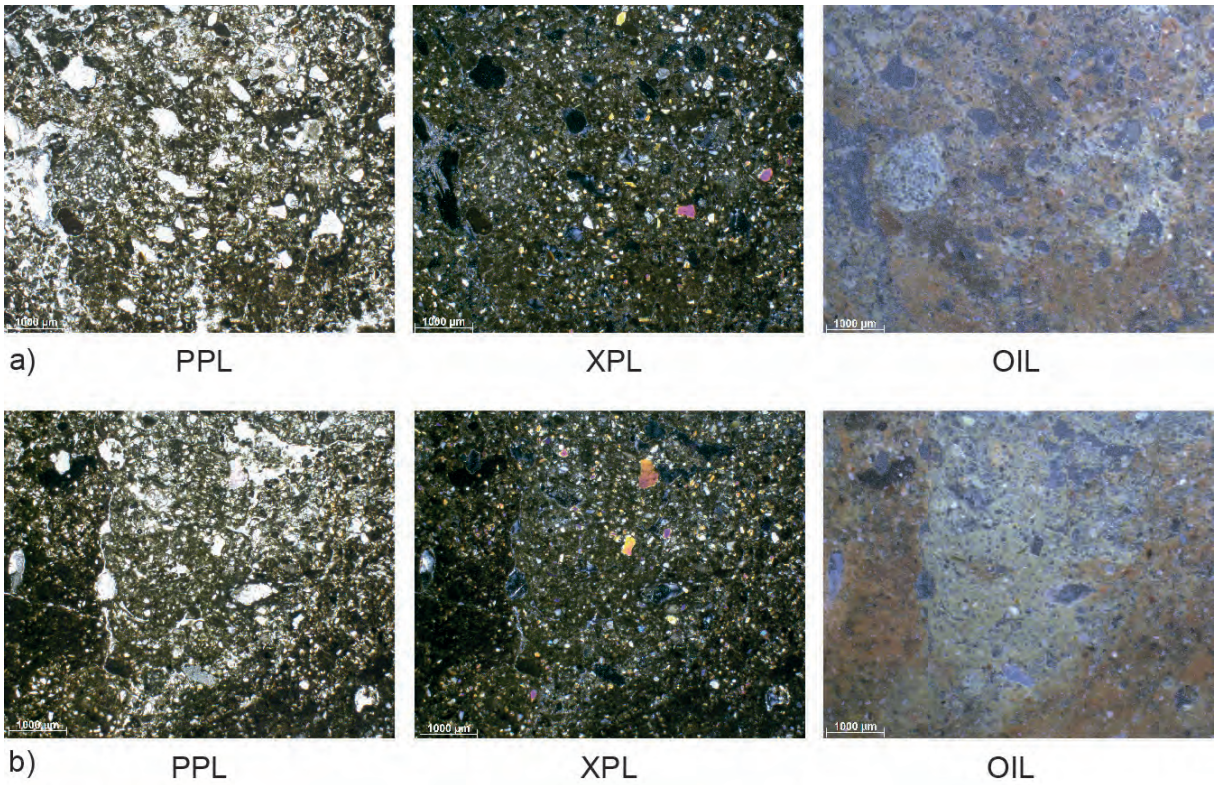



**Figure V.37:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT11 FXXIII(b). Sommet rubéfié et brunifié du faciès [1]. a) Mélange par bioturbation de matériaux rubéfiés, brunifiés ou non altérés. b) Comblement d'un chenal au sein de matériaux rubéfiés en place par des déjections composées de matériaux principalement non altérés.

La présence de rares fragments d'os est finalement à remarquer au sein d'une porosité ou plus ou moins intégrée à la masse (Figure V.38b). Ils montrent une couleur beige avec des zones plus sombres. Notons également la présence dans certains chenaux de matériaux noirâtres, visiblement fragmentés en place, mais ne présentant pas de structures particulières permettant de les identifier formellement comme des résidus de végétaux carbonisés (Figure V.38a).

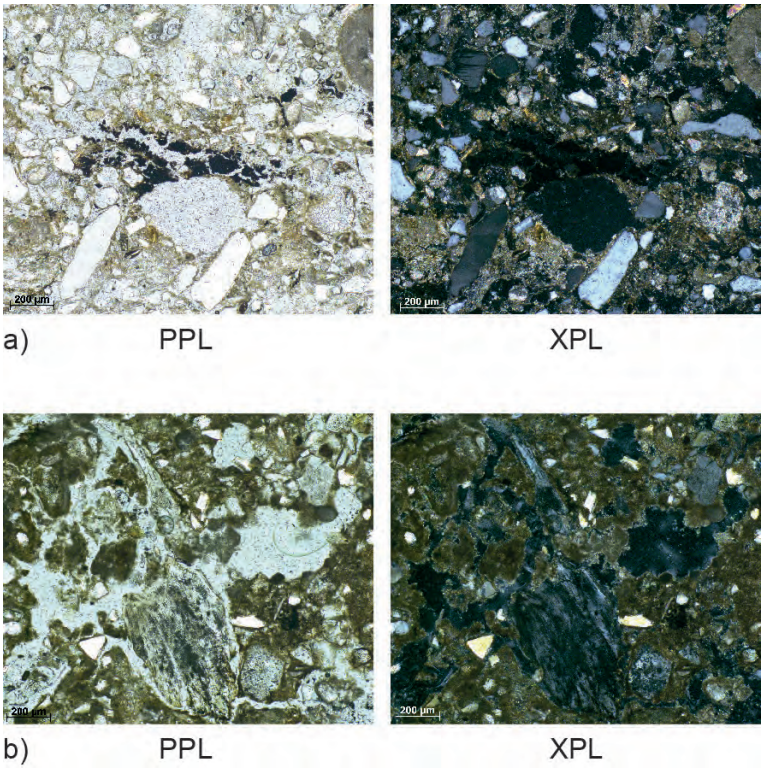



**Figure V.38:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT11 FXXIII (a) et (b). Sommet rubéfié et brunifié du faciès [1]. a) Matériaux organiques noirâtres amorphes (végétaux carbonisés ?). b) Os altéré.

- *Interprétation*

Le sommet du faciès [1] est donc affecté par la rubéfaction liée à son altération thermique (Wattez, 1992 ; Aldeias *et al.*, 2016a). Le statut *in situ* de ce foyer, bien qu'en partie perturbé, est indiqué par le caractère dégressif de la limite inférieure, assurant qu'il s'agit bien de l'encaissant en place qui a été altéré thermiquement.

Il est également marqué par un brunissement relativement conséquent qui peut s'interpréter de plusieurs façons. Ce type de faciès a été décrit comme pouvant résulter de l'altération de sédiments organominéraux formant un horizon superficiel de sol (González-Pérez *et al.,* 2004 ; Mallol *et al.*, 2013a). Il est en effet probable que les sédiments de la formation SJ aient initialement comporté plus de MO que ce n'est le cas actuellement. Cependant, si l'on retient l'hypothèse d'un foyer implanté dans une cuvette artificielle, l'horizon superficiel plus riche en résidus organiques aurait dû être outrepassé. En l'état, ces remarques demeurent toutefois difficiles à vérifier. L'hypothèse d'un brunissement en lien avec le mode de fonctionnement du foyer, en particulier le type de combustible est également à considérer, d'autant que quelques os altérés ont été observés. Toutefois, le brunissement du sommet du faciès [1] semble résulter d'une altération de la masse et non pas d'un apport de MO *via* la porosité et qui serait ultérieurement altérée. Compte tenu des résultats expérimentaux (cf. Partie IV.2.3), cela refléterait donc plutôt un fonctionnement impliquant du bois.

Nos observations ont également mis en évidence une importante bioturbation de la partie supérieure de ce faciès altéré. La structure initiale a souffert d'importants remaniements liés à l'activité biologique : creusement de chenaux de mésofaune et de racines ainsi que leur comblement impliquant un brassage de sédiments altérés ou non.

### *3.2.3. Faciès sus-jacent [2] et [3]*

- *Microstructure et assemblage*

Les sédiments observés dans les faciès [2] et [3] adoptent une microstructure massive à chenaux relativement fréquents. La porosité est estimée entre 4 et 6 %. L'assemblage des différentes fractions est généralement de type porphyrique. Au sein du faciès [2], du fait de variations de distribution entre les différentes fractions, on passe de sables limoneux à la base à des limons sableux au sommet. Le faciès [3], peu documenté du fait du format des lames minces, s'apparente à des sables limoneux.

- *Constituants*

Les constituants sont similaires à ceux décrits plus haut pour le faciès encaissant [1] non altéré.

- *Traits pédologiques*

Les traits pédologiques sont également comparables à ceux observés dans le faciès encaissant [1].

Il faut noter toutefois quelques différences. Des agrégats de matériaux rubéfiés ou brunifiés sont parfois présents (Figure V.39b et c). Ils sont parfois intégrés à la masse, mais le plus souvent clairement associés à des comblements de chenaux. Par ailleurs, des éléments rappelant des tissus végétaux très dégradés intégrés à la masse ou associés à la porosité sont également ponctuellement observés (lame RGT F XXIII (a) notamment). Si leur morphologie suggère parfois des tissus végétaux dégradés (Figure V.39a) il est souvent impossible de les décrire autrement que sous la forme de matériaux organiques amorphes ou de ponctuations organiques (Figure V.39c).

De plus, à la base de chacun des faciès, des concentrations de matériaux fins sont à mentionner (Figure V.40). Ils sont épais d'environ 1mm et ne présentent pas de litage. Leurs constituants, bien triés, sont des limons argileux carbonatés. Si dans le cas de la base du faciès [3] (Figure V.40b) ce trait est relativement continu et vient sceller le faciès de limons sableux sous-jacents, dans celui de la base du faciès [2] (Figure V.40a), coiffant donc le faciès [1] altéré thermiquement, ces traits se présentent sous la forme d'agrégats sub-anguleux, plus ou moins appareillés.

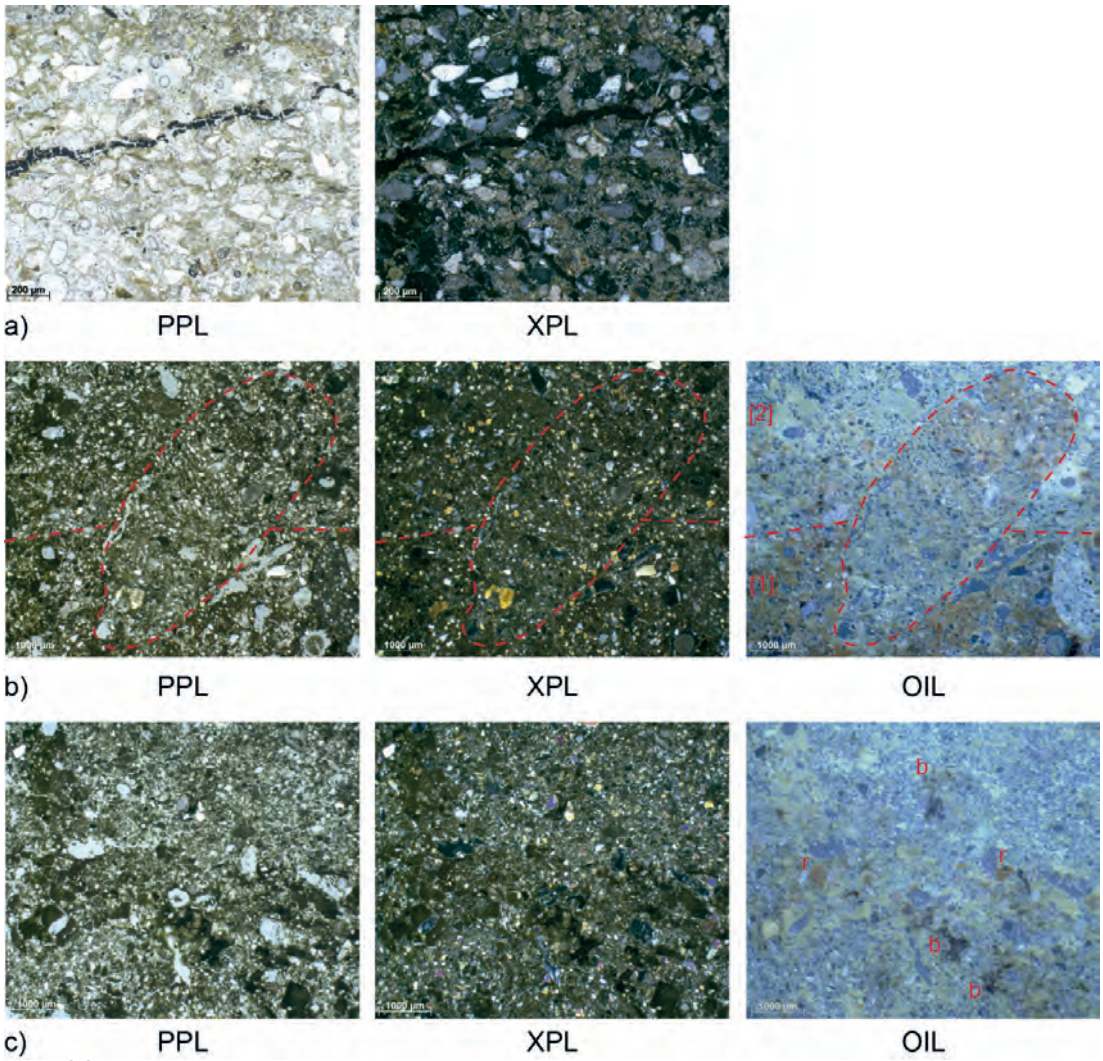



**Figure V.39:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT11 FXXIII (a) et (b). Faciès [2]. a) MO organique noirâtre amorphe. b) Chenal comblé au contact entre les faciès [1] et [2]. Noter la remontée de matériaux rubéfiés dans le comblement du chenal. c) Matériaux rubéfiés (r)et brunifiés (b ; MO ?) intégrés dans la masse du faciès [2].

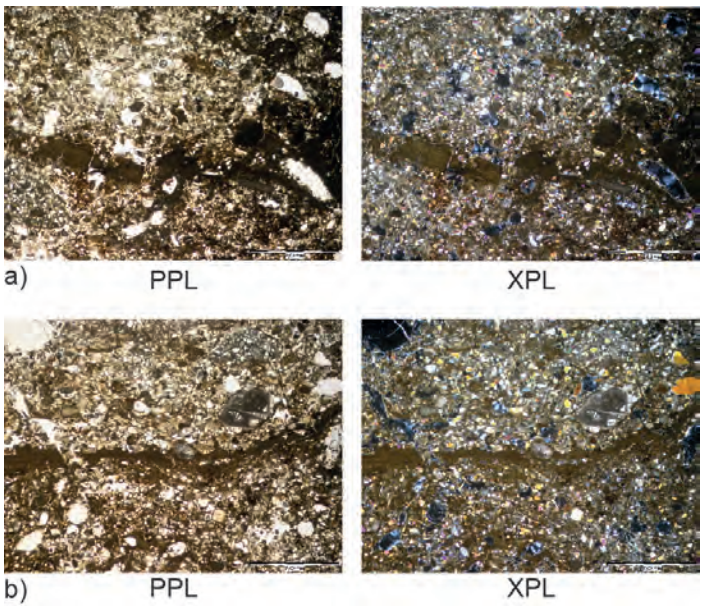



**Figure V.40:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT11 FXXIII(b). a) Croûte de surface déstructurée au contact des faciès [1] (en bas) et [2] (en haut). b) Croûte de surface au contact des faciès [2] (en bas) et [3] (en haut). L'échelle mesure 2mm de large.

- *Interprétation*

Ces deux faciès correspondent au recouvrement du foyer XXIII par les matériaux et les processus qui caractérisent la formation SJ (cf. Partie V.3.1). Toutefois quelques matériaux s'y ajoutent et se rapportent à la perturbation du foyer. Il s'agit de sédiments rubéfiés et de restes de végétaux très dégradés. Pour ces derniers, qui correspondent sans doute aux « charbons des bois » observés sur le terrain, l'étude micromorphologique montre que leur état est très médiocre, ce qui confirme la difficulté à identifier ces éléments par l'anthracologie (Théry-Parisot *in* Rapports RGT 2005 et 2009) et peut expliquer la difficulté à les dater par la méthode du $^{14}C$ (Schmitz *in* Rapport RGT 2015). La dégradation et la fragmentation de ces matériaux charbonneux peuvent à la fois résulter de processus mécaniques (piétinement, tassement des sédiments), biologiques (fragmentation et digestion par la mésofaune) et/ou éventuellement des phénomènes chimiques (Huisman *et al.*, 2012). Ces processus peuvent donc à la fois affecter la morphologie, mais également la composition de ces matériaux, compliquant leurs analyses spécifiques.

La présence de concentrations de matériaux fins, notamment au sommet du foyer, semble correspondre au résultat de fluctuations dans les processus colluviaux déjà décrits (cf. Partie V.1.2.2). Leur organisation rappelle les croûtes se formant soit par la reprise des constituants locaux soit par apport d'autres matériaux (Pagliai et Stoops, 2010 ; Darboux et Albayeur, 2013). Dans la mesure où l'on a observé sur le terrain que le foyer XXIII était situé dans une dépression, on peut également envisager que la topographie de celle-ci a pu constituer un milieu propice à l'inondation puis au dépôt par décantation de matériaux fins (Darboux et Albayeur, 2013).

### *3.2.4. Synthèse*

L'étude du prélèvement provenant du foyer XXIII a permis de confirmer la nature de l'encaissant du foyer. Celui-ci correspond à la formation SJ sous la forme de sables limoneux. Quelques traits peuvent être considérés comme des indices de la présence d'une dépression possiblement anthropique. Le sommet du faciès encaissant ne semble pas présenter les litages qui marquent souvent le sommet plus évolué d'une phase de dépôt dans ce contexte (voir Partie V.3.1), ce qui pourrait être le signe d'une troncature. De plus, la formation d'une croûte peut avoir été facilitée par une topographie particulière comme une cuvette. L'identification d'une cuvette sur le terrain, à partir de la dispersion du mobilier et des traces rencontrées, est donc confortée par l'étude micromorphologique.

Concernant le foyer en lui-même, l'altération thermique des sédiments atteste si besoin du statut de sole *in situ*. L'épaisseur de sédiment affecté est comprise entre 5 et 15 mm, bien qu'il s'agisse d'une estimation en raison de l'importante bioturbation qui affecte le sommet de la sole. L'interprétation de cette épaisseur en termes d'intensité de fonctionnement est donc délicate. La partie sommitale est par ailleurs caractérisée par une zone de sédiments plus sombres, mais dont l'épaisseur initiale est délicate à estimer pour la même raison (environ 10 mm ?). L'altération thermique affecte la fraction fine carbonatée et les éléments grossiers calcaires, mais épargne les quartz, ce qui indiquerait une température atteinte dans la sole relativement modérée, inférieure à 450/500°C (Wattez, 1992 ; Mallol *et al.,* 2013b).

De rares indices de résidus de combustion témoignent de la présence d'os brûlés et de charbons de bois. Toutefois dans le cas des charbons de bois, ceux-ci sont très dégradés, ce qui corrobore les problèmes d'identification et de datation constatés sur ce type de matériel (Schmitz *in* Rapport RGT 2010 et Théry-Parisot *in* Rapport RGT 2005).

L'évolution de la structure après son abandon semble marquée par une phase de bioturbation importante matérialisée par de nombreux traits d'origine biologique. Ceux-ci induisent un brassage important de la partie sommitale du foyer qui coïncide avec la zone de sédiment bruni.

Finalement, l'ensemble du foyer est recouvert par un apport de succession de faciès correspondant aux processus de dépôts et aux matériaux de la formation SJ. La présence de plusieurs fines croûtes de sédiments fins dans ces faciès marque un comblement progressif de la dépression observée sur le terrain dont le relief semble avoir favorisé la mise en place de ces dépôts.

### 3.3. Le foyer XXIV

Le foyer XXIV est documenté par une lame mince de grand format (140x70mm) : RGT13 FXXIV. Nous avons distingué sur cette lame une succession de 3 faciès sur la base de critères sédimentaires (Figure V.41b). Notre description suit l'ordre de ces faciès de haut en bas, en prenant soin de préciser l'altération du sommet du faciès [2].

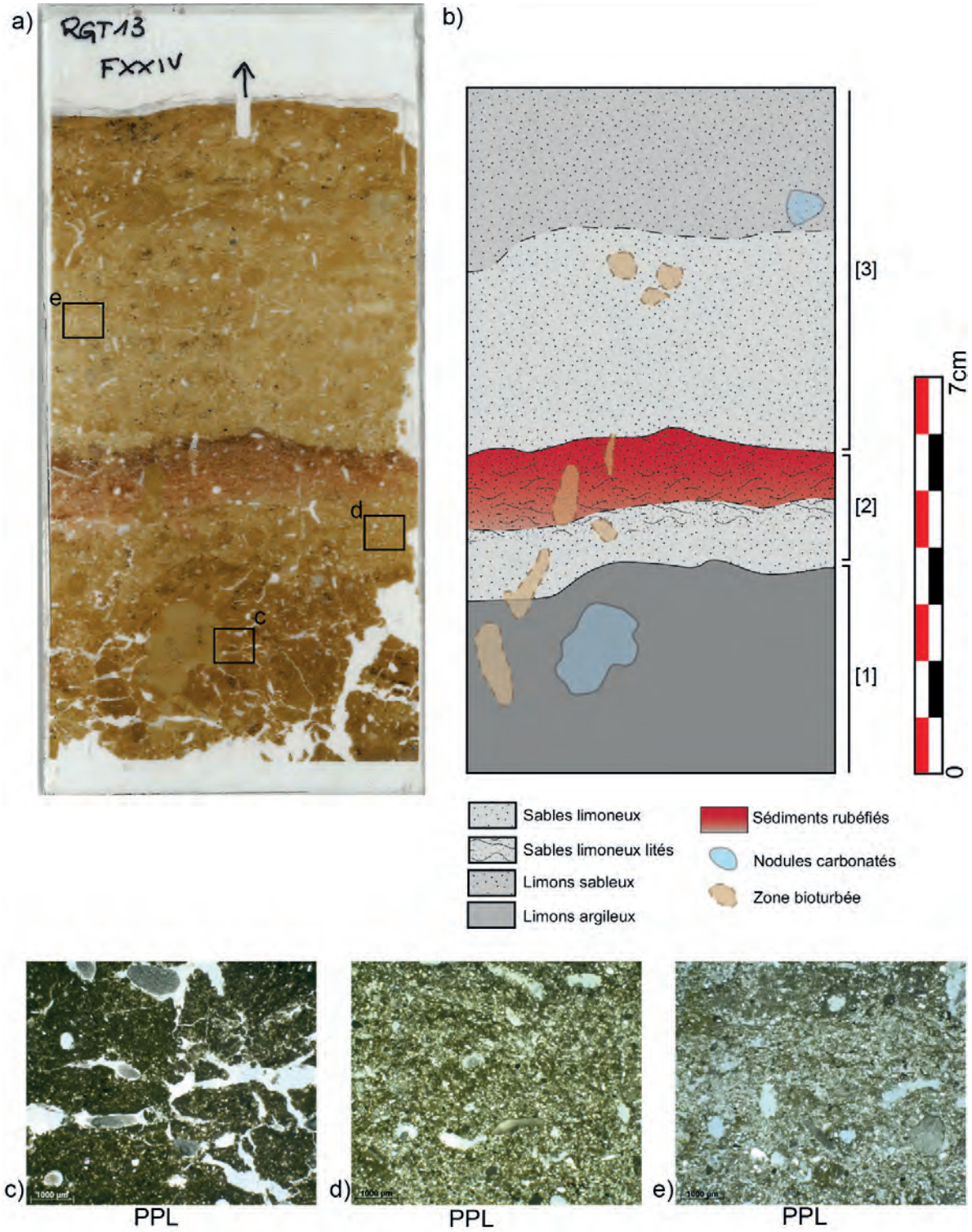



**Figure V.41:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 F XXIV. a) Scan numérique de la lame mince et localisation des microphotographies. b) Schéma descriptif des principaux faciès et traits observés. c) Limons argileux du faciès [1] ; microstructure microagrégée ; assemblage porphyrique. d) Sables limoneux du faciès [2] ; assemblages porphyriques ; porosité essentiellement canaliculaire. e) Sables limoneux du faciès [3] ; assemblages porphyriques ; porosité essentiellement canaliculaire.

### *3.3.1. Les faciès de l'encaissant ([1] et [2])*

- *Microstructure et assemblage*

Le sédiment sur lequel repose le foyer XXIV est constitué de la superposition de deux faciès appartenant à la formation SJ (Figure V.41 : [1] et [2]). Le plus bas([1])est un faciès de limons argileux composé d'agrégats (5 à 15 mm) sub-anguleux à arrondis séparés par des vides d'entassement formant une microstructure microagrégée modérément séparée (*moderatly separated granular microstructure* ; Figure V.41c). Ces agrégats sont massifs et leur assemblage est de type porphyrique. Ils sont fréquemment recoupés de chenaux et sont aussi parfois fissurés de vides planaires bien accommodés, la porosité y est donc importante (11%). Ce premier ensemble de sédiments est coiffé par un faciès ([2]) de sables limoneux à microstructure massive recoupée de chenaux et relativement moins poreux (8% ; Figure V.41d). Ce faciès n'est lui-même pas uniforme puisqu'il évolue verticalement vers des sables limoneux présentant un aspect lenticulaire.

- *Constituants*

Les constituants sont de natures similaires entre ces deux faciès, seules leurs abondances relatives les distinguent. La fraction grossière est composée des matériaux déjà décrits (sables fins de quartz, quelques éléments plus grossiers d'origine calcaire) tandis que la fraction fine correspond à des limons argileux carbonatés. Dans le faciès inférieur [1], le ratio C/f estimé est de 10/90 tandis que pour le faciès supérieur [2] celui-ci est proche de30/70.

- *Traits pédologiques*

Les traits pédologiques observés correspondent à ceux de la formation SJ : traits calcitiques (hyporevêtement, formation de nodules) et traits biologiques (creusement et comblement de chenaux par la faune du sol et la flore). Notons que le faciès inférieur [1] voit la formation d'un assez gros nodule carbonaté (3x2cm). Par ailleurs certaines déjections comblant les chenaux contiennent des matériaux organiques relativement abondants, plus ou moins dégradés et minéralisés. En haut du faciès [2], des lentilles limoneuses sont remarquées ce qui correspond à des traits d'origine cryogénique.

- *Interprétation*

L'encaissant du foyer XXIV est marqué par la superposition de deux faciès successifs différenciés par la texture de leurs constituants et par leurs degrés d'évolution pédologique. Le plus bas est en effet caractérisé par des matériaux plutôt fins, présentant une agrégation relativement marquée (à l'échelle de la formation SJ). Le faciès supérieur est plus massif et correspond aux limons sableux colluviaux qui constituent l'essentiel de la formation SJ.

Cette organisation indique que nous sommes face à un sol tronqué (faciès inférieur) puis recouvert de matériaux colluviaux (horizons supérieurs). Cette hypothèse est plausible dans le cadre du fonctionnent par ravinement et colluvionnement du paléochenal en cours de comblement où se situe la formation SJ. Il est ainsi possible que le faciès [1] corresponde à un niveau riche en matériaux fins de type horizon illuvié (BT ?). Par ailleurs il semble que le sommet du faciès [2] présente des organisations d'aspect lenticulaire qui marque une surface de sol affectée par des phénomènes de gel/dégel (Van Vliet-Lanoë, 2010).

### 3.3.2. Altération thermique du faciès [2]

- *Description*

Le sommet du faciès [II] présente à l'œil nu une teinte rouge interprétée sur le terrain comme résultant de la rubéfaction du sédiment (Figure V.41). D'un point de vue micromorphologique la micromasse est en effet oxydée, comme le montrent sa légère perte de réfringence en XPL et la couleur orangée à rouge observée en OIL (Figure V.42). Cette altération affecte une épaisseur de 15 mm au maximum avec une intensité diminuant en profondeur. De fait, la limite inférieure de ce faciès d'altération est diffuse.

L'oxydation affecte la micromasse, tandis que les constituants grossiers tels que les sables de quartz ne sont pas altérés. Les quelques graviers calcaires présents ne semblent pas non plus touchés par cette oxydation. On notera que le sommet de ce faciès rubéfié présente une teinte plus sombre, tirant sur le brun rouge (Figure V.41 et Figure V.42). Celle-ci est due à la présence dans la micromasse de matériaux amorphes et de ponctuations plus ou moins opaques en XPL et de teinte brune en OIL (Figure V.43).

- *Interprétation*

Ces différentes observations corroborent l'identification d'un faciès rubéfié par altération thermique (Wattez, 1992 ; Aldeias *et al.*, 2016a). La conservation de la microstructure du sol, l'épaisseur concernée ainsi que l'absence d'altération des matériaux siliceux indiquent que celle-ci a cependant dû être d'intensité modérée et au minimum inférieure à 500°C(Wattez, 1992).

Comme le reste du faciès encaissant, la partie rubéfiée a été bioturbée, ce qui a notamment conduit à l'intégration de matériaux non altérés, mais de nature similaire. Cependant, l'organisation générale de ce niveau du faciès indique qu'il s'agit bien d'une sole de foyer en place. L'absence de rupture avec les niveaux sous-jacents tend à montrer que celle-ci est implantée à même le sol. Le léger brunissement de la partie supérieure pourrait être interprété comme la trace d'un horizon superficiel dont la MO héritée a été altérée par la chaleur (González-Pérez *et al.,*2004 ; Mallol *et al.*2013a). Malgré tout, cette MO est amorphe et donc son origine demeure à préciser. Elle pourrait, par exemple, aussi bien correspondre à une trace des combustibles employés.

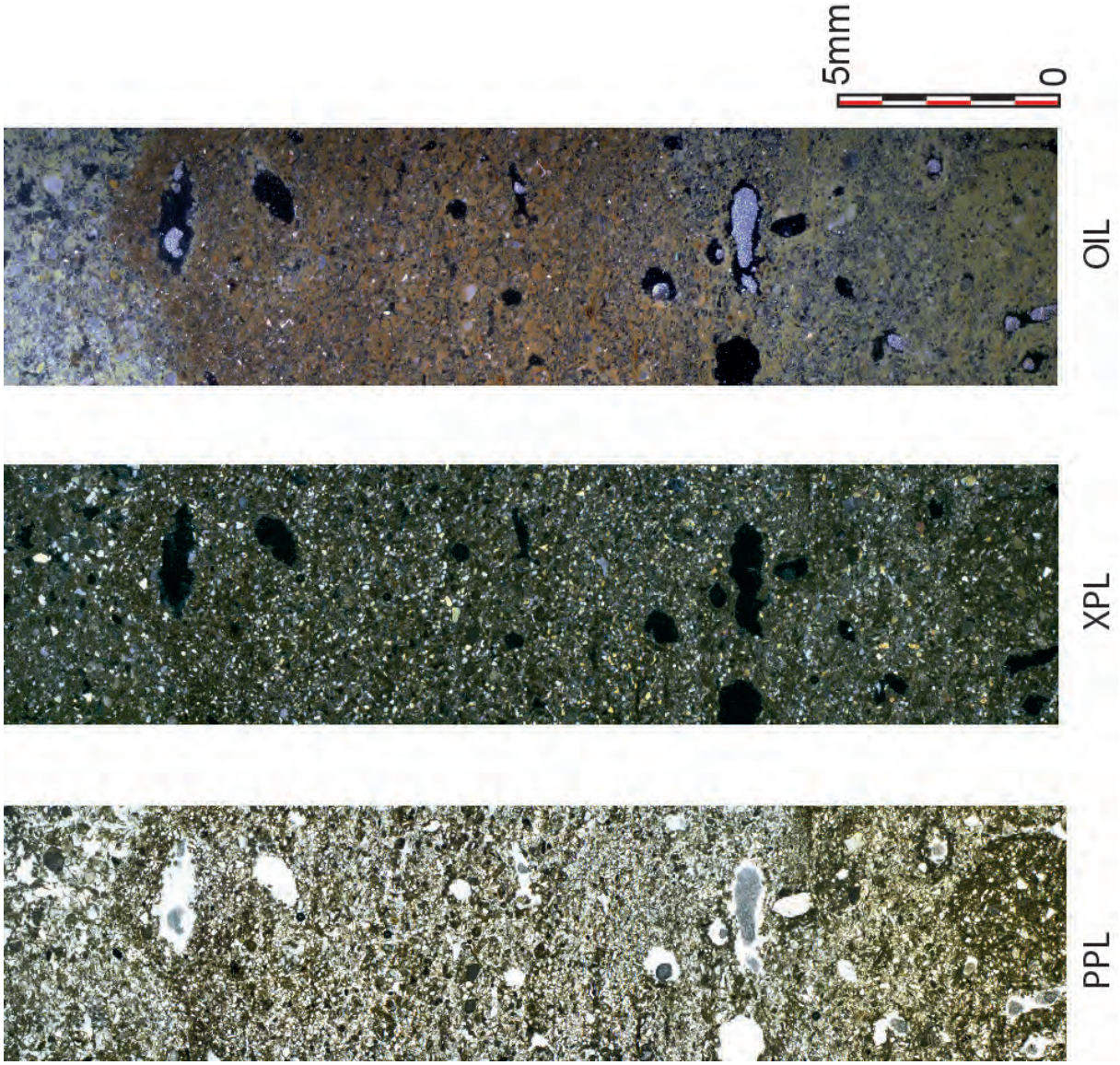



**Figure V.42:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 F XXIV. Sommet rubéfié du faciès [2]. Noter le caractère dégressif de la rubéfaction en fonction de la profondeur (assemblage de microphotographies).

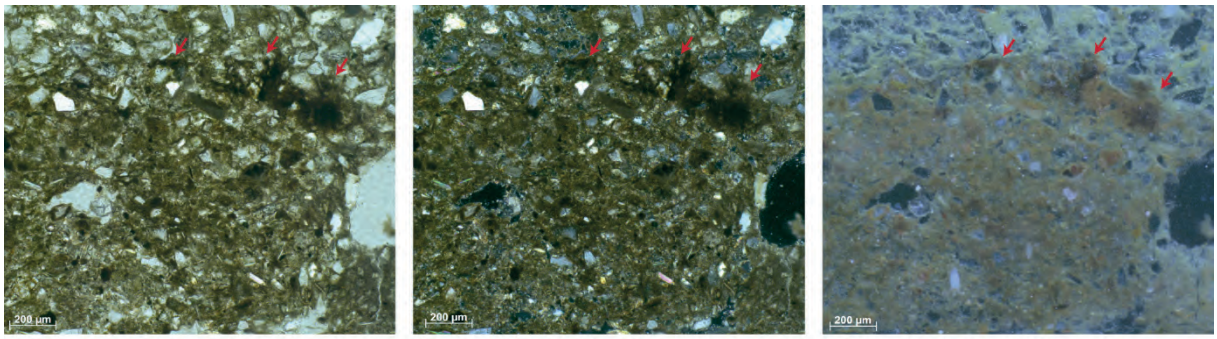



**Figure V.43:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 F XXIV. Détail du sommet rubéfié du faciès [2] présentant une teinte légèrement plus brune (en LN) du fait de la présence de matériaux amorphes et de ponctuations au sein de la micromasse.

### 3.3.3. Faciès sus-jacents [3]

- *Microstructure et assemblage*

La microstructure est massive et la porosité, peu abondante (6%), est avant tout canaliculaire (Figure V.41e). L'assemblage des constituants se fait selon une modalité porphyrique.

- *Constituants*

Ce faciès est composé de sables limoneux évoluant progressivement vers le haut en des limons sableux. Les constituants sont similaires à ceux décrits pour le faciès [2] sous-jacent. Leur ratio C/f est estimé à 40/60 dans la partie basse et à 20/80 environ dans la partie haute.

- *Traits pédologiques*

Les traits pédologiques sont également semblables à ceux décrits précédemment, avec toutefois un développement moins important des nodules carbonatés. De rares déjections comblant les chenaux ou plus intégrées à la micromasse sont composées de matériaux identiques aux sédiments thermoaltérés décrits plus haut (Figure V.44a). Ce faciès présente d'assez fréquentes zones marquées par un assombrissement de la micromasse lié à la présence de matériaux organiques amorphes ou de ponctuations brunes à noires en PPL, opaques en XPL et brunes en OIL (Figure V.44b). Ces zones sont distribuées aléatoirement dans la micromasse. Notons qu'aucune trace de structure cellulaire n'a été observée dans ces traits.

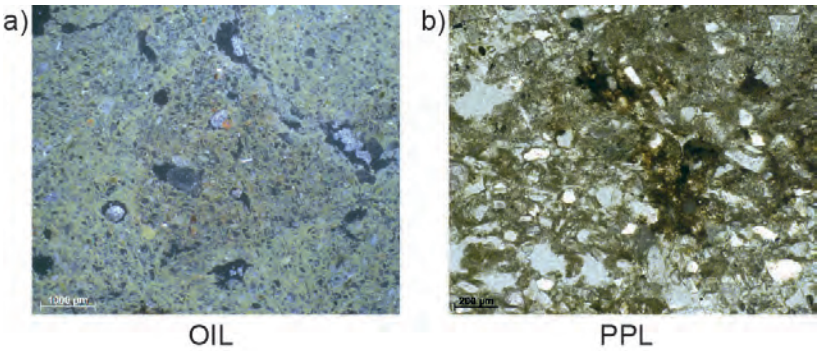



**Figure V.44:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 F XXIV. Faciès [3]. a) agrégats de matériaux thermoaltérés remontés par bioturbation. b) MO amorphe dans la micromasse.

- *Interprétation*

Ce faciès sus-jacent à la sole du foyer correspond à son recouvrement par des sédiments issus d'un processus colluvial relativement continu, avec une légère baisse d'énergie dans la partie haute causant le dépôt de matériaux plus fins. Le sommet de la sole ne paraît pas tronqué, mais notons qu'aucun résidu de combustion n'est observé à sa surface.

La présence de matériaux rubéfiés au sein de ce faciès semble correspondre à la remontée par bioturbation des matériaux altérés de la sole. Cette observation correspond aux mentions d' agrégats de sédiments rubéfiés observés sur le terrain quelques centimètres au-dessus du foyer (Rapports RGT 2011-2013).

Concernant les matériaux formant les taches brunâtres, elles semblent correspondre aux taches charbonneuses décrites au-dessus du foyer sur le terrain. Cependant, nos observations montrent que s'il s'agit de charbons, ils sont extrêmement dégradés, car ils n'en ont gardé aucune structure

typique (*e.g.* Stolt et Lindbo, 2010 ; Huisman *et al.*, 2012). Il s'agit tout au plus de matériaux organiques très dégradés et amorphes intégrés à la micromasse du sol ou de ponctuations dont l'origine est incertaine.

#### *3.3.4. Synthèse*

L'étude du prélèvement micromorphologique issu du foyer XXIV a permis de préciser la nature de l'encaissant sédimentaire supportant la structure. Il s'agit d'une succession de faciès bien structurés, observés par ailleurs dans la formation SJ, qui écarte la possibilité d'un aménagement préalable à l'installation et au fonctionnement du foyer.

La sole en elle-même est formée par la rubéfaction de sables limoneux. Dans le détail, c'est principalement la fraction fine qui est affectée par l'altération thermique conduisant à sa rubéfaction, la microstructure n'est quant à elle pas affectée. Ces différents éléments suggèrent des températures atteintes dans le sédiment relativement modérées, probablement inférieures à 450/500°C (Wattez, 1992 ; Mallol *et al.,* 2013b). La présence de sédiments légèrement brunis au sommet de la sole peut quant à elle s'expliquer par une faible altération thermique de matière organique (González-Pérez *et al*., 2004, Mallol *et al.*, 2013a). L'origine de cette MO peut être liée à des constituants organiques intégrés initialement à la masse du sol ou bien à un apport limité en résidus de combustion. Ce type de noircissement, circonscrit au sommet de la sole, a notamment été observé dans le cas des expérimentations impliquant l'usage de bois comme combustible (cf. Partie IV.2.3.3 et Partie IV.3.4.1).

Les sédiments recouvrant le foyer sont d'origine colluviale et leur mise en place ne semble pas avoir perturbé la sole du foyer. Visiblement, les résidus de combustion ont disparu avant la mise en place de ces dépôts.

Enfin, la sole paraît relativement bien préservée au niveau du prélèvement observé. Les observations faites sur le terrain d'agrégats de sédiments rubéfiés au-dessus de la sole s'expliquent par la remobilisation ponctuelle par bioturbation de sédiments rubéfiés de la sole.

### 3.4. Le foyer XI

Le foyer XI est documenté par une lame mince (RGT11 FXIb) de grand format (140x70mm) réalisée à partir du prélèvement RGT11 F11b 381G11 (Figure V.45a). Les faciès identifiés dans cette structure documentent l'encaissant et son altération thermique [1] et le recouvrement [3] de la structure. Entre ces deux faciès, trois autres [2a, b et c] se rapportent à son évolution post-dépositionnelle (Figure V.45b).

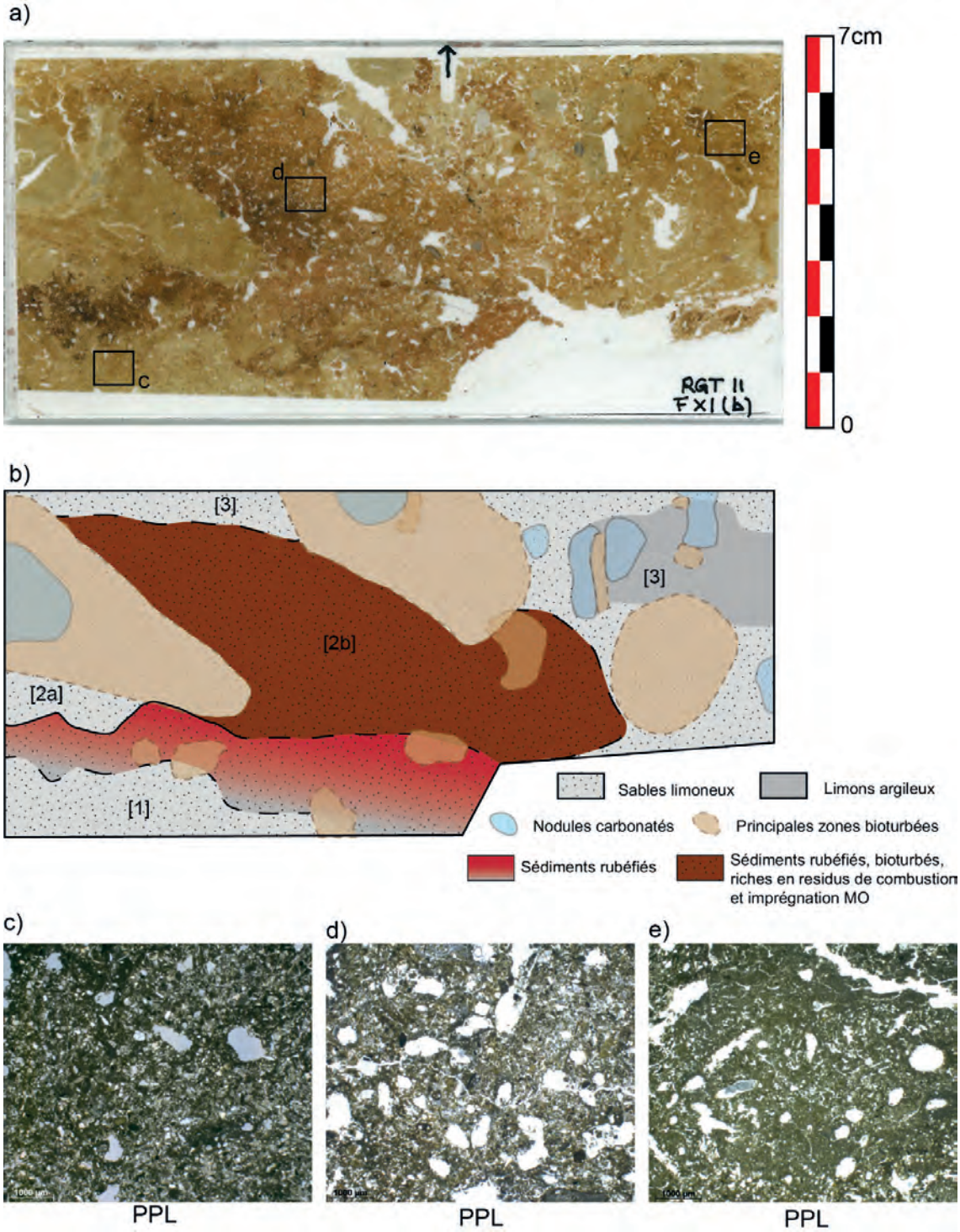



**Figure V.45:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT11 FXIb. a) Scan numérique de la lame mince et localisation des microphotographies. b) Schéma descriptif des principaux faciès et traits observés. c) Sables limoneux ; microstructure massive et assemblage porphyrique ; porosité canaliculaire. d) Sables limoneux ; microstructure massive et assemblage variable ; porosité canaliculaire abondante. e) Limons à nodules carbonatés ; microstructure massive à granulaire et assemblage porphyrique ; porosité canaliculaire.

### 3.4.1. *L'encaissant (Faciès [1])*

- *Microstructure et assemblage*

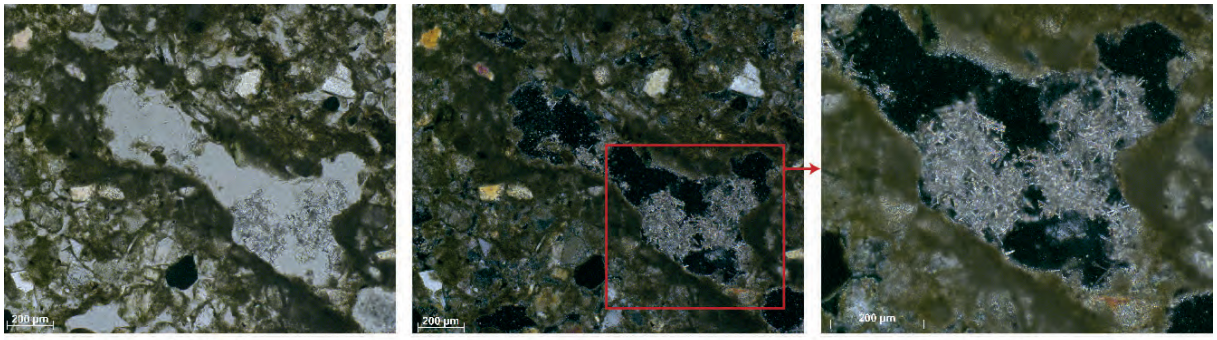
Le faciès [1] est constitué de sables limoneux qui présentent une microstructure massive où la porosité (4%) est liée à la présence de chenaux (Figure V.45c). L'assemblage des constituants est de type porphyrique.

- *Constituants*

La fraction grossière est composée majoritairement de sables fins à très fins de quartz (50-200µm) arrondis à sub-angulaires. De rares éléments plus grossiers (sables moyens de quartz, graviers et sables calcaires arrondis ; 300-1500µm) sont également présents de façon aléatoire. La fraction fine quant à elle se compose de matériaux argilo-limoneux carbonatés de couleur brune à grise en PPL, tandis qu'en OIL elle est jaune pale. En XPL elle présente une b-fabrique de type cristallique calcitique. Le ratio C/f de ces deux ensembles de constituants est estimé à 20/80, il peut cependant légèrement varier latéralement.

- *Traits pédologiques*

Les traits pédologiques sont de type calcite. Ils consistent en des hyporevêtements de la porosité canaliculaire et parfois en des comblements de calcite en aiguilles (*needle-fibre calcite infilling*)(Figure V.46). Du point de vue des traits d'origine biologique, le creusement de chenaux par la faune du sol et/ou des racines est fréquent. Leur comblement est cependant plus rare. Des comblements de pelotes de déjection de dimension (50-1500µm) et des degrés de coalescence variés sont observés. Ces pelotes sont parfois constituées de matériaux bruns en PPL, peu réfringents en XPL et rouge orangé en OIL. Enfin, certains chenaux contiennent des tissus végétaux fragmentés et à la structure dégradée.




PPL XPL XPL

**Figure V.46:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 F XIb. Faciès [1]. Hyporevêtement et comblement calcitique d'un chenal. Noter la morphologie en aiguille des cristaux du comblement.

- *Interprétation*

Ce faciès correspond à des limons sableux dont la structure et les constituants le rattachent à la formation SJ. Notons que l'activité biologique est bien marquée par le creusement de nombreux chenaux. Le comblement de certains est visiblement postérieur au fonctionnement du foyer puisqu'il intègre parfois des matériaux rubéfiés.

### *3.4.2. Le sommet rubéfié du faciès [1]*

- *Description*

Le sommet du faciès [1] présente à l'œil nu une teinte rouge à brune. Cet état résulte en grande partie de l'oxydation de la fraction fine argilo carbonatée se traduisant principalement par une perte de réfringence en XPL et une couleur orangée à rouge en OIL (Figure V.47).Cette altération est présente sur environ 10 mm, bien que cette mesure soit rendue imprécise par la nature diffuse de ses limites supérieures et inférieures.

La fraction sableuse n'est pas affectée par cette oxydation. Le liseré oxydé qui entoure parfois les grains de quartz résulte de l'altération de revêtements limoneux. Dans quelques cas, les hyporevêtements calcitiques situés à la périphérie de chenaux sont eux aussi oxydés (couleur orangée en OIL), mais ce n'est pas systématique.

Des matériaux organiques sont présents dans ce faciès sous la forme de ponctuations noires en PPL et opaques en XPL. Par endroits, ces masses noirâtres sont de plus grandes dimensions (Figure V.48a et b) et les ponctuations semblent découler de leur désagrégation.

De plus des chenaux présentent un comblement de cristaux sparitiques mêlés à une masse micritique peu dense (Figure V.48c et d). Ces cristaux sparitiques ne présentent pas de structure interne discernable et ne sont pas organisés entre eux. Leurs dimensions sont comprises entre 50 et 80 µm. Enfin, au niveau de la limite avec le faciès supérieur, un revêtement de matériaux fins non rubéfiés est présent dans un vide racinaire (Figure V.48e).

- *Interprétation*

Le contact entre ces matériaux altérés et le faciès [1] sous-jacent est diffus en raison des phénomènes de bioturbation qui l'ont en partie affecté. Cependant, la similarité entre les constituants (limons sableux) et l'absence de rupture en termes de microstructure incitent à y voir un seul et même faciès sédimentaire.

Les matériaux minéraux situés au sommet du faciès [1] ont subi une altération thermique se traduisant principalement par une oxydation de la fraction fine argilocarbonatée. La teinte brune du sédiment (à l'œil nu) semble résulter à la fois de cette rubéfaction et de la présence de matériaux organiques brunifiés amorphes présents notamment dans la porosité. Certains éléments pourraient se rapporter à des charbons de bois très dégradés. Par ailleurs le sommet du faciès présente des chenaux dont le comblement comporte des matériaux calcitiques pouvant se rapprocher de calcitisations cytomorphiques. Leur association avec des matériaux micritiques au sommet de sédiments rubéfiés pourrait illustrer la présence de cendres en partie recristallisées (*e.g.* Schiegl *et al.*, 1996 ; Karkanas *et al.*, 2007 ; Mallol *et al.,* 2007 ; Mentzer *et al.*, 2015).

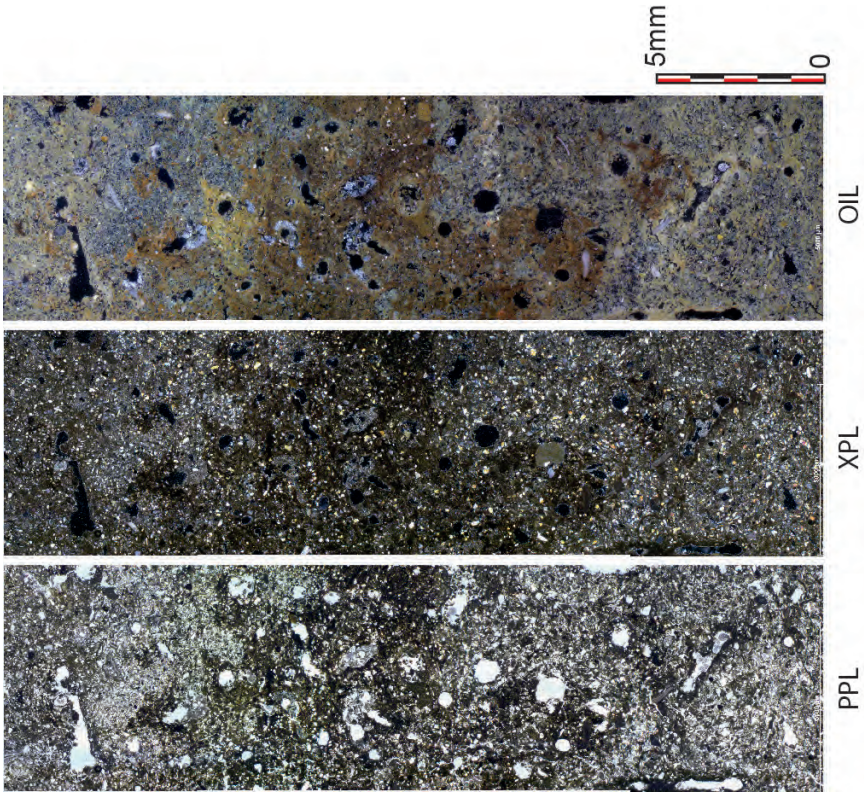



**Figure V.47:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT11 F XIb. Sommet rubéfié du faciès [1] (assemblage de microphotographies).

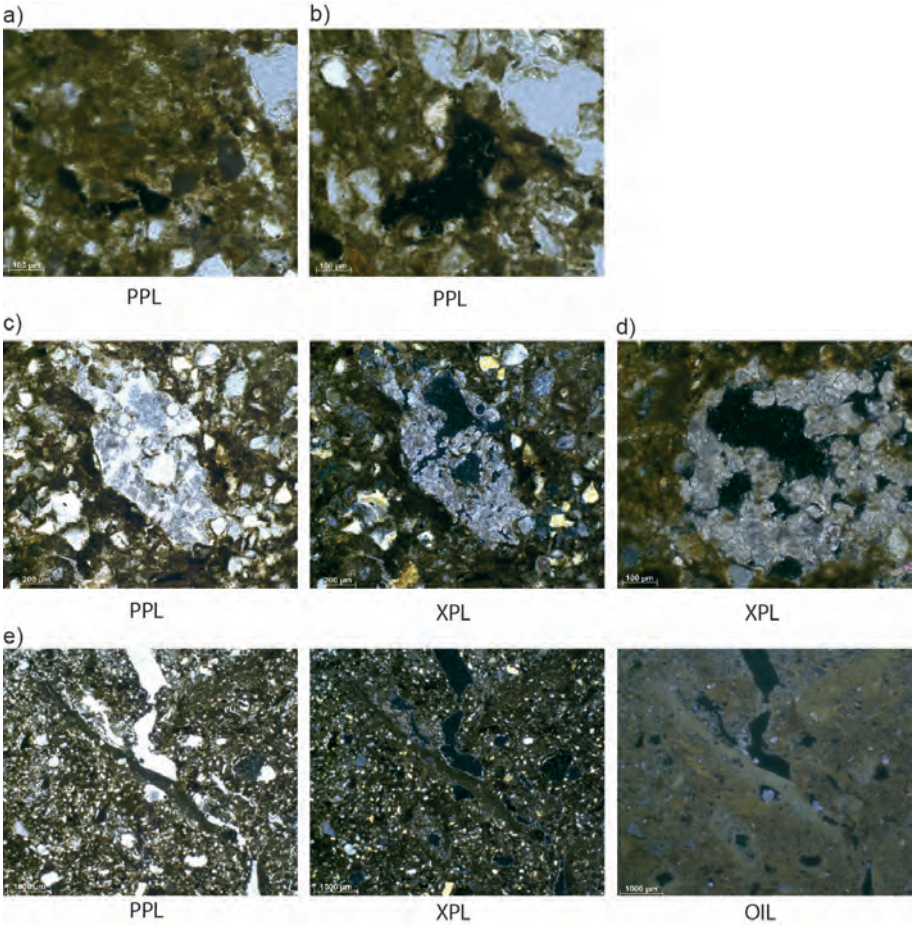



**Figure V.48:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 F XIb. Sommet rubéfié du faciès [1]. a et b) Matériaux organiques. c et d) Comblement calcitique de chenaux par des matériaux micritiques et des cristaux sparitiques de morphologies variables. e) Revêtement limono-carbonaté d'un vide racinaire.

### *3.4.3. Faciès sus-jacents [2]*

Le faciès rubéfié décrit précédemment est couvert d'un ensemble de sédiments parmi lesquels nous avons distingué deux entités (Figure V.45b). La première, [2a], est constituée de sables limoneux massifs ; la seconde, [2b], se compose de matériaux sablo-limoneux en grande partie rubéfiés mêlés à des résidus de combustion (cendres et MO amorphe) et présente un haut degré de bioturbation. Par souci de clarté nous décrirons successivement chacun de ces deux sous-ensembles avant de les interpréter collectivement.

#### *3.4.3.1. [2a]*

- *Microstructure et assemblage*

Le faciès [2a] est constitué de sable limoneux à la microstructure massive. La porosité est matérialisée par de nombreux chenaux. L'assemblage des constituants est porphyrique. La base du faciès est cependant moins riche en limons, en conséquence l'assemblage s'y rapproche d'un type enaulique ou monique.

- *Constituants*

Les constituants sont similaires à ceux décrits pour la base du faciès [1].

- *Traits pédologiques*

Les traits observés sont, comme pour le faciès [1], liés à la précipitation de calcite et au creusement et comblement de chenaux par la faune et la flore. Des agrégats de matériaux rubéfiés identiques à ceux décrits pour le sommet du faciès [1] sont parfois intégrés dans la masse (Figure V.49) ou sous forme de déjections dans la porosité. Certains chenaux présentent également des comblements de calcite similaires à ceux décrits pour le sommet du faciès sous-jacent (masses micritiques, cristaux rappelant des calcitisations cytomorphiques).

Enfin il est important de noter que le sommet de ce faciès est tronqué par un large chenal (*passage feature*) avec un comblement présentant une structure en arc de cercle (*crescent infilling* ; Figure V.45). Le comblement de ce chenal est constitué de sables limoneux identiques à ceux qui forment l'essentiel de la formation SJ. Il est également lui-même affecté par le creusement de chenaux et leur comblement ainsi que par le développement de traits calcitiques dont un assez gros nodule (Figure V.45). La limite supérieure du faciès est donc très nette. À l'inverse la limite avec le sommet du faciès [1] est bien plus difficile à discerner (Figure V.49).

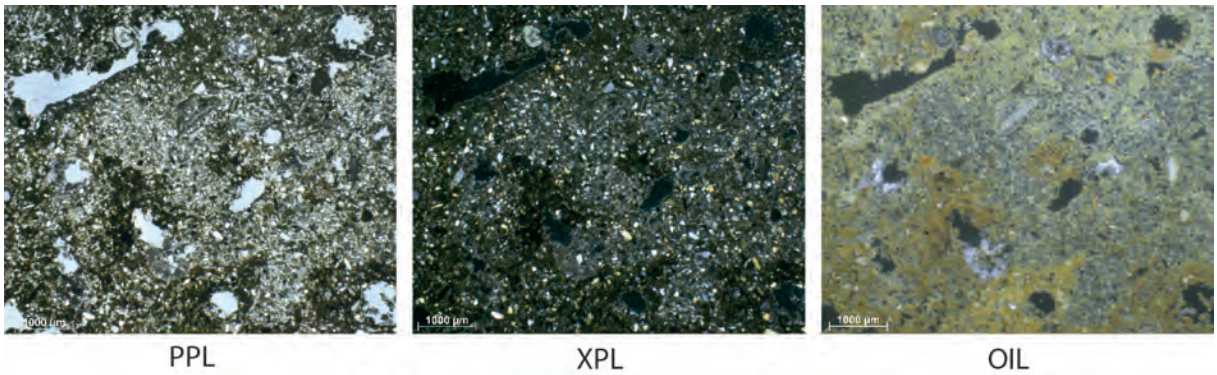



**Figure V.49:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 F XIb. Base du faciès [2a]. Noter l'intégration d'agrégats de matériaux rubéfiés et le contact diffus avec le faciès [1] sous-jacent.

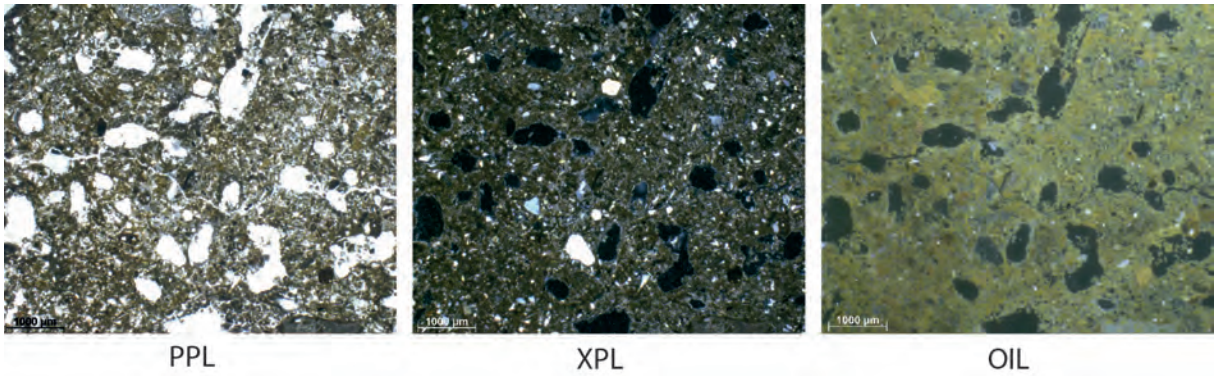



**Figure V.50:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 F XIb. Microstructure et porosité du faciès [2b].

#### *3.4.3.2. [2b]*

- *Microstructure et assemblage*

Le faciès [2b] est constitué de sables limoneux dont la microstructure est massive (Figure V.50). En effet peu d'agrégats peuvent être discernés hormis ceux résultant de déjections dont la structure est préservée. La porosité, principalement des chenaux, est cependant très abondante (14%) et en conséquence une microstructure canaliculaire ou spongieuse peut aussi être envisagée. L'assemblage des constituants est variable avec des zones denses porphyriques et d'autres, plus lâches, avec des vides d'entassements, conduisant à un assemblage enaulique.

- *Constituants*

La fraction grossière est similaire à celle décrite pour le faciès [1] : des sables de quartz fins à moyens et quelques éléments calcaires de taille plus importante. La fraction fine est argilocarbonatée et présente une couleur orangée à brune en OIL (Figure V.51). Par ailleurs, la présence de matériaux calcitiques est importante dans ce faciès. Celle-ci se manifeste sous la forme de concentrations de calcite micritique intégrées à la masse ou bien en comblement dans la porosité. De plus, des zones d'imprégnation de matériaux organiques amorphes sont présentes. Ces zones d'imprégnation sont de couleur brune en PPL, opaques en XPL et de couleur orangée à brunâtre en OIL. Elles sont systématiquement associées aux zones de concentration de matériaux calcitiques.

De très rares fragments d'os (200-800µm), de teinte beige en PPL sont également intégrés à la masse. Quelques masses opaques évoquent peut-être la présence de charbons à la structure très dégradée. Signalons enfin la présence d'une concentration de matériaux grisâtres en PPL, présentant une structure en bandes plus ou moins parallèles (Figure V.52). Ces bandes sont constituées de calcites micritiques.

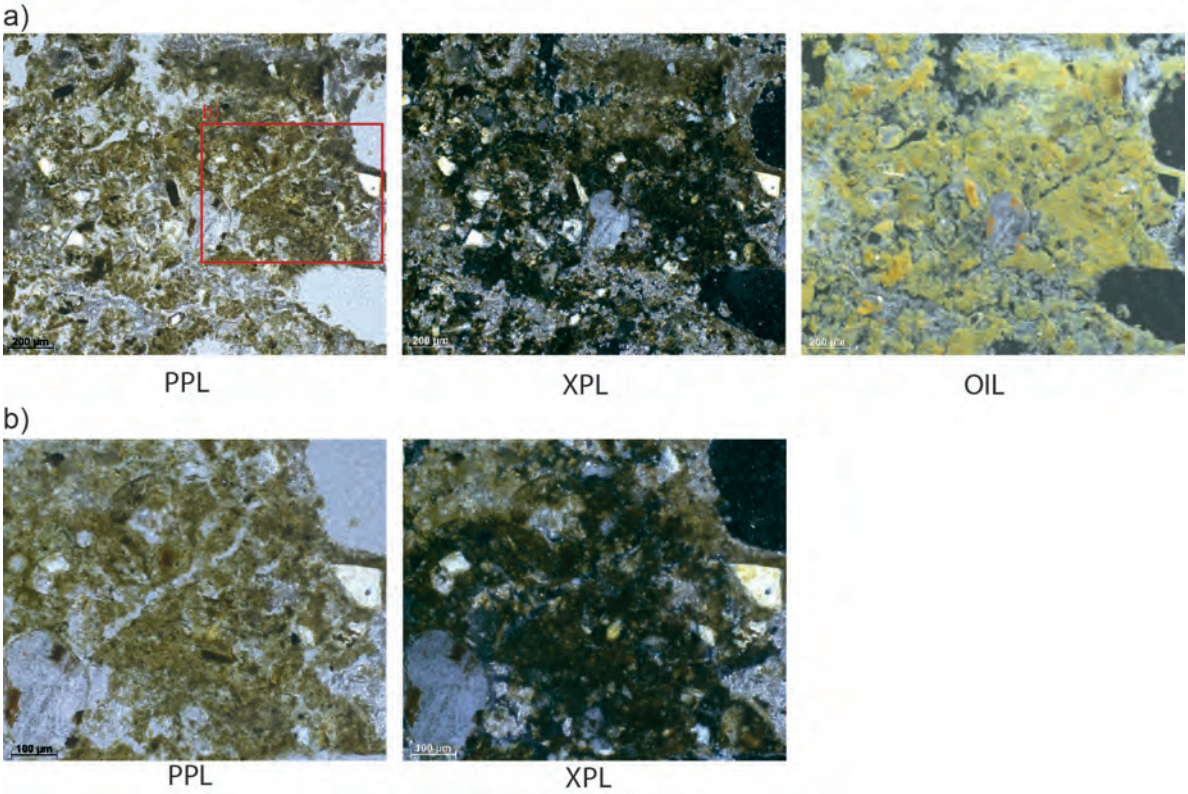



**Figure V.51:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 F XIb. Faciès [2b]. a) Intégration de matériaux calcitiques à la micromasse et imprégnation amorphe de la fraction fine rubéfiée. b) détail de a)

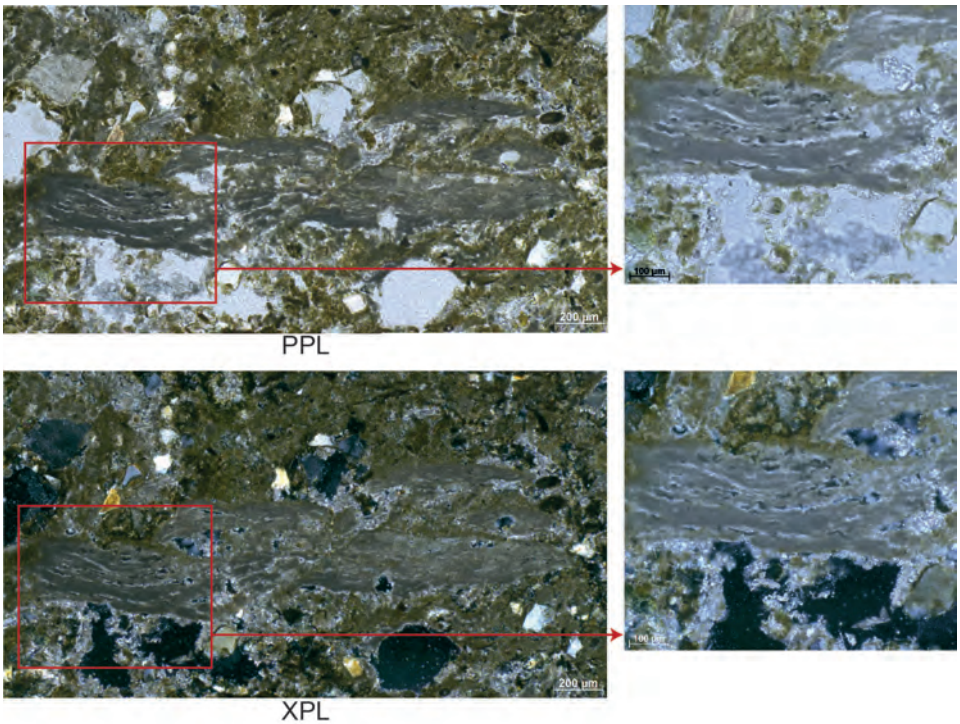



**Figure V.52:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 F XIb. Faciès [2b]. Concentration de matériaux calcitiques organisés en bandes (*calcitic cellular pseudomorph after tissu plant residu*e ?).

- *Traits pédologiques*

La porosité en lien avec l'activité biologique est très développée au sein de ce faciès. Les chenaux sont fréquents (Figure V.45a et Figure V.50) et régulièrement comblés de pelotes de déjection de morphologies diverses et présentant des degrés variables de coalescence ou d'intégration à la masse. Leurs constituants peuvent être similaires à ceux formant le faciès ou bien plus proches des expressions naturelles de la formation SJ. Les traits calcitiques, notamment les hyporevêtements, sont également nombreux au sein de ce faciès.

Enfin, le faciès [2b] est en partie tronqué (partie droite de la lame mince) par le même chenal que le [2a]. À cela s'ajoute une importante zone bioturbée (au centre de la lame) où se mélangent des matériaux identiques à ceux des faciès [2b], [2a] et [3]. Du fait de ces importantes bioturbations, les limites du faciès sont relativement imprécises, que ce soit verticalement ou latéralement.

#### *3.4.3.3. Interprétation*

Le faciès [2], sus-jacent au faciès [1], correspond à deux phénomènes distincts ayant conduit à l'enfouissement du foyer XI. D'une part, le faciès [2a] correspond au recouvrement du foyer par des processus essentiellement sédimentaires conduisant à un apport de matériaux sablo-limoneux identiques à ceux rencontrés dans la formation SJ. Toutefois, des traces d'incorporation de résidus de combustion (cendres) et de matériaux rubéfiés notamment en lien avec des chenaux indiquent que l'activité biologique a en partie affecté ce faciès, expliquant le contact diffus avec le faciès sous-jacent.

D'autre part, le faciès [2b] correspond à un épais niveau de sédiments et de résidus de combustion fortement brassés par des processus de bioturbation. En effet, la microstructure de ce faciès semble traduire l'entassement et l'homogénéisation d'agrégats et de déjections correspondant à la bioturbation de matériaux liés au fonctionnement d'un foyer (sédiment rubéfié, cendres, os brûlés, etc.). Ce brassage est encore accentué par les nombreux chenaux trahissant une importante activité biologique liée à la faune (chenaux, déjections) et aux racines (chenaux, hyporevêtements, résidus de tissus végétaux) qui résultent en une porosité bien plus développée qu'habituellement sur le site. La nature très progressive du contact avec le faciès sous-jacent semble indiquer qu'une bonne part du faciès [2b] est issue du démantèlement de celui-ci.

Que ce soit en [2a] ou en [2b], les processus de bioturbation ont également induit une importante troncature sous la forme d'un large chenal densément comblé. Ce type de trait est généralement attribué à l'activité de vers de terre (Kooistra et Pulleman, 2010 ; Huisman *et al.*, 2012).

Dans le faciès [2a], et comme pour le sommet du faciès [1], des traits se rapprochant de calcitisations cytomorphiques pourraient traduire une recristallisation de matériaux cendreux. Au sein du faciès [2b], une importante composante calcitique microcristalline est également observée mêlée à la masse. Ce type de trait s'écarte fortement des traits calcitiques habituellement observés au sein de la formation SJ et il semble indiquer une incorporation de résidus cendreux (*e.g.* Karkanas *et al.*, 2007 ; Mallol *et al.,* 2007 ; Mentzer *et al.*, 2015). Dans un cas, une concentration de ces matériaux adopte une morphologie en bandes qui pourrait correspondre à un pseudomorphe de tissu végétal (Karkanas *et al.,* 2007).

Bien que rares, quelques petits éléments peuvent être interprétés comme des charbons très dégradés. De même, de petits os brûlés sont observés et appuient l'hypothèse d'un mélange de résidus de combustion au sein de ce faciès.

Il est à noter que la micromasse du faciès [2b] est marquée par une imprégnation amorphe, notamment dans les zones les plus cendreuses. Ce type de trait semble correspondre à de la MO brunifiée/altérée thermiquement présente dans la porosité. Toutefois son caractère discontinu nous incite à penser que, comme pour les résidus de combustion, il s'agit la de matériaux inclus dans des sédiments en position secondaire, ou tout du moins fortement remaniés par l'activité biologique.

#### *3.4.4. Faciès [3]*

- *Microstructure et assemblage*

La microstructure est massive à relativement granulaire (Figure V.53). Les agrégats sont de taille et de morphologie diverses, mais leur structure interne est massive et présente un assemblage porphyrique. La porosité canaliculaire est bien développée (de l'ordre de 12%), notamment dans les zones limoneuses où des vides d'entassement séparent également les agrégats les uns des autres. La limite avec le faciès [2b] est bien tranchée, mais discontinue en raison de bioturbation.

- *Constituants*

Le faciès [3] est constitué de limons sableux évoluant verticalement en des limons quasiment dépourvus de sables. Les constituants sont de nature similaire à ceux du faciès [1]. Le ratio C/f est variable, il est d'environ 20/80 dans les zones limono-sableuses et d'environ 5/95 dans les zones les plus limoneuses. De rares agrégats de matériaux rubéfiés avec quelques microcharbons sont présents.

- *Traits pédologiques*

Les traits pédologiques observés sont également similaires à ceux du faciès [1]. S'y ajoutent plusieurs nodules calcitiques aux limites diffuses (Figure V.54), ainsi qu'un large chenal densément comblé qui correspond à une section transversale dans un chenal à comblement en arc de cercle (celui à gauche de la lame dans le faciès [2] correspondant à une section longitudinale ; Figure V.45).

- *Interprétation*

Le faciès [3] rentre dans la variabilité des expressions de la formation naturelle SJ. Il correspond à un apport de matériaux colluviaux venant couvrir le foyer XI déjà bioturbé. La limite franche et oblique avec le faciès [2b] pourrait indiquer une surface d'érosion impliquant la troncature de ce dernier.

Le faciès intègre peu de matériaux relatifs à la structure de combustion indiquant que les processus post-dépositionnels de bioturbation affectant le foyer ont diminué une fois ce faciès mis en place. Malgré tout, la présence de nodules et de quelques traits liés à la faune du sol indique un certain degré d'évolution pédologique dans ce faciès.

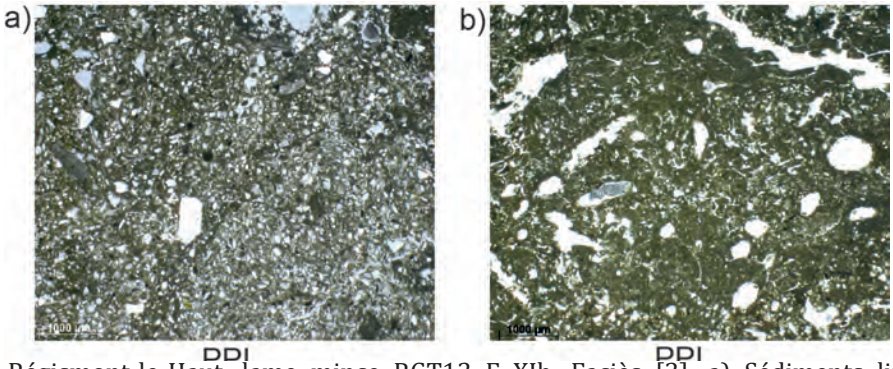



**Figure V.53:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 F XIb. Faciès [3]. a) Sédiments limono-sableux à microstructure massive et porosité peu développée (bas du faciès). b) sédiment limoneux avec une microstructure présentant une agrégation plus marquée ; porosité (chenaux) abondante (haut du faciès).

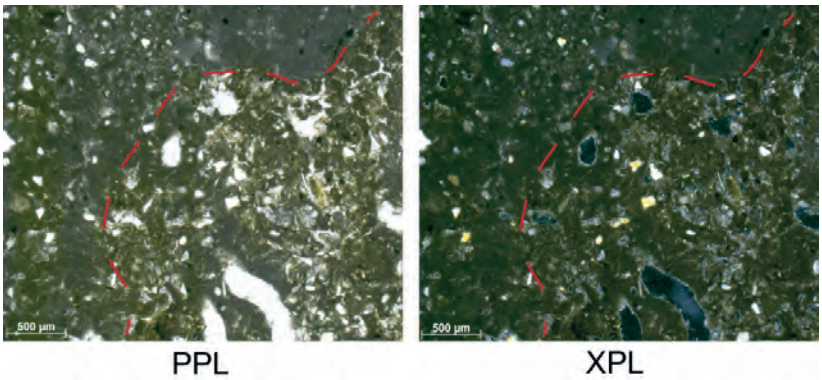



**Figure V.54:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 F XIb. Faciès [3]. Nodule calcitique (à gauche) formé au sein d'une zone riche en limon carbonaté (à droite). Noter le caractère diffus de la limite du nodule avec le sédiment indiquant sa position *in situ*.

### *3.4.5. Synthèse*

L'étude de la lame mince provenant du foyer XI a permis de préciser un certain nombre de points concernant son fonctionnement et son évolution post-dépositionnelle.

Le foyer est installé sur un encaissant se rapportant à la formation SJ et aucun élément ne permet d'évoquer un aménagement particulier.

L'altération thermique affecte l'encaissant sur environ 10 mm, mais cette épaisseur doit être relativisée au vu des importantes perturbations qui ont affecté ce faciès. Le fonctionnement du foyer a causé la rubéfaction de la masse argilocarbonatée uniquement, ce qui permet d'envisager une température atteinte relativement modérée (Wattez, 1992). Des traits calcitiques se rapprochant de cendres recristallisées et quelques possibles charbons très dégradés plaident en faveur de l'utilisation de bois comme combustible.

Le faciès [2] illustre le recouvrement (2a) et la bioturbation (2b) du foyer après son fonctionnement.

Le faciès [2a] semble correspondre au recouvrement localisé d'une partie du foyer par un apport de sédiments colluviaux. Le faciès [2b] quant à lui est manifestement lié à la bioturbation de sédiments thermoaltérés avec des résidus de combustion variés. Le contact progressif avec le sommet du faciès [1] indique que c'est probablement ce faciès qui a été brassé. Les résidus de combustion correspondent à ceux qui couvraient initialement le foyer. Les masses calcitiques

indiquent la recristallisation de matériaux cendreux. Dans de rares cas, leur structure d'origine végétale paraît exceptionnellement préservée. Bien que rares, quelques charbons très dégradés sont également observés. Notons également la présence fugace de fragments d'os brûlés.

Au sein de ce faciès [2b], une partie de la micromasse est imprégnée de matériaux amorphes qui se retrouvent également parfois dans la porosité. Cette imprégnation se rapporte probablement à de la matière organique altérée. Toutefois, le caractère discontinu de ces imprégnations semble indiquer que ces matériaux sont, comme le reste du faciès, en position secondaire. Les traits biologiques sont abondants au sein de ce faciès avec notamment des chenaux très nombreux. La présence de cendres et de matière organique peut avoir été un facteur ayant favorisé l'action de la faune et /ou de la flore.

Finalement, le faciès [3] correspond à un nouvel apport de SJ après la probable troncature d'une partie du faciès [2]. Ce faciès de recouvrement montre une évolution pédologique marquée par la formation de nodules carbonatés au niveau de forte concentration de matériaux limoneux. Les chenaux sont également fréquents dans ce faciès et intègrent ponctuellement des matériaux rubéfiés repris des faciès sous-jacents.

La distinction d'un faciès de combustion en place [1] vis-à-vis d'un faciès composé de vestiges de combustion remobilisés par bioturbation [2b] vient modifier la perception du foyer XI telle que définie sur le terrain. En raison d'importantes perturbations qui affectent cette structure, il est difficile de préciser le niveau originel de la sole du foyer. En l'état, deux hypothèses peuvent être avancées pour expliquer l'organisation rencontrée :

- Soit le faciès [1] rubéfié correspond à ce qui reste de la sole en place du foyer XI ; le faciès [2b] serait le résultat du brassage de la partie sommitale de cette sole qui était imprégnée de MO amorphe avec des résidus de combustion ;
- Ou bien le faciès [1] correspond à un premier état de fonctionnement du foyer XI ; le faciès [2b] serait lié à un second état du foyer XI recouvert d'un apport (anthropique ?) de sédiments par la suite rubéfiés et imprégnés en MO puis finalement enrichis en résidus de combustion par bioturbation.

### 3.5. Le foyer XXV

La cuvette identifiée en 382G10 est documentée par deux lames minces de 60*45mm réalisées à partir du prélèvement RGT11 F11a. Les deux lames (RGT11 F XIa (a) et (b) ; Figure V.55) documentent l'encaissant de la cuvette ([1]) ainsi qu'une partie de son comblement ([2])[1].

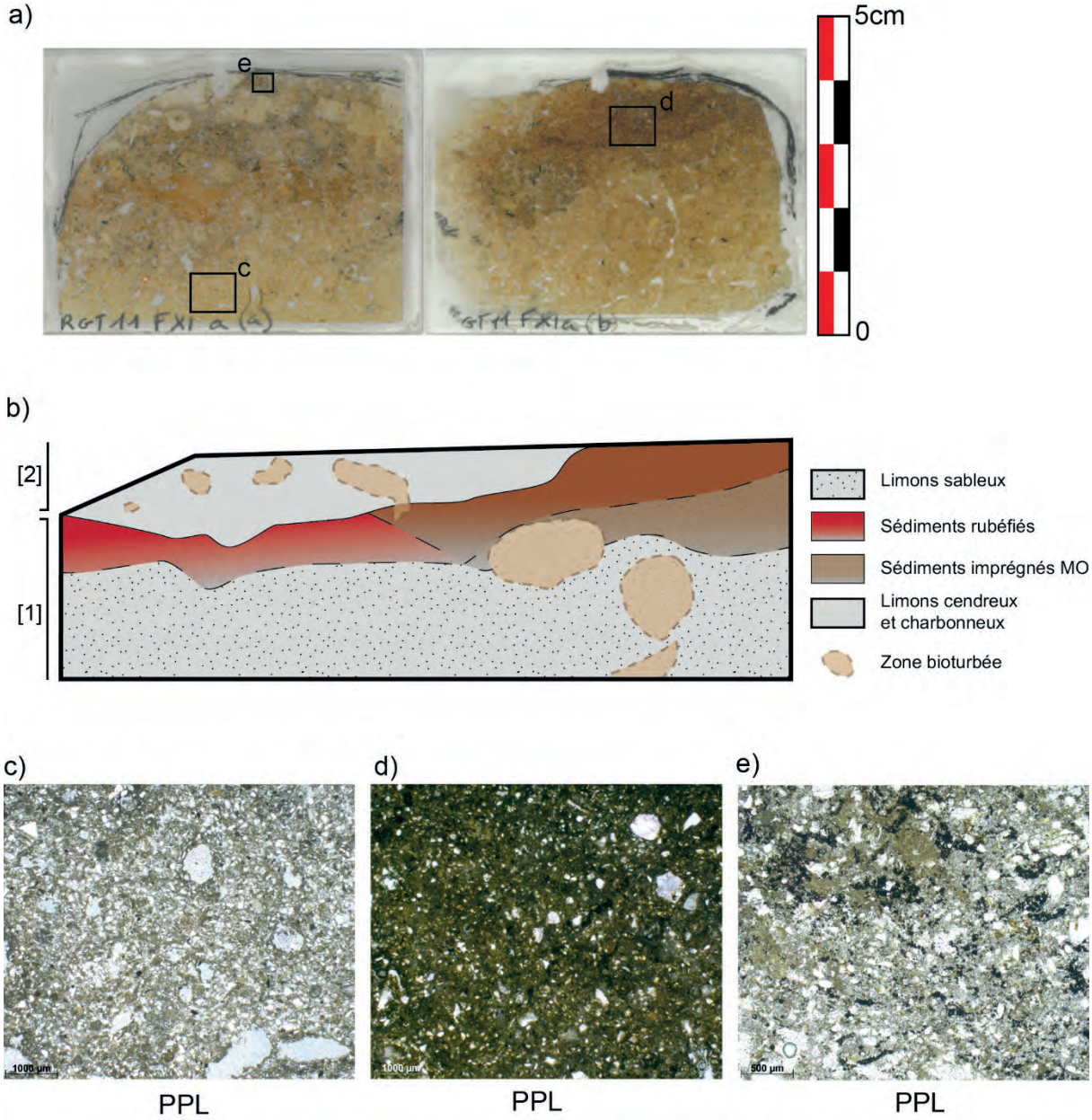



**Figure V.55:** Régismont-le-Haut, F XXV, lames minces RGT11 F XIa (a) et (b). a) Scan numérique des lames minces et localisation des microphotographies. b) Schéma descriptif des principaux faciès et traits observés. c) Limon sableux massif ; assemblages porphyriques ; porosité essentiellement canaliculaire. d) Limons sableux rubéfiés et imprégnés ; assemblages porphyriques ; comblement cendreux et charbons fréquents. e) Limons mêlés de cendres et charbons ; assemblages porphyriques ; fréquents chenaux comblés.

1 Ces deux lames minces présentent malheureusement de nombreux artefacts liés à leur réalisation, et notamment des inclusions d'abrasif dans la résine. La lame mince RGT11 F XIa (b) est également un peu épaisse, ce qui explique la piètre qualité des illustrations qui en découlent.

### 3.5.1. L'encaissant (faciès [1])

- *Microstructure et assemblage*

Le faciès encaissant a une microstructure massive. L'assemblage des constituants est de nature porphyrique, et la porosité (7 à 9%) est essentiellement canaliculaire (Figure V.55c).

- *Constituants*

Ce faciès est formé de sables limoneux. Les constituants grossiers sont majoritairement des sables fins à très fins de quartz (50-300µm). Quelques éléments de taille plus importante (500-1500µm) et de nature calcaire sont également à signaler. Les constituants fins sont de nature argilocarbonatée, ils présentent une b-fabrique de type calcitique indifférenciée. Le rapport C/f estimé est d'environ 20/80. Des charbons de bois, dans des états très variables, sont présents dans la masse, mais plus souvent associés à la porosité (Figure V.56). Ceux-ci sont plus abondants en haut du faciès. Un fragment de silex a également été observé.

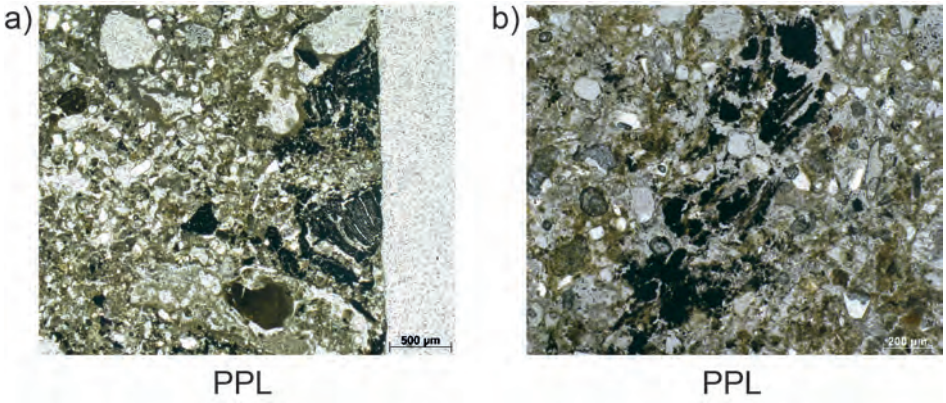



**Figure V.56:** Régismont-le-Haut, F XXV, lames minces RGT13 F XIa (a) et (b). Faciès [1]. a) Fragments de charbon de bois dont la structure interne est encore localement préservée. b) Fragments charbonneux altérés.

- *Traits pédologiques*

Les traits liés à la précipitation de calcite sont fréquents notamment sous la forme d'hyporevêtement de chenaux. Les traits biologiques, tels les creusements de chenaux sont eux aussi fréquents. Cependant leur comblement, par des déjections, n'est que rarement observé. Ils peuvent alors inclure des matériaux rubéfiés.

- *Interprétation*

Ce faciès correspond à des limons sableux dont la microstructure et les constituants correspondent à la formation SJ. Celui-ci a visiblement été localement enrichi en charbons, microcharbons de bois et en matériaux rubéfiés similaires au sommet du faciès et au faciès sus-jacent. La présence d'un fragment de silex atteste également d'un apport de matériel d'origine anthropique dans ce faciès. Les processus pédologiques, en lien avec l'activité biologique notamment, expliquent ces incorporations (Kooistra et Pulleman, 2010).

### *3.5.2. Altération du sommet du faciès [1]*

- *Description*

Le sommet du faciès [I] présente une certaine variabilité du fait de deux principaux phénomènes:

- D'une part, il peut présenter une teinte légèrement orangée à l'œil nu liée à une oxydation de la micromasse confirmée par la teinte orangée en OIL (Figure V.57a).
- D'autre part, une imprégnation de la micromasse résultant en une teinte brunâtre est observable en PPL. Cet assombrissement de la masse est également perceptible en OIL, indiquant une probable nature organique (Figure V.57b).

Ces deux traits peuvent de plus se superposer comme c'est notamment le cas dans la partie droite du prélèvement (Figure V.57c). Dans ce secteur, l'imprégnation organique recouvre et dépasse le faciès oxydé et affecte le SJ naturel sous-jacent (Figure V.55).

Les charbons de bois sont abondants, mais présentent un état dégradé et fragmenté ne permettant le plus souvent pas d'observer des structures végétales claires. Des comblements calcitiques microcristallins (micrite/microsparite) de la porosité canaliculaire sont fréquents, en particulier dans la zone où est observée une imprégnation organique (Figure V.58). De rares fragments d'os (200-300µm) de couleur beige sont présents à proximité du sommet du faciès.

- *Interprétation*

Le sommet du faciès [1] présente une oxydation de la micromasse qui traduit son altération thermique (Wattez, 1992; Aldeias *et al.*, 2016a). Le contact avec l'encaissant est dégressif, indiquant que nous sommes bien face à une sole de foyer installé à même la formation SJ. La répartition de ce trait correspond bien à la cuvette observée sur le terrain. Cette altération thermique semble cependant relativement peu intense dans la mesure où les sédiments oxydés ne sont affectés que de manière limitée (teinte orangée en OIL) et que les matériaux grossiers calcaires ne sont qu'exceptionnellement altérés (Wattez, 1992).

Une partie de ce faciès thermoaltéré est cependant recouvert par un trait imprégnatif (notamment à droite des lames minces) lui donnant une teinte plus brune. Cette imprégnation est le fait de matières organiques amorphes. Sa répartition verticale avec une baisse de concentration en profondeur semble indiquer une mise en place par percolation *via* la porosité à partir de la surface.

De nombreux résidus de combustion sont présents au niveau de ce faciès, il s'agit notamment de fragments de charbons de bois dégradés. Ils sont associés à des comblements calcitiques de la porosité qui évoquent la présence de matériaux cendreux recristallisés (*e.g.* Schiegl *et al.*, 1996 ; Karkanas *et al.*, 2007). De rares fragments d'os, *a priori* peu ou pas chauffés, sont observés en haut du faciès.

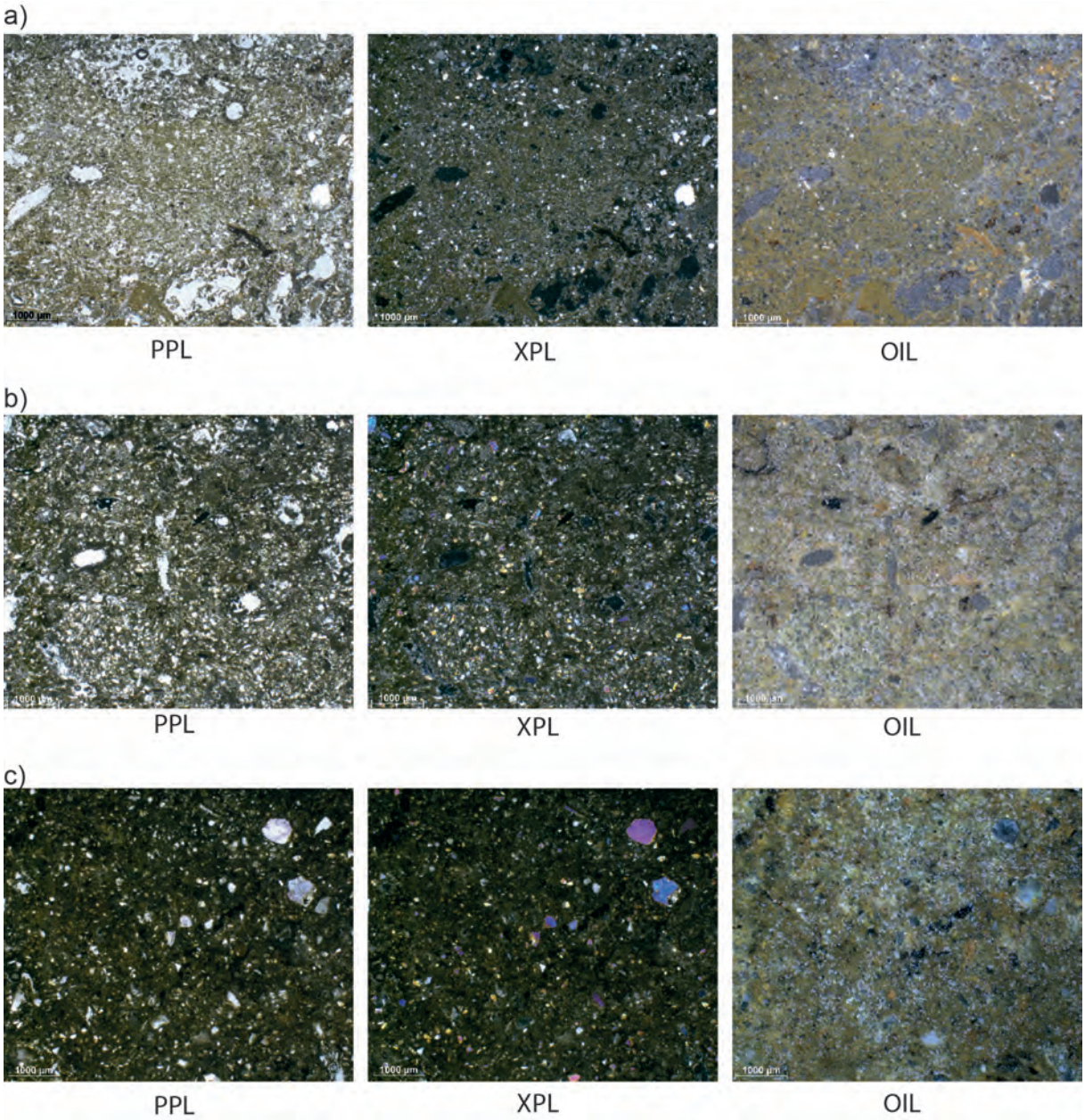



**Figure V.57:** Régismont-le-Haut, f XXV, lames minces RGT13 F XIa (a) et (b). Sommet du faciès [1]. a) Rubéfaction liée à l'oxydation de la micromasse. b) Brunification liée à l'imprégnation de la micromasse. c) Rubéfaction et brunification de la micromasse.

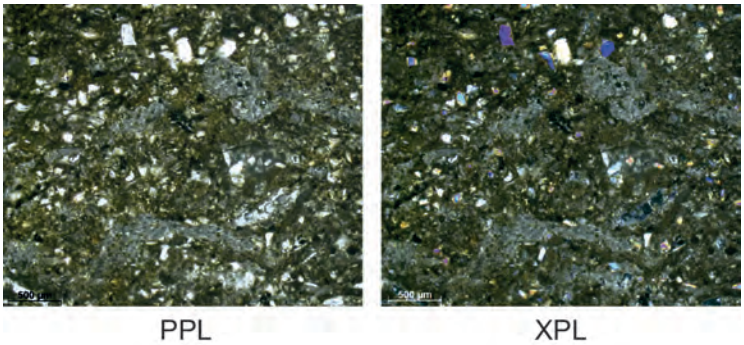



**Figure V.58:** Régismont-le-Haut, F XXV, lames minces RGT13 F XIa (a) et (b). Sommet du faciès [1]. Comblements calcitiques micritiques et microsparitiques des chenaux au sein des sédiments rubéfiés et imprégnés.

### *3.5.3. Le faciès [2]*

- *Microstructure et assemblage*

La microstructure de ce faciès est relativement massive bien que la porosité, notamment canaliculaire, soit abondante (7%). L'assemblage des constituants est le plus souvent de type porphyrique.

- *Constituants*

Les constituants grossiers sont composés de sables fins à très fins de quartz auxquels s'ajoutent de rares éléments calcaires. La fraction fine se compose de matériaux limonoargileux carbonatés. La distribution relative C/f de ces constituants est évaluée à 10/90. Des plages de matériaux calcitiques micritiques ou microsparitiques sont très abondantes (Figure V.59). Des charbons de bois altérés et fragmentés (20-100 µm le plus souvent) sont également très abondants dans cette fraction (Figure V.59). Quelques fragments d'os (300 µm) sont également observés.

- *Traits pédologiques*

Les traits liés à l'activité biologique sont bien marqués dans ce faciès, sous la forme de creusement et de comblement de chenaux. Ces comblements reprennent à la fois des matériaux naturels de la formation SJ et des matériaux dont la micromasse est oxydée ou enrichie en MO amorphe (Figure V.60).

- *Interprétation*

Ce faciès présente une limite inférieure relativement nette avec le faciès sous-jacent, malgré des traces évidentes de brassage entre les deux. Il correspond au mélange de matériaux sablolimoneux, apparenté à la formation SJ, avec des résidus de combustion charbonneux et cendreux (et dans une moindre mesure des restes osseux). Ces résidus de combustion sont relativement dégradés. Dans le cas des charbons cela se traduit par une fragmentation importante conduisant à la présence de microcharbons arrondis ne présentant plus de structure identifiable. Ce phénomène peut résulter de piétinements ou de bioturbations (Huisman *et al.*, 2012).Cependant, dans la même étude, il est proposé que l'association de cendres et de charbons puisse conduire à une forte dégradation de ces derniers. En effet, les cendres peuvent localement augmenter le pH du sol où elles sont enfouies, ce qui pourrait induire des conditions défavorables à la préservation des charbons. Les traces de cendres sont abondantes dans ce faciès et se présentent sous la forme de recristallisations de calcite microcristalline (Schiegl *et al.,* 1996 ; Karkanas *et al.,* 2007). Plus rarement des comblements d'allures cytomorphiques dans la porosité pourraient indiquer la formation de nouveaux traits à partir de cet abondant matériau calcitique par dissolution/précipitation en lien avec l'activité racinaire (Jaillard *et al.,* 1991 ; Verrecchia *et al.,* 1995 ; Loisy *et al.,* 1999 ; Verrecchia, 2002 ; Gobat et Le Bayon, 2013 ; Albrecht et Verrecchia, 2013).

Ces différents matériaux sont organisés de manière relativement homogène bien que des zones de plus forte concentration de l'un ou l'autre des constituants soient perceptibles. La présence de traits biologiques bien marqués indique que ce faciès a au moins en partie été brassé par l'activité mésofaunique (Kooistra et Pulleman, 2010). Des matériaux rubéfiés et/ou imprégnés de MO y sont également incorporés et correspondent à ceux du faciès sous-jacent.

Compte tenu du contexte, ce faciès résulte probablement du mélange des résidus de combustion du foyer XXV localisés dans une légère dépression avec les sédiments colluviaux de la formation SJ qui sont venus les recouvrir.

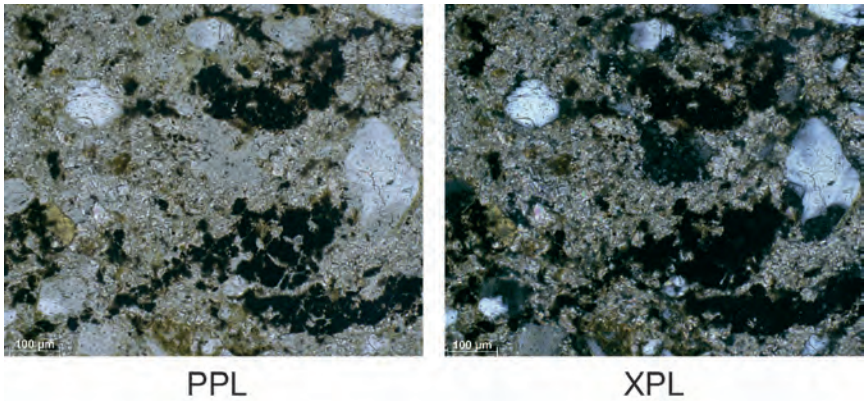



**Figure V.59:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 F XIa (a) et (b). Faciès [2]. Mélange de constituants sableux et limoneux avec des matériaux charbonneux et cendreux.

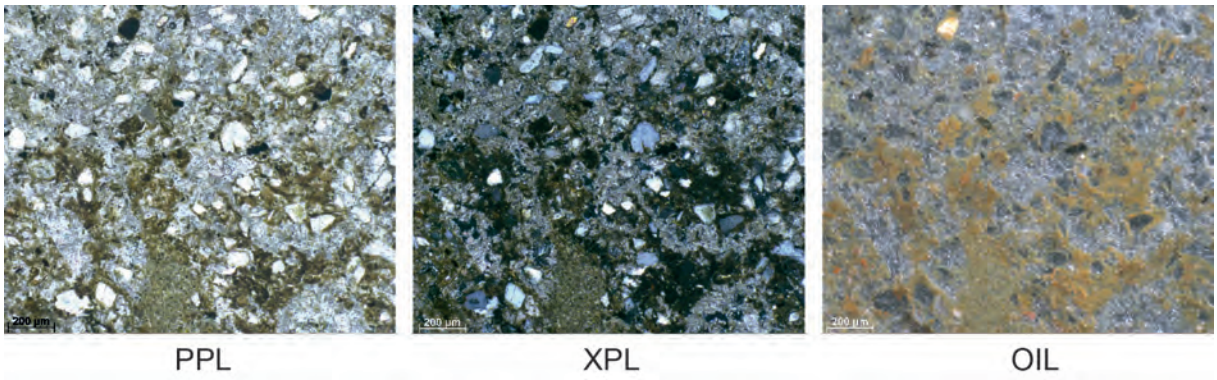



**Figure V.60:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 F XIa (a) et (b). Contact des faciès [1] et [2]. Contact entre les deux faciès rendus diffus par les processus post-dépositionnels (bioturbation). Les matériaux rubéfiés et imprégnés du faciès [1] sont progressivement intégrés au faciès [2] et vice versa. Les traits liés à la calcite se concentrent également au niveau de la porosité avec notamment des comblements de cristaux de calcite quadrangulaire (env. 50µm).

### *3.5.4. Synthèse*

L'étude du prélèvement RGT11 FXIa a permis de mettre en évidence la présence d'une structure de combustion primaire (foyer XXV) au sein de la cuvette du m$^2$ 382G10. La faible intensité de la rubéfaction ayant affecté le sédiment encaissant, ainsi que son imprégnation par de la MO amorphe expliquent que ce foyer n'ait pas été reconnu comme tel sur le terrain.

La sole du foyer est marquée sur le fond et la paroi de la cuvette par la rubéfaction peu importante de la fraction fine de l'encaissant. Cette altération thermique est en partie masquée par la mise en place d'une imprégnation de MO amorphe qui la recouvre et parfois l'outrepasse. À partir de nos observations micromorphologiques, l'origine de cette MO demeure incertaine. Toutefois sa répartition semble écarter la possibilité d'une altération de MO héritée, par exemple d'origine végétale incorporée à l'encaissant. Compte tenu des résultats expérimentaux décrits préalablement (cf. Partie IV.2.4.3, Partie IV.2.5.3, Partie IV.3.4.2 et Partie IV.3.4.3), ce type d'organisation pourrait correspondre à un foyer ayant impliqué de l'os comme combustible ou la cuisson de viande et où de la MO animale percole dans les sédiments sous-jacents.

La présence de résidus de combustion abondants est l'une des spécificités du foyer XXV. Du fait de sa configuration en cuvette, des matériaux charbonneux et cendreux sont présents à la surface du foyer. Bien que ceux-ci aient subi des processus post-dépositionnels importants, il est tentant d'y voir les traces du fonctionnement du foyer en position primaire. Quelques micro-restes osseux ont été observés, mais paraissent peu ou pas chauffés. La possibilité de l'utilisation d'os en tant que combustible principal semble donc minime.

### 3.6. Le foyer XII

Le foyer XII est documenté par quatre lames minces de grand format (140*70 mm) dont deux (RGT14 79F11 N et S) sont inédites et seront présentées ici en détail. Les deux autres (RGT02 E2 F XII 1 et RGT03 F XII 2) ont auparavant été étudiées par F. Sellami (Rapports RGT 2005 et 2006) puis par nous même (Lejay, 2012), et seront réévaluées plus succinctement ici. Les données issues de ces dernières seront toutefois mobilisées lors des discussions et interprétations.

Quatre principaux faciès sont distingués au sein du foyer XII (Figure V.61) :

- Un premier ensemble regroupé au sein du faciès [1] correspond à la formation encaissante et à ses variations. Il est notamment bien observable sur les lames RGT14 79F11 N et S, tandis que sur les deux autres lames l'encaissant n'est que peu représenté. L'altération thermique du sommet de ce faciès est nettement observable sur les lames RGT14 79F11 N et S et dans une moindre mesure en RGT03 F XII 2.
- Un faciès de sédiments rubéfiés enrichis en résidus de combustion, auxquels s'ajoute parfois de la MO amorphe brunifiée, recouvre le faciès précédent. Ce faciès [2] est notamment bien perceptible sur les lames RGT02 E2 F XII 1, RGT 03 F XII 2 et RGT14 79F11 N.
- Celui-ci est couvert par les sédiments rubéfiés orangés du faciès [3] observables sur les lames RGT14 79F11 N et Set RGT03 F XII 2. Il est sans doute présent au sommet de RGT02 E2 F XII 1, mais en raison de l'amincissement trop prononcé de la lame mince à ce niveau, celui-ci est difficilement observable.
- Enfin un dernier faciès [4] correspond au recouvrement des faciès précédents par un nouvel apport de sédiment. Il est bien perceptible sur les lames minces RGT14 79F11 N et S.

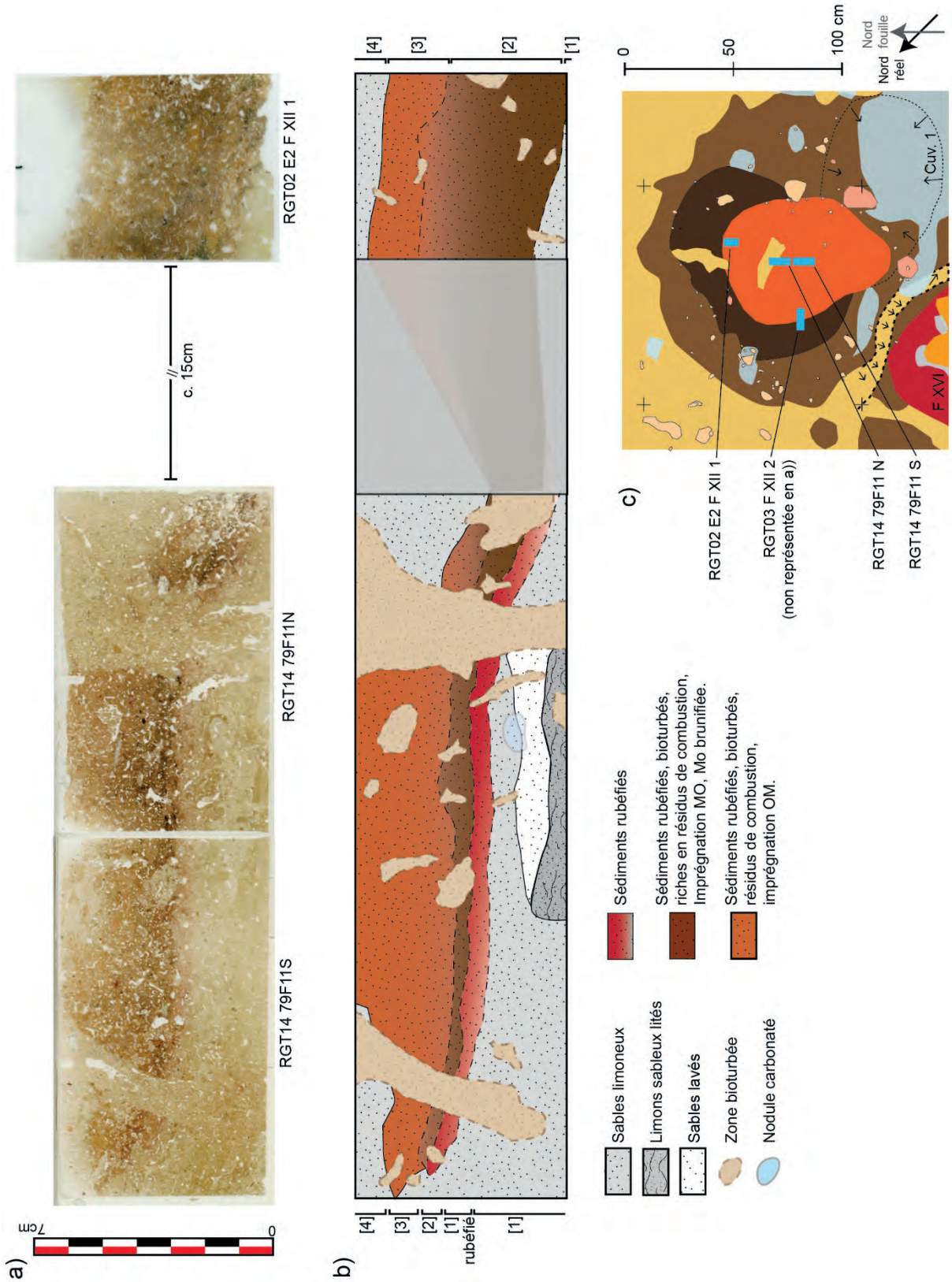



**Figure V.61:** Régismont-le-Haut, lames minces RGT02 E02 F XII (1), RGT14 79F11 N et S. a) scan numérique des lames minces. b) Schéma descriptif des principaux faciès et traits observés. c) Localisation des prélèvements (voir Figure V.25 pour la légende détaillée).

### 3.6.1. L'encaissant (faciès [1])

- *Microstructure et assemblage*

La microstructure du faciès [1] est massive, avec cependant une porosité essentiellement canaliculaire comprise entre 6 et 8%. Dans les zones riches en constituants fins, de fins litages peuvent être observés. L'assemblage des constituants est principalement de type porphyrique lâche. Cependant, en raison de la distribution variable des constituants, certaines zones se rapprochent des types monique ou enaulique.

- *Constituants*

La fraction grossière se compose majoritairement de sables fins à très fins de quartz (50-200µm) avec de rares éléments plus grossiers (sables moyens à graviers) où se retrouvent des matériaux calcaires notamment. Certains de ces éléments calcaires présentent une teinte localement orangée en OIL, indiquant leur oxydation partielle. La fraction fine se compose quant à elle de matériaux argilo-limoneux carbonatés. Sa couleur est brune à grise en PPL, tandis qu'en OIL elle est jaune pale. En XPL, sa b-fabrique est de type cristallique calcitique. Quelques particules opaques sont également présentes au sein de la micromasse. Ces deux classes de constituants se distribuent de façon variable tant sur le plan vertical qu'horizontal, ce qui contribue à donner au faciès [1] un aspect hétérogène. Le plus souvent, il s'agit de limon sableux (C/f ~20/80) ou de sables limoneux (C/f ~40/60), mais par endroits de fortes concentrations de limons quasiment purs, de sables lavés ou des passées graveleuses sont également observées (Figure V.62).

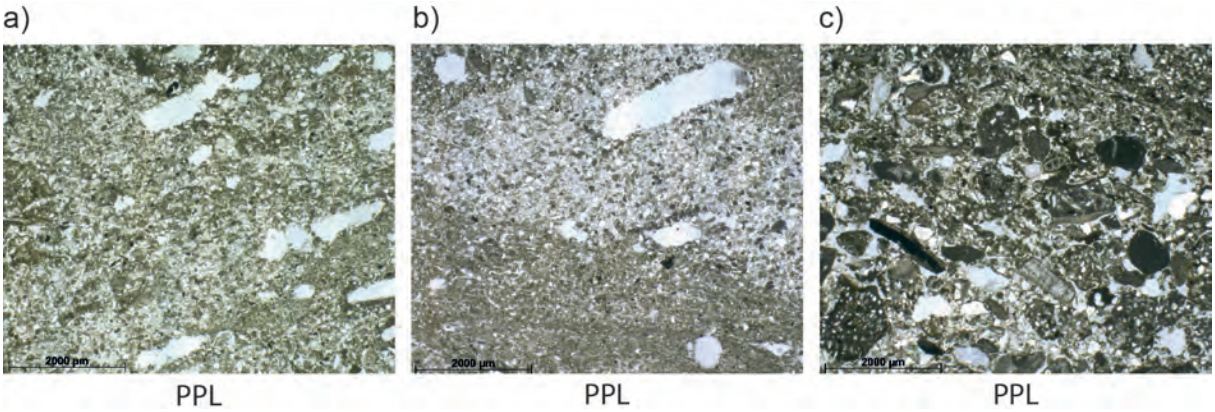



**Figure V.62:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT14 79F11 S. Variabilité du faciès [1]. a) sables limoneux. b) Sables lavés reposant sur des limons finement lités. c) Passée de sables grossiers et graviers calcaires.

- *Traits pédologiques*

L'activité biologique (faune du sol, racine) a occasionné la formation de chenaux au sein de la masse. Dans de rares cas, ceux-ci sont plus ou moins comblés par des pelotes de déjection. Les constituants de ces comblements sont identiques à ceux décrits plus haut, mais présentent dans de rares cas une teinte orangée en OIL indiquant la présence de matériaux fins légèrement oxydés. Les traits liés à la calcite se résument à des hyporevêtements des chenaux. La formation de nodules est peu fréquente.

- *Interprétation*

Ce faciès correspond à des sédiments dont la microstructure et les constituants se rattachent à la formation SJ. L'orientation des prélèvements 79F11 N et S permet de documenter la variabilité latérale de la répartition des constituants au sein de cette formation. Celle-ci se révèle être aussi importante que celle constatée sur le plan vertical dans le prélèvement 39F11 (cf. Partie V.3.1). Elle pourrait traduire sur le plan micromorphologique les phénomènes de ravinement localisés expliquant la discontinuité des faciès observés sur le terrain (voir Sellami *in* Rapport RGT 2000 par exemple).

Les processus pédologiques, que ce soient l'activité biologique ou ceux se traduisant par des traits calcitiques, ne sont pas extrêmement développés. Il s'agit donc *a priori* d'un niveau de sol relativement peu évolué. Des sédiments rubéfiés sont parfois observés en comblement de la porosité, mais leur présence s'explique par la reprise par la mésofaune de matériaux provenant des faciès sus-jacents.

### *3.6.2. Sommet rubéfié du faciès [1]*

- *Description*

Le sommet du faciès [1] présente une oxydation de la fraction fine argilocarbonatée. Cette altération se manifeste notamment par une teinte orangée de la fraction fine en OIL (FIG 52) observable sur une épaisseur de 5 à 10 mm. Cette oxydation est dégressive de haut en bas. Le contact inférieur avec le faciès encaissant non altéré est diffus (Figure V.63).

De rares graviers calcaires présentent des réseaux de fracturations et une coloration périphérique noirâtre (en PPL ; Figure V.64), qui les démarquent de ceux observés dans le faciès sous-jacent.

La structure et les constituants du faciès altéré sont similaires à ceux du faciès sous-jacent, à l'exception de quelques comblements calcitiques de la porosité canaliculaire. Il s'agit de cristaux de calcite (sparite) à fabrique interne radiale et de dimensions comprises entre 80 et 140 µm. Ceux-ci ne présentent pas de traces d'organisation au sein des chenaux où ils sont observés. De rares fragments d'os, de teinte beige (en PPL), avec quelques ponctuations brunâtres, un liseré noirâtre et quelques fissurations sont également à signaler. L'activité biologique se manifeste par le creusement de chenaux et par leur comblement. Ce processus conduit à l'incorporation de matériaux ne présentant pas de traces d'oxydation.

- *Interprétation*

La teinte rougeâtre du sommet du faciès [1] s'explique par l'oxydation de sa fraction fine résultant de son altération thermique. Le caractère dégressif en profondeur, le contact diffus avec le faciès sous-jacent ainsi que la similarité des constituants et de la microstructure indiquent que nous sommes face à un faciès caractéristique d'une sole de foyer en place (Wattez, 1992). Quelques éléments calcaires présentent également des traces de chauffe. Ces différentes observations, ainsi que l'absence d'altération des quartz et de la microstructure semblent indiquer que la température au sein de ces sédiments était relativement modérée, *a priori* inférieure a 500°C (Wattez, 1992).

Quelques éléments permettent d'évoquer les combustibles impliqués (présence de cendres recristallisées, fragment d'os légèrement chauffé). Toutefois ce type de restes est peu fréquent, et surtout leur association directe avec le fonctionnement de la sole n'est pas assurée. Les cendres par exemple se retrouvent au sein de chenaux, ce qui indiquerait une recristallisation en position secondaire, sous forme de cellules racinaires calcifiées (Becze-Deák *et al.,* 1997 ; Durand *et al.,* 2010). De plus, ces cristaux semblent peu organisés entre eux, ce qui indique leur perturbation ultérieure.

Malgré tout, cette sole semble globalement peu perturbée. En effet, hormis les quelques chenaux et comblement de chenaux venant y intégrer des matériaux non altérés, les traits biologiques sont limités et ceux liés à la calcite demeurent peu fréquents.

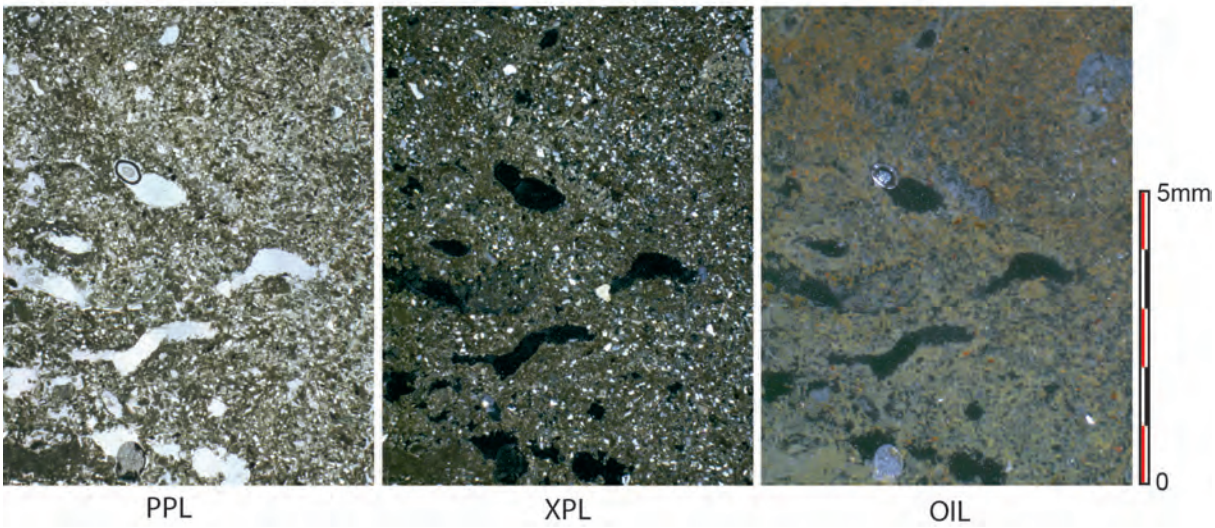



**Figure V.63:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT14 79F11 S. Sommet rubéfié du faciès [1] (assemblage de microphotographies).

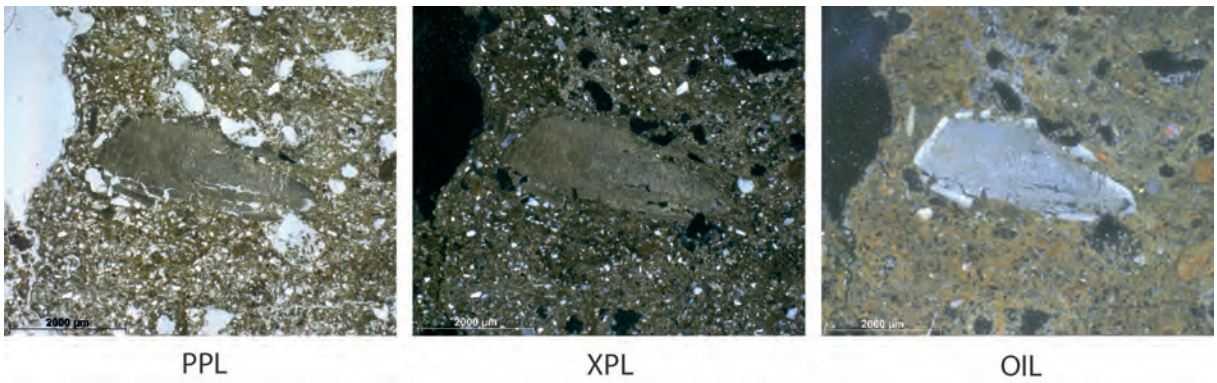



**Figure V.64:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT14 79F11 S. Gravier calcaire chauffé du sommet rubéfié du faciès [1].

### *3.6.3. Faciès brun intermédiaire [2]*

- *Microstructure et assemblage*

La microstructure de ce faciès est relativement massive (Figure V.65), mais du fait d'une abondante porosité sous forme de chenaux, et de leur comblement, une microstructure canaliculaire et/ou granulaire peut être évoquée par endroit. La porosité mesurée au sein de ce faciès sur la lame RGT02 E2 FXII 1 est de 11%. L'assemblage des constituants est majoritairement de type porphyrique (Figure V.65).

- *Constituants*

Les constituants grossiers sont similaires à ceux décrits pour le faciès [1], à savoir des sables de quartz principalement et quelques éléments calcaires de dimensions plus importantes. La fraction fine est de nature limoneuse et argilocarbonatée, avec une b-fabrique cristallique calcitique. Malgré cette parenté avec le faciès sous-jacent, la fraction fine du faciès [2] s'en distingue en raison de sa teinte brune en PPL, de sa moindre réfringence en XPL et de sa teinte orangée à brune en OIL (Figure V.65). Par endroits, celle-ci présente des zones brun foncé en PPL et en XPL, noirâtres en OIL (Figure V.65).

Cette différence de teinte s'explique en partie par la présence de fines particules noires en PPL (Figure V.66a) et opaques en OIL. Cependant en raison de leur faible taille (<40 µm), il est impossible de distinguer leur structure. Quelques éléments de ce type de taille plus importante (Lame RGT03 F XII 2 notamment) présentent une structure rappelant celle de charbons de bois fortement dégradés. Par ailleurs, au sein des zones les plus poreuses, la fraction fine est affectée par des imprégnations organiques amorphes (Figure V.66b).

De rares artefacts sont à signaler, notamment des fragments d'os, de couleur beige à brune. Un élément (330 µm) noir en PPL, opaque en XPL et rouge vif en OIL, s'apparente à un matériau très riche en oxyde de fer (Figure V.67).

- *Traits pédologiques*

Les traits biologiques sont fréquents au sein de ce faciès. Il s'agit de creusements et de comblements de chenaux par la mésofaune ou les racines. Ceux-ci induisent un brassage important pouvant localement modifier la microstructure habituellement massive du sédiment au profit d'organisations canaliculaires à granulaires (Figure V.68). Les matériaux de ces comblements peuvent être identiques à ceux environnants ou bien s'apparenter à ceux de la formation SJ naturelle. Les traits liés à la calcite sont fréquents avec notamment la formation d'hyporevêtements. Des masses de calcite micritique (Figure V.66b) ou sparitique sous forme de cristaux d'environ 80 µm de long sont également présentes. Elles se retrouvent au sein des chenaux (Figure V.68) et ne présentent pas (plus) d'organisation particulière. Notons que ce type de traits est généralement associé aux zones présentant des traces abondantes des matériaux organiques amorphes évoqués précédemment (Figure V.66b et Figure V.68).

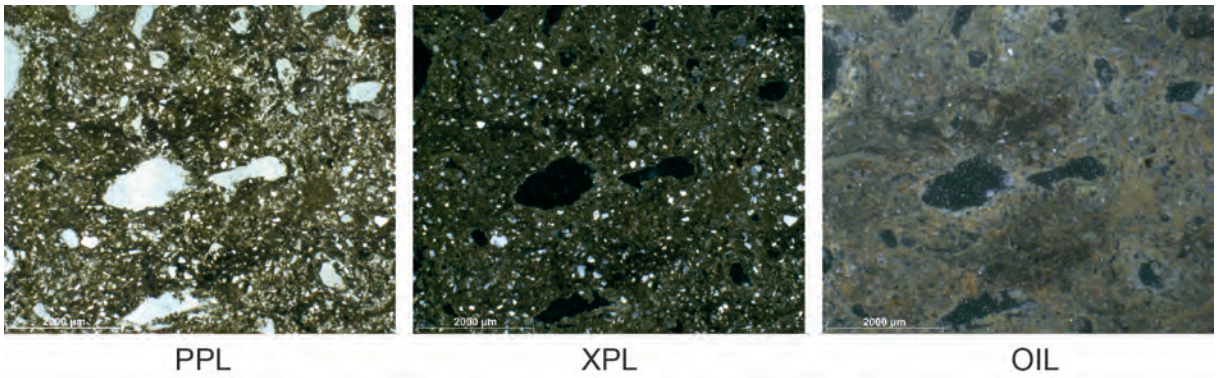



**Figure V.65:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT14 79F11 N. Microstructure massive/canaliculaire du faciès [2].

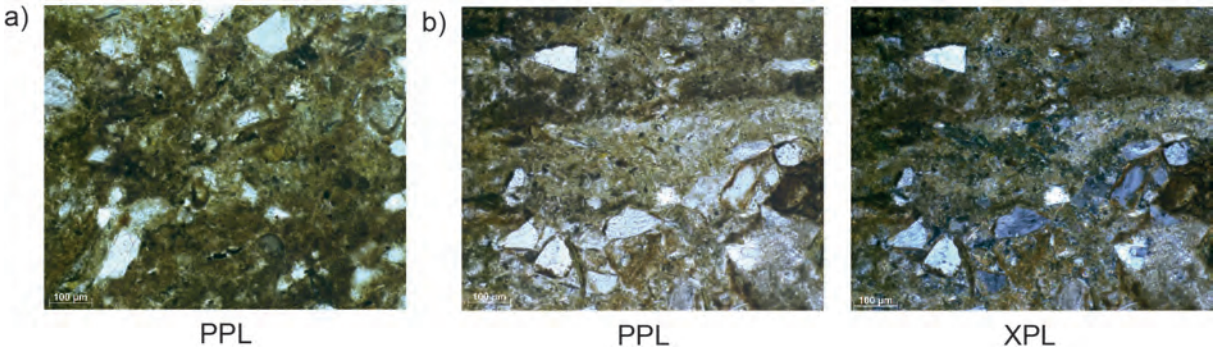



**Figure V.66:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT14 79F11 N. Faciès [2]. a) détails de l'intégration de particules noirâtres au sein de la micromasse. b) Matériaux organiques amorphes et calcite micritique au sein de la porosité.

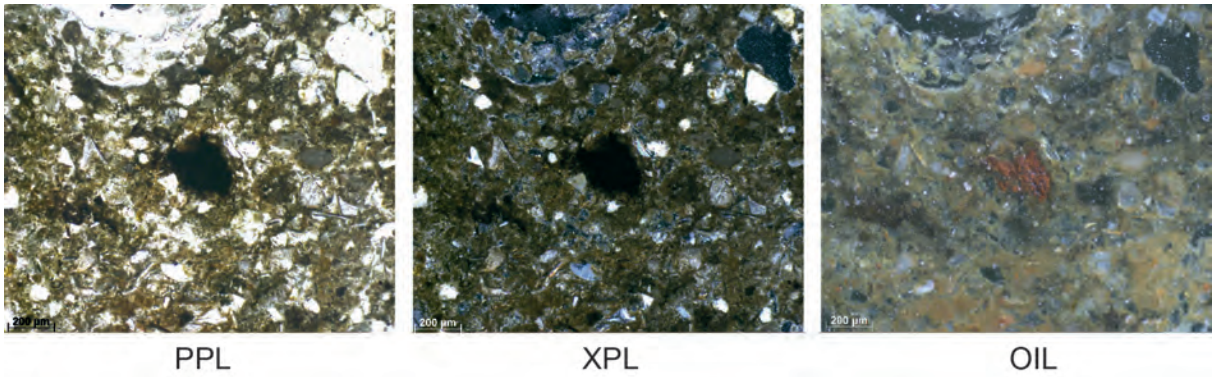



**Figure V.67:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT14 79F11 N. Oxyde de fer (Matière colorante ?) dans le faciès [2].

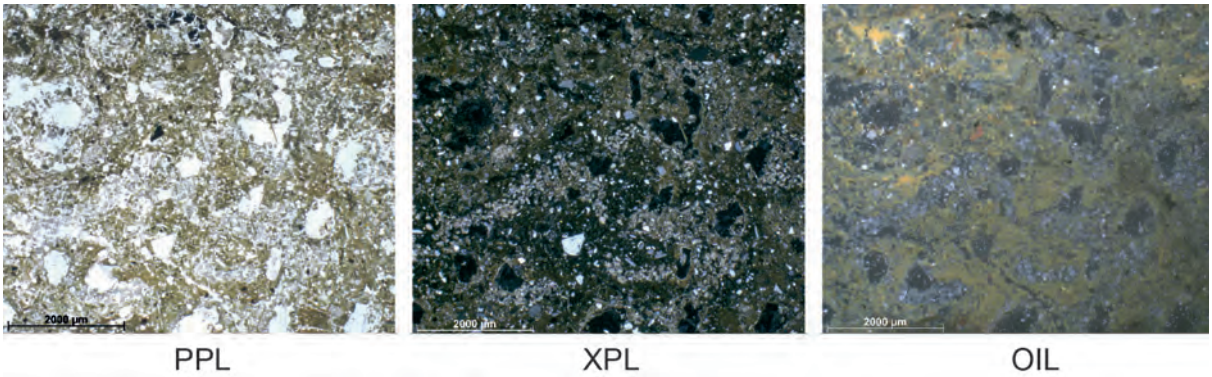



**Figure V.68:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT02 E2 F XII (1).Détails du faciès [2] et notamment de la présence de cristaux de calcite désorganisés au sein de la porosité. Noter également l'imprégnation organique affectant la micromasse se traduisant par une perte de réfringence en XPL et une teinte brunâtre en OIL.

- *Interprétation*

Le faciès [2] présente des matériaux sédimentaires identiques à ceux de la formation SJ. Leur microstructure semble avoir été initialement massive, indiquant une mise en place par les processus habituels au sein de cette formation.

Toutefois, plusieurs différences significatives sont observées :

- La fraction fine argilocarbonatée présente une teinte orangée à brune, indiquant son oxydation et la présence de constituants organiques brunifiés de façon plus ou moins prononcée (Stoops, 2003 ; González-Pérez *et al*.,2004 ; Mallol, 2013a).
- Des particules noires pouvant évoquer des microcharbons sont observées au sein de la micromasse. De rares fragments d'os brûlés ainsi qu'un oxyde de fer pouvant se rapporter aux matières colorantes indiquent des intégrations de matériaux anthropiques.
- Des matériaux jaunâtres à brunâtres (en PPL) sont observés et correspondent à des sédiments imprégnés de matière organique amorphe (Stoops, 2003). Des différences de degrés d'altération thermique peuvent expliquer cette variabilité de l'aspect de ces traits imprégnatifs.
- De la calcite micritique et sparitique est également observée, le plus souvent en association avec les imprégnations de matière organique amorphe, et pourrait indiquer la présence de matériaux cendreux ayant en partie été recristallisés sous forme de calcitisations de cellules racinaires (*e.g.* Schiegl *et al.,* 1996 ; Karkanas *et al.,* 2007).

Par ailleurs, l'activité biologique est importante au sein de ce faciès et se traduit par la formation et le comblement de chenaux. Ces processus ont perturbé la microstructure initialement massive du sédiment, le rendant notamment plus poreux. Il en résulte une microstructure localement granulaire, voire excrémentielle (Kooistra et Pulleman, 2010). Ces processus de bioturbation ont participé à l'intégration à la micromasse des constituants d'origine anthropique évoqués plus haut.

En conséquence, il apparaît que le faciès résulte d'un apport de sédiments limono-sableux similaires à ceux de la formation SJ. Toutefois des constituants d'origine anthropique, évoquant notamment des résidus de combustion (microcharbons, cendres, os brûlés) y sont intégrés. Ces sédiments semblent avoir été par la suite oxydés et avoir subi une imprégnation de matière organique amorphe. Enfin, une bioturbation assez marquée a affecté ce faciès et a conduit localement à des modifications de sa microstructure. De fait, les limites avec les faciès sous et surtout sus-jacents où ces processus se poursuivent sont relativement fugaces.

### 3.6.4. Faciès rubéfié (sole supérieure) [3]

- *Microstructure et assemblage*

La microstructure de ce faciès rappelle celle du faciès sous-jacent. En effet, celle-ci est généralement massive (Figure V.69a), mais présente une porosité canaliculaire importante, et par endroits, du fait de bioturbations, cette microstructure tend vers le granulaire ou l'excrémentiel (Figure V.69b). La porosité mesurée sur les lames RGT14 79F11 S et N dans ce faciès est comprise entre 10 et 13%. L'assemblage des constituants est principalement de type porphyrique.

- *Constituants*

Les constituants du faciès sont très proches de ceux décrits au sein du faciès [2]. On note cependant au niveau de la fraction fine une différence en termes de coloration. Celle-ci est plus orangée en PPL et surtout plus uniformément orangée en OIL (Figure V.69 et Figure V.70). Des zones plus brunâtres (en OIL) sont observées et indiquent une imprégnation de la micromasse par de la MO amorphe (Figure V.70). Celle-ci est cependant nettement moins sombre que ce qui a été observé pour le faciès sous-jacent.

- *Traits pédologiques*

L'activité biologique est bien marquée au sein de ce faciès, comme en témoigne l'importante porosité de ce faciès due à la présence de nombreux chenaux. Le creusement et le comblement de ces chenaux conduisent localement, notamment au sommet du faciès, à une microstructure excrémentielle caractérisée par d'abondants vides d'entassement entre les déjections. Celles-ci reprennent les mêmes constituants que le reste du faciès (Figure V.69b), mais également parfois des matériaux non altérés apparentés à la formation SJ. Les traits calcitiques sont identiques à ceux décrits pour le faciès [2].

- *Interprétation*

Le faciès [3] est caractérisé par des limons sableux dont les constituants minéraux sont identiques à ceux décrits au sein de la formation SJ. Toutefois, ceux-ci comprennent également les mêmes traces d'apport anthropique que le faciès sous-jacent, notamment sous la forme de résidus de combustion (microcharbons, cendres) bien que les premiers soient moins fréquents que dans le faciès [2].

Les propriétés optiques de la fraction fine indiquent que celle-ci a été oxydée sous l'effet de la chaleur (Wattez, 1992). L'épaisseur des sédiments affectés (jusqu'à 30mm) indique un fonctionnement relativement intense par rapport aux autres faciès de ce type déjà décrits.

La présence de matière organique amorphe est moins marquée dans ce faciès que dans le précédent. Les masses les plus sombres, correspondant à des zones où la MO amorphe a été fortement brunifiée, observées à la base du faciès [2] (Figure V.65) sont ici absentes. Cette MO est malgré tout bien présente sous la forme d'un trait imprégnatif affectant la micromasse comme en attestent sa teinte légèrement brunâtre en OIL et sa perte de réfringence en XPL (Stoops, 2003).

Enfin, tout comme dans le faciès précédent, de nombreuses traces de bioturbation sont observées au sein de ce faciès. L'activité de la faune du sol est mise en avant par les nombreuses déjections présentes dans les chenaux ou intégrées dans la masse. Ce phénomène induit une modification importante de la microstructure initialement massive au profit d'une expression localement plus aérée de type excrémentiel.

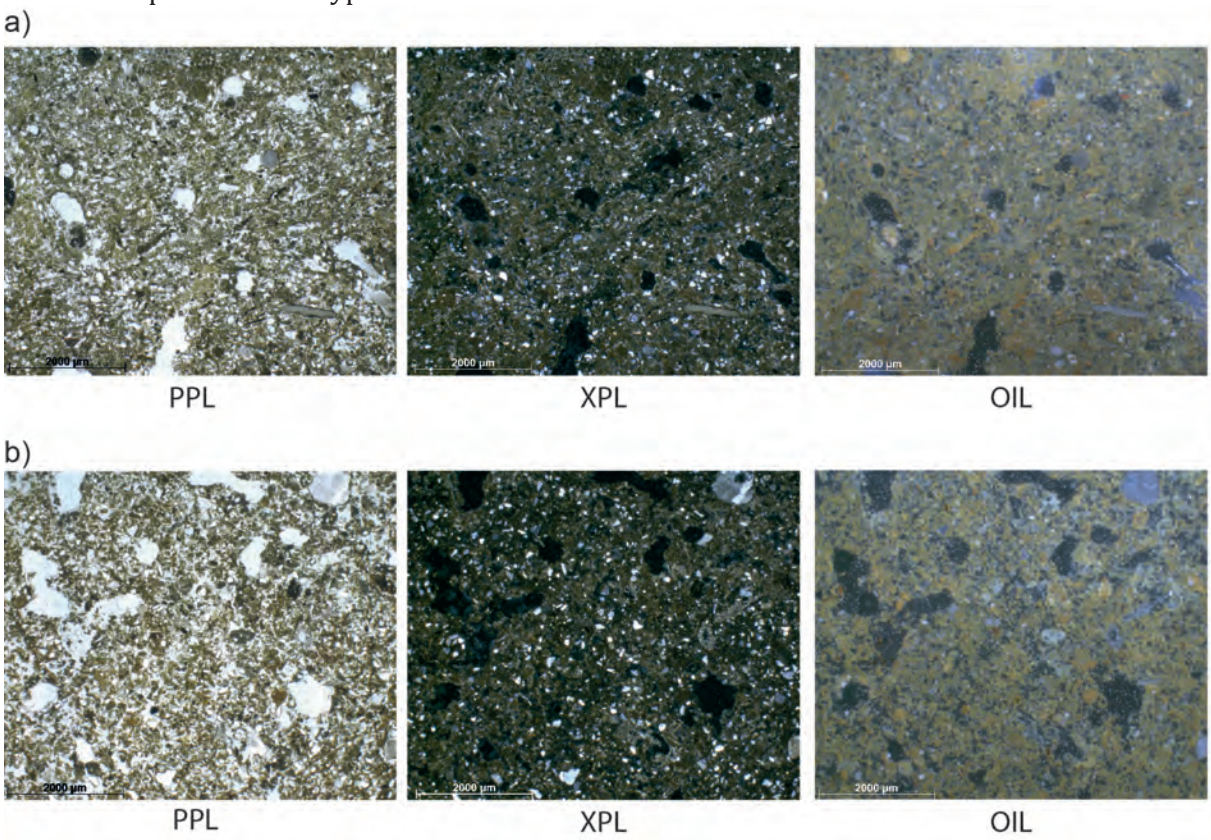



**Figure V.69:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT14 79F11 N. Faciès [3]. a) Microstructure massive à porosité canaliculaire abondante. b) Microstructure excrémentielle constituée par des déjections de mésofaune. Noter l'oxydation de la micromasse observable en OIL.

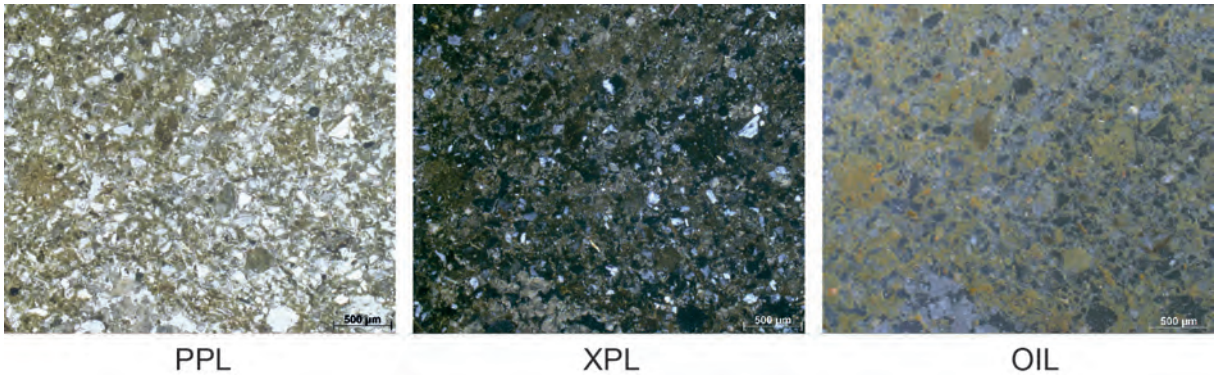



**Figure V.70:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT14 79F11 S. Faciès [3] ; détail de l'imprégnation organique et de l'oxydation de la micromasse. Noter la présence de cristaux de calcite sparitique désorganisée dans la porosité (en bas).

### 3.6.5. Faciès sus-jacent [4] et les traces de perturbation postérieures

- *Microstructure et assemblage*

La microstructure du faciès [4] est relativement massive, malgré une porosité canaliculaire fréquente (Figure V.71). La porosité de ce faciès est estimée à 7% (RGT14 79F11N). Quelques agrégats, par exemple de sédiments fins, sont observés, mais ils sont bien intégrés à la masse et ne justifient pas la distinction de microstructures granulaires par exemple. L'assemblage des constituants est de type porphyrique plutôt lâche.

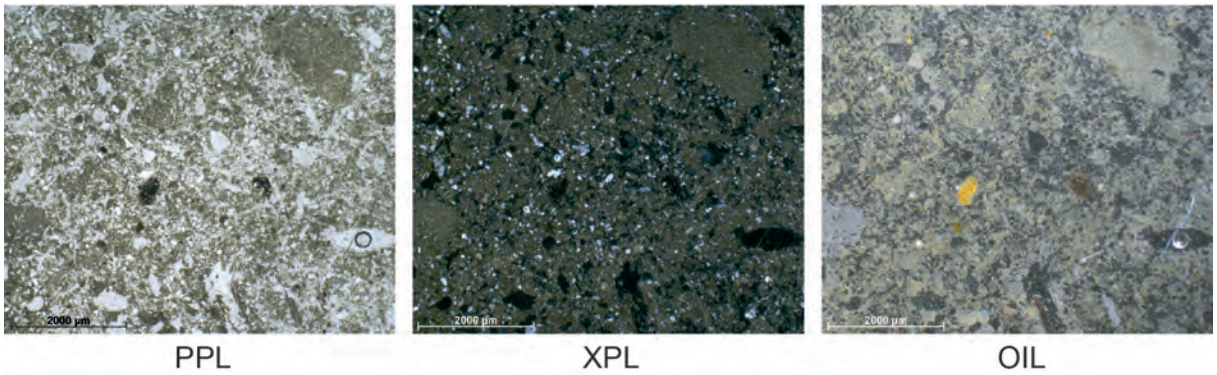



**Figure V.71:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT14 79F11 N. Faciès [4] ; Limons sableux à microstructure massive et canaliculaire. Noter la présence d'agrégats de matériaux fins (en haut à droite) et de matériaux rubéfiés et/ou brunifiés (au milieu).

- *Constituants*

Les constituants de ce faciès sont identiques à ceux observés au sein du faciès [1]. Leur distribution relative (C/f ~10/90) correspond à celle de limons sableux. Quelques agrégats, présentant une teinte sombre en PPL et surtout rougeâtre en OIL indiquant leur oxydation, sont distribués aléatoirement au sein de la masse ou en comblement dans la porosité.

- *Traits pédologiques*

Les traits calcitiques se rapportent principalement à la formation d'hyporevêtements de la porosité canaliculaire. Quelques nodules sont également observés, leurs dimensions sont peu importantes (1.5 à 4mm) et leurs contours diffus et irréguliers. De fréquents chenaux sont observés, toutefois des *passage features* de plus grandes tailles sont également observés (Figure V.61). Leur emprise outrepasse largement le faciès [4] puisqu'ils traversent également les faciès sous-jacents. Leurs comblements sont constitués de matériaux identiques à ceux du faciès [4], mais également d'agrégats de matériaux altérés similaires à ceux des autres faciès. La structure de ces comblements préserve parfois un aspect excrémentiel, mais peut aussi être massive. Dans certains chenaux du faciès, il faut enfin noter la présence de tissus végétaux dégradés.

- *Interprétation*

Ce faciès, venant recouvrir les précédents, présente des matériaux et une structure qui le rattachent à la formation SJ. Toutefois, il intègre des constituants visiblement thermoaltérés qui évoquent la reprise en petite quantité de matériaux issus des faciès sous-jacents.

Les traits pédologiques sont fréquents dans ce faciès. La formation d'hyporevêtements et de nodules calcitiques indique une activité racinaire importante (Weider et Yaalon, 1987 ; Verrachia, 2002) bien que des variations du régime hydrique puissent aussi rentrer en ligne de compte (Kemp, 1995 ; Becze-Deák *et al.*, 1997 ; Durand *et al.,* 2010). L'origine racinaire d'une part de ces traits est confortée par l'observation de fragments de tissus végétaux dans certains chenaux.

Ces traits sont associés à de nombreux traits biologiques évoquant l'activité de la faune du sol. Celle-ci se manifeste par le creusement et le comblement de chenaux qui peuvent atteindre des dimensions importantes (Ø de 1 à 3cm). Certains de ces chenaux viennent tronquer les faciès sous-jacents, expliquant les discontinuités observées sur le terrain.

### 3.6.6. Synthèse

#### 3.6.6.1. Interprétation

L'étude des quatre lames minces provenant du foyer XII a permis de préciser de nombreux points concernant cette structure qui demeure la plus complexe identifiée à ce jour à Régismont-le-Haut.

Une première lecture des éléments présentés ci-dessus conduit à l'interprétation suivante :

Ce foyer est installé sur un sédiment encaissant appartenant à la formation SJ. Il s'agit principalement de limons sableux carbonatés, mais nous avons vu que l'échantillonnage de quatre blocs dans un espace d'un mètre carré mettait en exergue la variabilité latérale existant au sein de cette formation (faciès sableux, limoneux, etc.). Cette hétérogénéité fait écho à la variabilité horizontale observée par exemple dans l'échantillon 39F11 (cf. Partie V.3.1).

Sur ce substrat, sans que nous puissions y déceler de traces évidentes de creusement, une structure de combustion a visiblement fonctionné, occasionnant la rubéfaction du sommet du faciès [1]. La faible épaisseur de sédiment altéré semble indiquer un fonctionnement de faible intensité. Quelques traces de résidus de combustion (cendres, os brûlés) sont observées, mais semblent en position secondaire, ce qui rend leur association directe avec le fonctionnement de cette sole incertaine.

Le faciès [2], identique d'un point de vue sédimentaire, est présent sur ce faciès [1]. Il s'en distingue cependant une forte composante organique correspondant probablement à des résidus de combustion, mais aussi à un phénomène d'imprégnation. On retrouve également des fragments d'os brûlés et de possibles traces de matières colorantes dans ce faciès.

Un apport de sédiments, se rapportant aux matériaux de la formation SJ, vient ensuite recouvrir le tout. Ces sédiments forment le faciès [3] qui présente à la fois une rubéfaction de la fraction fine et une imprégnation organique de la masse. Des résidus de combustion sont également observés, mais en moins grande quantité que dans le faciès [2]. Sur la lame mince RGT03 f XII 2 en particulier l'aspect dégressif en profondeur de la rubéfaction et de l'imprégnation est perceptible. Cette observation supporte l'hypothèse d'une rubéfaction et d'une imprégnation *in situ*, et non la simple reprise de matériaux sédimentaires déjà altérés. En conséquence, il est possible de considérer le sommet du faciès [3] comme un second niveau de sole au sein du foyer XII.

Finalement, un nouvel apport de sédiments apparentés à la formation SJ (faciès [4]) vient couvrir les ensembles précédents. Ces sédiments présentent des traits pédologiques qui indiquent une bioturbation significative, notamment le creusement de larges chenaux qui viennent tronquer les faciès sous-jacents. L'observation de ces *passage features* confirme les dernières observations de terrain qui faisaient mention de probables « terriers » au sein du foyer. Cela explique en partie la discontinuité entre les différentes US formant le foyer XII et la difficulté à saisir l'organisation initiale de cette structure.

#### 3.6.6.2. *Discussion*

Un certain nombre de points évoqués plus haut demeurent malgré tout sujets à caution.

Il faut avant tout reconnaître que, du fait d'importants processus de bioturbation, les limites entre les différents faciès identifiés sont très diffuses. L'homogénéité des matériaux sédimentaires impliqués accentue encore la difficulté à distinguer les différentes phases de dépôt au sein de cette structure. Par exemple la distinction que nous avons faite entre les faciès [2] et [3] repose essentiellement sur l'abondance variable de matériaux organiques en leur sein.

La publication de travaux expérimentaux récents (Aldeias *et al.*, 2016a) vient également suggérer une nouvelle hypothèse quant à la succession des étapes de fonctionnement pour le foyer XII. L'une de leurs expérimentations en particulier (H10, Aldeias *et al.*, 2016a ; ici Figure V.72) a produit un résultat pouvant rappeler ce qui a été observé au niveau du foyer XII de Régismont-le-Haut.

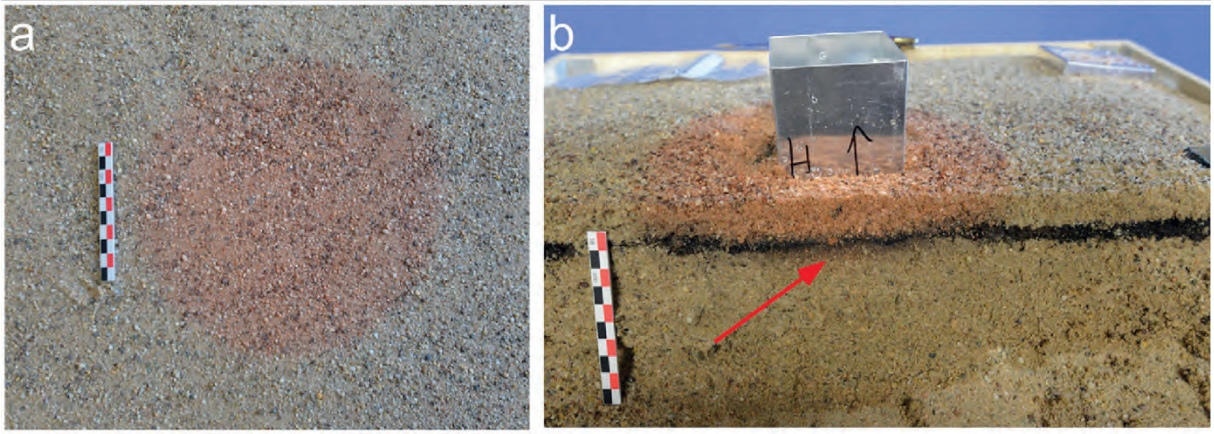



**Figure V.72:** Expérimentation H10 de Aldeias et collaborateurs (2016a : Fig. 5, modifiée). Une couche de matière organique végétale (terreau) a été enfouie sous 2 cm de sables puis une source de chaleur électrique (600°C) a été placée à la surface durant 6h. À 2 cm de profondeur les températures mesurées ont dépassé les 200°C au bout de 1h et atteint un maximum de 400°C au bout de 4h. La matière organique enfouie a été partiellement altérée (brunification, carbonisation) et des plages cendreuses ont également été observées. Noter que la rubéfaction du sédiment dépasse la couche organique (flèche rouge).

Pour résumer, trois hypothèses sont envisageables pour expliquer l'organisation des différents faciès du foyer XII (Figure V.73):

- Un premier foyer a fonctionné au sein d'une dépression. Le sommet du faciès [1] correspondrait à ce qui reste de la sole en place et le faciès [2] à la reprise de la partie supérieure de cette sole, rubéfiée et enrichie en MO par imprégnation, avec des résidus de combustion par bioturbation. Le faciès [3] correspondrait à un comblement de la dépression (par quel agent ?) qui aurait par la suite supporté un second foyer causant une rubéfaction et une imprégnation organique des sédiments. (Hypothèse (1) « 2 foyers, 2 imprégnations »)
- Un premier foyer a fonctionné au sein d'une dépression. Sa sole correspondrait au sommet du faciès [1] et ses résidus au faciès [2]. Cette dépression est comblée, enfouissant les résidus de combustion du faciès [2], par un apport de sédiment (agent ?). Un foyer est installé sur cette nouvelle surface, rubéfie le sédiment et occasionne une imprégnation de matériaux organiques amorphes au travers du faciès [3] et jusqu'au faciès [2]. (Hypothèse (2) « 2 foyers, 1 imprégnation »)

- Une dépression contenant des matériaux organiques (résidus de combustion ?, végétaux ?) est comblée par un apport de sédiment (agent ?). Un foyer est installé sur cette surface. Son fonctionnement est suffisamment soutenu pour rubéfier à la fois les faciès [3], [2], et [1] et occasionné une imprégnation organique des faciès [3] et [2], et éventuellement altérer les constituants végétaux du faciès [2]. (Hypothèse (3) « Aldeias H10 »)

En l'état il semble difficile de trancher entre les deux hypothèses « classiques » de deux foyers successifs et l'hypothèse « Aldeias » impliquant un seul foyer. Notons cependant que si le fonctionnement de la sole inférieure du foyer XII peut apparaître comme incertain, il n'en demeure pas moins qu'un abondant mobilier archéologique atteste de l'utilisation des abords de cet espace avant le comblement de la dépression.

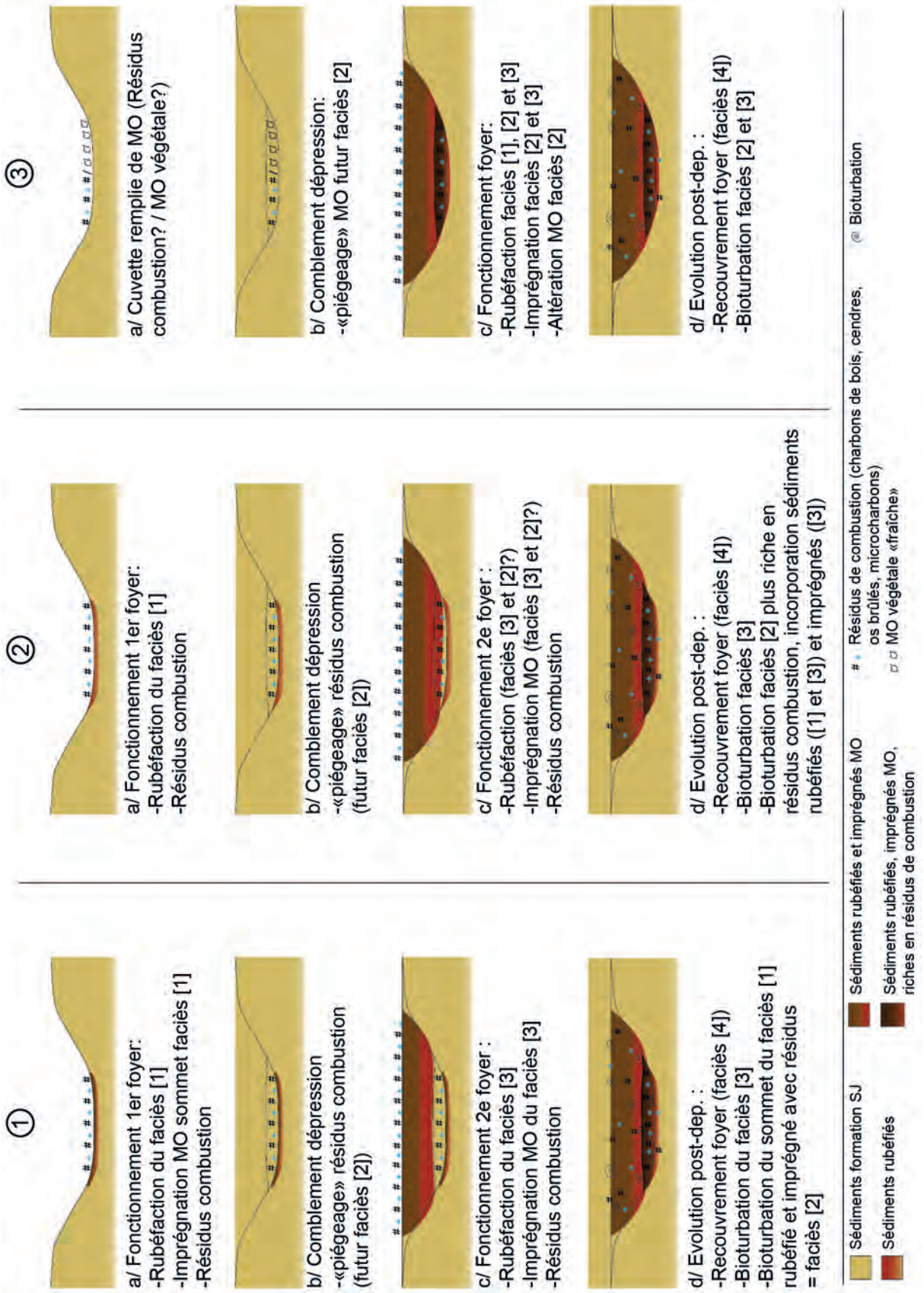



**Figure V.73:** Hypothèses de fonctionnement du foyer XII et de mise en place de ses différents faciès.

### 3.7. Le foyer XVI

Le foyer XVI est documenté par deux lames minces de grand format (140*70mm) réalisées à partir des blocs RGT13 FXVI (1) et (2). Quatre faciès ont été distingués (Figure V.74a).

- Le premier [1] correspond à l'encaissant observable sur les deux lames.
- Il est toutefois localement rubéfié ([1]rubéfié) au niveau de son sommet comme on peut l'observer sur la lame RGT13 XVI (1).
- Un faciès de sédiments rubéfiés enrichis en résidus de combustion [2] auxquels s'ajoute parfois de la MO amorphe brunifiée recouvre le faciès précédent. Ce faciès est observable uniquement sur la lame RGT13 FXVI (1).
- Le faciès [3] se présente sous la forme de sédiment orangé, enrichi en résidus de combustion. Il recouvre le faciès [2] sur la lame RGT13 FXVI (1) et le faciès [1] sur la lame RGT13 F. XVI (2).

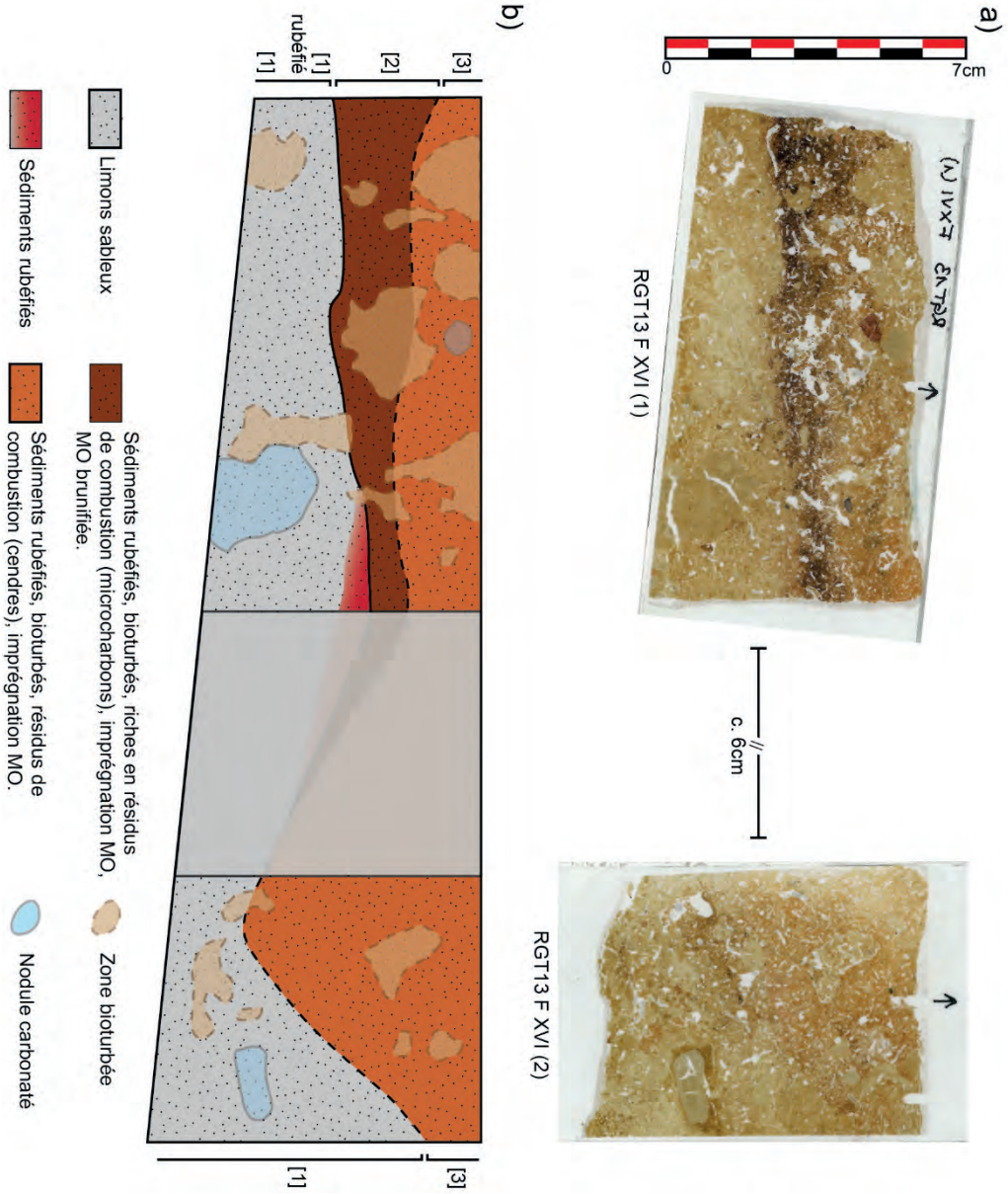



**Figure V.74:** Régismont-le-Haut, lames minces RGT13 F XVI (1) et (2). a) scan numérique des lames minces. b) Schéma descriptif des principaux faciès et traits observés.

### *3.7.1. L'encaissant (faciès [1])*

- *Microstructure et assemblage*

Ce faciès présente une microstructure massive avec de fréquents chenaux. Toutefois, une certaine variabilité est observée selon la distribution des constituants ou l'activité biologique et elle conduit à la présence de microstructures localement variables : granulaire, *single-grain*, etc. La porosité de ce faciès est estimée entre 6% (RGT13 FXVI (1)) et 9% (RGT13 FXVI (1)). L'assemblage des constituants est le plus souvent porphyrique, mais en fonction des variations évoquées précédemment, des zones à tendance monique sont par exemple observées.

- *Constituants*

Il s'agit essentiellement de matériaux sablo-limoneux dont les constituants grossiers sont des sables de quartz fins à très fins (40-200 µm) arrondis à sub-arrondis. De rares sables grossiers et des graviers calcaires (700µm-5mm) arrondis sont également présents. La fraction fine est limono-argileuse et carbonatée. Sa couleur est brune à grise en PPL, beige à jaunâtre en OIL. Elle présente une b-fabrique cristallique calcitique en XPL. Le ratio C/f est compris entre 10/90 et 30/70 selon que l'on se trouve dans une zone limono-sableuse ou sablo-limoneuse. Par endroits, des agrégats de matériaux limoneux bien triés sont intégrés à la masse (Figure V.75).

- *Traits pédologiques*

Le creusement et le comblement de chenaux par la faune sont observés dans tout le faciès. Le comblement de cette porosité est constitué de traits excrémentiels qui reprennent des matériaux identiques à ceux du faciès ou bien présentant une teinte brune en PPL et orangée à rouge en OIL et incluant des microcharbons (Figure V.76). Ces matériaux peuvent par ailleurs se retrouver intégrés à la micromasse. L'observation de quelques tissus végétaux dégradés au sein de ces chenaux indique que l'activité racinaire a également affecté ce faciès. Par ailleurs, des traits calcitiques se manifestent par la présence de fréquents hyporevêtements (Figure V.75) de la porosité ainsi que par la formation de nodules carbonatés (Figure V.74).

- *Interprétation*

Ce faciès s'insère dans la variabilité des expressions de la formation SJ. Il s'agit principalement de sédiments limoneux et sableux relativement massifs. La formation de nodules d'assez grand module indique un degré d'évolution relativement important vis-à-vis du reste de la formation. La variabilité observée en termes de microstructure indique que ce faciès correspond à plusieurs épisodes sédimentaires et non pas à un dépôt unique. La discontinuité latérale de ces expressions semble indiquer des phénomènes de ravinement localisés. La reprise d'agrégats de matériaux fins pourrait évoquer dans ce cadre l'érosion de niveaux superficiels de type *surface crust* ou bien de niveaux plus évolués enrichis par illuviation.

Ponctuellement, des sédiments oxydés et enrichis en résidus de combustion dans la porosité indiquent des déplacements de matériaux depuis les faciès sus-jacents sous l'action de la faune du sol.

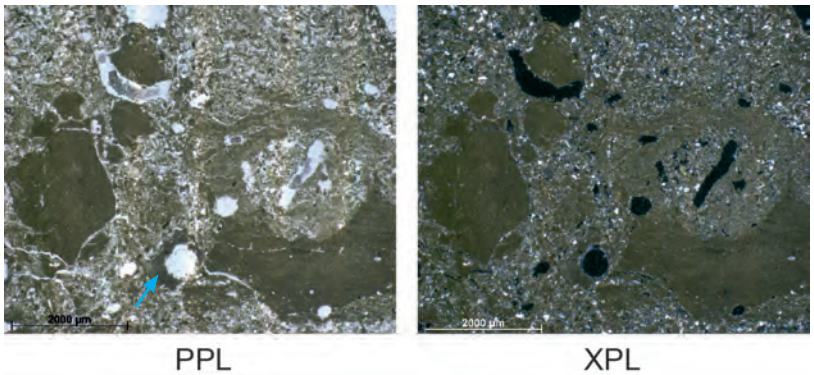



**Figure V.75:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 FXVI (1). Faciès [1]. Agrégats fragmentés de matériaux limoneux. Noter l'hyporevêtement calcitique du chenal en bas au centre (flèche).

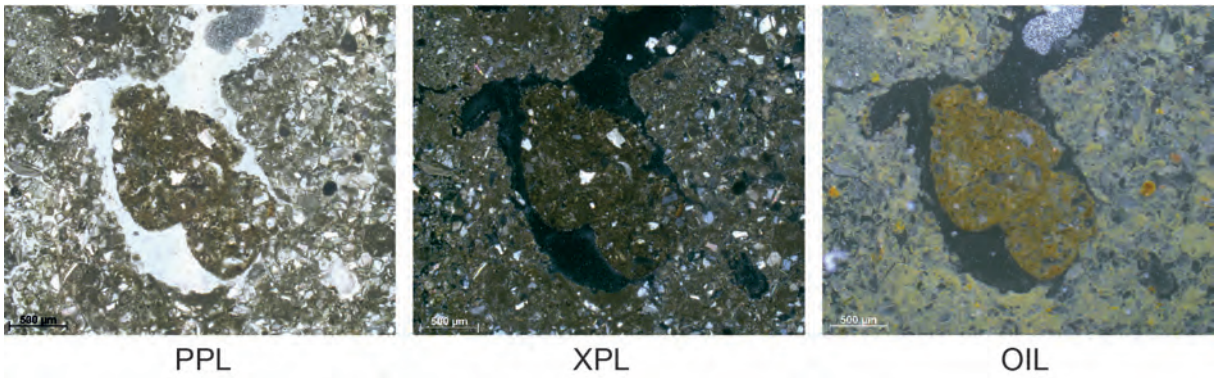



**Figure V.76:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 FXVI (1). Faciès [1]. Chenal comblé de déjections formées de sédiments oxydés riches en microcharbons.

### *3.7.2. Altération thermique du sommet du faciès [1]*

Au sommet du faciès [1] sur la lame mince RGT13 FXVI (1) une zone restreinte est affectée par une oxydation qui se manifeste par un léger rougissement (à l'œil nu ; Figure V.74).

- *Description*

La microstructure, les constituants ainsi que les traits pédologiques sont par ailleurs identiques à ceux du sédiment sous-jacent. Toutefois la micromasse est caractérisée par une teinte rougeâtre (en PPL), une légère perte de réfringence (en XPL) et surtout une teinte orangée en OIL indiquant son oxydation. Cette altération est dégressive en profondeur, ce qui résulte en une limite diffuse entre la zone affectée et le sédiment sous-jacent.

- *Interprétation*

Ces observations indiquent que le sommet du faciès [1] a été légèrement oxydé sous l'effet de la chaleur et correspond donc à une sole de foyer. Toutefois, celui-ci semble avoir fonctionné de façon peu intense vu la faible épaisseur de sédiment affecté et l'absence d'altération de la microstructure (Wattez, 1992).

### *3.7.3. Le faciès enrichi en résidus de combustion (faciès [2])*

- *Microstructure et assemblage*

Ce faciès est caractérisé par l'abondance de chenaux et de traits excrémentiels. Il en résulte une association de microstructures canaliculaires et excrémentielles (Figure V.77a et Figure V.78). La porosité est importante (estimée à 17%), elle est principalement liée aux chenaux et aux vides d'entassement entre les déjections. L'assemblage des constituants est de type porphyrique.

- *Constituants*

La fraction grossière se compose des mêmes éléments que ceux du faciès [1]. Il faut noter que certains graviers calcaires présentent des fissurations et des colorations orangées à noires (en PPL, le plus souvent grises en OIL ; Figure V.77b). La fraction fine quant à elle présente une forte brunification qui se caractérise en XPL par des zones de faible réfringence (Figure V.77c). En OIL, les zones les plus brunes sont de couleur gris foncé à noire. Dans les zones non brunies, la fraction fine apparaît comme oxydée avec une teinte orangée en OIL. Le ratio C/f est d'environ 10/90 dans ce faciès constitué essentiellement de limons sableux.

Des éléments noirâtres de petites dimensions (~20-250µm) sont présents au sein de la masse, notamment dans les zones brunies (Figure V.77c). Bien qu'ils évoquent des microcharbons de bois, ils sont fortement dégradés, car aucune structure cellulaire végétale typique n'est observée. De petits fragments d'os (100-500µm) de couleur grisâtre et tachetés de noir sont également mêlés à la masse. Des cristaux de calcite sparitique sont présents de manière peu organisée au sein de la porosité. Des cristaux plus petits (type micrite) sont également abondants dans la porosité. Ces différents cristaux de calcite se retrouvent également intégrés à la micromasse.

- *Traits pédologiques*

Les traits liés à l'activité biologique sont très abondants dans ce faciès. La mésofaune semble avoir été particulièrement active, causant le creusement et le comblement de chenaux. Les déjections qui comblèrent les chenaux sont de formes et de dimensions variées (Figure V.78).Ces déjections reprennent des matériaux identiques à ceux décrits pour le faciès [2] (Figure V.78b, c et d), mais également des matériaux identiques à ceux de la formation SJ naturelle (Figure V.78a). Dans certains chenaux, des restes de tissu végétal pouvant appartenir à des racines partiellement décomposées sont également observés. Des traits calcitiques, de type hyporevêtement de la porosité, sont également présents au sein de ce faciès.

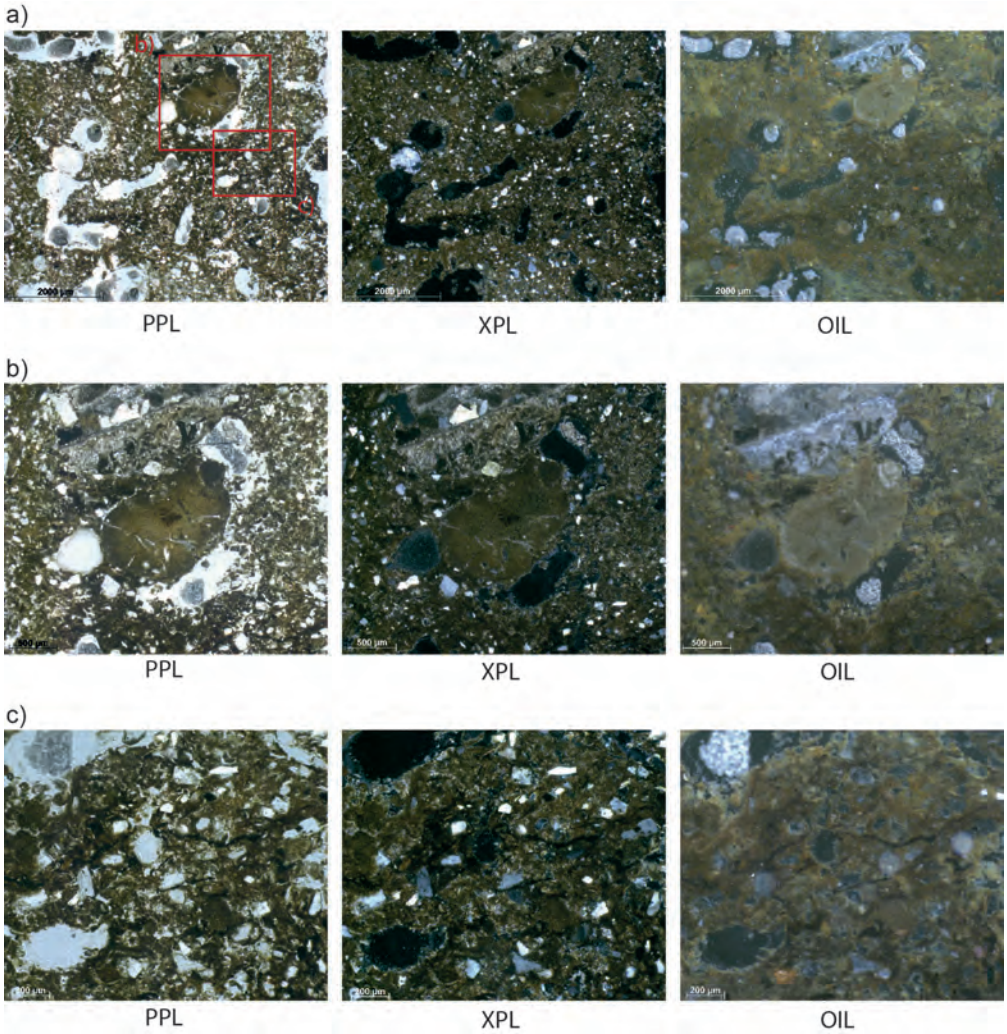



**Figure V.77:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 FXVI (1). Détails du faciès [2]. a) Limon sableux de teinte brun orangé à microstructure canaliculaire. b) Graviers calcaires thermoaltérés. c) Détail de l'intégration à la fraction fine oxydée et brunifiée d'éléments organiques évoquant des microcharbons.

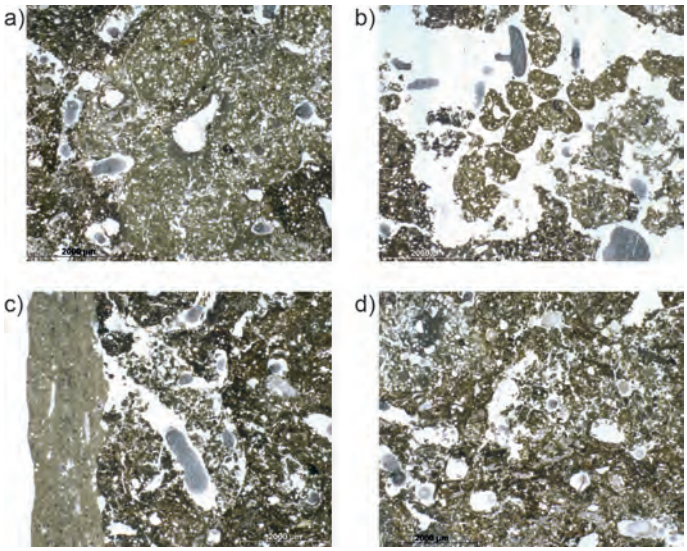



**Figure V.78:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 FXVI (1). Faciès [2], PPL. Variabilité des traits excrémentiels. a) Déjections de grandes dimensions (1.5 - 2.5mm), coalescentes, constituées de matériaux non altérés thermiquement. Noter l'hyporevêtement du chenal au centre. b) Déjections de moyenne dimension (0.7 – 1.2mm), modérément coalescentes, constituées de matériaux altérés thermiquement et de microcharbons. c) Déjections de petites dimensions (80-250µm), coalescentes, constituées de matériaux altérés thermiquement et de microcharbons. d) Comblements de déjections de dimensions variées, mêlées à des cristaux de calcite micritique.

- *Interprétation*

Les composants argilo-limoneux, sableux et graveleux de ce faciès sont apparentés à ceux qui constituent habituellement la formation SJ. Ils ont toutefois été à la fois rubéfiés et brunifiés, ces deux altérations étant toutefois le plus souvent superposées, il est difficile de les distinguer.

La micromasse ainsi que certains constituants calcaires ont visiblement été chauffés ce qui a conduit à l'oxydation de la première et l'altération thermique (fissuration, rubéfaction) des seconds. Ce type de stigmates est caractéristique d'une élévation de température relativement importante, ayant pu atteindre 700 °C (Wattez, 1992). Les sédiments sont également brunifiés de façon hétérogène. Il apparaît qu'une partie de la coloration brune du sédiment s'explique par l'incorporation de résidus de combustion type micro-charbon de bois (et d'os dans une moindre mesure). Toutefois, le caractère amorphe de ces éléments, probablement en lien avec une importante dégradation, empêche toute identification plus précise. La micromasse est également brunie par endroits ce qui pourrait indiquer que celle-ci contient des matières organiques amorphes altérées thermiquement (González-Pérez *et al.*, 2004).

Aux différents résidus de combustion qui viennent d'être évoqués s'ajoutent des cristaux de calcite pouvant résulter de l'altération de cendres. Les plus gros (cristaux sparitiques) semblent liés à des calcitisations cytomorphiques indiquant le fonctionnement de système racinaire dans un milieu riche en calcite. Les plus petits cristaux pourraient correspondre à des cendres moins altérées. Dans tous les cas, ces calcitisations semblent être en position secondaire, comme en atteste leur manque d'organisation au sein de la porosité ou leur distribution aléatoire au sein de la masse.

En effet, la microstructure de ce faciès est caractérisée par une forte porosité en lien avec une forte activité biologique. Celle-ci indique que ce faciès a donc fait l'objet d'importants processus de bioturbation. L'importance de la faune du sol est illustrée par les nombreux chenaux et traits de comblement excrémentiels présents. Ces derniers sont de formes et de dimensions très variées, ce qui laisse présager l'action de plusieurs types d'animaux (vers de terre, enchytraeidae, etc.) et/ou des degrés de vieillissement différents de ces traits (Stoops, 2003 ; Kooistra et Pullman, 2010). Ces traits induisent des déplacements de matériaux au sein du faciès [2], mais également d'un faciès à l'autre. L'activité racinaire a sans doute également joué un rôle important comme en attestent les calcitisations cytomorphiques évoquées plus haut, la présence d'hyporevêtements calcitiques ou plus directement l'observation de restes de tissus végétaux dans certains chenaux.

### *3.7.4. Le faciès orangé [3]*

- *Microstructure et assemblage*

La microstructure de ce faciès est de type canaliculaire et excrémentiel (Figure V.79). Une importante porosité caractérise ce faciès (estimée à16% en RGT13 FXVI 2et à 23% en F XVI 1). L'assemblage des constituants est généralement porphyrique, bien que des zones mieux triées soient parfois proches d'un mode monique et que des zones à structure excrémentielle s'approchent d'un assemblage enaulique.

- *Constituants*

Les constituants grossiers sont similaires à ceux décrits dans les faciès sous-jacents, à savoir principalement des sables de quartz fins à très fins avec quelques graviers calcaires répartis aléatoirement. La fraction fine quant à elle se différencie de celles des autres faciès tout d'abord par sa teinte orangée en observation directe (Figure V.74a). Au microscope, celle-ci adopte une teinte également légèrement orangée en PPL, une faible réfringence en XPL avec notamment des zones demeurant totalement noires, et en OIL une teinte jaune à orangée avec toutefois des zones tirant sur le brun (Figure V.79). Le ratio C/f est d'environ 10/90 dans ce faciès constitué essentiellement de limons sableux.

Dans les zones présentant une fraction fine jaunâtre et une absence de réfringence, il faut noter la présence fréquente de cristaux de calcites paritiques (80-120µm) ou micritiques (< 15µm) mêlés à la masse (Figure V.79b, XPL). De petites particules noirâtres en PPL, opaques en XPL sont également réparties aléatoirement dans la masse, elles ne présentent toutefois pas de structure diagnostique permettant de déterminer leur nature.

Plus rarement des fragments d'os infra millimétriques, visiblement peu ou pas chauffés, sont observés mêlés à la masse (Figure V.80a). Certains constituants minéraux de nature gréseuse avec des grains de quartz et un ciment très riche en oxyde de fer sont également présents (Figure V.80b).

- *Traits pédologiques*

Les traits liés à l'activité biologique sont très fréquents dans ce faciès, avec en particulier une abondante porosité canaliculaire liée au creusement de chenaux racinaires et de la faune du sol. Ceux-ci sont fréquemment comblés de déjections de dimensions et de morphologies variées. Les matériaux de ces déjections peuvent présenter des similarités avec le reste du faciès ou bien se rapprocher de ceux du faciès [1], notamment au sommet de la lame RGT13 F XVI (1). La formation d'hyporevêtements calcitiques au niveau de la paroi des chenaux est également fréquente (Figure V.79b). D'autres traits calcitiques sont observés, notamment la présence de calcitisation cytomorphique dans la porosité. Toutefois, ces derniers sont désorganisés et donc sans doute en position secondaire (Figure V.80a).

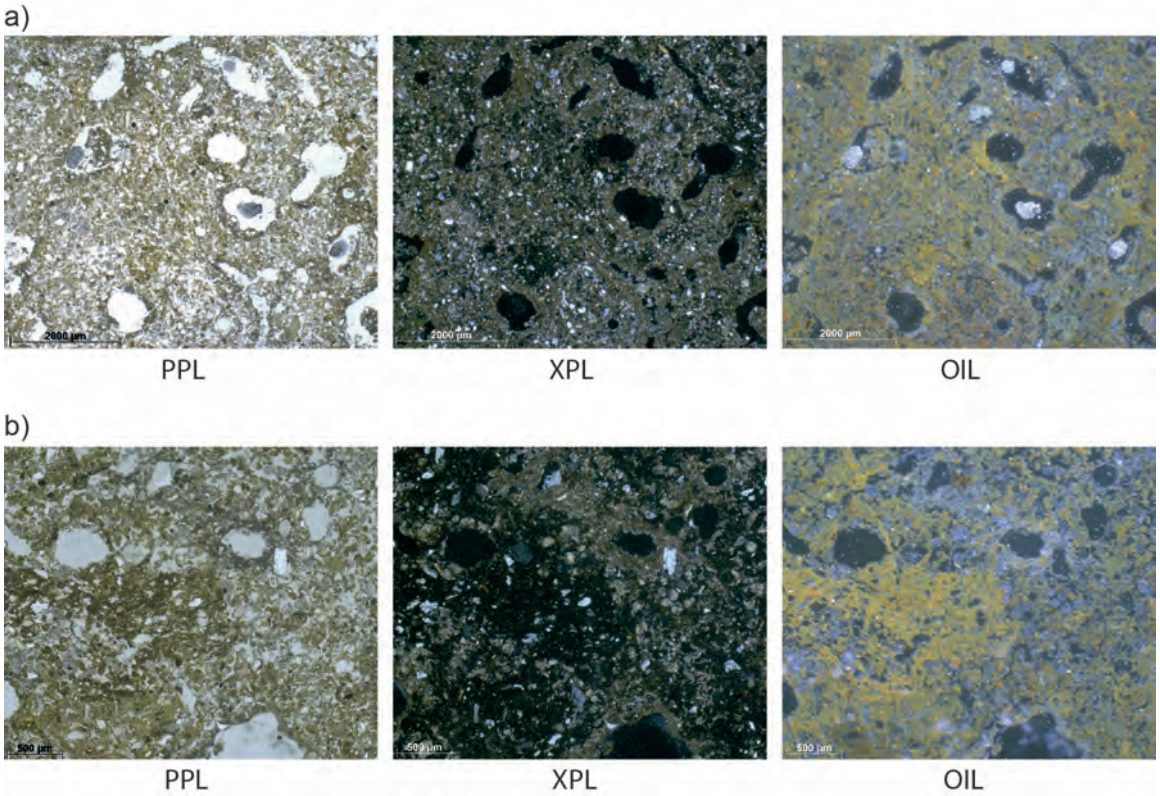



**Figure V.79:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 FXVI (2). Faciès [3]. a) Microstructure canaliculaire du faciès. Noter l'oxydation de la fraction fine caractérisée par une teinte jaune/orangée en OIL. b) Idem, noter la présence de matériaux plus bruns en PPL, parfaitement isotrope en XPL, pouvant traduire la présence de matière organique amorphe en leur sein, ce qui semble par contre contredit par la teinte orangée en OIL. Noter également les fréquents hyporevêtements calcitiques de la porosité en lien avec l'activité racinaire et la présence de cristaux de calcite mêlés à la masse.

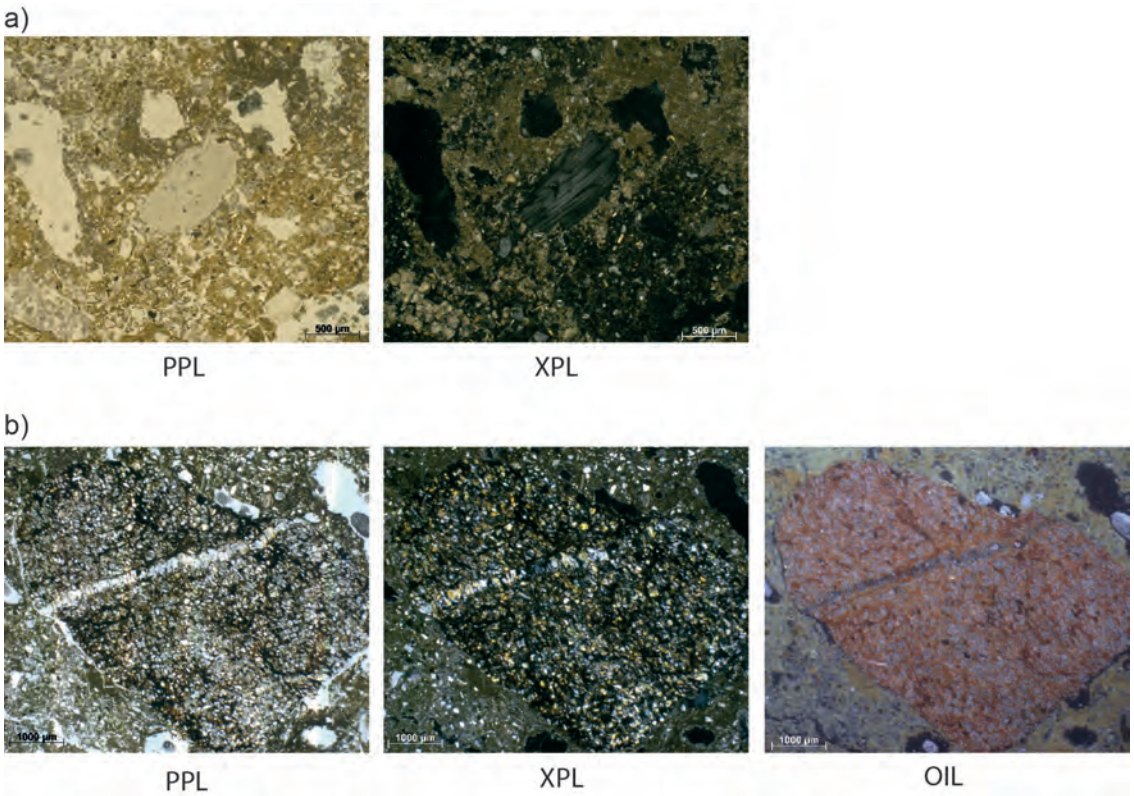



**Figure V.80:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 FXVI (1) et (2). Faciès [3]. a) Fragment d'os pas ou peu brûlé, intégré à la masse. Noter dans le coin inférieur gauche la présence de calcitisations cytomorphiques déstructurées. b) Grain gréseux riche en oxydes de fer intégrés à la masse.

- *Interprétation*

Les constituants fins du faciès [3] ont visiblement subi une altération thermique ayant conduit à leur oxydation, expliquant en partie la teinte orangée de ce faciès (Wattez, 1992). Toutefois l'observation de zones très opaques en XPL, et brunies en OIL semble indiquer que cette fraction contient également une bonne part de matériaux organiques amorphes imprégnés dans la matrice fine.

D'autres constituants évoquent l'intégration de résidus de combustion au sein de ce faciès. Des concentrations de calcite micritique dans la masse pourraient par exemple traduire la préservation/reprécipitation de matériaux cendreux (*e.g.* Schiegl *et al.,* 1996 ; Karkanas *et al.,* 2007). De même, les particules noirâtres mêlées à la masse pourraient être des microcharbons de bois très dégradés.

Malgré ces indices indiquant les liens entre ce faciès et l'unité active d'une structure de combustion primaire, l'assemblage, la microstructure et les traits affectant ce faciès indiquent d'importants phénomènes post-dépositionnels. Ceux-ci semblent avant tout liés à la bioturbation de ce faciès ayant conduit à un brassage important et à une augmentation considérable de la porosité sous la forme de chenaux. La faune du sol a été active, comme en témoignent les chenaux comblés de déjections (Kooistra et Pulleman, 2010). Il ne faut cependant pas négliger l'activité racinaire, attestée par des chenaux circulaires présentant un hyporevêtement calcitique (Weider et Yaalon, 1987 ; Verrachia, 2002). De plus, la formation de calcitisations cytomorphiques (bien qu'ici visiblement également en partie remobilisées) implique le fonctionnement d'un système racinaire dans un milieu riche en calcite. Cette dernière peut en partie être liée à l'intégration de matériaux cendreux dans ce faciès.

Enfin, bien que peu nombreux, quelques artefacts traduisent l'intégration de matériaux anthropiques dans ce faciès remanié. Il s'agit notamment de fragments d'os, apparemment non brûlés, ainsi que de fragments de matériaux minéraux riches en oxyde de fer qui semblent correspondre aux matières colorantes observées sur le terrain (Pradeau *et al.*, 2014).

### *3.7.5. Synthèse*

L'étude des deux lames minces provenant du foyer XVI a permis d'observer le sédiment encaissant (faciès [1]) ainsi que deux faciès profondément affectés par l'activité anthropique puis par des processus post-dépositionnels (faciès [2] et [3]).

L'encaissant correspond à la formation SJ déjà décrite. La présence de nodules carbonatés en place est à noter et témoigne sans doute d'un degré d'évolution localement plus important. Malgré tout, il s'agit d'un sol relativement peu développé. La présence d'agrégats fragmentés de sédiment fin montre que ce faciès est en partie constitué de matériaux provenant du démantèlement de niveaux de sol plus évolués. Ce phénomène illustre que les processus colluviaux à l'œuvre impliquent, entre autres, la reprise de sédiments locaux. Ce faciès est rubéfié au niveau de son contact avec le faciès sus-jacent. Tout comme pour le foyer XII il est difficile de dire s'il s'agit d'un véritable niveau de sole ou bien de sédiments touchés par la même altération thermique que le faciès sus-jacent. En tout état de cause, notons que ce niveau est faiblement altéré ce qui indiquerait une élévation de température modérée.

Le faciès [2] résulte du brassage de sédiments altérés thermiquement (rubéfaction de la fraction fine et brunification de la MO héritée) et enrichis en résidus de combustion. Ce faciès intègre en effet d'abondantes particules noirâtres rappelant des microcharbons. Toutefois ils sont fortement altérés, ce qui gêne leur identification formelle. Des éléments calcitiques indiquent également la présence de matériaux cendreux en partie recristallisés. Les processus liés à l'activité faunique et racinaire ont toutefois en grande partie oblitéré l'organisation primaire de ce faciès, la microstructure observée étant largement granulaire et excrémentielle. En l'état il est difficile de dire s'il s'agit du prolongement du niveau de sole observé au sommet du faciès [1] ou bien d'un niveau de sole distinct à part entière formé aux dépens d'un nouvel apport sédimentaire.

Enfin, un dernier faciès [3] reprend de nombreux caractères du faciès [2], mais sa teneur forte en résidus « cendreux » et plus faible en matériaux « charbonneux » semble en grande partie expliquer sa teinte plus claire à l'œil nu. La fraction fine est altérée thermiquement, mais comporte aussi localement des zones opaques en XPL pouvant indiquer la présence de MO amorphe imprégnée dans la masse. Celle-ci ne paraît cependant pas brunie, ce qui pose question quant à sa mise en place et sa préservation. Les processus de bioturbation sont fortement marqués dans ce faciès et lui confèrent une porosité nettement supérieure à ce qui observé habituellement, même dans les faciès de combustion de Régismont-le-Haut. Là encore, qu'il s'agisse d'un faciès de combustion relativement en place ou de la reprise de matériaux d'une autre sole (faciès [2] par ex.), il s'agit en somme d'un faciès très fortement remanié, intégrant parfois du matériel archéologique.

Plus généralement, l'observation du faciès [1] confirme le fonctionnement d'un foyer installé sur la formation SJ. Toutefois, la nature et l'organisation des deux autres faciès interrogent sur l'interprétation de l'ensemble de la structure. L'hypothèse la plus économique pour expliquer la suite des événements serait que les faciès [2] et [3] résultent de l'altération de ce foyer. Le faciès [2] est en effet fortement bioturbé tout comme le [3] qui en plus tronque nettement les dépôts sous-jacents.

Cette hypothèse s'accommode cependant mal du fort contraste existant entre ces deux faciès [2] et [3]. S'ils correspondent à la perturbation des matériaux d'un même foyer, il est difficile d'expliquer par les mêmes mécanismes la formation de deux faciès aussi différents. Une possibilité serait par exemple le fonctionnement d'un premier foyer (faciès [1] et [2]) et un autre épisode indéterminé conduisant à la fois à la troncature de [1] et [2] et à la mise en place de [3], mais il convient alors d'expliquer ce second épisode.

Compte tenu de l'intense utilisation de cet espace, il est difficile d'exclure la possibilité d'une intervention anthropique. Celle-ci pourrait avoir impliqué le creusement d'une dépression au sein de la sole existante puis son comblement ultérieur avec des sédiments clairement affectés par la combustion et imprégnés de MO. Mais peut-être faut-il envisager qu'il s'agisse en réalité de matériaux initialement distincts. Ainsi, les matériaux de faciès [2] sont à la fois rubéfiés, brunifiés et enrichis en résidus de combustion, notamment microcharbons et fragments d'os. À l'inverse, ceux du faciès [3] semblent moins rubéfiés, sont imprégnés d'une MO qui paraît peu altérée et sont riches en recristallisations cendreuses. Le faciès [2] semblant relativement « en place » et dans la continuité du faciès [1], le faciès [3] serait alors intrusif. Il demeure cependant délicat de déterminer l'origine de ces matériaux.

### 3.8. La cuvette 1 (100F11)

La cuvette identifiée en 100F11 est documentée par une lame mince de grand format (140x70mm) réalisée à partir du prélèvement RGT13 100F11. Deux faciès ont été distingués (Figure V.81b), Le premier ([1]) correspond à la formation encaissante tandis que le second ([2]) correspond au comblement de la cuvette. Le faciès [2] est toutefois relativement hétérogène et présente 3 sous-ensembles sur lesquels nous reviendrons.

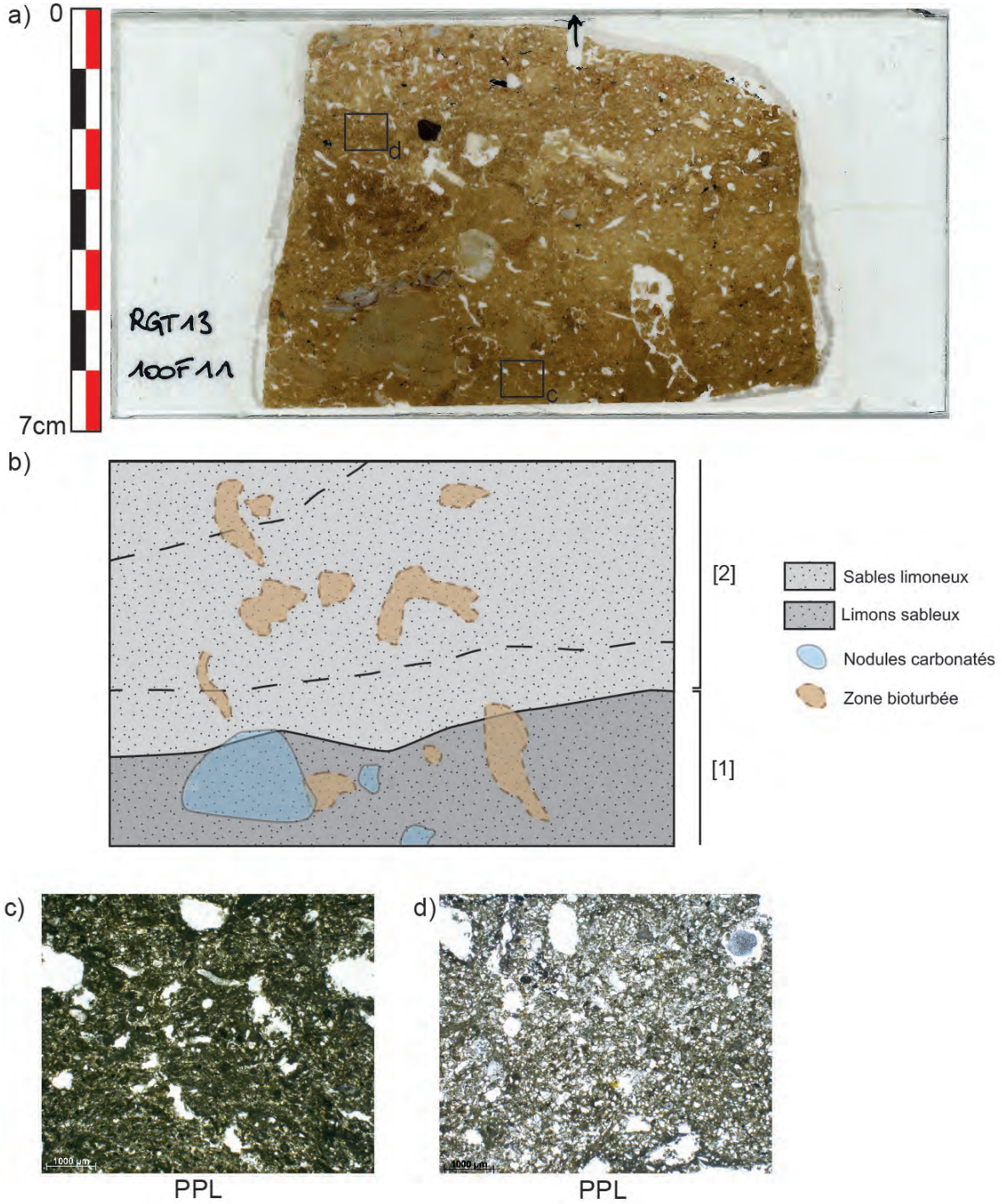



**Figure V.81:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 100F11. a) scan numérique de la lame mince et localisation des microphotographies. b) Schéma descriptif des principaux faciès et traits observés. c) Limon sableux à nodules carbonatés ; assemblages porphyriques ; porosité essentiellement canaliculaire. d) Sables limoneux ; assemblages porphyriques ; porosité canaliculaire et artefacts archéologiques abondants.

### 3.8.1. *Faciès [1] L'encaissant*

- *Microstructure et assemblage*

Le faciès [1] présente une microstructure massive avec une porosité abondante (8%) principalement liée à la présence de chenaux. Les constituants se répartissent selon un assemblage porphyrique.

- *Constituants*

La fraction grossière est principalement composée de sables fins à très fins de quartz sub-arrondis à arrondis. Quelques éléments calcaires sont également présents. La fraction fine quant à elle est formée de limons argileux carbonatés. Le ratio C/f de ce faciès est estimé à environ 10/90.

- *Traits pédologiques*

Les traits affectant ce faciès sont liés à l'activité biologique et à la précipitation de calcite. Les premiers se manifestent sous la forme de chenaux liés à l'activité de la faune du sol et des racines. Leur comblement par des pelotes de déjection est également constaté. Ces pelotes sont fréquemment constituées de matériaux rubéfiés ou brunifiés identiques à ceux observés dans le faciès [2] (Figure V.82).

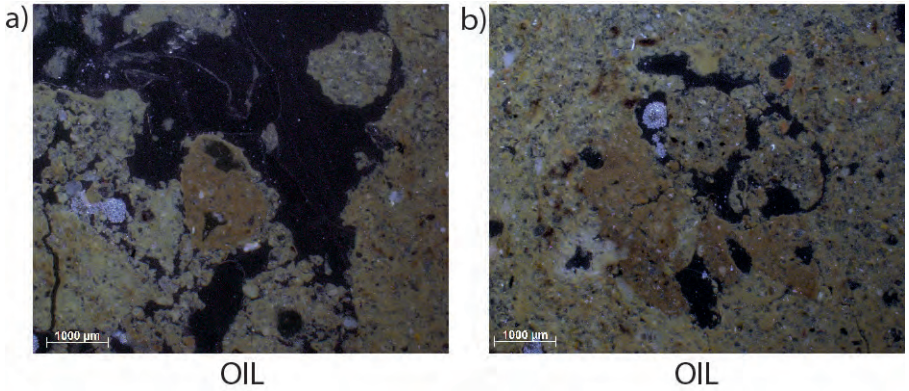



**Figure V.82:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 100F11. Faciès [1].

La formation de nodules est fréquente au sein de ce faciès. Notons qu'au sein des comblements de chenaux, mais aussi d'un nodule calcitique (Figure V.83), des artefacts archéologiques sont présents. Il s'agit notamment de fragments d'os dont certains sont brûlés.

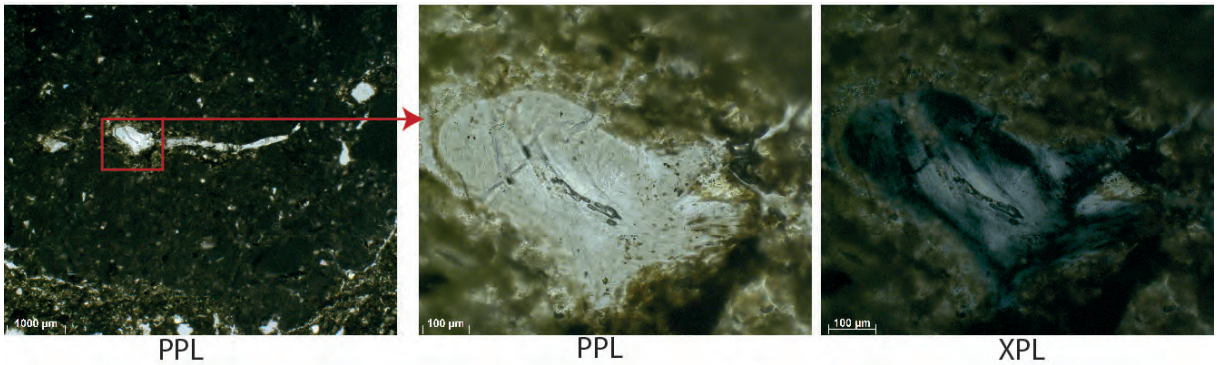



**Figure V.83:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 100F11. Faciès [1]. Fragment d'os au sein d'un nodule carbonaté.

- *Interprétation*

Ce faciès de limons sableux correspond aux niveaux de sédiments relativement fins rencontrés par ailleurs dans la formation SJ, par exemple à la base du foyer XXIV (cf. Partie V.3.3). Il semble donc s'agir d'un horizon enrichi en matériaux fins durant son évolution pédologique (illuviation). L'absence d'évolution verticale vers un faciès éluvié montre que ce solum est cependant tronqué, ce qui soutient l'identification d'une cuvette à partir des observations de terrain.

Les processus biologiques ont eu tendance à rendre fugace la limite supérieure du faciès. Des remobilisations de matériaux comparables à ceux du faciès [2] au sein de la porosité et parfois plus intégrés à la masse ont tendance à homogénéiser le sédiment tant dans ses constituants que dans sa structure. Notons que ce processus de bioturbation a également conduit à l'intégration d'éléments anthropiques, notamment des fragments d'os. Il est intéressant de noter la présence d'un de ces fragments d'os au sein d'un nodule carbonaté. Cette observation indique clairement que la formation de ce trait est dans ce cas postérieure à l'occupation humaine du site.

### *3.8.2. Faciès [2] : les faciès de comblement*

- *Microstructure et assemblage*

Le second faciès identifié présente également une microstructure massive, cependant sa porosité est plus développée (jusqu'à 13% ; Figure V.81). Les chenaux, de dimensions variées (200µm-6mm), sont en effet nombreux, particulièrement en s'approchant du haut du prélèvement. L'assemblage des constituants suit un mode porphyrique dans la plupart des cas. Toutefois, en haut de la lame, la microstructure a tendance à être moins massive, et se rapproche d'un aspect grumeleux avec des vides d'entassement plus fréquents (Figure V.89a).

- *Constituants*

Les constituants correspondent aux fractions grossières sableuses et fines limono-argileuses carbonatées décrites précédemment. Leurs proportions sont cependant différentes avec un ratio C/F estimé de 40/60.

Les constituants d'origine archéologiques sont très abondants au sein de ce faciès. Les fragments d'os sont de dimensions variées, comprises entre 300 µm et 7 mm. Leur aspect est également variable avec des couleurs en PPL allant du brun au blanc indiquant des degrés d'altération thermique différents (Figure V.84). Dans certains cas, leur périphérie est noircie. Les exemplaires blancs présentent fréquemment des réseaux de fines fissures.

De rares fragments de charbon de bois de grandes dimensions (>3mm) ont été observés (Figure V.85). Leur structure est alors relativement bien préservée. Dans la plupart des cas, ils sont cependant plus petits (<1mm) et leur structure interne est difficilement discernable.

De rares éléments de petites dimensions (<500 µm) se rapportent à des fragments de silex. Ils sont composés d'un assemblage de microcristaux de quartz particulièrement visibles en XPL (Figure V.86).

Quelques éléments de dimensions variées, opaques en PPL et XPL et rouges à orange en OIL correspondent à des matériaux riches en oxyde de fer (Figure V.87).

Un fragment de calcaire coquillier de taille inhabituellement importante est à mentionner. Celui-ci mesure 23 mm dans son axe le plus long et présente une oxydation importante de la micromasse micritique en OIL (Figure V.88). Les nombreux tests de mollusque qu'il contient ne sont quant à eux visiblement pas altérés.

Les constituants du sommet de la lame mince comportent une importante composante calcitique (Figure V.89). En effet, parmi les constituants grossiers habituels, des cristaux de calcite (sparite) à fabrique interne radiale et de dimensions comprises entre 80 et 120µm (Figure V.89b). Ceux-ci se retrouvent dispersés ou bien sous forme d'assemblages cristallins d'environ 400µm de diamètre (Figure V.89c). Par ailleurs, des concentrations de matériaux microcristallins (micrite) sont également nombreuses (Figure V.89c).

Notons enfin qu'une part significative des constituants fins du faciès [2] présente une teinte orangée ou brunâtre en OIL. Cette altération est observée au niveau de traits excrémentiels ou bien localement au sein de la micromasse.

- *Traits pédologiques*

Les traits pédologiques observés correspondent comme dans le faciès [1] à l'activité biologique et à de la calcite. Les traits biologiques se rapportent au creusement et au comblement de chenaux et participent au brassage des constituants et à l'intégration de matériaux anthropiques et de sédiments rubéfiés. Des traits de passages (*passage features*) sont observés et confirment la circulation de la mésofaune du sol au sein de ce faciès. Concernant la calcite, aucun nodule n'a été observé au niveau de ce faciès, mais des hyporevêtements de la porosité sont fréquents.

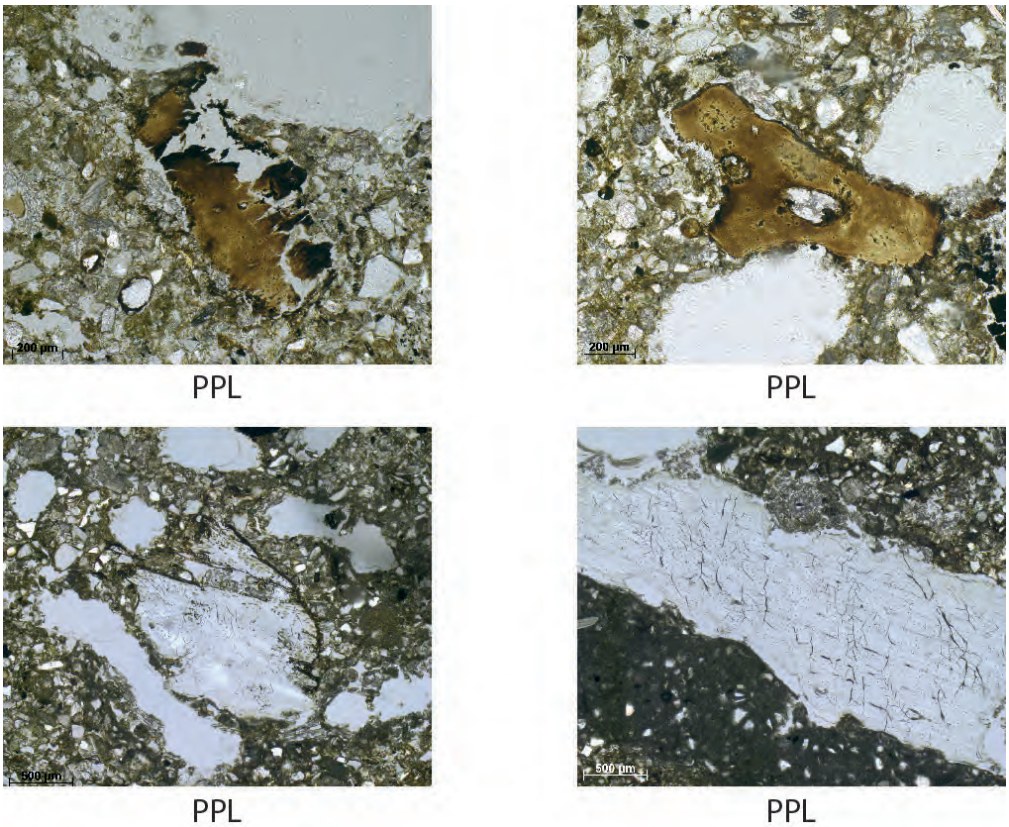



**Figure V.84:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 100F11. Faciès [2]. Fragments d'os brûlés (haut) et calcinés (bas).

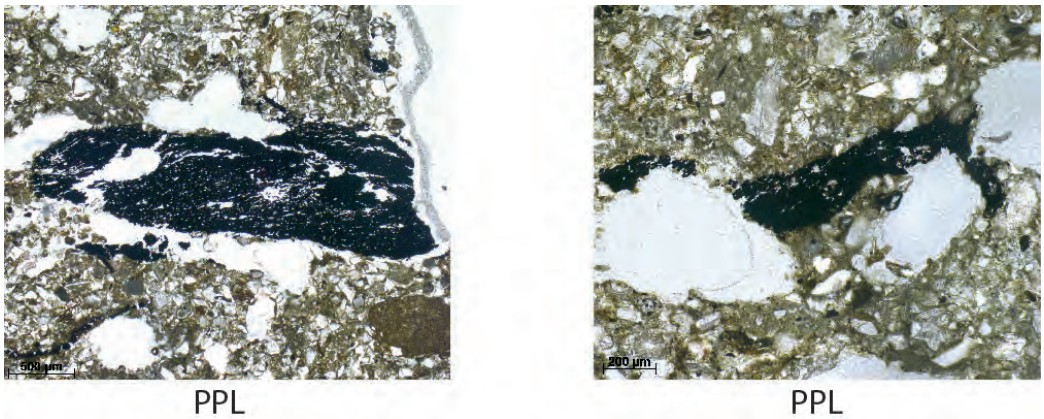



**Figure V.85:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 100F11. Faciès [2]. Charbons de bois

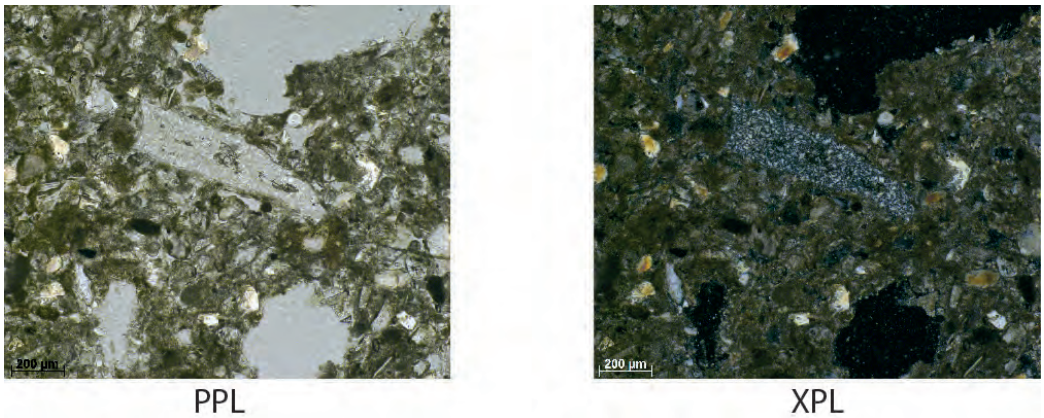



**Figure V.86:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 100F11. Faciès [2]. Fragments de silex.

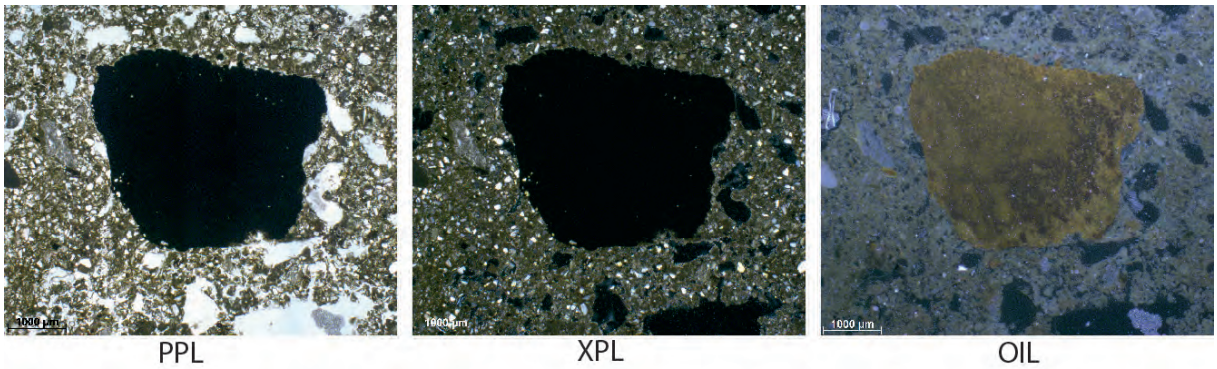



**Figure V.87:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 100F11. Faciès [2]. Oxyde ferreux (matière colorante ?).

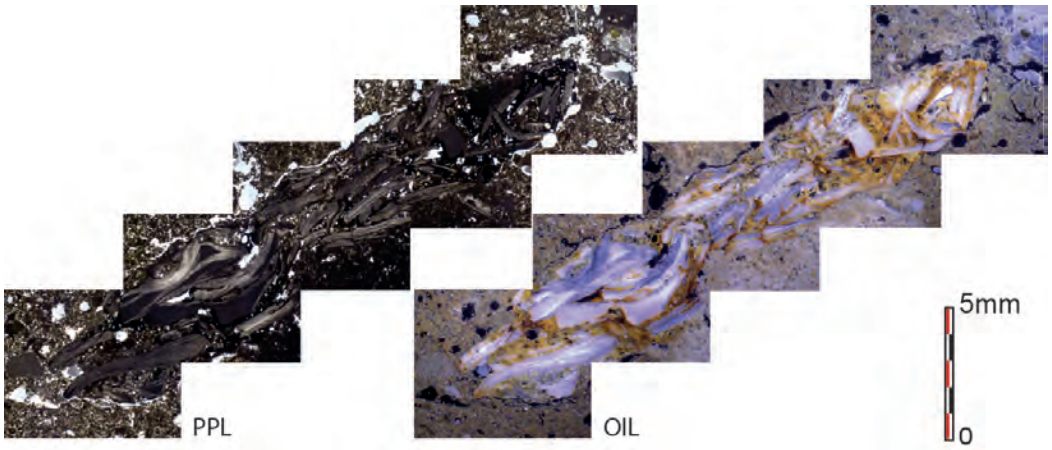



**Figure V.88:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 100F11. Base du faciès [2]. Fragment de calcaire coquillier rubéfié (assemblage de microphotographies).

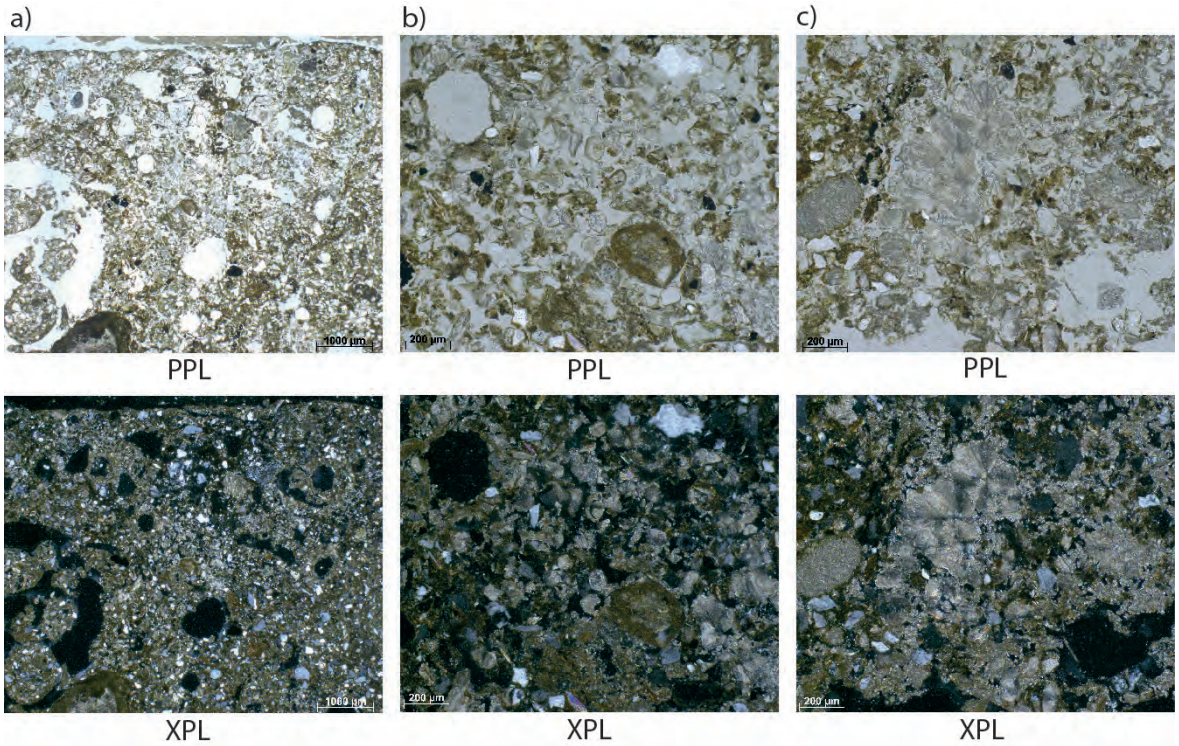



**Figure V.89:** Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 100F11. Sommet du faciès [2]. a) Vue d'ensemble du sommet du faciès dont la microstructure est moins massive que le reste du faciès, quasiment grumeleuse. Noter la présence de matériaux calcitiques avec une forte réfringence en XPL. b) détail des cristaux de calcite sparitique mêlés à l'autre constituant. Noter l'assemblage lâche lié aux nombreux vides d'entassement. c) Groupements de cristaux sparitiques (au centre) et masse micritique (à droite et en bas).

- *Interprétation*

Bien qu'il présente un certain nombre de caractères partagés sur toute sa hauteur, le faciès [2] peut être interprété comme le résultat de la superposition de trois entités. En effet, tant du point de vue de la structure que de la répartition des constituants, il présente des éléments contrastés. Il est possible de distinguer du bas vers le haut :

- Un niveau formé des constituants habituels SJ relativement massifs et peu poreux (6.5%) d'environ 10 mm d'épaisseur. Celui-ci comporte peu d'éléments anthropiques hormis un gros fragment calcaire sans doute chauffé.
- Un niveau plus épais d'au moins 20 mm d'épaisseur, plus poreux (13,1 %), formé par des constituants identiques au SJ naturel auxquels sont mêlés des artefacts archéologiques nombreux et des matériaux limono-argileux rubéfiés.
- Un dernier niveau, dont la partie sommitale a été tronquée dans cet échantillon, qui présente une microstructure moins massive, presque grumeleuse, et relativement poreuse (12%). Ce dernier niveau comporte des artefacts archéologiques, des sédiments rubéfiés, mais aussi une importante part de matériaux calcitiques.

Il faut admettre qu'en raison de processus de bioturbation, les limites entre ces différents ensembles sont assez ténues et s'envisagent sous la forme d'un gradient plutôt que de contacts francs. L'ensemble du faciès connaît en effet une activité biologique relativement marquée qui induit le brassage de matériaux anthropiques et naturels probablement déjà en partie mélangés. Malgré tout, les différences en termes de composition entre ces différents ensembles nous paraissent suffisamment significatives pour envisager qu'elles reflètent des phases successives de comblement de la cuvette 1.

Les éléments évoquant des activités liées au feu sont nombreux dans ce faciès, cependant ils ne peuvent pas être interprétés comme reflétant une structure de combustion primaire. La répartition hétérogène d'agrégats de sédiments rubéfiés et de résidus de combustion au sein de sédiments non altérés similaires à ceux de la formation SJ pousse à y voir une structure secondaire, peut-être une vidange. Cependant, il est aussi possible d'envisager que ces éléments soient liés à l'altération d'une structure à proximité dont les produits se seraient trouvés concentrés en raison de la microtopographie créée par la cuvette. La paléosurface perçue dans ce secteur immédiatement au sud du foyer XII est en effet marquée par une pente de l'ordre de 10% en direction du sud, et donc de la cuvette 1, (Sisk *in* Rapport RGT 2011), ce qui constituerait un facteur encourageant les remobilisations dans cette direction.

La présence de matériaux calcitiques au sein de l'ensemble le plus haut mérite d'être soulignée. Dans les exemples naturels documentés à Régismont, les traits de cet ordre sont habituellement des hyporevêtements et des nodules et plus rarement des revêtements. La présence de cristaux sparitiques, parfois groupés, et de masses micritiques nous semble donc liée à l'activité anthropique. Ce type de traits peut être interprété comme résultant de l'intégration et de la recristallisation de cendres dans les sédiments. Les cristaux sparitiques ne semblent pas directement être liés aux cendres, mais plutôt à des précipitations de calcites cytomorphiques correspondant à la calcitisation de cellules racinaires (*calcified root cells* ; Becze-Deák, 1997 ; Durand *et al.,* 2010). Un lien fort avec l'activité racinaire et/ou bactérienne est alors à envisager pour expliquer la

formation de ces traits dans un milieu où la calcite est rendue particulièrement abondante par la présence de dépôts cendreux (*e.g.* Jaillard *et al.,* 1991 ; Verrecchia *et al.,* 1995 ; Loisy *et al.,* 1999 ; Verrecchia, 2002 ; Gobat et Le Bayon, 2013 ; Albrecht et Verrecchia, 2013).

Sur le même registre, notons qu'une bonne part de matériaux anthropiques identifiés portent des stigmates d'altération thermique. Dans le cas des os, les différents états observés correspondent à une large plage de température potentiellement atteinte, au minimum de 200/300°C (Hanson et Cain, 2007 ; Reiche *et al.,* 2012). Dans les sédiments rubéfiés observés, seule la fraction fine est altérée, ce qui indiquerait des températures généralement inférieures à 450°C (Wattez, 1992 ; Mallol *et al.,* 2013b). Toutefois, la présence d'un fragment de calcaire rubéfié pourrait indiquer des températures plus élevées, comprises entre 500 et 700 °C (Wattez, 1992).

### *3.8.3. Synthèse*

L'étude la lame mince provenant de la cuvette 1 a permis de préciser la nature de l'encaissant et du remplissage de cette dépression.

Le faciès [1] correspond à l'encaissant dans lequel est formée cette cuvette. Il correspond à des limons sableux, qui malgré une proportion importante de matériaux fins, rentrent dans la variabilité des expressions de la formation SJ. Il est intéressant de noter que même une fois couvert par le faciès sus-jacent, le faciès [1] est toujours affecté par les processus de bioturbation et de calcitisation. Le cas d'un nodule carbonaté qui emballe un fragment d'os constitue un bon argument de chronologie relative concernant la formation de ce type de trait. Bien que la genèse de ces nodules reste mal comprise (Durand *et al.,* 2010), nous remarquons une fois de plus qu'à Régismont-le-Haut, celle-ci apparaît de façon préférentielle à proximité d'une zone riche en MO (charbons, os) et en calcite (cendres).

Le faciès [2] quant à lui regroupe les éléments qui ont comblé cette dépression. Ce comblement tel que nous l'observons est constitué d'un mélange de matériaux naturels sablo-limoneux avec des constituants variables d'origine anthropique. Ces derniers sont notamment des résidus de combustion (os brûlés, charbons de bois, cendres) et des sédiments rubéfiés. Bien que leur distribution permette de distinguer trois ensembles superposés, d'importants phénomènes de bioturbation viennent remobiliser ces matériaux au sein du faciès [2], mais également vers le faciès [1]. Ce que nous observons ne reflète donc qu'imparfaitement le comblement initial de la cuvette 1. Malgré tout, la préservation d'assemblages cendreux au sommet du faciès, bien que marqués par des phénomènes de recristallisation, semble indiquer que le recouvrement de cette structure a dû être relativement rapide. Sans cela, ce type de matériaux aurait sans doute été complètement érodé.

## 3.9. Bilan

### *3.9.1. Synthèse des différents traits et éléments anthropiques observés*

L'étude des échantillons archéologiques de Régismont-le-Haut a permis d'observer de nombreux traits qui correspondent d'une part aux processus naturels de mise en place et d'évolution des dépôts sédimentaires et d'autre part à des phénomènes liés à l'action anthropique (Tableau V.6).

| Traits | Type | | Description | Exemples |
|---|---|---|---|---|
| ***Naturels*** | Sédimentaire | *Triage constituant* | Surface de dépôt formé avec compétence variable, en lien avec ruissellement de surface | 39F11 ; F XII |
| | | *Croûte de surface* | Concentration horizontale de matériaux fins en lien avec phénomène de ruissellement | F XXIII |
| | Textural | *Lentilles* | Ségrégation par la glace des constituants | 39F11, F XXIV |
| | | *Iluviation* | Concentration de particules fines issues du lessivage d'un horizon éluvié | F XXIV, Cuvette 1 |
| | Biologique | *Chenaux* | Vides de taille et morphologie variables liés au creusement de galerie par la mésofaune ou les racines | F XVI |
| | | *Passage feature* | Vides densément comblés en arc de cercle résultant du passage de fouisseur (eg lombric) | F XIb, F XII |
| | | *Comblement déjection* | Comblement le plus souvent présent dans les chenaux de pelote de déjection de la mésofaune | F XVI |
| | | *Brassage constituant* | Intégration de constituants des faciès sous- ou sus-jacent déplacés par la mésofaune ; désorganisation d'autres traits (eg calcite cytomorphe) | F XII, XVI |
| | Calcitique | *Comblement* | Comblement microcristallin de la porosité, lié à un milieu plus ou moins aride | F XI, F XVI, Cuv. 1 |
| | | *Calcite en aiguille* | Comblement de calcite en aiguille de la porosité, marque un niveau de nappe, activité fongique ? | F XIb |
| | | *Cytomorphes* | Cristallisations reprenant la structure de cellule racinaire, éventuellement désorganisées ou redistribuées dans la masse | F XI, F XXV, F XVI |
| | | *Hyporevêtement* | Imprégnation de calcite microcristalline au niveau de la périphérie des chenaux, en lien avec la circulation d'eau et/ou l'activité racinaire | 39F11 |
| | | *Nodule* | Accumulation de calcite microcristalline dans la masse (=poupées carbonatées), En position primaire, ils présentent des contours diffus et des formes irrégulières, ils peuvent éventuellement être en position secondaire (forme arrondie, limite franche). | F XXIV, cuv 1, F XVI |
| ***Anthropiques*** | Combustion | *Rubéfaction fraction fine* | Oxydation de la fraction fine | F XXIV |
| | | *Altération T° élément calcaire* | Coloration grisâtre à noirâtre en OIL, fracturation | F XVI, F XII |
| | | *Brunification MO* | Brunification des sédiments par de la MO héritée ou anthropique (imprégnation) | F XXIII |
| | | *Carbonisation éléments végétaux hérités* | Carbonisation de tissus végétaux hérités (e.g. racine dans chenal) | F XXV ? |
| | | *Formation cendres, charbons bois, os brûlés* | Combustion plus ou moins complète de végétaux et d'os | Cuv. 1, F XXV |
| | Autres | *Imprégnation MO* | Incorporation par percolation de MO amorphe au sein de la fraction fine, éventuellement brunifiée par la suite ou conjointement | F XXV |
| | | *Dépôt artefact archéo* | Présence d'artefacts (silex, colorant, os non brûlé), éventuellement en position secondaire (bioturbation/ colluvionnement) | Cuv. 1 ; F XVI |
| | | *Organisation verticale dépôt* | Phases successives de dépôt d'artefacts et de sédiments anthropisés (e.g. vidange foyer) | Cuv. 1 |

**Tableau V.6:** Synthèse des principaux traits observés dans les échantillons de Régismont-le-Haut

#### *3.9.1.1. Traits et phénomènes naturels :*

Les traits naturels observés sont relativement variés, mais correspondent finalement à deux ensembles de phénomènes relativement bien circonscrits.

Il s'agit en premier lieu de traits relatifs à la mise en place des sédiments (traits sédimentaires) . Ceux-ci reflètent notamment le contexte colluvial d'énergie variable qui de manière générale définit la formation sédimentaire encaissante et sus-jacente au niveau archéologique. L'alternance de différentes textures et la présence de rares croûtes de surface illustrent ces dépôts d'énergie variable, avec une importante variabilité verticale et latérale, ainsi que de rares et sans doute éphémères phases de stabilisation des surfaces. L'observation de reprises de fragments de croûte de surface, intégrés dans la masse, confirme que les processus colluviaux à l'œuvre impliquent également la déstabilisation et la reprise de formations superficielles locales. De fait, ce processus accentue l'aspect indifférencié de la formation SJ, qui correspond finalement à des apports colluviaux déjà relativement homogènes et à des reprises de ces mêmes matériaux.

Sur ces dépôts, l'effet de la pédogenèse induit la présence d'un certain nombre de traits. Les traits afférents au développement d'un sol se rattachent à deux grands ensembles : biologique ou calcitique. Dans le premier cas, c'est notamment le creusement et le comblement de chenaux qui sont observés. L'action de la faune et de la flore semble la plupart du temps relativement limitée dans les faciès naturels bien qu'ayant, au travers de phénomènes de brassage, participé à l'homogénéisation des dépôts. Les traits calcitiques quant à eux traduisent un fonctionnement du sol affecté par des variations d'hygrométrie dans un milieu globalement assez aride. *In fine*, ces observations permettent de rattacher la formation SJ à une succession de colluviosols calcaires et carbonatés indifférenciés. Plus ponctuellement, l'observation de faciès enrichis en fractions fines suggère l'existence de processus d'illuviation/éluviation et donc le développement d'horizons différenciés au sein de la formation. Quelques organisations évoquant des lentilles se rapportent à des phénomènes de gel/dégel affectant les horizons superficiels du sol.

Il convient de noter qu'à l'échelle des faciès anthropisés, ces phénomènes sont sensiblement plus marqués. L'activité biologique semble particulièrement importante au niveau des faciès enrichis de résidus de combustion ou affectés par une imprégnation organique. De même, c'est dans ces faciès que l'on observe des calcitisations cytomorphiques. Les mesures de porosité effectuées dans les mêmes niveaux mettent en avant d'importance des phénomènes de bioturbation dans la mesure où cette porosité est essentiellement canaliculaire (Tableau V.7 et Figure V.90). Ainsi, l'augmentation de la porosité, et donc de l'activité biologique, semble positivement corrélée à la présence de traits et d'éléments d'origine archéologique.

| Structure | Lame mince | Faciès | Description | Classement | Porosité (%) |
|---|---|---|---|---|---|
| *Témoin* | *RGT00 39F11* | indet | SJ nat haut | SJ nat | 4 |
| | | indet | SJ nat bas | SJ nat | 8 |
| *F XXV* | *RGT11 F XIa (a)* | [1] | SJ nat massif | SJ nat | 9 |
| | | [1]rub | SJ rubéfié | SJ anthro | 9 |
| | | [2] | SJ cendres | SJ anthro | 7 |
| | *RGT11 F XIa (b)* | [1] | SJ nat massif | SJ nat | 7 |
| | | [1]impr | Sj rubéfié et imprégné | SJ anthro | 5 |
| *F XXIV* | *RGT13 F XXIV* | [1] | SJ nat évolué | SJ nat | 11 |
| | | [2] | SJ nat laminé | SJ nat | 8 |
| | | [2]rub | SJ rubéfié | SJ anthro | 8 |
| | | [3] | SJ nat massif | SJ nat | 6 |
| *F XXIII* | *RGT11 F XXXIII(a)* | [1] | SJ nat massif | SJ nat | 4 |
| | | [1]rub | SJ rubéfié | SJ anthro | 6 |
| | | [2] | SJ nat massif | SJ nat | 6 |
| | *RGT11 F XXXIII(b)* | [1] | SJ nat massif | SJ nat | 5 |
| | | [1]rub | SJ rubéfié | SJ anthro | 8 |
| | | [2] | SJ nat massif | SJ nat | 4 |
| *F XVI* | *RGT13 F XVI (1)* | [1] | SJ nat massif | SJ nat | 6 |
| | | [2] | SJ brun bioturb | SJ anthro | 17 |
| | | [3] | SJ orangé cendre, bioturb | SJ anthro | 23 |
| | *RGT13 F XVI (2)* | [1] | SJ nat massif | SJ nat | 9 |
| | | [3] | SJ orangé cendre, bioturb | SJ anthro | 16 |
| *F XII* | *79F11 N* | [1] | SJ nat massif | SJ nat | 6 |
| | | [3] | SJ rub et brun | SJ anthro | 10 |
| | | [4] | SJ nat massif | SJ nat | 7 |
| | *79F11 S* | [1] | SJ nat massif | SJ nat | 8 |
| | | [3] | SJ rub et brun | SJ anthro | 13 |
| | *F XII 1* | [2] | SJ brun bioturb | SJ anthro | 11 |
| | *F XII 2* | [1] | SJ nat massif | SJ nat | 7 |
| | | [2] | SJ brun bioturb | SJ anthro | 11 |
| *F XI* | *RGT11 F XIb* | [1] | SJ nat massif | SJ nat | 4 |
| | | [2b] | SJ brun bioturb | SJ anthro | 14 |
| | | [3] | SJ nat bioturb | SJ nat | 12 |
| *Cuvette 1* | *RGT13 100F11* | [1] | Sj nat évolué | SJ nat | 8 |
| | | [2]bas | SJ + archéo | SJ anthro | 7 |
| | | [2]milieu | SJ + archéo | SJ anthro | 13 |
| | | [2]haut | SJ + archéo et cendre | SJ anthro | 12 |

**Tableau V.7:** Récapitulatif des valeurs de porosité mesurées à partir des lames minces de Régismont-le-Haut.

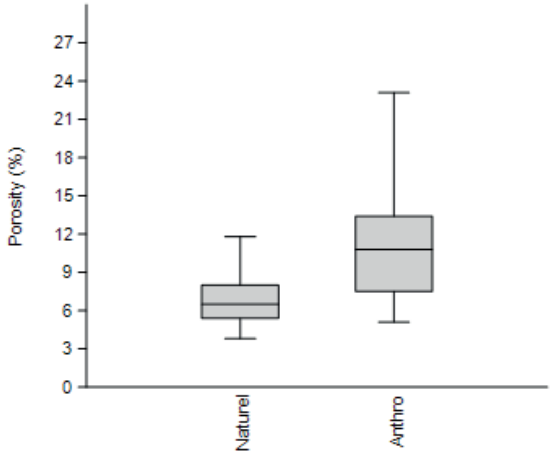



**Figure V.90:** Diagramme en boîte des valeurs de porosité des lames minces de Régismont-le-Haut regroupées en Naturel (faciès non affectés par l'activité anthropique) et Anthro (faciès rubéfiés, brunifiés, enrichis en résidus de combustion, etc.). Voir Tableau V.7 pour le détail.

#### *3.9.1.2. Traits et phénomènes anthropiques*

Une large part des traits anthropiques observés dans les échantillons présentés précédemment correspondent logiquement à des phénomènes relatifs au fonctionnement de structure de combustion.

Ils concernent avant tout l'altération thermique des constituants minéraux ou organiques du faciès encaissant. La fraction fine est fréquemment oxydée, tandis que les constituants calcaires vont plus rarement être affectés. La MO héritée, à l'état amorphe ou sous la forme de fragments de tissu végétal, va également être altérée, notamment par une combustion plus ou moins avancée se traduisant par exemple par une brunification du sédiment. Par ailleurs, la formation de charbons de bois, de cendres et éventuellement de charbons d'os va impliquer un enrichissement en résidus de combustion. Ces résidus sont cependant le plus souvent repris et remaniés par les phénomènes post-dépositionnels évoqués plus haut. Les charbons de bois et/ou d'os par exemple sont majoritairement très fragmentés et réduits à des modules qui rendent leur détermination spécifique complexe.

Nous avons également pu observer un enrichissement en MO amorphe de certains faciès. Celui-ci se traduit par une modification des propriétés optiques de la fraction fine, notamment observable en OIL. Le modèle d'une imprégnation par percolation de MO à l'état liquide proposé par Sellami (Rapports RGT 2005 et 2006)semble correspondre à ce qui est observé dans les foyers XXV et XII. Toutefois ce trait imprégnatif affecte aussi des faciès qui ont par la suite été lourdement remaniés ce qui rend l'explication de l'origine de cette MO plus incertaine (F XI et XVI).

Finalement, des artefacts archéologiques sont parfois observés au sein des échantillons. Il s'agit notamment de fragment d'os, de petites dimensions et pas ou peu altérés thermiquement. Plus rarement, de petits éclats de silex ont été observés. Des éléments évoquant les matières colorantes décrites par Pradeau *et al.,* (2014) ont été notés. Dans le cas du prélèvement effectué dans la cuvette 1, l'organisation verticale de trois dépôts laisse présager une véritable structure en creux comblé en plusieurs étapes successives.

### 3.9.2. Synthèse des différents faciès observés

Les différents échantillons observés bénéficient de l'homogénéité de l'encaissant sédimentaire et de la variabilité somme toute limitée des traits qui les caractérisent. Cela permet d'envisager une lecture synthétique des différentes lames minces au moyen de grands faciès-types. Ceux-ci correspondent à trois grandes catégories : les faciès naturels, les faciès de combustion primaire, les faciès de combustion secondaire (Tableau V.8). Au total, 10 sous types de faciès permettent de résumer les observations menées précédemment (Figure V.91).

| Facies | Sous type | | Description | Témoin 39f11 | F XXIII | F XXIV | F XI | F XXV | F XII | F XVI | Cuv. 1 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *Naturel {A}* | *{A1}* | *Sables/limons massifs* | Matériaux sablolimoneux massifs, porosité peu importante essentiellement canaliculaire, rares traits calcitiques | X | [1] | [3] | [1], [2a], [3] | [1] | [1], [4] | [1] | |
| | *{A2}* | *Sables/limons lités* | Matériaux sablolimoneux finement lités, porosité peu importante essentiellement canaliculaire, rares traits calcitiques | X | | [2] | | | [1] | | |
| | *{A3}* | *Sables/limons "évolués" à nodules* | Matériaux sablolimoneux faiblement agrégés, vide planaire et chenaux fréquents, formation de nodules carbonatés fréquente | | | [1] | | | | | [1] |
| *Combustion primaire {B}* | *{B1}* | *Rubéfié in situ* | Oxydation de la fraction fine de l'encaissant, faible enrichissement en résidus de combustion, rares bioturbations | | | [2] sup | | | [1] sup | [1] sup | |
| | *{B2}* | *Rubéfié et brunifié in situ* | Oxydation et brunification de la fraction fine de l'encaissant, intégration de résidus de combustion par processus post-dépositionnel | | [1] sup | | [1] sup | | | [2] ? | |
| | *{B3}* | *Rubéfié, brunifié et imprégné MO* | Oxydation et brunification de la fraction fine de l'encaissant. Imprégnation organique de la masse | | | | | [1] sup | [2], [3] | | |
| | *{B4}* | *Cendres et charbons in situ* | Concentration de résidus de combustion sur niveau de combustion, processus post-dépositionnel limité. | | | | | [2] | | | |
| *Combustion secondaire {C}* | *{C1}* | *Rubéfié, imprégnation et matériaux cendreux* | Oxydation de la fraction fine, imprégnation MO peu altérée, intégration de résidus de combustion et d'artefacts archéo. Forte bioturbation | | | | | | | [3] | |
| | *{C2}* | *Rubéfié, brunie, imprégné et résidus combustion remaniée* | Oxydation de la fraction fine, Imprégnation organique brunifiée. Intégration d'abondants résidus de combustion et d'artefacts archéo. Forte bioturbation | | | | [2b] | | | | |
| | *{C3}* | *Vidange* | Concentration de résidus de combustion, absence d'organisation, processus post-dépositionnels marqués | | | | | | | | [2] |

**Tableau V.8:** Synthèse des principaux types de faciès identifiés dans les échantillons de Régismont-le-Haut

Les faciès « naturels » que nous avons définis correspondent aux variations latérales et verticales au sein de la formation encaissante et sus-jacente (SJ). Trois sous types peuvent être distingués en fonction notamment de la texture des constituants ({A1} et {A2}) ou d'un degré d'évolution pédologique plus marqué ({A3}). Malgré ces légères différences, les faciès de cette

catégorie gardent une forte cohérence, par exemple en termes de constituants, ce qui explique l'homogénéité à plus large échelle de la formation sédimentaire à laquelle ils appartiennent. En effet, les observations de terrain ont montré que macroscopiquement il était difficile de déceler de fortes différences au sein de la formation SJ même si des passées graveleuses ainsi que des zones de concentrations de nodules carbonatés ont pu localement être notées.

Les faciès de « combustion primaire » correspondent au faciès présentant des sédiments thermolaltérés ou des résidus de combustion en place. Toutefois, même s'ils sont considérés comme en place d'importants processus post-dépositionnels ont pu affecter ces faciès. Il s'agit notamment de bioturbation affectant préférentiellement les niveaux riches en MO amorphe ou bien des processus de recristallisation des dépôts cendreux. Enfin, dans le cas du foyer XXV l'observation d'un faciès rubéfié auquel se superpose une imprégnation organique amorphe très marquée vient compléter ces observations. Il convient toutefois de s'interroger sur la relation entre cette imprégnation et le fonctionnement du foyer en lui-même. En effet, la MO qui constitue cette imprégnation semble relativement peu altérée thermiquement.

Finalement, plusieurs faciès correspondent à des sédiments thermoaltérés et enrichis en résidus de combustion ayant été lourdement bioturbés. Même s'il est probable que ces faciès correspondent à la perturbation en place des structures de combustion sous-jacentes (F XVI et XI par exemple), il est également envisageable qu'une intervention humaine puisse être à l'origine du déplacement de ces sédiments. C'est notamment le cas pour les foyers XII et XVI où notre compréhension des différentes étapes des fonctionnements de la structure demeure incertaine. D'ailleurs le cas de la cuvette 1 atteste bien l'existence sur le site de Régismont-le-Haut d'activités de maintenance, avec notamment le rejet en plusieurs temps dans une dépression d'artefacts et de résidus de combustion.

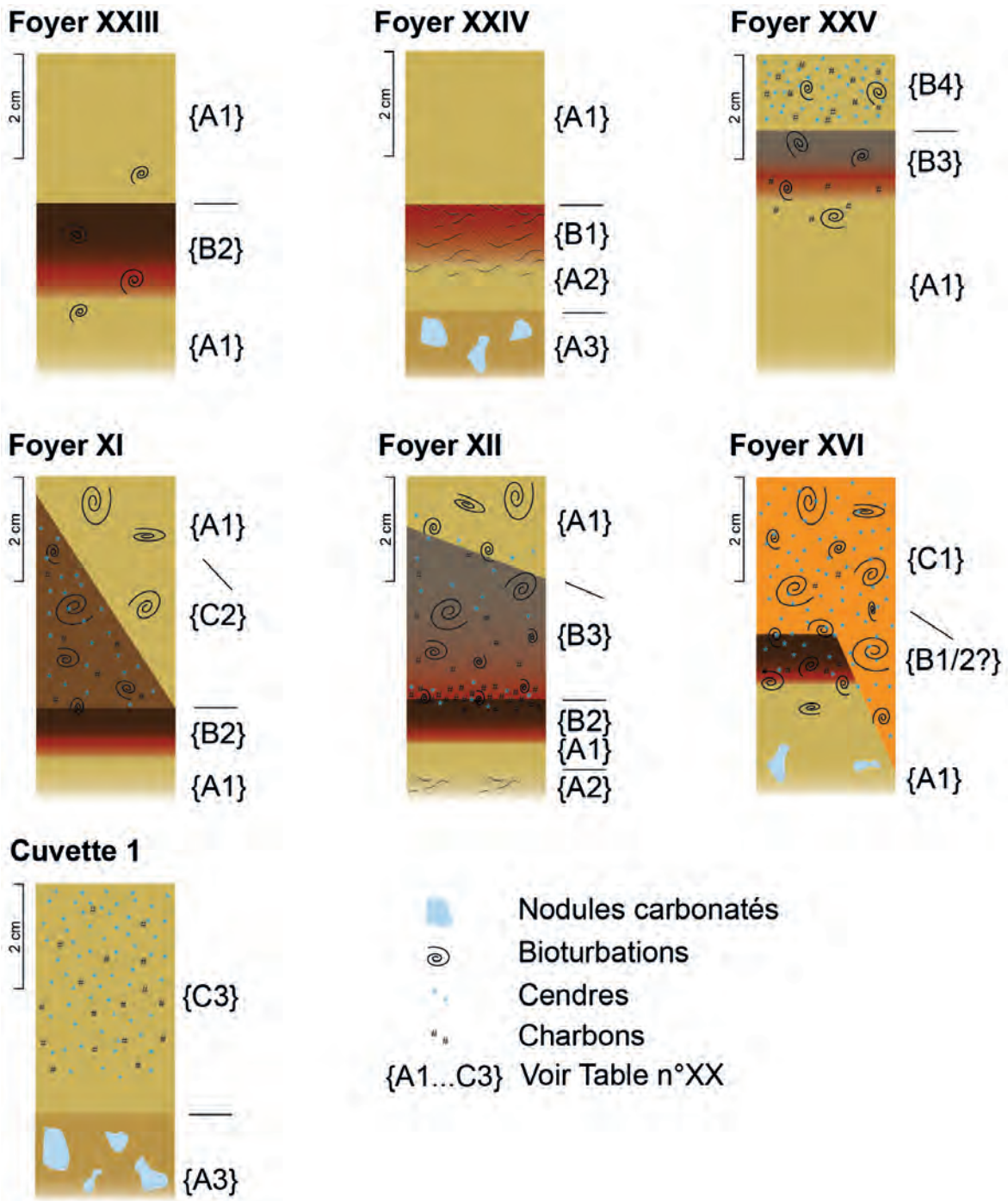



**Figure V.91:** Organisation des principaux faciès types observés dans les échantillons de Régismont-le-Haut.

# 4. Géochimie organique des structures de Régismont-le-Haut

## 4.1. Structures sélectionnées et échantillons

En fonction des observations de terrain (cf. Partie V.2) et des résultats micromorphologiques (cf. Partie V.3), nous avons échantillonné une partie des foyers de Régismont-le-Haut afin de les soumettre à une série d'analyses géochimiques (Tableau V.9). Cette sélection a notamment été orientée par les interrogations concernant l'identification de la nature des imprégnations organiques mises en évidence durant l'analyse micromorphologique. Les foyers XII et XVI, qui présentent ce type de traits, ont donc été inclus ainsi que le foyer XXIV, qui en est dépourvu, dans une optique comparative. En plus de cette sélection, il faut préciser que l'échantillonnage était également contraint par les possibilités offertes lors des opérations sur le terrain. Les principaux objectifs de ces travaux étaient donc de quantifier la MO contenue dans ces structures et de la caractériser sur le plan moléculaire. Pour ce faire, des analyses élémentaires (%$C_{org}$), en CG-SM (extrait lipidique) et en py(TMAH)-CG-SM (MO récalcitrante entre autres) ont été entreprises.

Le préalable à ce travail était de caractériser le bruit de fond naturel des sédiments de l'occupation aurignacienne. Le prélèvement **39F11 (I** et **II)** répond à ce besoin, mais dans la mesure où son contenu est très semblable à celui du témoin de nos expérimentations (M1 : Partie IV.4) nous ne le présentons ici que dans le cadre de la quantification du %$C_{org}$.

Trois foyers ont ensuite été échantillonnés comme il suit :

- Pour le **foyer XVI**, trois échantillons (**1, 2 et 3**) correspondant à plusieurs faciès identifiés sur le terrain (cf. Partie V.2.2.2) et pour 2 et 3 aux faciès décrits en micromorphologie (cf. Partie V.3.7). FXVI 1 correspond à un échantillon pris aux abords du foyer, zone non incluse dans l'étude micromorphologique.
- Pour le **foyer XXIV**, un échantillon (**1**) correspondant au faciès rubéfié identifié sur le terrain (cf. Partie V.2.2.4) et correspondant à celui décrit en micromorphologie (cf. Partie V.3.3).
- Enfin pour le **foyer XII**, quatre échantillons (**1, 3, 4 et 5**) correspondant à plusieurs faciès identifiés sur le terrain (cf. Partie V.2.2.2) et pour 1, 3 et 4 à ceux décrits en micromorphologie (cf. Partie V.3.6). F XII 5 correspond à un échantillon pris aux abords du foyer, zone non incluse dans l'étude micromorphologique.

| | | | | Résultats présentés ici | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **Structure** | **Sous ech.** | **Description** | **Faciès micro** | **%$C_{org}$** | **CG-SM** | **Py(TMAH)-CG-SM** |
| *39F11* | I | Témoin S56 | | x | | |
| | II | Témoin S56 | | x | | |
| *F XVI* | 1 | Sédiment brun foyer archéo XVI | | x | x | x |
| | 2 | Sédiment rouge/noir foyer XVI | [1] et [2] | x | x | x |
| | 3 | Sédiment orangé foyer archéo XVI | [3] | x | x | x |
| *F XXIV* | 1 | Sédiment rubéfié foyer XXIV | [2] | x | x | x |
| *F XII* | 1 | Sédiment brun noir sous/dans foyer XII (impr?) | [1] et [2] | x | x | x |
| | 3 | Sédiment brun sous foyer XII (impr) | [2] | x | x | x |
| | 4 | Sédiment rub foyer XII | [3] | x | x | x |
| | 5 | Sédiment brun noir auréole foyer XII | | x | x | x |

**Tableau V.9:** Échantillons de Régismont-le-Haut retenus et résultats discutés ici.

### 4.2. Carbone organique (%$C_{org}$)

Le tableau (Tableau V.10) suivant présente les valeurs obtenues pour la teneur en carbone organique (exprimé en %$C_{org}$) des échantillons de Régismont-le-Haut. Celles-ci, mesurées par AE après l'élimination du carbone minéral (cf. Partie III.3.2.2), illustrent la quantité de MO contenue dans les échantillons de sédiment.

| **Structure** | **Sous ech.** | **Description** | **%$C_{org}$** | **σ** |
|---|---|---|---|---|
| *39F11* | I | Témoin S56 | 0.1 | 0.8 |
| | II | Témoin S56 | 0.1 | 0.8 |
| *F XVI* | 1 | Sédiment brun foyer archéo XVI rgt | 0.3 | 0.2 |
| | 2 | Sédiment rouge/noir foyer XVI | 0.4 | 0.2 |
| | 3 | Sédiment orangé foyer archéo XVI | 0.3 | 0.2 |
| *F XXIV* | 1 | Sédiment rubéfié foyer XXIV | 0.2 | 0.3 |
| *F XII* | 1 | Sédiment brun noir sous/dans foyer XII (impr?) | 0.3 | 0.3 |
| | 3 | Sédiment brun sous foyer XII (impr) | 0.2 | 0.3 |
| | 4 | Sédiment rub foyer XII | 0.3 | 0.3 |
| | 5 | Sédiment brun noir auréole foyer XII | 0.4 | 0.3 |

**Tableau V.10:** %$C_{org}$ des différents échantillons de Régismont-le-Haut mesurés par analyse élémentaire après décarbonatation (σ correspond aux marges d'erreur en % calculées à partir d'étalons de tyrosine, cf. Partie III.3.2.2).

Les valeurs obtenues pour l'échantillon témoin 39F11 sont très faibles (0.1%) et cohérentes avec les observations de terrain et micromorphologiques qui décrivent des sédiments pauvres en éléments d'origine organique. Cette valeur est également comparable à celle obtenue pour le témoin de la zone expérimentale de 2012 (M1 : 0.2% ; cf. Partie IV.4.2.1) ce qui suggère que la faible teneur en MO des sédiments de la formation SJ de Régismont-le-Haut est un caractère relativement uniforme.

Les résultats obtenus dans les structures archéologiques sont tous compris entre 0.2 et 0.4%, ce qui, compte tenu de la méthode utilisée (cf. Partie III.3.2.2), représente une plage de valeurs recouvrant les résultats du contrôle 39F11. Cela étant, les valeurs mesurées dans les foyers sont systématiquement légèrement plus élevées ce qui pourrait malgré tout indiquer une tendance à une teneur plus importante en $C_{org}$ dans ces échantillons. Les observations micromorphologiques indiquent notamment la présence plus importante de MO, sous la forme d'imprégnation ou de

résidus de combustion, dans la plupart de ces faciès. En raison d'une probable faible teneur initiale en Corg, combinée à la décarbonatation des échantillons, l'AE ne permet cependant pas de distinguer statistiquement ces variations.

## 4.3. Extraits lipidiques (CG-SM)

Huit échantillons des foyers XVI, XXIV et XII sont ici présentés en détail (Tableau V.9). Comme nous l'expliquions plus haut les échantillons 39F11 I et II, documentant le bruit de fond local, ne sont pas décrits ici, car similaires à l'échantillon M1 décrit ailleurs (Cf. Partie IV.4.4.1.1).

### *4.3.1. Résultats*

Les résultats obtenus en CG-SM sont détaillés ci-dessous. Les numéros portés sur chaque figure renvoient aux composés n'appartenant pas aux séries de composés aliphatiques indiqués par des symboles (acides gras saturés et insaturés, alcanes, alcools, etc.). Leur identification est précisée dans l'Annexe F (Tabl. Ann. F.1), où se trouve également un tableau (Tabl. Ann. F.3) synthétisant les composés identifiés pour chaque extrait.

#### *4.3.1.1. F XVI 1(Figure V.92)*

Les acides gras saturés $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$ ainsi que l'insaturé $C_{18:1}$ sont les principaux composés détectés dans cet échantillon. Les acides gras forment une série quasi-continue de $C_7$ à $C_{20}$. Deux diacides ($C_8$ et $C_9$) ainsi que quelques acides méthylés (m-$C_{13}$ à $C_{16}$) sont également détectés aux côtés de quelques alcools ($C_{12}$, $C_{24}$ et $C_{26}$). Notons également la présence de l'acide insaturé $C_{18:2}$.

Ces composés relativement peu diversifiés sont complétés par du glycérol (n° 5) et du squalène (n° 58).

#### *4.3.1.2. F XVI 2(Figure V.93)*

Les acides gras saturés $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$ ainsi que l'insaturé $C_{18:1}$ sont les principaux composés détectés dans cet échantillon très proche du précédent. Une série d'acides gras de $C_7$ à $C_{18}$, deux diacides ($C_8$ et $C_9$) et quelques acides méthylés (m-$C_{13}$ à $C_{16}$) sont identifiés. Quelques alcools ($C_{12}$, $C_{24}$, $C_{26}$ et $C_{28}$) et une brève série d'alcanes ($C_{23}$ à $C_{29}$) sont également présents. L'insaturé $C_{18:2}$ et le squalène (n° 58) complètent cet aperçu.

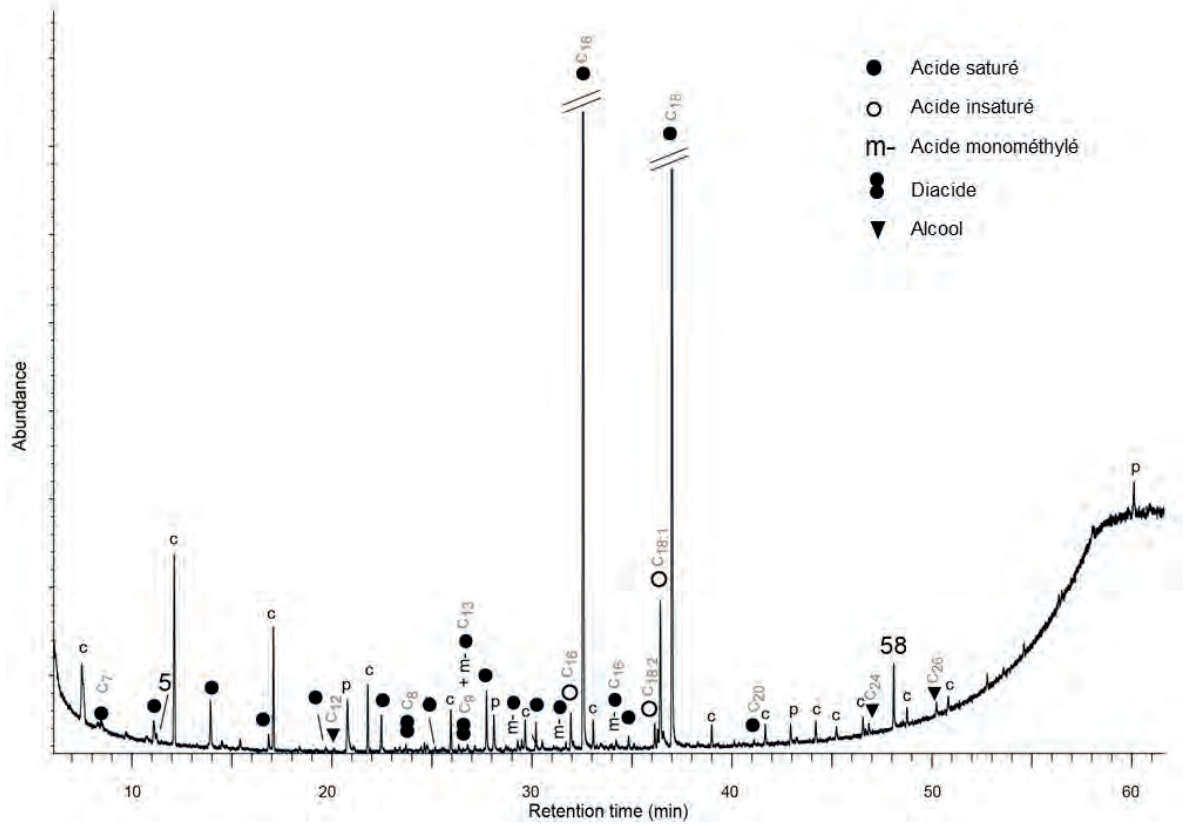



**Figure V.92:** TIC de l'échantillon F XVI 1 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

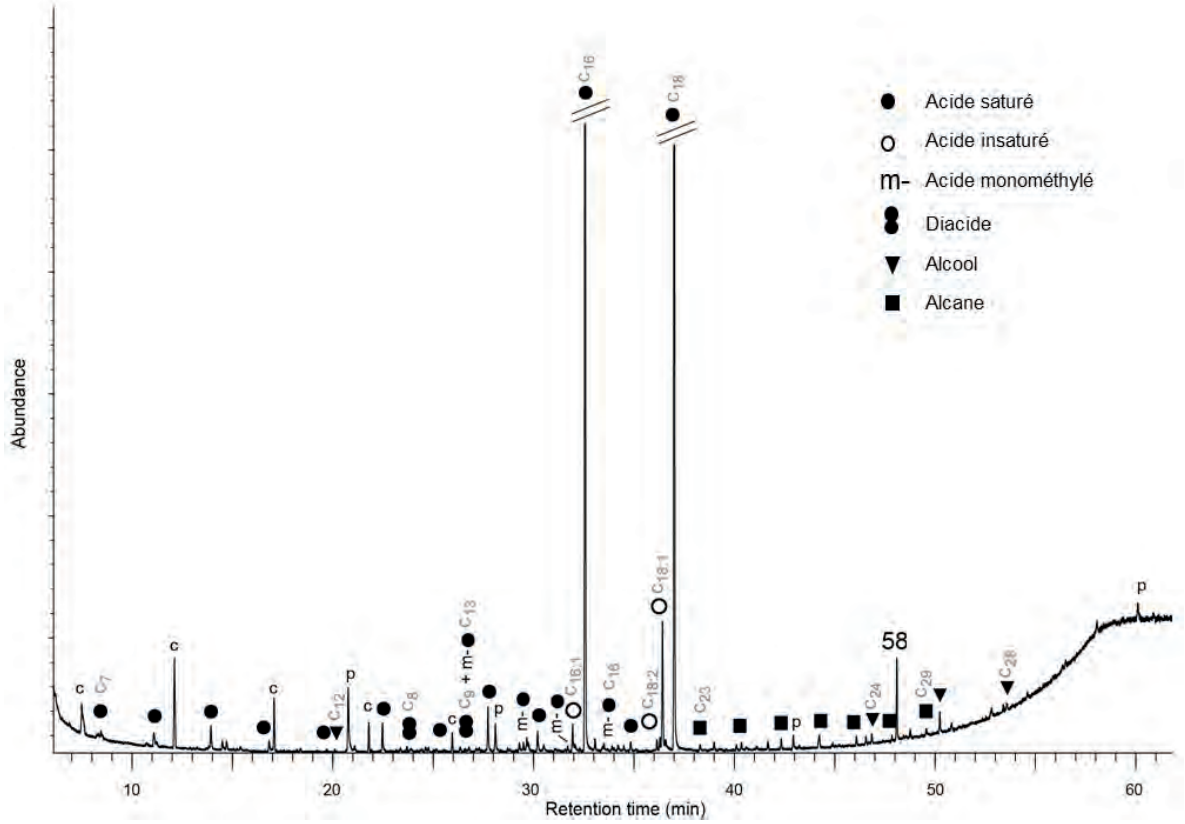



**Figure V.93:** TIC de l'échantillon F XVI 2 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

#### *4.3.1.3. F XVI 3(Figure V.94)*

Les lipides de cet échantillon correspondent principalement à des acides gras ($C_6$ à $C_{24}$), dominés par les saturés $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$ ainsi que l'insaturé $C_{18:1}$. Deux diacides ($C_8$ et $C_9$) et quelques acides méthylés (m-$C_{13}$ à $C_{16}$) sont identifiés. Une série discontinue d'alcools ($C_{12}$ à $C_{30}$) et une série d'alcanes ($C_{23}$ à $C_{33}$) sont également détectées.

Un acide benzoïque (n° 4), du squalène (n° 58), du cholestérol (n° 61) et du sitostérol (n° 66) complètent la liste des composés identifiés.

#### *4.3.1.4. F XXIV 1(Figure V.95)*

Les principaux contributeurs de cet échantillon sont les acides gras ($C_6$ à $C_{26}$), dominés par les saturés $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$ ainsi que l'insaturé $C_{18:1}$. Comme pour les échantillons précédents, deux diacides ($C_8$ et $C_9$) et quelques acides méthylés (m-$C_{13}$ à $C_{16}$) sont identifiés. Une série d'alcools ($C_{12}$ à $C_{30}$) et une série d'alcanes ($C_{15}$ à $C_{33}$) sont aussi détectées.

Du glycérol (n° 5) ainsi que deux diacylglycérols (n° 49 et 56) sont détectés aux côtés de squalène (n° 58), du cholestérol (n° 61) et du sitostérol (n° 66). Notons également la présence d'acide benzoïque (n° 4), d'un dérivé phénolique (n° 22) et d'un terpène (n° 68).

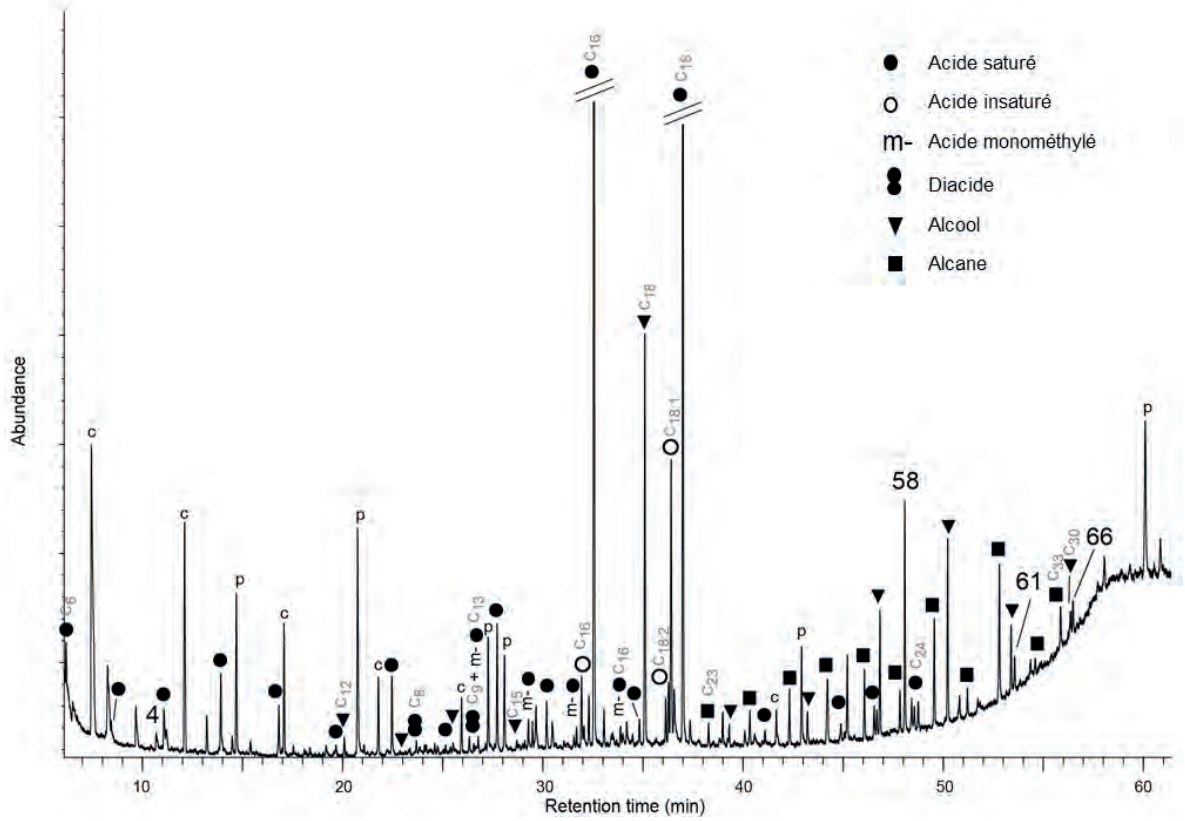



**Figure V.94:** TIC de l'échantillon F XVI 3 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

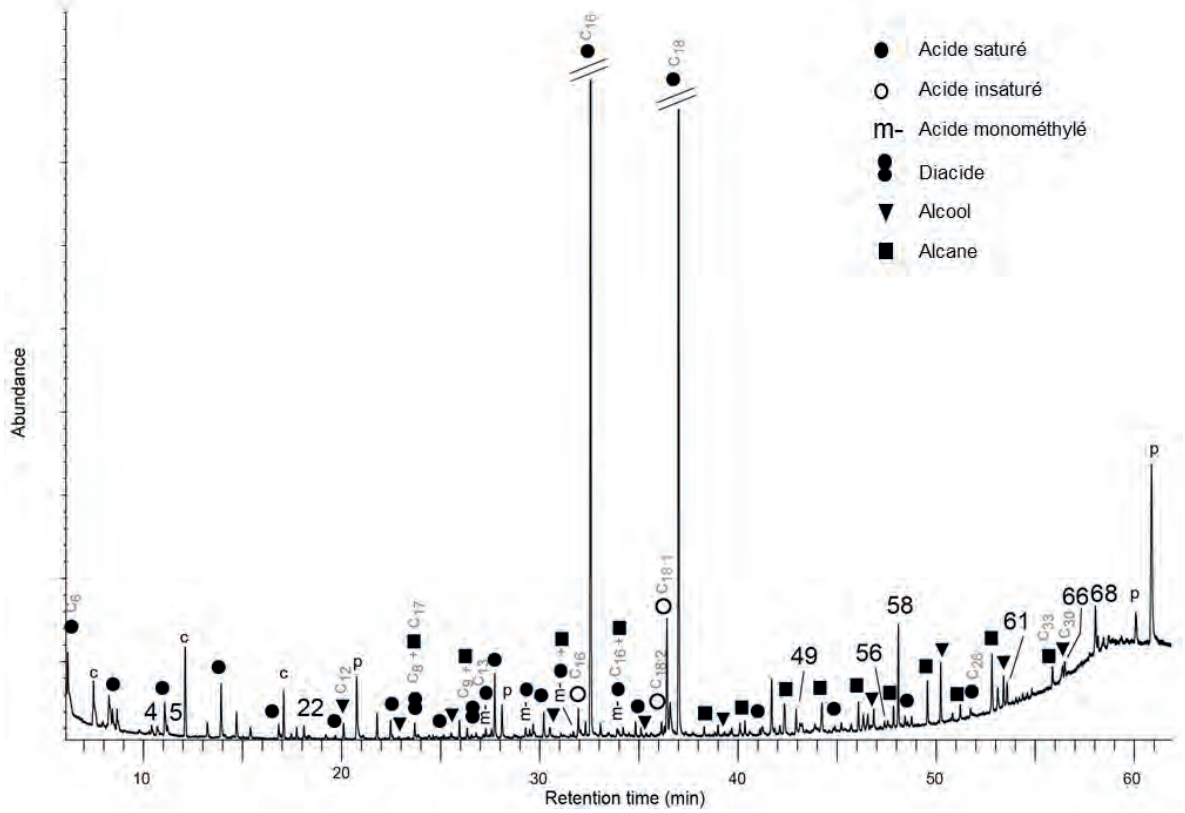



**Figure V.95:** TIC de l'échantillon F XXIV 1 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

#### *4.3.1.5. F XII 1 (Figure V.96)*

Les composés détectés pour cet échantillon correspondent principalement à des acides gras ($C_6$ à $C_{20}$), dominés par les saturés $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$ ainsi que l'insaturé $C_{18:1}$. Deux diacides ($C_8$ et $C_9$) et quelques acides méthylés (m-$C_{13}$ à $C_{16}$) sont identifiés. Deux séries discontinues d'alcools ($C_{12}$ à $C_{28}$) et d'alcanes ($C_{16}$ à $C_{33}$) sont également détectées.

Du squalène (n° 58), du cholestérol (n° 61) et du sitostérol (n° 66) ainsi que l'acide benzoïque (n° 4) sont à mentionner. Notons enfin la présence de deux lactones (n° 35 et 38) et d'un amide (n° 57).

#### *4.3.1.6. F XII 3 (Figure V.97)*

Pour cet échantillon, les composés détectés sont principalement des acides gras ($C_6$ à $C_{26}$), dominés par les saturés $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$ ainsi que l'insaturé $C_{18:1}$ (trans-$C_{18:1}$ notamment). Des diacides ($C_5$, $C_8$ et $C_9$) et une brève série d'acides méthylés (m-$C_{13}$à $C_{18}$) sont également observables. Deux séries discontinues d'alcools ($C_{12}$ à $C_{28}$) et d'alcanes ($C_{17}$ à $C_{31}$) sont détectées.

Du glycérol (n° 5) ainsi que de nombreux monoacylglycérols (n° 44, 49, 55 et 56) et diacylglycérols (n° 73-77) sont détectés aux côtés de squalène (n° 58), du cholestérol (n° 61) et du sitostérol (n° 66). Un dérivé benzénique (n° 15) et un composé hétérocyclique azoté (n° 21).

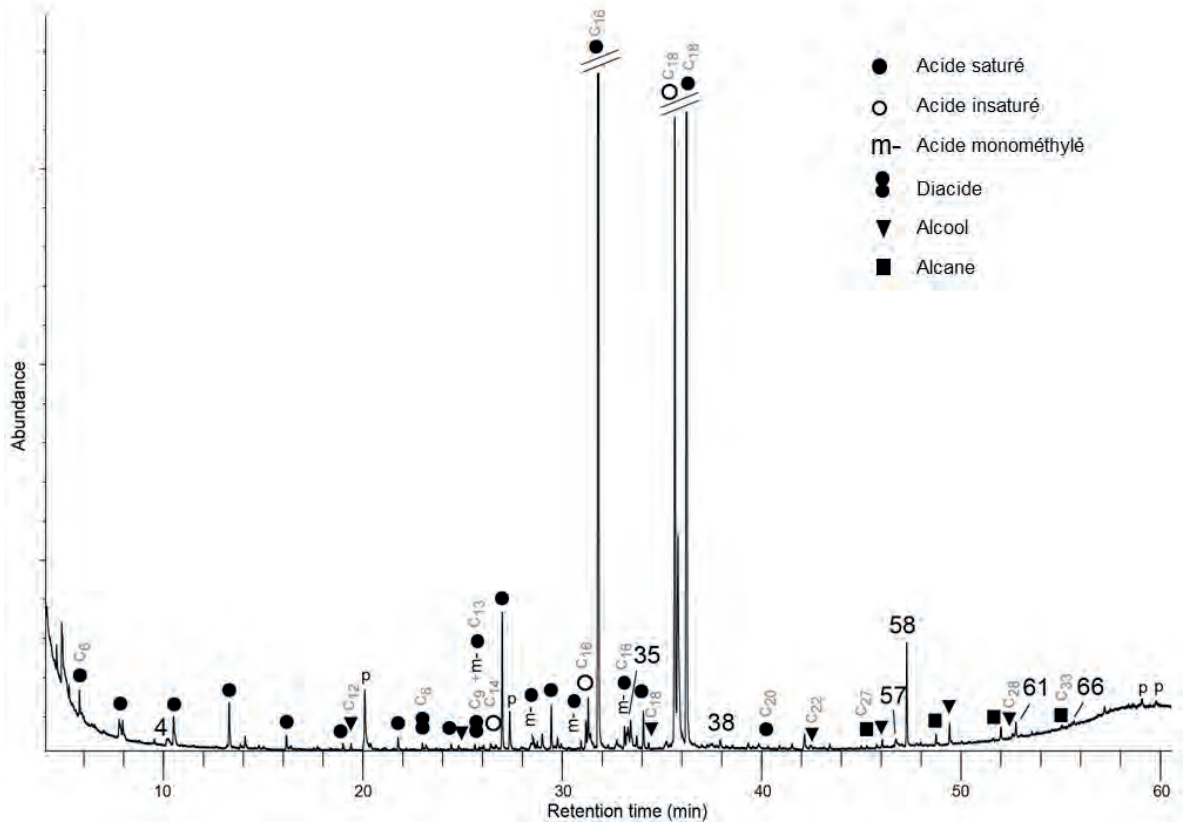



**Figure V.96:** TIC de l'échantillon F XII 1 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

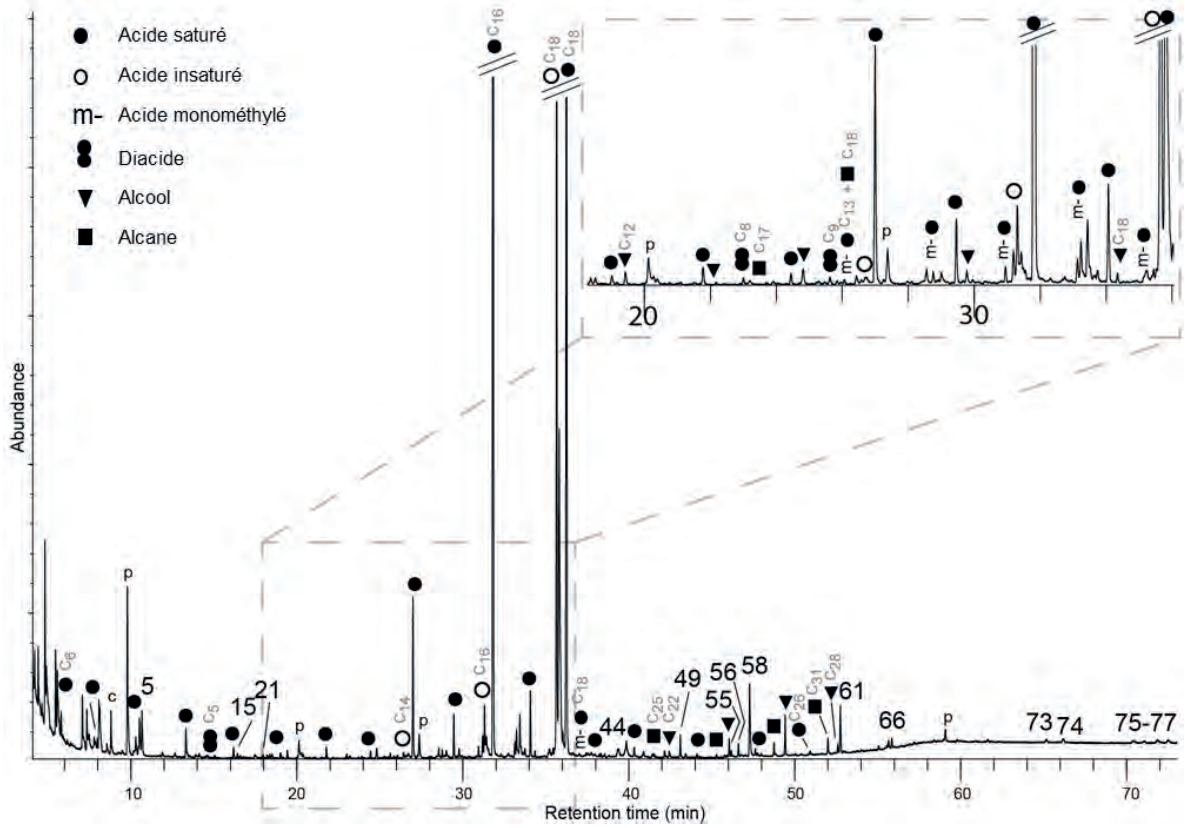



**Figure V.97:** TIC de l'échantillon F XII 3 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

#### *4.3.1.7. F XII 4 (Figure V.98)*

Les principaux composés détectés sont les acides gras ($C_6$ à $C_{18}$), dominés par les saturés $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$ ainsi que l'insaturé $C_{18:1}$. Des diacides ($C_7$, $C_8$ et $C_9$) et quelques acides méthylés (m-$C_{13}$ à $C_{16}$) sont également présents. Une série d'alcools ($C_{12}$ à $C_{28}$) et quelques alcanes ($C_{21}$, $C_{27}$, $C_{29}$ et $C_{31}$) sont aussi détectés.

Du glycérol (n° 5) et quelques diacylglycérols (n° 49 et 55) sont présents ainsi que du cholestérol (n° 61) et du sitostérol (n° 66). Un dérivé phénolique (n° 22), un nitrile (n° 46) et une amide (n° 57) sont également détectés.

#### *4.3.1.8. F XII 5 (Figure V.99)*

Les composés principalement détectés dans cet échantillon sont les acides gras ($C_6$ à $C_{18}$), dominés par les saturés $C_{18:0}$ et $C_{16:0}$ ainsi que les insaturés $C_{18:1}$. Deux diacides ($C_8$ et $C_9$) et deux acides méthylés (m-$C_{15}$ et $C_{16}$) ainsi qu'une série discontinue d'alcools ($C_{12}$ à $C_{30}$) et quelques alcanes impairs ($C_{21}$ à $C_{33}$) sont également présents.

Du glycérol (n° 5) et quelques diacylglycérols (n° 49 et 55) sont détectés avec également du squalène (n° 58), du cholestérol (n° 61) et du sitostérol (n° 66). Deux composés azotés, un nitrile (n° 46) et un amide (n° 57) sont également détectés.

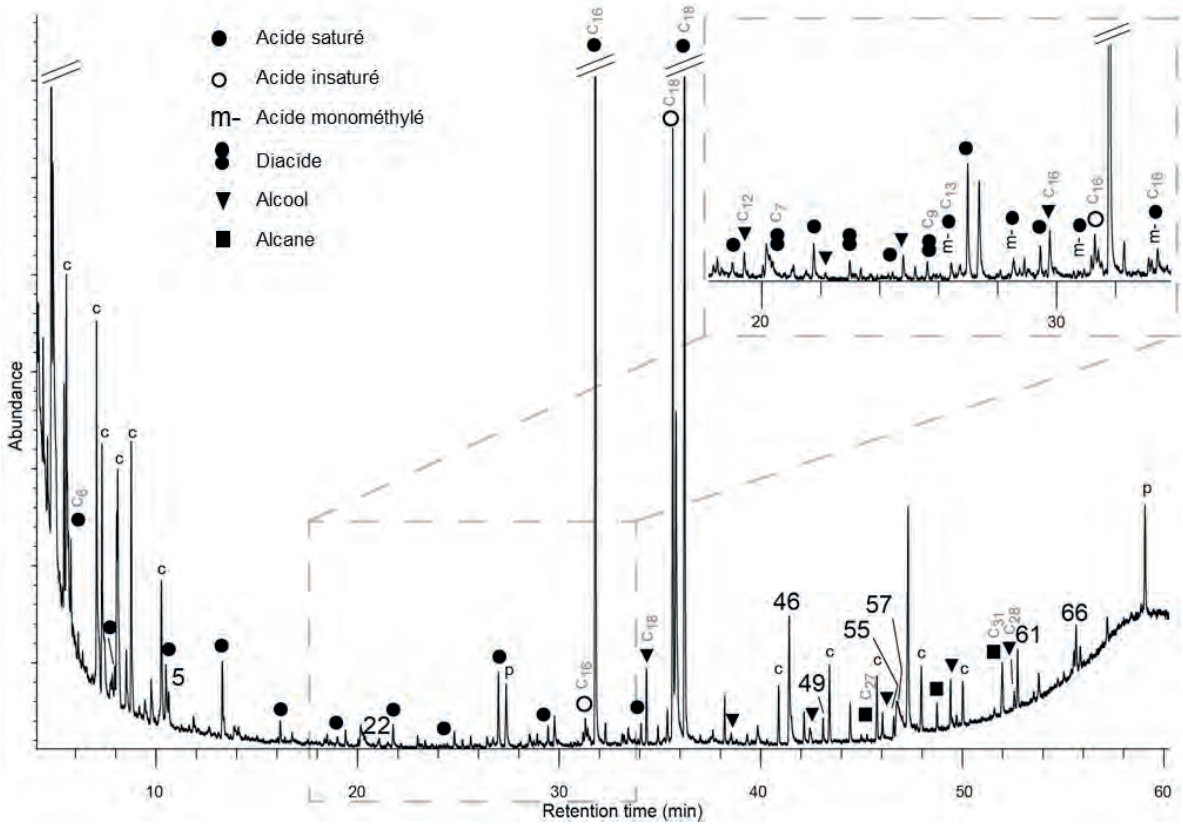



**Figure V.98:** TIC de l'échantillon F XII 4 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

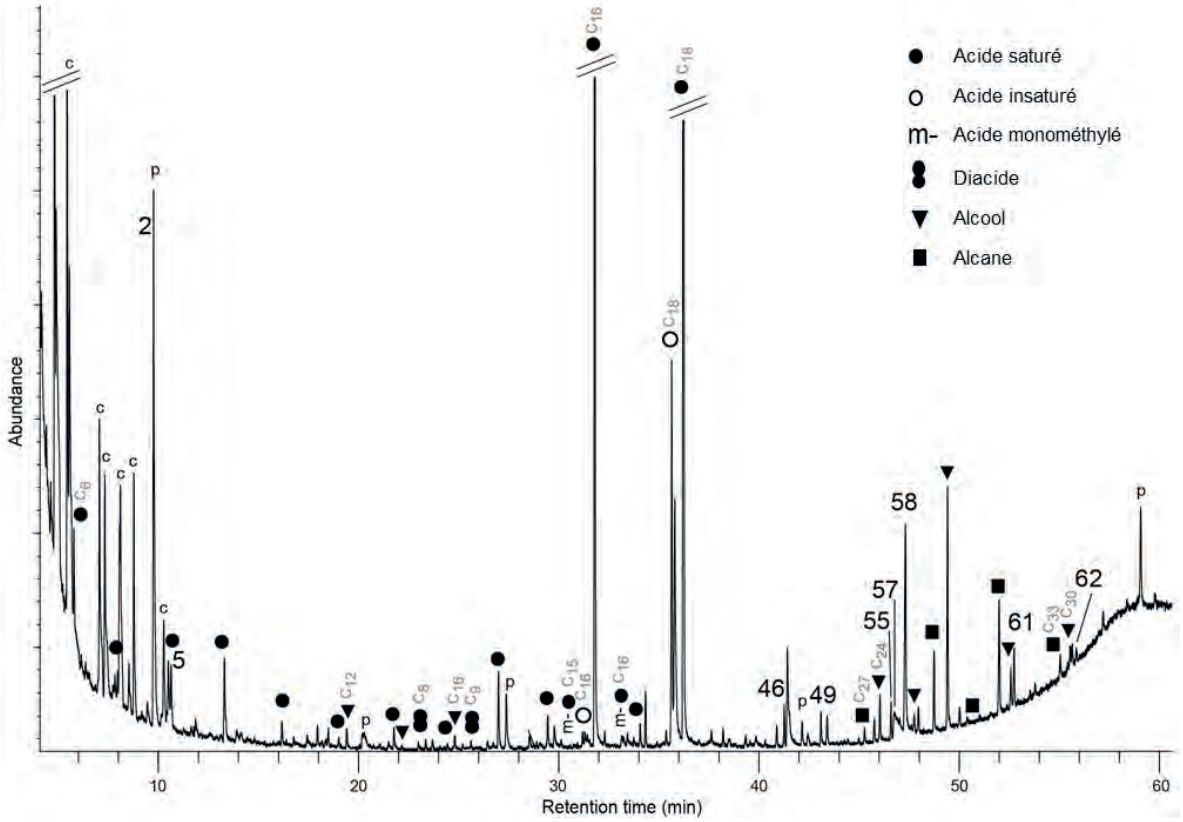



**Figure V.99:** TIC de l'échantillon F XII 5 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

### 4.3.2. Bilan de l'approche qualitative

#### 4.3.2.1. Bruit de fond

Le bruit de fond naturel des sédiments du site de Régismont nous est connu au travers des échantillons de contrôle également mobilisés pour l'approche expérimentale (M1 1 notamment ; cf. Partie IV.4.4.1.1). Ce bruit de fond est relativement faible, comme le souligne par ailleurs la faible teneur en $C_{org}$ des sédiments de la formation SJ renseigné par les échantillons 39F11 (cf. Partie V.4.2). Il consiste principalement en des composés aliphatiques relativement ubiquistes, comme les acides gras et les produits de la dégradation des triacylglycérols. Le cholestérol est également retrouvé dans la plupart des échantillons. Ces composés ne peuvent donc pas, *a priori*, être interprétés comme résultant d'une quelconque activité anthropique. Comme nous le verrons ci-dessous, le cholestérol peut de plus être mis en relation avec une MO d'origine végétale et/ou microbienne présente naturellement dans les sols.

#### 4.3.2.2. Éléments non diagnostiques

Même si, comme nous le verrons plus loin (cf. Partie V.4.3.3), leur distribution peut être significative, la forte présence des acides saturés $C_6$ à $C_{18}$, ainsi que d'acides monométhylés ne peut être considérée comme une signature spécifique d'un point de vue qualitatif. Les acides saturés sont en effet extrêmement répandus aussi bien dans le règne végétal, animal ou même microbien (Christie, 2014), soit qu'ils correspondent à des constituants des membranes cellulaires ou à des produits de la dégradation des tissus adipeux. Les acides monométhylés sont également ubiquistes. Bien que principalement liés à de la MO fongique ou bactérienne (Saiz-Jimenez et De Leeuw, 1986 ; Dudd *et al.*, 1999 ; Kanthilatha *et al.*, 2014 ; Spangenberg *et al.*, 2014), ils peuvent aussi être issus du système digestif de ruminants (Dudd *et al.*, 1999 ; Christie, 2014).

Du cholestérol a été retrouvé dans la plupart des échantillons de Régismont, mais également dans les échantillons de contrôle. Bien que traditionnellement considéré comme un marqueur de MO d'origine animale (Christie, 2014), il est également possible qu'il ait une origine bactérienne ou fongique (Huang et Meinschein, 1976 ; Volkmann, 2005 ; Christie, 2014). Dans ces conditions il nous semble donc plus prudent de ne pas le considérer comme diagnostique.

La présence de glycérol et de nombreux produits de la dégradation des triacylglycérols (monoacylglycérols, diacylglycérols et sans doute une bonne part des acides gras) peut également être attribuée à différentes sources de MO végétale comme animale (Van Den Berg *et al.*, 2002 ; Evershed *et al.,* 2002 ; Nolte *et al.*, 1999). Du fait de leur présence dans la plupart des échantillons et dans les contrôles, il semble délicat, en l'absence d'une étude plus détaillée, de statuer sur l'origine de ces composés vraisemblablement liée au bruit de fond local.

Enfin, comme dans les échantillons expérimentaux, la présence de squalène est difficile à interpréter. Bien qu'il puisse s'agir d'un composé naturel, la possibilité que cette occurrence soit liée à un plastifiant ou à des contaminations lors de manipulations (Evershed, 1993 ; Grenacher et Guerin, 1994 ; Heron *et al.*, 2010), est difficile à écarter. L'observation fréquente de polluants tels que des dérivés de phtalate nous incite également à ne pas négliger cette hypothèse.

#### 4.3.2.3. MO végétale

Dans tous les échantillons, la MO d'origine végétale est bien représentée, en particulier au travers des composés aliphatiques que sont les acides longs (> $C_{18}$), les alcools longs (> $C_{17}$) et les alcanes. Ces acides et alcools sont des produits relativement ubiquistes de la dégradation de tissu végétal (Evershed *et al.*, 1999 ; Poirier *et al.*, 2005 ; Simoneit, 2002) alors que pour les alcanes une origine dans les cires épicuticulaires est souvent retenue (Spangenberg *et al.*, 2014). Dans de nombreux échantillons (F XVI 3, F XXIV 1 ; F XII 1, 3, 4 et 5) la présence de sitostérol, associé dans un cas (F XXIV 1) au terpène α-amyrone, confirme la contribution de la MO végétale à ces extraits lipidiques (Huang et Meinschein, 1976 ; Vilegas *et al.*, 1997 ; Simoneit, 2005).

Des dérivés phénoliques et des acides benzoïques ont également été détectés dans les échantillons F XVI 3, F XXIV 1, et F XII 1 et 4. Ces produits de la dégradation de la lignine (Gibson, 1968 ; Simoneit *et al.*, 1993 ; Quénéa *et al.*, 2004 ; Simoneit, 2005 ; Regert *et al.*, 2006 ; Shadkami et Helleur, 2010) ont parfois été interprétés comme des marqueurs de l'utilisation du bois comme combustible (March *et al.*, 2014).

#### 4.3.2.4. MO végétale thermo altérée

Seule l'identification d'un dérivé du benzène dans l'échantillon F XII 3 illustre la contribution de composés issus de la combustion de végétaux (Schauer *et al.*, 2001).

#### 4.3.2.5. MO animale

L'acide gras insaturé $C_{18:1}$, considéré comme un marqueur de MO animale (Malainey *et al.,* 1999a ; Nieuwenhuyse *et al.*, 2015), a été détecté dans tous les échantillons. Cependant, c'est dans les échantillons du foyer XII que celui-ci est le plus abondant vis-à-vis des autres acides gras (entre 17 et 30% ; voir plus loin Figure V.100). Les diacides ($C_8$ et $C_9$ le plus souvent) sont également détectés de façon systématique et peuvent être mis en lien avec la dégradation d'acides insaturés, potentiellement d'origine animale (Wexler, 1964 ; Mills, 1966 ; Erhardt, 1998 ; Van Den Berg *et al.*, 2002 ; Rontani et Aubert, 2008). Le cas du DAG 1-Monomyristin peut évoquer une MO issue de la dégradation de graisses animales (Nolte *et al.*, 1999), mais dans la mesure où les produits de la dégradation des triglycérides sont relativement ubiquistes et reconnus dans le bruit de fond naturel, cela reste une hypothèse à vérifier.

#### 4.3.2.6. MO animale altérée thermiquement

Dans tous les échantillons, des alcools courts (< $C_{17}$) souvent attribués à la dégradation thermique de MO animale ont été détectés (Nawar, 1989 ; Rogge *et al.*, 1991 ; Evershed *et al.*, 2002 ; Hérisson, 2012). Hormis cela, c'est uniquement dans les échantillons du foyer XII que d'autres marqueurs de MO animale thermoaltérée sont identifiés. Il s'agit en particulier de lactones (F XII 1) et de composés azotés (F XII 3, 4 et 5). Les premiers sont des marqueurs fréquents de la dégradation thermique de MO animale au sens large (Nawar, 1969 ; Rogge *et al.*, 1991 ; Evershed *et al.*, 1995, 2002 ; Raven *et al.*, 1997 ; Schauer *et al.*, 1999 ; Lucquin, 2007 ; Belitz *et al.*, 2009), mais les seconds pourraient renvoyer plus spécifiquement à une origine riche en protéines comme de la viande (Rogge *et al.*, 1991 ; Schauer *et al.*, 1999 ; Simoneit, 2002 ; Simoneit *et al.,* 2003 ; Cascarosa *et al.*, 2011 ; Berruti *et al.,* 2012 ; Rono *et al.*, 2017). L'acide pyroglutamique est, comme son nom

l'indique, par exemple l'un des produits de l'altération thermique de l'acide glutamique (Sharma *et al.*, 2004 ; Deb-Choudhury *et al.*, 2014) qui est lui-même un acide aminé abondant dans les protéines.

#### *4.3.2.7. Synthèse (Tableau V.11)*

Une large part de composés identifiés dans les échantillons des foyers de Régismont-le-Haut est attribuable à de la MO d'origine végétale. Il convient toutefois de ne pas perdre de vue la présence de la plupart de ces composés à l'état naturel dans les sédiments du site comme le montre l'étude détaillée de l'échantillon témoin des expérimentations (M1 ; cf. Partie IV.4.4.1.1). Cela étant, la présence de phénols et d'acides benzoïques dans les échantillons des foyers XXIV et XII illustre des produits de la dégradation de la lignine, ce qui dans ce contexte peut indiquer la présence de bois utilisé en guise de combustible. Les produits de la dégradation thermique de MO végétale, bois y compris, sont cependant rares dans ces extraits lipidiques, et seul l'échantillon F XII 3 a livré un benzène illustrant ce phénomène.

Les composés pouvant indiquer la présence de MO animale peu ou pas dégradée sont également peu fréquents en dehors de quelques diacides dans tous les foyers et d'une forte contribution de l'acide insaturé $C_{18:1}$ dans les échantillons du foyer XII. Ce n'est guère surprenant dans la mesure où ces composés, *a priori* relativement courts et/ou insaturés, sont peu susceptibles de se conserver sur le long terme (Eglinton *et al.*, 1991). C'est également dans le foyer XII que les composés relatifs à l'altération thermique de MO animale sont les mieux représentés. Il s'agit en particulier de lactones (F XII 1) et de composés azotés (F XII 3, 4 et 5) qui pourraient illustrer plus particulièrement la cuisson de viande dans cette structure.

| | **Contrôle** | **F XVI** | | | **F XXIV** | **F XII** | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | **M1** | **1** | **2** | **3** | **1** | **1** | **3** | **4** | **5** | |
| *Acides saturés >$c_{18}$* | x | (x) | | x | x | (x) | x | | | **MO végétale** |
| *n-alcools >$c_{17}$* | x | X | x | x | x | x | x | x | x | |
| *n-alcanes* | x | | x | x | x | x | x | x | x | |
| *Phytostérols* | x | | | x | x | x | x | x | x | |
| *Terpènes* | x | | | | x | | | | | |
| *Acides benzoïques* | | | | | x | x | x | | | |
| *Composés phénoliques* | | | | | x | x | | x | | |
| *Benzene derivatives et naphtalenes* | | | | | | | x | | | **MO végétale thermo altérée** |
| *Diacides* | | X | x | x | x | x | x | x | | **MO animale** |
| *n-alcools <$c_{17}$* | | (x) | (x) | x | x | x | x | x | x | **MO animale thermo altérée** |
| *y-lactones* | | | | | | x | | | | |
| *Amino-acides / nitriles* | | | | | | x | | x | x | **MO animale thermoaltérée ?** |
| *Composes azotés arom./hétéro.* | | | | | | | x | | | |

**Tableau V.11:** Synthèse des principaux marqueurs identifiés dans les extraits lipidiques issus des foyers de Régismont-le-Haut.

### *4.3.3. Distribution des acides gras*

Les détails des distributions et des valeurs calculées pour leur analyse sont regroupés dans l'Annexe D.

#### *4.3.3.1. Distribution générale des acides gras*

La distribution des acides gras dans chacun des échantillons est de prime abord relativement homogène (Figure V.100). Les acides courts ($C_6$ à $C_{18}$) sont les plus fréquents, et représentent plus de 96% des acides dans chaque extrait. Plus en détails, ce sont les acides saturés $C_{16:0}$ (entre 29.4 et 44.1%) et $C_{18:0}$ (entre 25.9 et 42.8%) suivis par l'insaturé $C_{18:1}$ (entre 5.7 et 30.6%) qui sont les principaux contributeurs. Les acides de très courtes chaînes (< $C_{14}$) sont représentés de façon variable (entre 3 et 10.2%) tandis que les acides longs (>$C_{18}$) sont peu abondants (entre 0.1 et 3.3%) lorsqu'ils sont détectés.

Malgré tout, quelques différences sont à noter. Nous avons déjà signalé que les acides longs (>$C_{18}$), d'origine végétale (Evershed *et al.*, 1999 ; Simoneit, 2002 ; Poirier *et al.*, 2005) sont uniquement détectés dans les échantillons F XVI 1 et 3, F XXIV 1 et F XII 1 et 3.

Par ailleurs l'abondance relative de l'acide insaturé $C_{18:1}$est remarquablement variable d'un échantillon à l'autre, en particulier si l'on oppose le foyer XII (entre 17.4 et 30.6%) aux foyers XVI (5.7 à 11.8%) et XXIV (7.6%). Une forte contribution de cet acide est souvent considérée comme une indication d'une importante contribution de graisse animale (Malainey *et al.,* 1999a ; Nieuwenhuyse *et al.*, 2015). Toutefois, en tant qu'acide insaturé, ce composé est susceptible d'avoir subi une importante dégradation. Son abondance relative a pu fortement varier dans le temps et il est donc délicat d'utiliser seul ce résultat.

Afin d'objectiver ces observations, nous avons donc eu recours à différents ratios qui tentent de définir des tendances au sein de nos échantillons. Ces ratios ont été présentés (cf. Partie III.3.3.2) et discutés (Partie IV.4.4.3) plus haut, aussi cette analyse se concentre sur ceux qui ont présenté le plus d'intérêt à l'issue de la discussion des résultats de nos expérimentations et de la littérature. L'intégralité des résultats est cependant reportée en Annexe D.

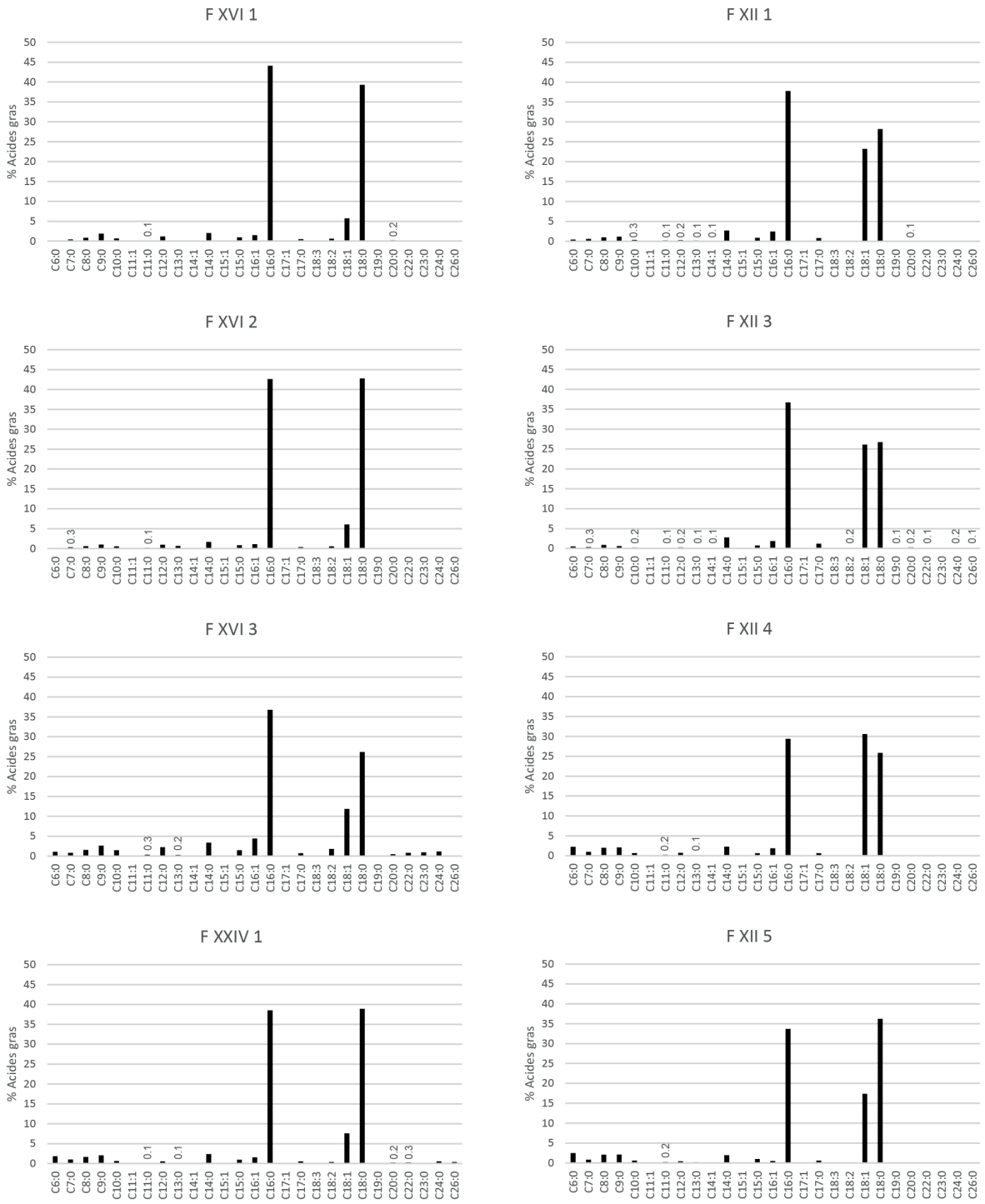



**Figure V.100:** Abondances relatives des acides gras dans les extraits lipidiques des échantillons de Régismont-le-Haut. Les valeurs expriment des % des acides gras totaux de chaque extrait (cf. Annexe D).

*4.3.3.2. État et origine de la MO*

- *Carbon Preference Index (CPIcourt ; Figure V.101)*

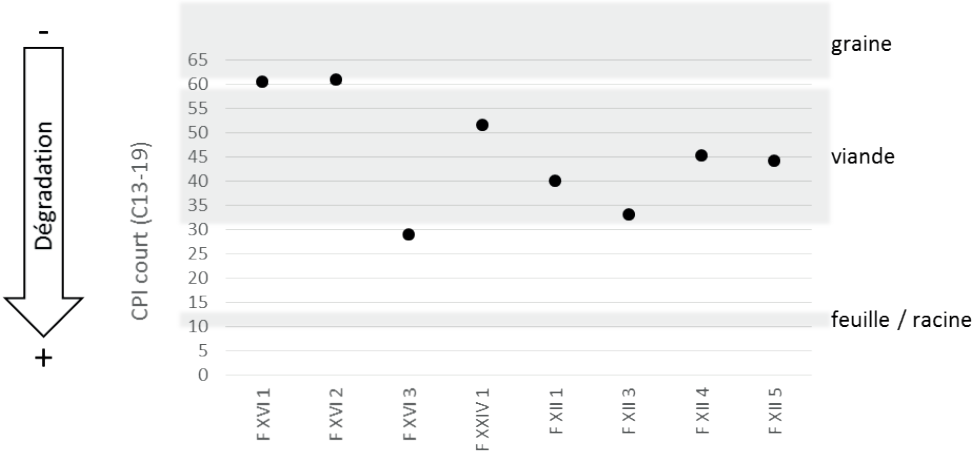



**Figure V.101:** Carbon Preference Index des acides courts (C13-19) des extraits lipidiques de Régismont-le-Haut. La flèche indique la tendance attendue pour la dégradation (Cooper et Bray, 1963) et les zones grisées les propositions d'attribution d'origine de Lucquin (2007) à partir de son corpus expérimental.

Le CPI est censé nous permettre d'évaluer la dégradation des acides, avec toutefois un certain nombre de limites et de problèmes que nous avons rappelés plus haut (cf. Partie IV.4.4.4). Les valeurs obtenues dans nos échantillons sont relativement hautes (45.6 en moyenne), ce qui compte tenu de la littérature et de nos propres expérimentations semble indiquer une MO peu dégradée. Il est cependant difficile de dire si ce phénomène est lié 1) à une MO ancienne bien préservée ou 2) à une incorporation de MO récente. Dans le détail, au sein du foyer XVI nous observons une différence significative entre les échantillons 1 et 2 au CPI élevé (60.4 et 60.9) et l'échantillon 3 au CPI nettement plus bas (29.1). Cela tendrait à montrer une altération (ancienne) variable et/ou une préservation différentielle entre les différents faciès observés dans cette structure. Compte tenu des résultats de l'analyse micromorphologique, la forte bioturbation du faciès dont provient l'échantillon 3 pourrait expliquer ces différences (cf. Partie V.3.7). À l'inverse, dans le foyer XII les valeurs de CPI sont relativement homogènes (40.7 ± 5.5 en moyenne) et pourraient, comparativement aux autres échantillons, indiquer une MO moyennement dégradée. Pour le foyer XXIV, la valeur de 51.5 semble quant à elle indiquer une MO plutôt bien préservée.

De plus, ces valeurs comprises entre 30 et 60 correspondent à ce qui est attendu pour de la MO d'origine animale comme le propose Lucquin (2007) ou l'a montré notre revue de la littérature (cf. Partie IV.4.4.3.3).

- *Estimation du degré d'insaturation (Figure V.102)*

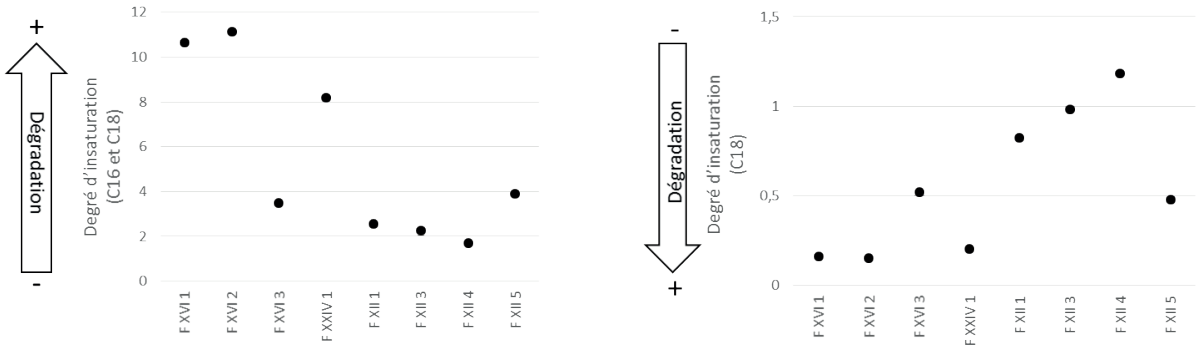



**Figure V.102:** Estimations du degré d'insaturation en prenant en compte les acides $C_{16}$ et $C_{18}$ (à gauche) ou uniquement $C_{18}$ (à droite) des extraits lipidiques de Régismont-le-Haut. Les deux flèches illustrent les tendances attendues (Wiesenberg *et al.*, 2010 et 2015).

Les valeurs obtenues pour les différents échantillons indiquent, compte tenu de nos résultats expérimentaux et de la littérature, des MO dégradées. Pour le calcul impliquant $C_{16}$ et $C_{18}$, les valeurs ne sont pas extrêmement élevées, mais sont compatibles avec celles obtenues pour des MO ayant subi des processus d'altération importants (cf. Partie IV.4.4.3). La même remarque peut être faite pour le calcul avec $C_{18}$ uniquement où toutes les valeurs sont inférieures à 2. Dans le détail, les échantillons F XVI 1 et 2 et F XXIV 1 semblent plus dégradés que les autres. Au sein de F XII, c'est l'échantillon 5 qui semble le plus dégradé du fait d'une moins importante contribution de $C_{18:1}$. Pour le F XVI, l'échantillon 3 semble moins dégradé du fait de sa plus forte teneur en insaturés, ce qui contredit les résultats du CPI.

- *Average Chain Length ($ACL_{FA}$; Figure V.103)*

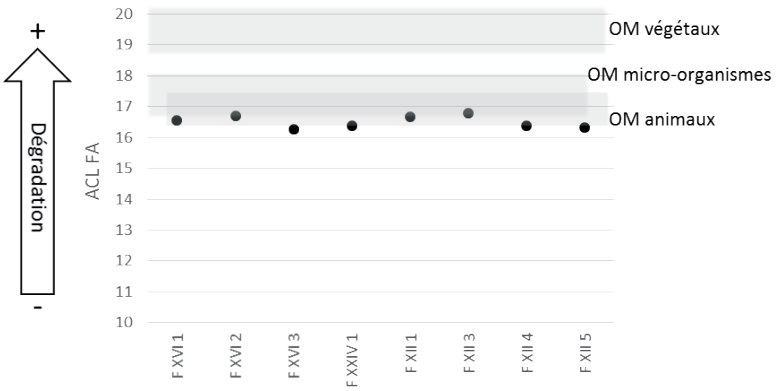



**Figure V.103:** Average Chain Length des acides gras des extraits lipidiques de Régismont-le-Haut. La flèche indique la tendance attendue pour la dégradation (Wiesenberg *et al.*, 2009) et les zones grisées les propositions d'attribution d'origine (MO végétaux et micro-organismes : Wiesenberg *et al.*, 2010, 2015 ; MO animaux : cf. Partie IV.4.4.3.3 et Annexe C).

Les valeurs obtenues sont très homogènes, entre 16.3 et 16.8 ce qui reflète l'homogénéité déjà soulignée de la distribution des acides dans ces extraits. Ces valeurs sont difficilement interprétables en termes d'origine de la MO puisqu'elles peuvent à la fois correspondre à de la MO de micro-organismes (Wiesenberg *et al.*, 2010 et 2015) ou à de la MO animale d'après la littérature (cf. Partie IV.4.4.3.3 et Annexe C).

- *Index de saturation (SI ; Figure V.104)*

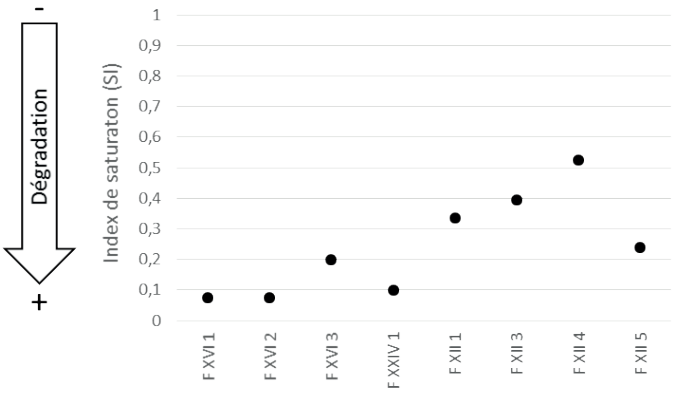



**Figure V.104:** Index de saturation (SI) des acides gras des extraits lipidiques de Régismont-le-Haut. La flèche indique la tendance supposée pour la dégradation de la MO (disparition des acides insaturés).

Les valeurs basses qui sont observées reflètent la faible contribution des acides insaturés en $C_{18}$ impliqués dans le calcul de ce proxy. Par comparaison avec la littérature, ces valeurs inférieures à 1 paraissent indiquer une MO fortement dégradée. Les échantillons F XVI 1 et 2 et F XXIV semblent l'être le plus fortement, mais il est difficile de dire si les faibles écarts numériques entre les échantillons reflètent des différences significatives en termes de degrés de dégradation.

- *Critères d'Eerkens (2005 ; Figure V.105 et Figure V.106)*

En adoptant une lecture descriptive des résultats selon les critères d'Eerkens, l'utilisation du premier biplot (Figure V.105) semble indiquer que la MO de la plupart de nos échantillons a une origine animale. L'échantillon F XVI-3 se rapproche de la zone « plante » en raison d'une proportion plus importante de $C_{16:1}$, mais les autres échantillons sont inclus ou très proches de la zone « mammifère terrestre ».

Pour le second biplot (Figure V.106), seuls deux échantillons (foyer XII-1 et 3) sont toujours attribués à de la MO animale. Les autres échantillons ont eux aussi un rapport $C_{16:0}/C_{18:0}$ inférieur à 2, mais les valeurs plus élevées du ratio $C_{12:0}/C_{14:0}$ les placent dans la zone attribuée aux graines et plus largement aux végétaux selon Buonasera *et al.* (2015).

Compte tenu des références issues de la littérature (cf. Partie IV.4.4.3.3) et de nos travaux expérimentaux (cf. Partie IV.4.4.3.2), les résultats obtenus selon le premier biplot d'Eerkens semblent attribuer à la MO de nos échantillons une origine animale (mammifère terrestre). Pour le rapport entre les ratios $C_{16:0}/C_{18:0}$ et $C_{12:0}/C_{14:0}$, les valeurs obtenues sont plus dispersées, avec notamment un $C_{12:0}/C_{14:0}$ généralement élevé qui tire nos échantillons hors de la zone « mammifère terrestre ». Ce phénomène a déjà été observé dans nos échantillons expérimentaux et les références de la littérature impliquant de la MO animale et/ou végétale thermoaltérée.

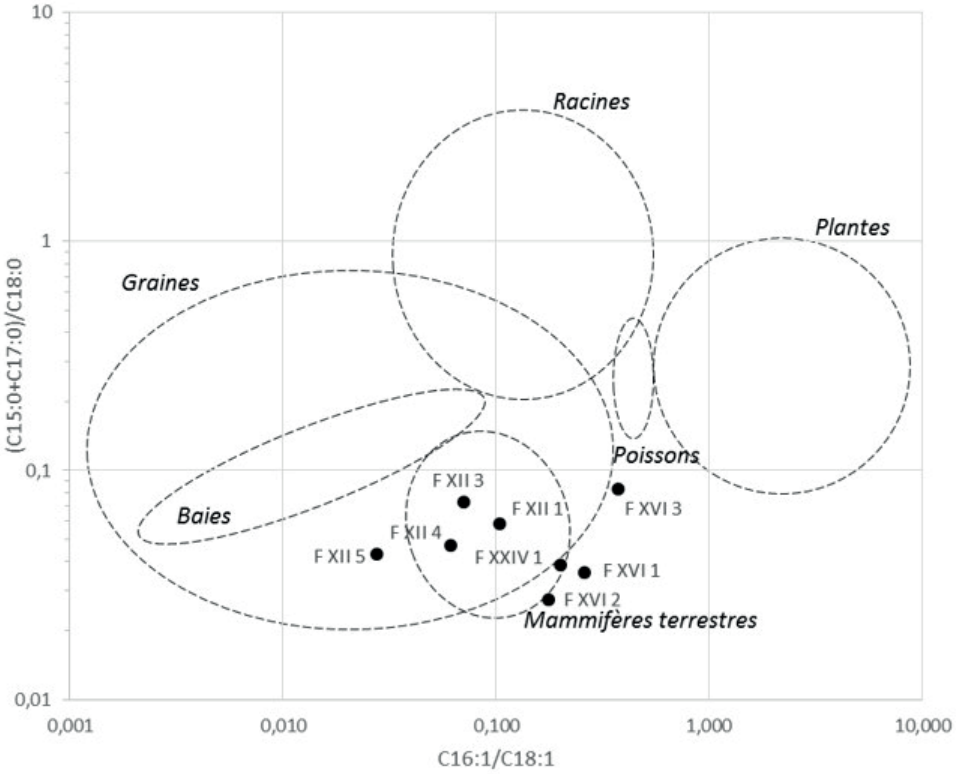



**Figure V.105:** Biplot des ratios $C_{16:1}/C_{18:1}$ et $(C_{15:0+17:0})/C_{18:0}$ (ellipses d'après Eerkens 2005).

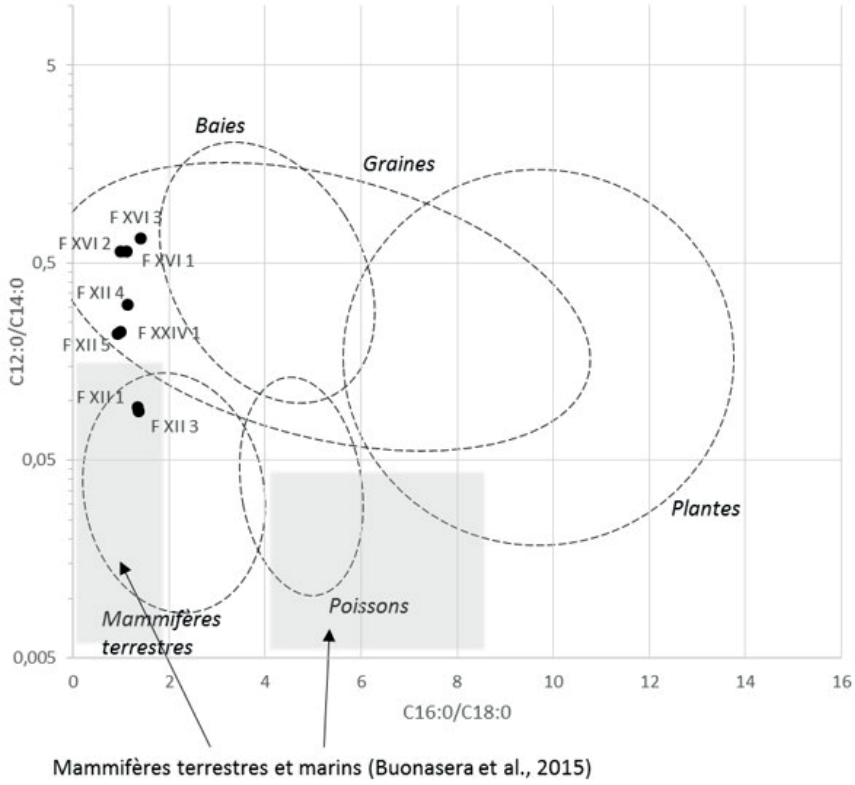



**Figure V.106:** Biplot des ratios $C_{16:0}/C_{18:0}$ et $C_{12:0}/C_{14:0}$ (ellipses d'après Eerkens 2005 et zones grisées d'après Buonasera *et al.,* 2015).

### *4.3.4. Bilan de l'approche quantitative*

Nous avons ici cherché à évaluer au moyen de différents proxies la dégradation et l'origine de la MO à partir des distributions des acides gras des extraits lipidiques de nos échantillons provenant des foyers de Régismont-le-Haut. Nous avons cependant dû tenir compte durant cette démarche des différentes limites identifiées dans notre revue de la littérature (cf. Partie IV.4.4.3.3) et confirmées par nos travaux expérimentaux (cf. Partie IV.4.4.3.2). Les résultats obtenus précédemment, pour l'échantillon de contrôle M1 1 (cf. Partie IV.4.4.3) sont rappelés à titre indicatif.

- *État de la MO*

| | Contrôle | F XVI | | | F XXIV | F XII | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | M1 1 | 1 | 2 | 3 | 1 | 1 | 3 | 4 | 5 |
| *CPI court (C13-19)* | +/- | - | - | + | - | - | +/- | - | - |
| *Degré d'insaturation (C16 et C18)* | - | + | + | - | + | - | - | - | - |
| *Degré d'insaturation (C18)* | +/- | + | + | +/- | + | +/- | +/- | +/- | +/- |
| $ACL_{FA}$ | +/- | +/- | +/- | +/- | +/- | +/- | +/- | +/- | +/- |
| *Index de saturation SI* | +/- | +/- | +/- | +/- | + | +/- | +/- | +/- | +/- |
| (-) peu dégradé ; (+/-) dégradation modérée ; (+) dégradation importante | | | | | | | | | |

**Tableau V.12:** Synthèse des résultats en termes de degré de dégradation des échantillons de Régismont-le-Haut.

Concernant la dégradation de la MO, les outils employés livrent en effet des résultats assez convergents (Tableau V.12). On note cependant des résultats parfois opposés selon les proxies (CPI vs degré d'insaturation $C_{16}$ et $C_{18}$ par exemple). La MO des échantillons 1 et 2 du foyer XVI paraît fortement dégradée tandis que celle de l'échantillon 3 semble modérément dégradée. Si l'on considère uniquement le CPI, c'est toutefois l'inverse qui est constaté. L'échantillon du foyer XXIV semble connaître une dégradation relativement importante alors que pour ceux du foyer XII les résultats indiquent une MO peu ou modérément dégradée.

Logiquement, la MO de ces échantillons archéologiques est donc en partie dégradée, ce qui peut avoir un impact direct sur nos interprétations aussi bien en termes quantitatifs (distribution des acides) que qualitatifs (reconnaissance de signatures ou de marqueurs). Cette dégradation est pour partie liée à l'évolution dans le temps de la MO (dégradation à proprement parler), mais les résultats expérimentaux obtenus ici indiquent également que des facteurs anthropiques, comme la thermoaltération, jouent un rôle déterminant.

- *Origine de la MO*

Pour ce qui est de l'origine de la MO, les approches mises en œuvre livrent des résultats apparemment convergents (Tableau V.13). Les valeurs de CPI et d'ACL sont très homogènes d'un échantillon à l'autre. Elles indiquent respectivement une MO d'origine animale ou bien d'origine animale/microbienne. L'approche issue des travaux de Malainey donne ici des résultats également homogènes (MO « grand herbivore » ou bien « grand herbivore avec plante ou moelle »). Cette attribution animale est confirmée en partie au travers de l'approche d'Eerkens. Globalement le recoupement de ces différents outils semble donc pointer vers une MO animale pour tous nos échantillons provenant de foyers XVI, XXIV et XII.

| | Contrôle | F XVI | | | F XXIV | F XII | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | M1 1 | 1 | 2 | 3 | 1 | 1 | 3 | 4 | 5 |
| *CPI court (C13-19)* | V | A | A | A | A | A | A | A | A |
| *$ACL_{FA}$* | M/A | M/A | M/A | M/A | M/A | M/A | M/A | M/A | M/A |
| *Critères d'Eerkens C16:1/C18:1 et (C15:0+C17:0)/C18:0* | V | A | A | A/V | A | A | A | A | A/V |
| *Critères d'Eerkens C16:0/C18:0 et C12:0/C14:0* | V | | | | | A | A | | |
| *Attribution majoritaire* | V | A | A | A | A | A | A | A | A |
| (V) végétale ; (A) animale ; (M) micro-organisme | | | | | | | | | |

**Tableau V.13:** Synthèse des résultats en termes d'origine de la MO des échantillons expérimentaux.

Notons que le biplot d'Eerkens ($C_{16:0}/C_{18:0}$ et $C_{12:0}/C_{14:0}$) livre des résultats plus contrastés. Mis en regard avec nos résultats expérimentaux et ceux de la littérature (cf. Partie IV.4.4.3), il semble en effet indiquer la possibilité d'une contribution non négligeable de MO animale et /ou végétale thermoaltérée, traduite par des valeurs relativement élevées du ratio $C_{12:0}/C_{14:0,}$ pour tous les échantillons sauf F XII 1 et 3.

Finalement, il convient de garder en tête les critiques émises plus haut sur ces différentes façons de préciser l'origine de la MO (cf. Partie IV.4.4.4). En particulier, nous venons de voir que la MO de ces différents échantillons avait visiblement subi des dégradations modérées à importantes. Dans la mesure où celles-ci affectent en particulier les acides insaturés, et que bon nombre d'outils utilisés pour la reconnaissance de l'origine de la MO reposent justement sur la présence ou non de ces composés, de nombreux biais sont à suspecter.

## 4.4. Bulk MO (Py[TMAH]-CG-SM)

Huit échantillons des foyers XVI, XXIV et XII sont ici présentés en détail (Tableau V.9).

### *4.4.1. Résultats*

Les résultats obtenus en Py(TMAH)-CG-SM sont détaillés ci-dessous. Les numéros portés sur chaque figure renvoient aux composés n'appartenant pas aux séries de composés aliphatiques indiqués par des symboles (acides gras saturés et insaturés, alcanes, alcènes, etc.). Leur identification est précisée dans l'Annexe G (Tabl. Ann. G.1), où se trouve également un tableau (Tabl. Ann. G.3) synthétisant les composés détectés pour chaque échantillon. De nombreux pics en début de pyrochromatogramme (avant 25 min) sont issus du TMAH employé pour l'analyse, ce qui peut s'expliquer par un excès de ce produit par rapport aux composés organiques susceptibles de le faire réagir.

#### *4.4.1.1. F XVI 1 (Figure V.107)*

Le seul composé identifié dans cet échantillon est l'hexaméthylbenzène (n° 69).

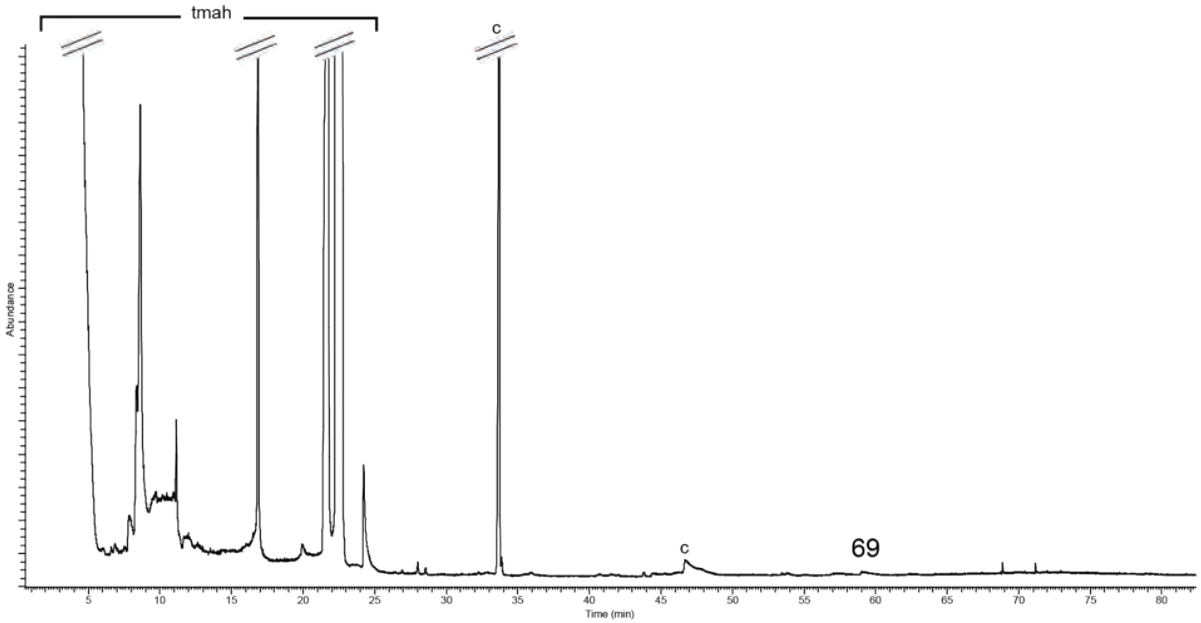



**Figure V.107:** Pyrochromatogramme de l'échantillon F XVI 1 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

#### 4.4.1.2. F XVI 2 (Figure V.108)

Les quelques composés identifiés correspondent à des dérivés benzéniques (n° 14, 37, 49 et 69). Deux pics correspondent à des composés azotés indéterminés.

#### 4.4.1.3. F XVI 3 (Figure V.109)

Les composés identifiés dans cet échantillon correspondent à de nombreux dérivés méthylés et/ou éthylés du benzène (n°1, 2, 3, 9, 24, 31, 37, 49, 57, 59, 69 et 70) et à des HAP dérivés du naphtalène (n°66, 75, 84, 92 et 98), de l'azulène (n° 91) et de l'indène (n° 51).

Deux composés azotés sont identifiés (n° 38 et 43), dont un hétérocycle, mais quelques pics correspondant probablement également à des composés de ce type demeurent indéterminés.

#### 4.4.1.4. F XXIV 1 (Figure V.110)

Les quelques composés identifiés sont deux dérivés benzéniques (n° 49 et 69) et un HAP dérivé du naphtalène (n° 98). Un composé azoté a été identifié (n° 43), mais de nombreux pics correspondant probablement également à des composés azotés sont non élucidés.

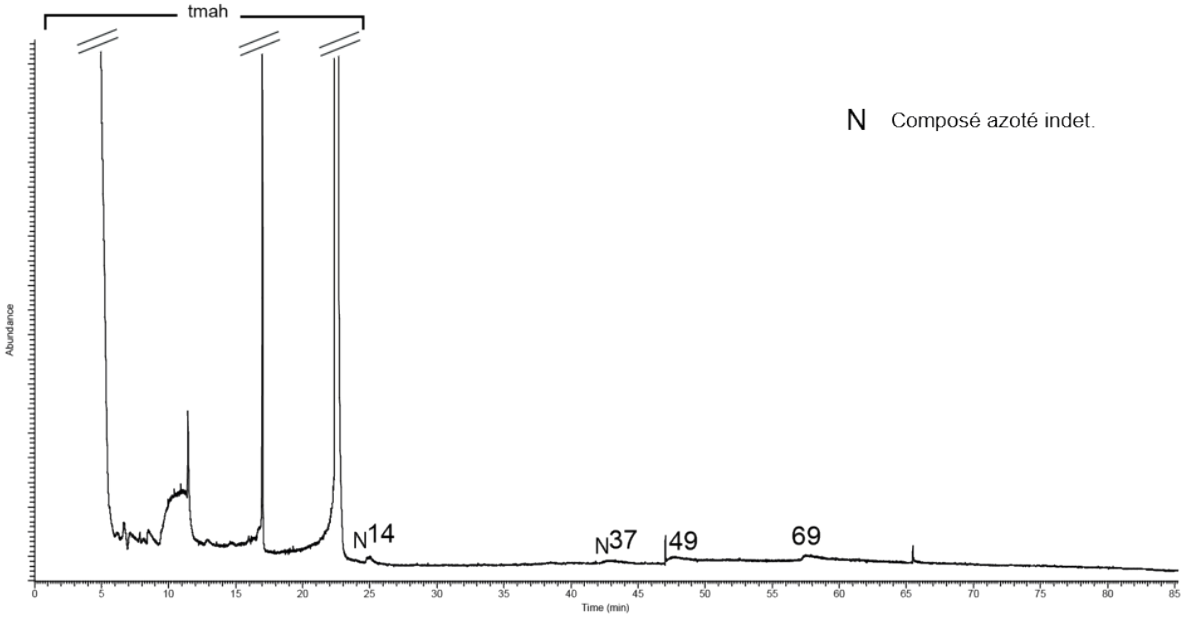



**Figure V.108:** Pyrochromatogramme de l'échantillon F XVI 2 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

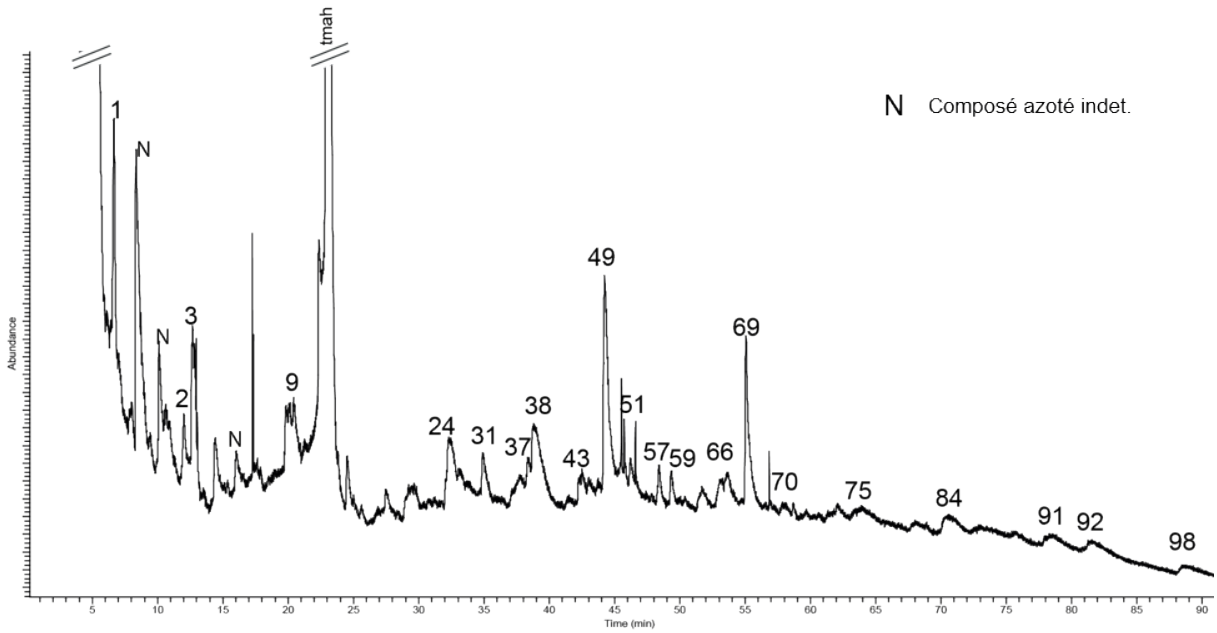



**Figure V.109:** Pyrochromatogramme de l'échantillon F XVI 3 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

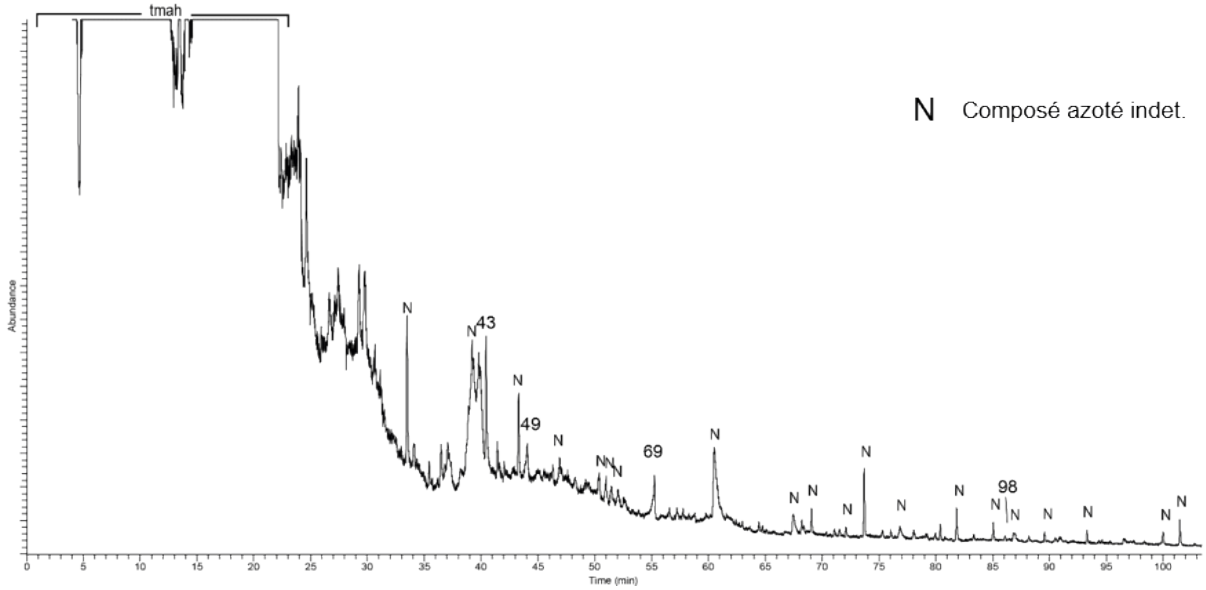



**Figure V.110:** Pyrochromatogramme de l'échantillon F XXIV 1 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

#### 4.4.1.5. F XII 1 (Figure V.111)

Les composés détectés correspondent principalement à des dérivés benzéniques (n° 24, 49, 55, 69 et 70) et à des HAP. Ces derniers sont principalement des dérivés du naphtalène (n° 50, 65, 74, 84, 92, 93 et 98), mais aussi des dérivés de l'azulène (n° 82 et 91) et de l'indène (n° 51).

Quelques composés azotés (n° 16, 43 et 71), dont un hétérocycle, sont identifiés, mais de nombreux pics correspondant à ce type de composés restent indéterminés.

Notons également la présence de rares composés aliphatiques. Il s'agit de trois alcanes pairs ($C_{12}$, $C_{14}$ et $C_{16}$) et de deux acides saturés ($C_{16:0}$ et $C_{18:0}$).

#### 4.4.1.6. F XII 3 (Figure V.112)

Deux dérivés benzéniques (n° 49 et 69) ont été identifiés aux côtés de trois acides saturés ($C_{14:0}$, $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$). Trois composés aromatiques azotés ont été identifiés (n° 16, 28 et 43), dont un aromatique et un hétérocycle, mais de nombreux pics du même type demeurent non élucidés.

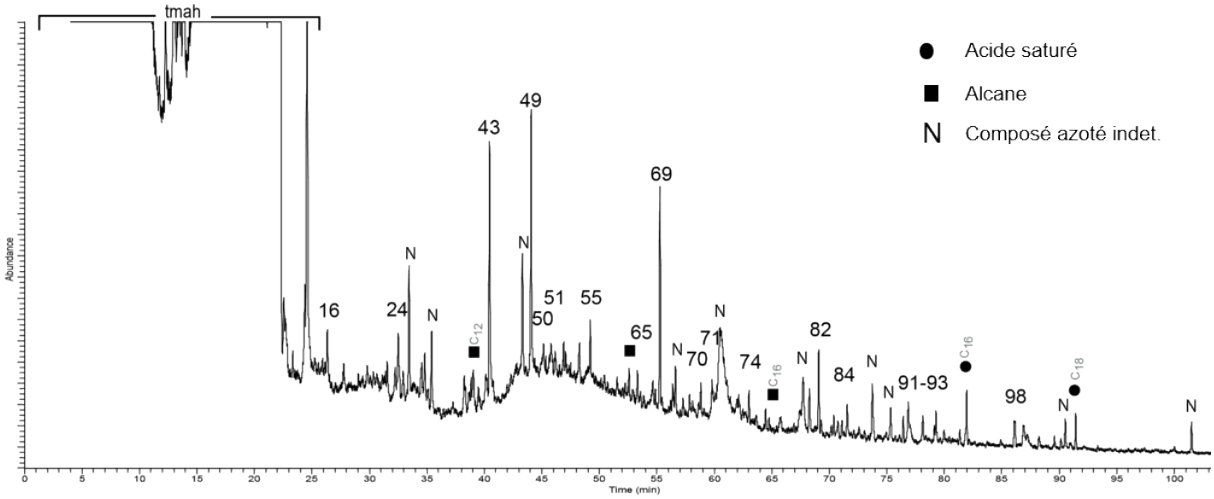



**Figure V.111:** Pyrochromatogramme de l'échantillon F XII 1 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

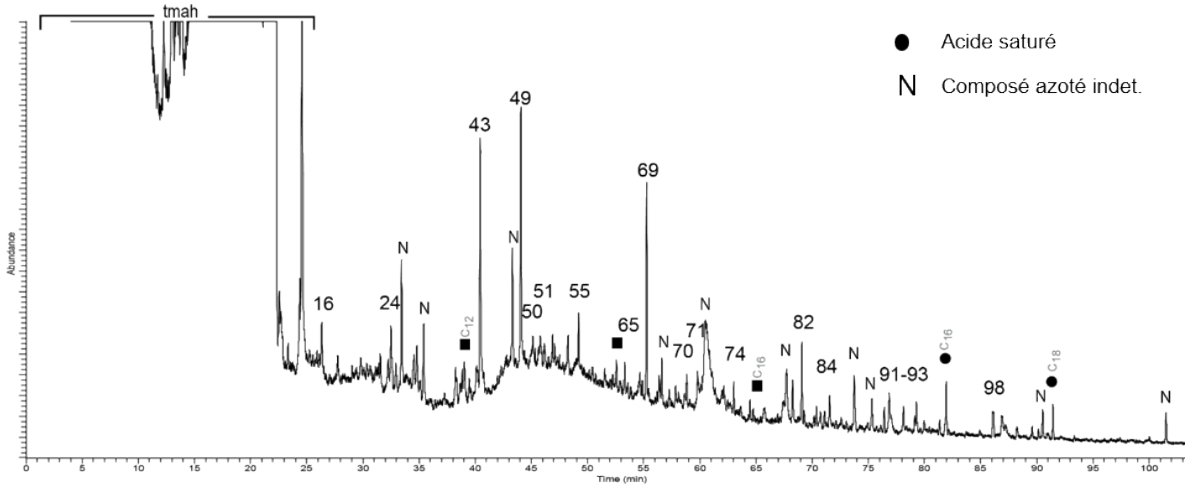



**Figure V.112:** Pyrochromatogramme de l'échantillon F XII 3 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

#### 4.4.1.7. F XII 4 (Figure V.113)

Les composés identifiés dans cet échantillon sont principalement des HAP dérivés du naphtalène (n° 84, 92, 93 et 98) et de l'azulène (n° 82 et 91). Deux dérivés benzéniques (n° 49 et 69) sont également détectés. Un composé azoté (n° 43) a été identifié, mais plusieurs pics correspondant au même type de composés n'ont pu l'être.

#### 4.4.1.8. F XII 5 (Figure V.114)

Les principaux composés détectés dans cet échantillon sont azotés. Si certains aromatiques ou hétérocycles sont identifiés (n° 16, 28 et 43), la plupart demeurent cependant indéterminés. Deux dérivés benzéniques sont également identifiés (n° 49 et 69) ainsi qu'une brève série d'acides saturés pairs ($C_{12:0}$ à $C_{18:0}$).

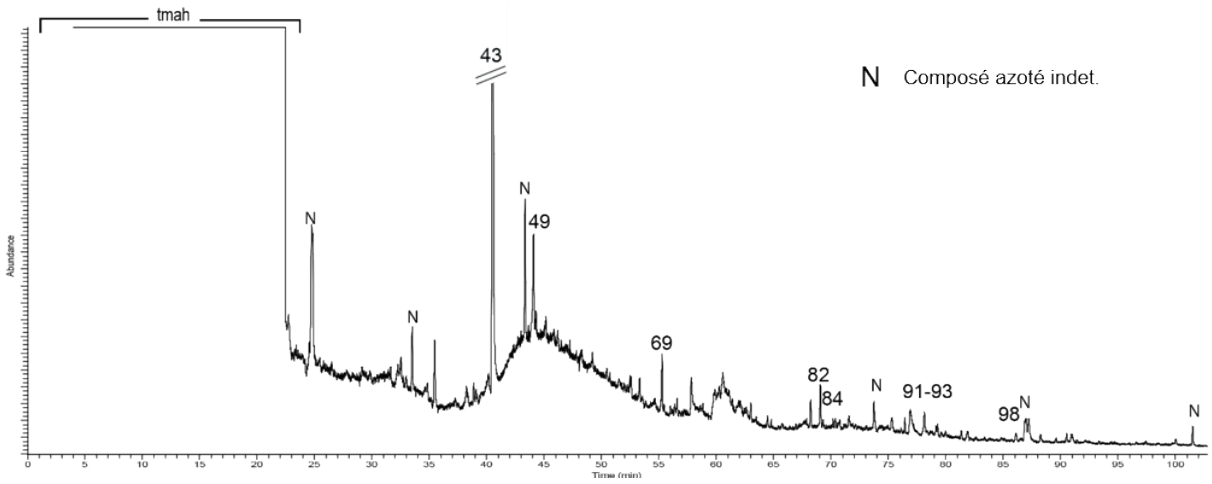



**Figure V.113:** Pyrochromatogramme de l'échantillon F XII 4 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

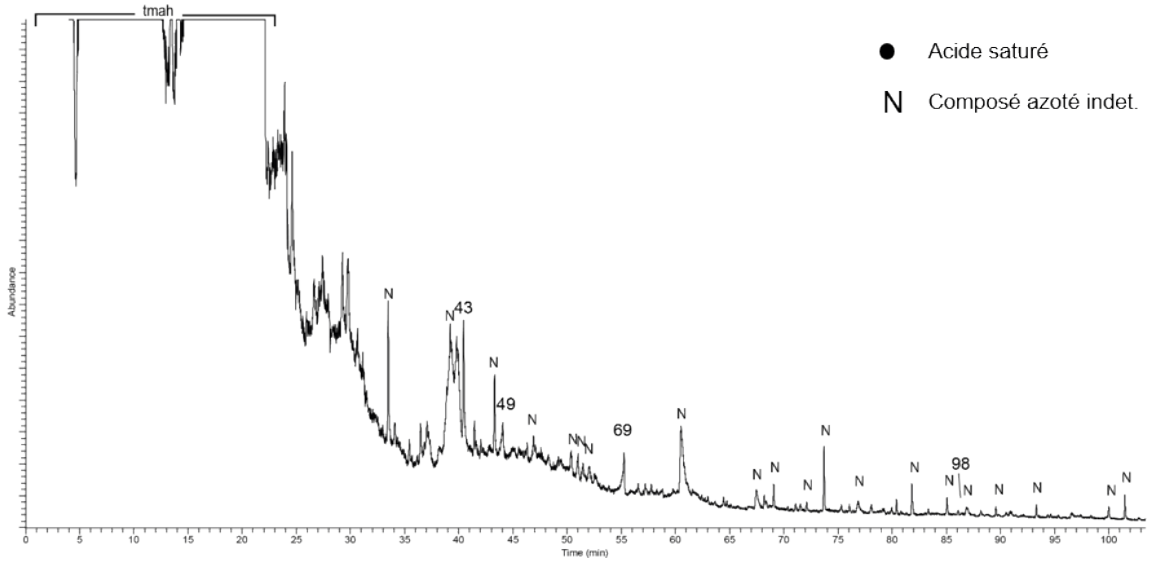



**Figure V.114:** Pyrochromatogramme de l'échantillon F XII 5 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

### 4.4.2. Bilan

#### 4.4.2.1. Bruit de fond

Le bruit de fond local est renseigné par l'échantillon M1 mobilisé également dans l'étude des structures expérimentales (cf. Partie IV.4.5.1.1). Celui-ci contenait uniquement quelques méthylbenzènes.

#### 4.4.2.2. Éléments non diagnostiques

Dans les échantillons F XXI 3 et 5, des acides gras saturés courts ($C_{14:0}$ à $C_{18:0}$) dominés par $C_{18:0}$ et $C_{16:0}$ ont été détectés. Leur présence peut refléter la contribution de plusieurs sources de MO, aussi bien végétale, animale que microbienne (Christie, 2014) et est donc peu diagnostique.

#### 4.4.2.3. MO thermoaltérée

Des composés aromatiques ont été détectés en nombre variable dans tous les échantillons y compris les contrôles. Il s'agit premièrement de dérivés benzéniques qui sont globalement considérés comme de marqueurs de MO végétale thermoaltérée (*Black Carbon, BC* : Kaal *et al.*, 2008a et b, 2009 ; Knicker *et al.*, 2005 ; Alexis *et al.*, 2012 ; De La Rosa *et al.*, 2012). Ils sont particulièrement nombreux dans l'échantillon F XVI 3 (12) puis dans les échantillons F XII 1 et F XVI 2 (respectivement 5 et 4). Dans les autres échantillons, ces composés semblent peu abondants et sont identiques à ceux identifiés dans l'échantillon de contrôle M1.

Des HAP, comme le naphtalène et ses dérivés ou l'indène et ses dérivés, illustrent également la combustion de MO végétale. Ces composés sont par exemple abondants dans les particules émises dans les gaz de la combustion de bois (Oros et Simoneit, 2001 ; Rogge *et al.*, 1998 ; Schauer *et al.*, 2001 ; Simoneit *et al.*, 1993 et 2000). Ils sont nombreux dans les échantillons F XII 1, F XVI 3 et F XII 4 (respectivement 10, 7 et 6), un seul d'entre eux est détecté dans F XXIV 1 et aucun dans les autres échantillons.

Du fait de la méthode d'analyse, il n'est pas impossible qu'une partie de ces composés soient issus de la pyrolyse de MO végétale « fraîche » (Kaal *et al.*, 2008b). Toutefois, leur absence dans l'échantillon de contrôle et leur abondance et leur nature variable d'un échantillon à l'autre semblent aller dans le sens d'une MO initialement thermoaltérée.

#### 4.4.2.4. Composés azotés

Des composés azotés ont été détectés dans plusieurs échantillons. Il s'agit notamment de methanamine identifié dans 6 échantillons sur 8. Plus ponctuellement, du diméthyl benzenemethanamine (F XII 1, 3 et 5), un dérivé de la piperidinone (F XII 3 et 5), un dérivé de la pyrrolidine (F XVI 3) et de l'indole (F XII 1) ont également été identifiés. Il faut cependant noter que dans tous les échantillons à l'exception du contrôle M1 et de F XVI 1, des pics non élucidés parfois nombreux semblent correspondre à des composés azotés issus de MO peptidique/protéinique altérée thermiquement.

Ce type de composés renvoie potentiellement à des réactions secondaires liées à la méthode d'analyse affectant des composés initialement linéaires (Derenne et Quénéa, 2015) par exemple des acides aminés (Gallois *et al.*, 2007 ; Kaal *et al.*, 2016). Cependant, certains de ces composés, comme les dérivés de l'indole, de la pyrolidine ou de la piperidinone sont mentionnés dans des

travaux impliquant la thermoaltération de MO animale (Rogge *et al.*, 1991 ; Schauer *et al.*, 1999 ; Cascarosa *et al.*, 2011), mais également de la MO d'origine végétale (Olk *et al.*, 2002 ; Kaal *et al.*, 2008b ; De la Rosa *et al.*, 2012). Malgré tout, et compte tenu de leur absence du contrôle et de leur concentration dans les échantillons du foyer XII, il n'est pas impossible qu'une activité anthropique spécifique soit la cause de leur présence. Rappelons que les échantillons expérimentaux ayant impliqué la cuisson de viande ont livré de composés comparables (cf. Partie IV.4.5.2.6), notamment des hétérocycles azotés, ce qui pourrait indiquer le même type d'activité, au sein du F XII en particulier.

#### *4.4.2.5. Synthèse (Tableau V.14)*

Les résultats obtenus par Py(TMAH)-CG-SM à partir des échantillons archéologiques de Régismont-le-Haut documentent principalement deux types de MO : de la matière végétale thermoaltérée (dérivés du benzène, HAP) et des composés azotés pouvant indiquer la présence de MO d'origine animale. Ces composés se retrouvent en nombre variable d'un foyer à l'autre, mais aussi au sein des échantillons de la même structure. La présence de quelques composés aliphatiques (acides saturés et alcanes) concerne uniquement le foyer XII.

Les échantillons F XVI 1 et 2 ont livré relativement peu de composés et, hormis la présence de composés azotés en FXVI 2, se rapprochent fortement du bruit de fond local. Dans F XVI 3 de nombreux composés liés à l'altération de MO végétale ont été identifiés aux côtés de quelques composés azotés. Dans le foyer XXIV, des composés issus de MO végétale thermoaltérée sont identifiés, mais restent rares alors que des composés azotés, bien qu'indéterminés, sont nombreux. C'est finalement pour le foyer XII que les résultats sont les plus hétérogènes. Ils indiquent notamment une contribution importante de MO végétale thermoaltérée dans les échantillons 1 et 4. Cette signature est plus ténue, mais présente pour les échantillons 3 et 5. La présence de composés azotés est commune à tous les échantillons, mais est moins marquée pour 4. Notons également que c'est uniquement dans l'échantillon 4 qu'aucun composé aliphatique n'a été identifié.

| | **Contrôle** | **F XVI** | | | **F XXIV** | **F XII** | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | **M1** | **1** | **2** | **3** | **1** | **1** | **3** | **4** | **5** | |
| *Acides saturés (< C18)* | | | | | | X | X | | X | **Ubiq.** |
| *Alcanes (< C16)* | | | | | | X | | | | **MO végétale ?** |
| *Benzène deriv.* | (x) | (x) | (x) | X | (x) | X | (x) | (x) | (x) | **MO végétale thermoaltérée** |
| *HAP* | | | | X | (x) | X | | X | | |
| *Composés azotés* | | | (x) | (x) | X | X | X | (x) | X | **MO animale thermoaltérée ?** |

**Tableau V.14:** Synthèse des principaux marqueurs identifiés par PyTMAH-CG-SM dans les échantillons de Régismont-le-Haut. (x) : composés peu nombreux, X : composés nombreux.

### 4.5. Synthèse des analyses géochimiques

L'analyse des échantillons archéologiques de Régismont-le-Haut a livré de nombreux résultats, aussi bien sur le plan quantitatif que qualitatif, concernant la MO qu'ils contenaient. L'interprétation de ces résultats prend en compte le bruit de fond local défini notamment au travers de l'échantillon M1 (cf. Partie IV.4.6).

Les résultats obtenus par AE, visant à quantifier le $\%_{Corg}$ et d'éventuelles variations d'un échantillon à l'autre, peuvent paraître étonnants dans la mesure où leurs valeurs présentent un fort recouvrement. Ce constat indique, compte tenu de la méthode utilisée, qu'il existe peu de différence en termes de %Corg d'un échantillon à l'autre et que cette teneur est relativement faible.

Du point de vue de l'analyse qualitative (CG-SM des extraits lipidiques et Py[TMAH]-CG-SM du bulk) les résultats sont cependant nettement plus contrastés (Tableau V.15).

| | Signature MO | Contrôle | F XVI | | | F XXIV | F XII | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | M1 | 1 | 2 | 3 | 1 | 1 | 3 | 4 | 5 |
| CG-SM | MO végétale | x | x | x | X | X | X | X | X | X |
| | MO végétale thermoaltérée | | | | | | | x | | |
| | MO animale | | (x) | (x) | (x) | (x) | (x) | (x) | (x) | |
| | MO animale thermoaltérée | | (x) | (x) | (x) | (x) | x | (x) | (x) | (x) |
| | Composés azotés (MO animale thermoaltérée **?)** | | | | | | x | x | x | x |
| Py(TMAH) -CG-SM | MO végétale **?** | | | | | | (x) | | | |
| | MO végétale thermoaltérée | (x) | (x) | (x) | X | x | X | (x) | x | (x) |
| | Composés azotés (MO animale thermoaltérée ?) | | | (x) | (x) | x | x | x | (x) | x |

(x) : signature faible (marqueurs rares et peu diversifiés)

x : signature modérée (marqueurs fréquents, mais peu diversifiés)

*X* : signature forte (marqueurs fréquents et diversifiés)

**Tableau V.15:** Synthèse des signatures géochimiques de la MO pour les échantillons de Régismont-le-Haut et rappel du contrôle M1 (cf. Partie IV.4.6).

En ce qui concerne le foyer XVI, les extraits lipidiques donnent une vision assez homogène de la MO. Celle-ci correspond principalement à de la MO végétale, mais une contribution de MO animale, en partie thermoaltérée, est également identifiée. À partir du bulk, c'est notamment la contribution de MO végétale thermoaltérée qui s'illustre (en particulier dans l'échantillon 3) bien que la présence de quelques composés azotés suggère de la MO animale thermoalterée dans les échantillons 2 et 3. Ces résultats pondèrent fortement ceux de l'analyse de la distribution des acides gras où c'était principalement la MO animale qui était mise en avant. Dans l'extrait lipidique du foyer XXIV, les résultats sont assez semblables. La MO végétale domine, mais une contribution de MO animale, partiellement thermoaltérée, est constatée. Avec le bulk, les composés identifiés correspondent à de la MO végétale thermoaltérée et quelques composés azotés suggèrent la présence de MO animale thermoaltérée. Là aussi, cette diversité des contributions n'était pas illustrée par l'analyse de la distribution des acides.

Concernant le foyer XII, le principal contributeur des extraits lipidiques est également la MO végétale. La présence de marqueurs de MO animale en partie thermoaltérée est également récurrente. L'échantillon 3 livre en plus quelques indices d'une contribution de MO végétale thermoaltérée. À partir du bulk, c'est surtout la contribution de MO végétale thermoaltérée qui se dégage, en particulier dans l'échantillon 1. La présence de composés azotés dans tous les

échantillons semble indiquer pour sa part une contribution de MO animale thermoaltérée. Dans ce cas également la contribution importante de la MO végétale, thermoaltérée ou non, ne ressortait pas de l'analyse de la distribution des acides gras.

En ce qui concerne la présence de composés azotés, on notera que ce sont les échantillons du foyer XII qui se sont révélés les plus riches, aussi bien par CG-CM que par Py(TMAH)-CG-SM.

# 5. Synthèse des résultats de Régismont-le-Haut

## 5.1. Rappel des principaux résultats

### *5.1.1. Observations de terrain (cf. Partie V.2)*

Les observations menées sur le terrain et la reprise de la documentation ont permis de préciser les caractères macroscopiques, le cadre stratigraphique et les associations de mobilier servant de base à l'interprétation des structures.

D'un point de vue macroscopique, une nette distinction est observée entre deux types de structures de combustion. Il s'agit d'un premier ensemble, illustré par les foyers XXIII et XXIV, qui correspond à des foyers matérialisés par des soles de sédiments rubéfiés et des abords/recouvrement livrant quelques charbons de bois. D'autre part, plusieurs structures de plus grandes dimensions, comme les ensembles F XII-XVI et F XI-XXV, se distinguent par de vastes plages de sédiments brunâtres incluant des os brûlés (F XII notamment) et des charbons bois en périphérie ou dans des ensembles de sédiments rubéfiés de teintes variables (orangée à brun-rouge).

D'un point de vue stratigraphique, il est également possible de distinguer deux catégories correspondant aux mêmes structures. F XXIII et XXIV correspondent à des structures assez simples sur le plan vertical : un niveau de sédiments rubéfiés de 2.5 à 3 cm d'épaisseur au maximum se différencie de l'encaissant sablo-limoneux jaunâtre et est coiffé de sédiments également sablo-limoneux où se retrouvent mêlés des charbons de bois et des agrégats de sédiments rubéfiés. Le sommet de la sole de FXXIV paraît cependant légèrement plus brun que les sédiments rubéfiés sous-jacents. Notons que les données de la fouille indiquent que F XXIII était situé dans une dépression (75x5 cm). Les ensembles formés par F XII-XVI et F XI-XXV sont quant à eux nettement plus complexes. Le premier correspond à un groupe de structures de combustion et de dépressions dont l'organisation et les chevauchements évoquent un fonctionnement polyphasé. Une première phase semble correspondre au fonctionnement plus ou moins synchrone du foyer XVI, d'un premier état du foyer XII et de la cuvette 1. Après la mise en place de dépôts de sédiments venant transformer la topographie du secteur, un second état du foyer XII semble avoir fonctionné. Toutefois, la chronologie des évènements demeure incertaine, la mise en place d'importantes plages périphériques de sédiments brunâtres par exemple est une question complexe. En effet, il n'est pas aisé d'attribuer une origine à ces dépôts souvent riches en résidus de combustion dans la mesure où leurs relations verticales ne sont pas toujours documentées. Les foyers XI et XXV sont également caractérisés par une organisation complexe. Le foyer XXV est par exemple installé dans une légère dépression tandis qu'il est suggéré que le foyer XI ait été légèrement surélevé. La contemporanéité des deux structures est supposée, mais il faut admettre que les arguments permettant de discuter cet aspect font défaut en l'état de notre analyse. La relation entre les différents ensembles sédimentaires (sédiments brunifiés vis-à-vis des sédiments rubéfiés notamment) décrits sur le terrain est en effet difficile à discuter en raison de l'approche planimétrique favorisée lors des opérations de fouille.

Les artefacts associés à ces différentes structures confortent ces distinctions. En effet, les abords des foyers XXIII et XIV sont relativement « pauvres » en mobiliers si on les compare à ceux des foyers XI-XXV et surtout XXI-XVI. En prenant l'exemple du mobilier lithique taillé ce contraste est particulièrement marqué (F XXIV : 2 pièces, F XXIII : environ 120 pièces, F XI-XXV : environ 2200 pièces et F XII-XVI environ 10500 pièces). À partir de l'analyse globale du mobilier il est possible de différencier clairement les foyers XII-XVI, hautement polyfonctionnels (production de supports laminaires et lamellaires, réfection d'outils, grattage de peau, utilisation de matière colorante, etc.), des autres foyers qui paraissent nettement plus spécialisés. Si les abords de F XI-XXV livrent les traces d'un nombre limité d'activités (débitage lamellaire et ravivage d'outils notamment), le foyer XXIII semble quant à lui dédié à un seul type d'actions (un débitage d'éclats laminaires). Finalement, les abords immédiats du foyer XXIV, dont la fouille doit toutefois être poursuivie, sont quasiment dépourvus de mobilier hormis quelques esquilles de silex et fragments de matières colorantes et leur utilisation demeure donc largement inconnue.

#### *5.1.2. Étude micromorphologique (cf. Partie V.3)*

L'étude micromorphologique a permis de préciser les observations antérieures sur la formation SJ et de poursuivre l'étude des structures archéologiques.

L'encaissant des structures correspond à différentes expressions de la formation SJ. Celles-ci s'illustrent par des variations texturales et par différents degrés d'évolution pédologique. Cette variabilité s'exprime aussi bien sur le plan vertical qu'horizontal, car les séquences de dépôts colluviaux et les sols qui s'y développent sont fréquemment tronqués par ravinement et remobilisés. Malgré tout, du fait de l'homogénéité des constituants et des traits qui les affectent, la formation demeure un ensemble cohérent où la perception d'éventuels aménagements anthropiques, comme le creusement d'une cuvette, n'est pas aisée.

Le prélèvement issu de la cuvette 1 a permis de documenter le comblement d'une dépression au sein de l'encaissant. En l'état il est cependant difficile de dire si cette cuvette résulte d'un creusement anthropique ou non. Son comblement comporte des artefacts et résidus de combustion en abondance. Leur organisation verticale en 3 ensembles laisse supposer qu'il s'agit de dépôts successifs volontaires, dans la mesure où un comblement de la cuvette par les processus sédimentaires locaux reprenant des artefacts n'aurait sans doute pas causé de tels tris. Notons que de nombreux éléments indiquent un lien étroit avec la combustion, mais qu'en aucun cas ils ne semblent en position primaire.

Plusieurs faciès correspondant à des structures de combustion en position primaire ont néanmoins été identifiés dans les autres structures. Le cas du F XXIV est probablement le plus simple, puisque celui-ci se résume à une sole de sédiments rubéfiés sur 1 à 2 cm et dont la surface est légèrement brunifiée. Le foyer XXIII présente une certaine similitude avec celui-ci, mais s'en distingue par l'existence d'un faciès plus développé de sédiments bruns rubéfiés et enrichis en MO amorphe particulaire et imprégnative. Si quelques éléments indiquent la présence d'os et suggèrent celle de végétaux très dégradés, les traces évidentes de résidus de combustible sont cependant peu nombreuses dans ce foyer. Le foyer XXV présente également une sole de sédiments rubéfiés (0.5 à 1.5 cm) toutefois celle-ci est en partie recouverte par une imprégnation de MO amorphe. Au-dessus de cet ensemble, la morphologie en cuvette du F XXV semble avoir favorisé

la préservation de matériaux cendreux et charbonneux qui, bien que bioturbés et recristallisés, correspondent sans doute aux combustibles employés. Notons que les rares fragments d'os qui leurs sont associés ne sont pas, ou très peu, chauffés.

Les observations effectuées pour les trois foyers restants (F XI, XII et XVI) mettent en avant des situations nettement plus complexes. À la base de chacun de ces foyers une sole de sédiments rubéfiés est observée. Celle-ci est coiffée par des sédiments mêlant le même type de sédiments rubéfiés, mais aussi des résidus carbonés amorphes ou particulaires et des cristallisations de calcite. C'est dans le cas du foyer XVI que ce faciès est le mieux exprimé, son observation indique qu'il résulte d'un brassage par bioturbation de sédiments rubéfiés et imprégnés de MO amorphe avec des résidus de combustion. Des charbons de bois souvent très dégradés et fragmentés y sont reconnus ainsi que quelques fragments d'os parfois brûlés. Le foyer XVI semble cependant par la suite avoir été tronqué. Les matériaux comblant cette troncature sont clairement liés à des phénomènes de combustion puisqu'ils sont à la fois rubéfiés et riches en cendres recristallisées. Ils sont eux aussi imprégnés de MO amorphe, mais celle-ci est nettement moins brunie que ce qui a été observé dans les autres faciès de ce type. L'origine de ce faciès, et surtout les processus ayant conduit à sa mise en place demeurent indéterminés. Tout au plus, sa microstructure indique qu'il a été lourdement remanié par bioturbation.

Le foyer XII présente également un faciès venant recouvrir ce qui semble être un premier état de fonctionnement (bien que ce point ne soit pas totalement tranché). Il s'agit de sédiments rubéfiés et imprégnés de MO amorphe, le tout adoptant une teinte orangée à l'œil nu. Ce faciès est bioturbé, mais l'organisation verticale de la rubéfaction et de l'imprégnation conforte l'interprétation d'une sole de foyer en place.

Dans le cas du foyer XI, là aussi un épais faciès de sédiments rubéfiés, imprégnés en MO et riches en résidus de combustion de toutes sortes est observé. Toutefois, celui-ci est fortement bioturbé et il est délicat de considérer qu'il correspond à une véritable sole de foyer, même très remanié. L'hypothèse qu'il s'agisse du produit du mélange de la partie sommitale de la sole identifiée plus bas avec ses résidus de combustion semble plus vraisemblable.

Finalement, plusieurs de ces prélèvements nous ont permis d'observer les processus de recouvrement sédimentaire ayant conduit à l'enfouissement de ces structures. Dans tous les cas (foyers XXIII, XXIV, XI et XII), il s'agit globalement des mêmes dynamiques que celles ayant mis en place les sédiments sous-jacents de la formation SJ. Ces processus essentiellement colluviaux et massifs ont semble-t-il recouvert des structures où une bonne part des résidus de combustion avait déjà disparu (lessivage ? éolisation ?) ou bien était en voie d'intégration au substrat par bioturbation. Dans le cas du foyer XXIII, la cuvette observée sur le terrain, et indirectement confirmée par la micromorphologie (croûtes de surface), peut expliquer une meilleure préservation relative de ces résidus. La très bonne conservation des résidus de combustion sur le foyer XXV a probablement elle aussi bénéficié de la morphologie en cuvette identifiée sur le terrain. Dans le cas de foyers XI, XII et XVI, les phénomènes post-dépositionnels en lien avec la bioturbation sont très marqués. Pour les foyers XI et XII notamment, de larges galeries attribuables à la mésofaune du sol viennent tronquer les faciès anthropisés expliquant les discontinuités observées sur le terrain.

### *5.1.3. Étude géochimique (cf. Partie V.4)*

Une sélection de foyers (foyers XII, XVI et XXIV) a fait l'objet d'une série d'analyses géochimiques dans l'idée d'approfondir nos observations sur la MO qu'ils contiennent. Dans ce cadre, la prise en compte du bruit de fond local a été essentielle.

La quantification du carbone organique (%$C_{org}$) a cependant montré que, compte tenu de la méthode utilisée et de la teneur en carbonates des sédiments, il était difficile de considérer les faibles variations mesurées comme étant significatives.

Du point de vue du contenu lipidique (CG-SM), une première approche qualitative a permis de montrer que de réelles différences existent néanmoins entre les foyers étudiés. Les lipides du foyer XVI renvoient essentiellement à une MO d'origine végétale, dont une part correspond au bruit de fond local. Dans le foyer XXIV ce signal de MO végétale est également présent, mais est plus diversifié. Il inclut notamment des composés issus de MO végétale thermoaltérée qui peuvent correspondre à l'utilisation d'un combustible ligneux. Pour le foyer XII, les résultats obtenus sont plus complexes. Une part des lipides renvoie à une MO végétale proche de celle du bruit de fond et complétée par des composés pouvant indiquer la présence de combustible ligneux et de MO végétale thermoaltérée. Une autre part des lipides identifiés est à mettre en relation avec de la MO d'origine animale. Il s'agit notamment de divers composés, dont certains azotés, issus de la thermoaltération de ce type de MO.

À partir de ces résultats, nous avons cherché à voir si l'analyse des distributions d'acides gras pouvait nous fournir plus de précisions sur l'état et l'origine de la MO de ces foyers. Sur le premier aspect, il semble que les acides des foyers XVI et XXIV aient subi une dégradation plus marquée vis-à-vis de ceux du foyer XII. Concernant l'origine de la MO, les résultats obtenus sont singulièrement homogènes. Pour tous les échantillons, une MO d'origine animale est majoritairement pointée par les différents outils utilisés.

L'analyse par py(TMAH)-CG-SM a mis en évidence la présence de MO végétale thermoaltérée en quantité variable dans tous les échantillons. Il n'est cependant pas à exclure qu'une partie de cette MO soit liée à la méthode d'analyse (pyrolyse) et issue de MO végétales initialement non altérées. Dans les échantillons F XVI 3 et F XII 1 et 4 cependant la présence de HAP semble correspondre au signal authentique de MO végétales altérées par une combustion. Par ailleurs, la plupart des échantillons ont livré des traces de composés azotés. Il est possible qu'une partie d'entre eux puisse dériver du TMAH. Malgré tout, certains sont clairement différents des dérivés du TMAH (aromatiques et hétérocycles azotés notamment). Dans le cas du foyer XII, où ils sont les plus nombreux, plusieurs de ces composés semblent renvoyer à l'altération thermique de matériaux riches en acides aminés/protéines.

## 5.2. <u>Croisement avec les résultats expérimentaux</u>

Les observations effectuées sur le terrain permettent d'envisager de premiers parallèles avec les résultats expérimentaux. Les foyers XXIII et XXIV se présentent comme des soles de sédiments rubéfiés associés à des charbons de bois. La partie supérieure de la sole du foyer XXIV, bien que perturbée, était néanmoins brunie sur plus ou moins un centimètre. Ces différents critères présentent de fortes similarités avec ce qui a été observé sur les expérimentations impliquant l'utilisation de bois comme combustible. Les épaisseurs de sédiments affectés, *a priori* intactes

pour F XXIII (2.5cm) et légèrement perturbées pour F XXIV (3cm de sédiments rubéfiés et env. 1cm de sédiments brunis), peuvent être interprétées de deux façons. Il a été vu que lors d'un fonctionnement unique d'intensité modérée ce type d'altération pouvait être obtenue en quelques heures et avec relativement peu de combustible (voir par exemple expérimentations 2012E et 2012F). La présence d'un horizon de sédiments brunis à la surface du foyer XXIV rappelle néanmoins ce qui a été observé lors des expérimentations à utilisations multiples (par ex. 2012D), où l'augmentation du nombre d'utilisations n'impacte que très peu l'épaisseur de sédiments rubéfiés, mais induit l'augmentation de l'épaisseur d'un liseré noirâtre au sommet de la sole.

Pour ce qui est des autres foyers (XI, XXV, XII et XVI) deux caractères orientent fortement les réflexions. Il s'agit d'une part de la présence d'os brûlés à proximité de ces foyers, en particulier au sud des foyers XII et XVI, et, d'autre part, de l'observation de vastes plages de sédiments brunâtres, riches en résidus de combustion et en artefacts divers, en périphérie. Par ailleurs, la fouille de ces foyers a montré la présence au sein de certains (F XII et XVI) de couches de sédiments bruns à noirâtres, visiblement riches en constituants organiques (microcharbons notamment). Finalement, l'aspect de ces foyers et de leurs sédiments sur le terrain suggère que des processus post-dépositionnels importants les ont en partie affectés. En se tournant vers les données issues des expérimentations, il a été constaté que l'utilisation de l'os comme combustible, et dans une certaine mesure la cuisson répétée de viande pouvaient conduire à la formation d'une épaisse couche noirâtre à la surface des soles (expérimentations 2012H, 2012I et 2014 par exemple). De plus, dans le cas de l'expérimentation 2012H d'importants écoulements de matières grasses ont été remarqués en périphérie du foyer. À partir de ces observations, il est possible d'envisager qu'une partie des caractères des foyers XI, XXV, XII et XVI et de leurs abords soient liés à l'implication de matière animale dans leur fonctionnement et/ou leur utilisation. Cependant, et malgré les quelques restes fauniques observés autour de ces foyers, cela reste une hypothèse à démontrer. Notons par ailleurs que, en dehors du cadre de cette étude, des observations menées en 2012 sur des foyers à os effectués par Costamagno et collaborateurs 2006 (Rapport RGT 2006 ; Costamagno *et al*., 2010) ont montré l'existence d'intenses phénomènes de bioturbation (Figure V.115). À l'inverse, les observations conduites en 2016 sur les expérimentations de foyer à bois effectuées en 2012 n'ont mis en évidence que des processus post-dépositionnels très limités. Ces remarques, qui mériteraient d'être appuyées sur une étude nettement plus approfondie, suggèrent malgré tout que les foyers impliquant l'utilisation d'os sont plus susceptibles d'être affectés par la bioturbation. À cet égard, les processus de ce type observés pour les foyers XII et XVI notamment (et par contraste relativement peu importants dans les foyers XXIII et XXIV) pourraient constituer un autre argument en la faveur de l'implication de l'os dans leur fonctionnement ou leur utilisation.

Du point de vue micromorphologique également l'analyse conduite sur les foyers de Régismont-le-Haut bénéficie de celle effectuée sur les structures expérimentales. En ce qui concerne l'altération thermique des constituants minéraux, les caractères observés dans les faciès rubéfiés archéologiques sont similaires à ceux observés pour les expérimentations. L'oxydation de la fraction fine argilocarbonatée en est la principale représentante, avec ponctuellement l'altération d'éléments calcaires. Ces critères suggèrent une certaine équivalence en termes de nature/état de l'encaissant, de mode de fonctionnement et de température atteinte entre le registre archéologique et le registre expérimental.

**Figure V.115:** Bioturbation et troncature d'un foyer à os après 6 ans d'évolution en plein air. (Expérimentations Costamagno et collaborateurs en 2006, observations et prélèvement en 2012).

Dans plusieurs cas, l'observation de faciès de sédiments brunâtres à noirâtres dans les foyers archéologiques trouve des pistes d'explication au travers des expérimentations. Le sommet de la sole du foyer XXIV par exemple montre un brunissement de la masse, mais aucune trace d'imprégnation organique ou de revêtement organique dans la porosité. À cet égard, un rapprochement peut être fait avec ce qui a été observé dans les foyers expérimentaux ayant fonctionné uniquement avec du bois et notamment de façon répétée (par ex. 2012D) et où la formation de ce faciès est principalement liée à l'altération de la fraction fine (réduction). Dans le cas du foyer XXIII, le sommet de la sole est plus perturbé, mais semble refléter le même type de processus même si la reconnaissance de quelques os brûlés pose question. Le foyer XXV quant à lui livre les traces claires d'une imprégnation en MO des sédiments et de la brunification de cette MO. Ce type de phénomène rappelle fortement ce qui a été observé dans les foyers à os, en périphérie du foyer 2012H notamment.

Dans le cas des foyers XI, XII et XVI, des imprégnations de MO également altérée ont aussi été constatées. C'est notamment le cas du faciès [3] du foyer XII. Il est là aussi tentant de proposer l'hypothèse d'un enrichissement lié à l'utilisation de matières animales puisque le simple fonctionnement d'un foyer à bois ne semble pas permettre de causer ce type de phénomènes. Toutefois, que ce soit pour les foyers XI, XII ou XVI, les comparaisons directes avec les résultats expérimentaux semblent délicates, en partie en raison des processus post-dépositionnels, mais aussi à cause de notre perception limitée des actions anthropiques entreprises dans et autour de ces structures.

Finalement, dans le domaine des analyses géochimiques, les fortes différences relevées dans le registre expérimental sont moins marquées dans le registre archéologique. Il faut admettre que l'ancienneté des structures étudiées est un facteur clairement défavorable, et que le signal géochimique initial est en partie dégradé. Malgré tout, plusieurs relations peuvent être établies entre les structures archéologiques et les structures expérimentales, notamment dans l'analyse qualitative.

En ce qui concerne les extraits lipidiques, la reconnaissance dans les échantillons des foyers XXIV et XII d'acides benzoïques et de dérivés phénoliques, interprétés comme relevant de la présence de MO végétale d'origine ligneuse, est à comparer à la détection des mêmes types de composés uniquement dans les expérimentations ayant effectivement impliqué du bois (2012J, 2012I et 2014). De la même façon, les dérivés du benzène et du naphtalène dans un échantillon du foyer XII (3), interprétés comme marquant la présence de MO végétale thermoaltérée, ont

également été identifiés dans les foyers expérimentaux ayant fonctionné avec du bois. Pour ce qui est des composés indiquant une MO d'origine animale, et notamment des diacides gras identifiés dans la plupart des échantillons archéologiques, ces mêmes composés ont été retrouvés uniquement dans les expérimentations impliquant des matières animales (aussi bien os que viande ; expérimentations M2, 2012H, 2012I et 2014). Les lactones, marquant de la MO animale thermoaltérée, identifiées dans le foyer XII ont également été détectées dans les expérimentations impliquant l'usage d'os comme combustible (2012H et 2012I) et la cuisson de viande (2014). Finalement, et malgré les incertitudes déjà évoquées, la présence de composés azotés mise en évidence dans les échantillons de foyer XII notamment est à mettre en regard avec les résultats similaires obtenus pour l'expérimentation 2014 (cuisson de viande).

L'analyse globale des échantillons par py(TMAH)-CG-SM a surtout mis en évidence la présence de dérivés du benzène et de HAP (MO végétale thermoaltérée) et de composés azotés (MO animale thermoaltérée ?). Les premiers se retrouvent dans la plupart des échantillons en nombre variable et sont similaires à ceux retrouvés dans les expérimentations ayant impliqué du bois (2012J, 2012I et 2014). Pour ce qui est des composés azotés, ils ont uniquement été détectés dans les échantillons de l'expérimentation 2014 (cuisson viande) et leur présence est plus marquée dans les échantillons du foyer XII.

À partir de ces données, il semble donc que chacun des foyers archéologiques a au moins impliqué une part de combustible végétal. La reconnaissance de MO animale est également récurrente, mais il faut admettre que cette signature est peu marquée par rapport aux expérimentations. La question des composés azotés, notamment retrouvés dans le foyer XII, trouve un certain écho dans les résultats du foyer expérimental 2014 ce qui ouvre des perspectives intéressantes en termes de distinction plus détaillée au sein de la MO d'origine animale.

### 5.3. Discussion

L'analyse à plusieurs échelles des structures de combustion du site de Régismont-le-Haut a permis d'apporter un certain nombre de précisions, mais aussi d'ouvrir de nouvelles pistes de réflexion, concernant leur aménagement, leur fonctionnement, leur utilisation et leur évolution post-dépositionnelle.

Les aménagements qui ont clairement pu être reconnus se rapportent notamment à l'identification de creusement sur le terrain, et parfois confirmés plus ou moins directement par l'analyse micromorphologique (foyer XXV et cuvette 1). Les aménagements courants pour le Paléolithique supérieur que sont les roches chauffées dans ou autour des foyers sont singulièrement absents à Régismont-le-Haut. En effet, sur l'ensemble des blocs et fragments de calcaire relevés à ce jour seuls 10% présentent des traces de chauffe, et ceux-ci se concentrent presque exclusivement aux abords des foyers XII et XVI[1]. Le cas de l'ensemble formé par les foyers XII, XVI et leurs cuvettes adjacentes (dont la cuvette 1) illustre néanmoins une histoire complexe en termes d'implantation, d'entretien et d'utilisation. En effet, il a été vu que, même si plusieurs points restent incertains, cette zone correspondait à un espace domestique centré sur deux structures de combustion primaires ayant connu des réorganisations successives. Des activités d'entretien par exemple en lien avec la cuvette 1 sont également probables. Bien qu'il soit délicat de préciser la chronologie de ces interventions, et parfois d'attester du caractère anthropique de

1 Une étude détaillée de ce type de mobilier doit cependant encore être engagée pour préciser cette tendance.

certaines d'entre elles, les différents registres d'observation confirment la nature complexe de ce groupe de structures et le caractère polyphasé de son mode de fonctionnement et d'utilisation. Toujours en termes d'organisation, la réévaluation du foyer XI et de ses abords a montré la présence d'une structure périphérique dont le statut de foyer (foyer XXV) est dorénavant avéré. Le rôle de celui-ci, au sein de l'aire d'activité qui se dessine autour du foyer XI, paraît singulier du fait de sa morphologie et de ses dimensions et renvoie inévitablement à la question de la reconnaissance des foyers dits « satellites ».

En termes de fonctionnement, les recherches menées ici se sont essentiellement concentrées sur la reconnaissance des types de combustible. L'absence quasi systématique de la partie « aérienne » des foyers de Régismont-le-Haut laissait en effet de nombreuses interrogations sur ce point. La reconnaissance sur le terrain d'associations plus ou moins directes avec des dispersions latérales et/ou verticales de résidus de combustion (petits charbons de bois et os brûlés) apporte de premiers indices à ce niveau, mais l'influence possible d'actions anthropique et/ou taphonomique fragilise ces relations. L'analyse micromorphologique du sommet des soles des foyers, et le recours au référentiel expérimental ont permis d'apporter un certain nombre de réponses dans ce domaine et il est possible dorénavant de distinguer des foyers ayant probablement fonctionné uniquement avec du bois (foyer XXIV et sans doute XXIII) et d'autres dont le fonctionnement et/ou l'utilisation impliquaient des matériaux d'origine animale (os, graisse, viande ?) en quantité significative comme les foyers XXV, XII et XVI. Sur la question des rythmes de fonctionnement, les résultats sont moins tranchés, là aussi du fait de l'absence de la partie supérieure des foyers où les observations peuvent généralement permettre de déterminer l'existence ou non de plusieurs cycles de fonctionnement. À partir du registre sédimentaire, l'analyse du foyer XXIV a montré que celui-ci pouvait correspondre à une structure à utilisation unique ou répétée, mais dans tous les cas relativement peu intense. Hormis cela, ce sont surtout les associations de mobilier qui permettent de proposer, avec toutes les incertitudes qu'induit cette démarche, des foyers ayant *a priori* été « peu » utilisés (par exemple les foyers XXIII et XXIV) et des foyers qui semblent plus mis à contribution (les foyers XII et XVI et dans une moindre mesure les foyers XI et XXV).

Sur ces questions de fonctionnement et d'utilisation, les résultats de l'analyse géochimique ont permis d'apporter un nouvel éclairage. Il ressort en effet que le contenu du foyer XXIV reflète une importante contribution de MO végétale dont une partie est liée à une origine ligneuse. Cette présence de MO végétale, en partie thermoaltérée, est visible dans la plupart des échantillons, ce qui peut laisser penser que, même pour les structures où l'usage d'os comme combustible est suggéré, comme les foyers XII et XVI, une part de combustible végétal était néanmoins présente (ce qui va dans le sens des données expérimentales existantes). En ce qui concerne la matière organique d'origine animale, des indices sont retrouvés dans la plupart des échantillons, mais c'est pour ceux du foyer XII que le signal est le plus marqué notamment du fait de la contribution de composés azotés. À cet égard, la ressemblance avec les résultats expérimentaux, cuisson de viande en particulier, pourrait indiquer dans le cas de cette structure une utilisation dans le domaine culinaire, ou en tout cas le traitement de matières carnées. L'identification de ce type de composés, *a priori* très dégradables dans les sols, dans ces structures, peut également suggérer que leur quantité initiale devait être importante. Il faut alors peut-être envisager des activités conséquentes et/ou récurrentes en lien avec les matières carnées au niveau des structures concernées.

Finalement du point de vue de l'évolution post-dépositionnelle de ces structures, les résultats issus de l'étude macroscopique approfondie par l'analyse micromorphologique ont montré que les foyers de Régismont-le-Haut présentent des degrés de préservation relativement variables. Le foyer XXIV, par exemple, semble très bien préservé notamment en ce qui concerne sa sole. Bien que les sédiments sus-jacents livrent quelques indices de résidus charbonneux, la quasi-totalité de la partie aérienne a disparu. Dans le foyer XXV, malgré quelques bioturbations induisant des redistributions de sédiments thermoaltérés et de résidus de combustion, la configuration en cuvette a permis une relativement bonne préservation des résidus cendreux et charbonneux. Dans le même registre, le sommet de la cuvette 1 livre des indices de la présence de matériaux calcitiques pouvant correspondre à la recristallisation de cendres. À l'inverse, dans le foyer XXIII, pourtant lui aussi installé dans une dépression, peu de traces de résidus de combustion subsistent. Les traits sédimentaires identifiés dans le comblement de cette cuvette indiquent par contre des processus hydriques ayant pu contribuer au lessivage de ces résidus. C'est pour les foyers où des imprégnations organiques ont été identifiées que les processus post-dépositionnels sont les plus nombreux. Il s'agit notamment de processus de bioturbation, liés aux racines et à la mésofaune du sol, qui ont causé la troncature des faciès de combustion (foyers XVI et XII notamment), occasionné des déplacements de matériaux altérés par la combustion dans les faciès sous et sus-jacents, induit l'intégration de matériaux non altérés et fortement remaniés à certains faciès, notamment ceux qui étaient imprégnés de MO et/ou riches en résidus de combustion.

Si les processus post-dépositionnels ont visiblement impacté les structures de Régismont-le-Haut, c'est également le cas pour la MO qu'elles contenaient. Les principaux contributeurs des extraits lipidiques provenant des structures étudiées ici sont en effet des acides gras, pour une bonne part insaturés. Bien que ces acides soient relativement ubiquistes, ils sont malgré tout les indices de la présence d'une MO en partie dégradée. Les analyses effectuées sur leurs distributions sont à considérer avec une certaine prudence, mais indiquent néanmoins que pour tous les échantillons une dégradation modérée à importante est à envisager.

Ces différents résultats ont été obtenus à partir d'un échantillon de la trentaine de foyers découverts à Régismont-le-Haut. Bien que cette sélection se veuille représentative de la diversité des situations rencontrées sur le site, toute tentative de généralisation (Figure V.116) doit cependant rester circonspecte en attendant les résultats d'une analyse plus exhaustive. Malgré tout, les deux grands types de structures de combustion primaire ont été identifiés :

- Des foyers relativement simples, associés à peu de mobilier, utilisation de bois comme combustible et utilisation peu intense (type foyers XXIII et XXIV);
- Des foyers complexes, associés à un mobilier abondant, implication probable d'os comme combustible, présence d'imprégnation organique (type foyers XII-XVI et XI-XXV).

Ces deux catégories trouvent un écho dans le reste des structures du site. Le premier type, représenté par les foyers XXIV et XXIII, rappelle par exemple les observations micromorphologiques déjà effectuées sur le foyer X (Sellami *in* Rapports RGT 2005 et 2006 ; Lejay, 2012) et évoque les observations de terrain concernant les foyers XV, XXI ou encore XXII. Le second type, où sont rassemblés les foyers XI, XII et XVI, présente de nombreuses affinités avec le foyer XIX (Lejay, 2012) et certains de ses caractères trouvent des parallèles dans les observations conduites sur les

foyers XIV, XVIII et XXVII. Au côté de ces deux cas de figure, plusieurs structures paraissent plus atypiques. Il s'agit par exemple du foyer XXV, dont la petite taille et la très bonne préservation tranchent avec l'aspect de son voisin le foyer XI.

Pour plusieurs autres structures dénommées « foyer » sur le terrain, comme le foyer XXVI, les observations préliminaires montrent qu'elles ne livrent que peu ou pas de traces d'altération thermique du sédiment. Les abords sud des foyers XII et XVI, avec leurs plages de sédiments légèrement rubéfiés et de résidus de combustion, évoquent également un type qui, en l'état, semble plutôt correspondre à des structures secondaires. Celles-ci peuvent classiquement être interprétées comme relevant de l'entretien et de la vidange de véritables foyers, mais il faut peut-être aussi envisager que le déplacement d'une partie des constituants d'un foyer puisse correspondre à une action répondant à un besoin spécifique. Dans le cas du « foyer » XXVI par exemple, l'assemblage et les remontages de mobilier lithique présent à proximité semblent indiquer une petite aire d'activité associée avec les abords des foyers XII-XVI et non une simple aire de rejet (Anderson, étude en cours). On peut alors légitimement se demander quel est le rôle de la structure XXVI dans cet espace organisé.

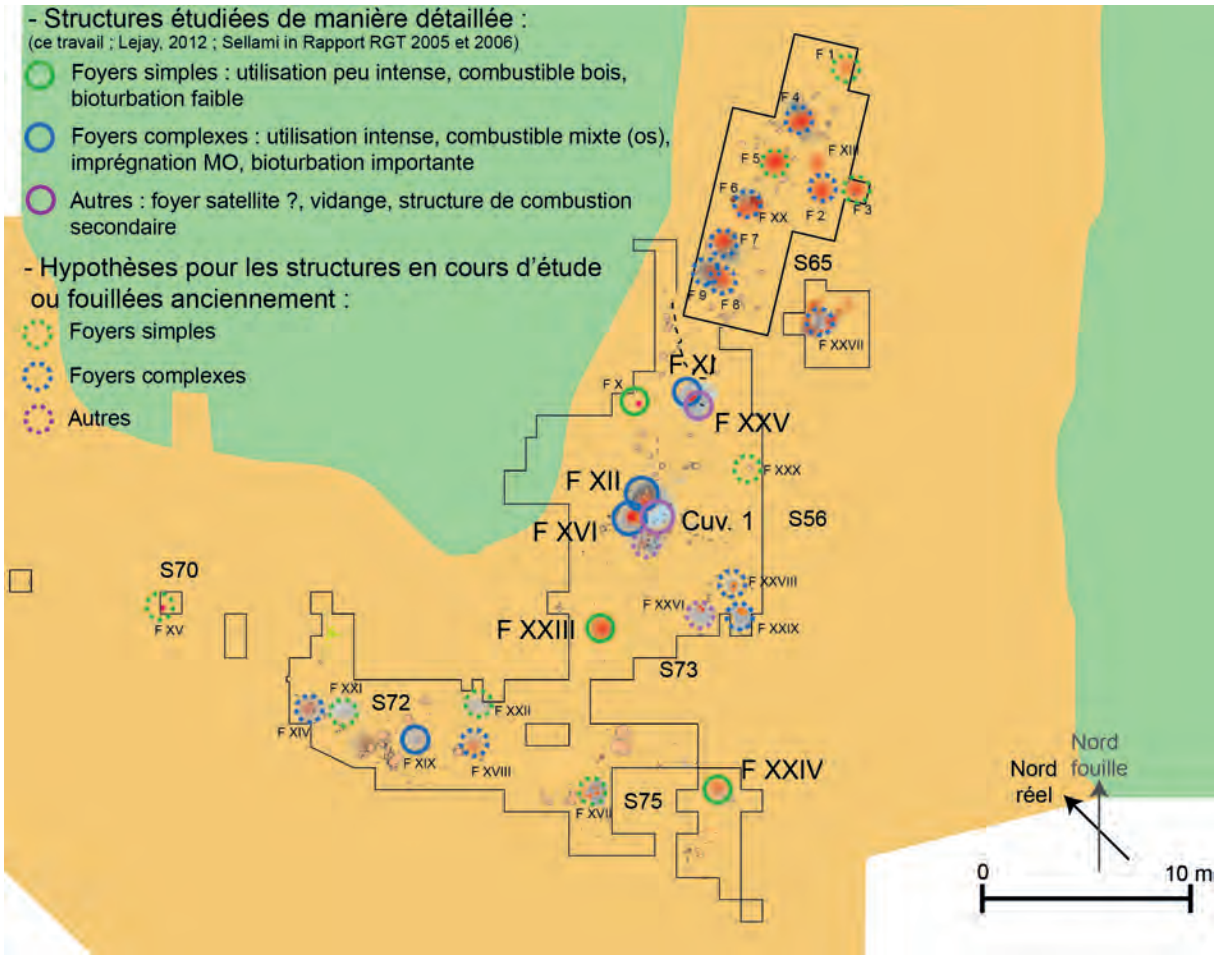



**Figure V.116:** Plan général de Régismont-le-Haut (état 2016, d'après Rapport RGT 2016) et propositions de rapprochement entre les structures étudiées ici et les autres structures de combustion.

# Partie VI. Les Bossats

# 1. Les Bossats: un campement gravettien du Bassin parisien

## 1.1. Contexte archéologique : le Gravettien

Parmi les cultures du Paléolithique supérieur, le Gravettien est l'une de celles recouvrant une des plus vastes étendues, aussi bien du point de vue géographique que chronologique (Figure VI.1). Tout comme pour l'Aurignacien présenté plus haut, il serait ici hors de propos de dresser une synthèse exhaustive de plus d'un siècle de travaux. Pour compléter la brève présentation fournie ci-dessous, le lecteur peut se reporter à plusieurs ouvrages récents (*e.g.* Bodu *et al.*, 2013b ; Otte, 2013 ; Pesesse, 2013).

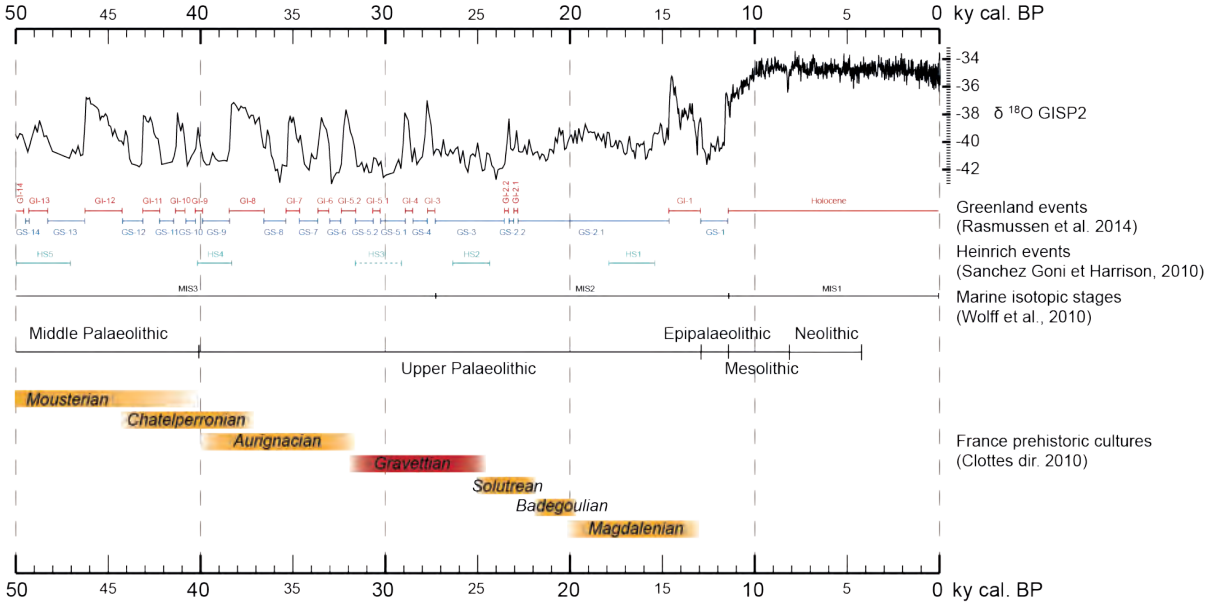



**Figure VI.1:** Le Gravettien dans le cadre chronologique et climatique de la fin du Pléistocène et de l'Holocène en Europe occidentale.

Malgré une définition laborieuse et une individualisation somme toute tardive à l'échelle de la discipline préhistorique, le Gravettien a été considéré pendant une bonne part du XXe siècle comme une culture paneuropéenne. Un bon nombre d'éléments peuvent en effet donner une impression d'homogénéité, ou en tout cas de cohérence, lorsque l'on considère les vestiges archéologiques découverts pour cette période entre les piémonts pyrénéens, le Périgord et l'Europe orientale en passant par la Moravie (Pesesse, 2013) : pointes de projectile en pierre taillée (pointes de la Gravette, de Font-Robert ; Figure VI.2), débitage de produits laminaires à tendance étroite et allongée par rapport aux productions antérieures, complexification des systèmes techniques liés aux matières dures animales (Goutas, 2004 et 2013), aménagements des habitats (Djindjian, 2013) et bien sûr une diversification des manifestations « symboliques » avec notamment l'élaboration d'un art mobilier aux thématiques partagées (cas des statuettes féminines par ex.).

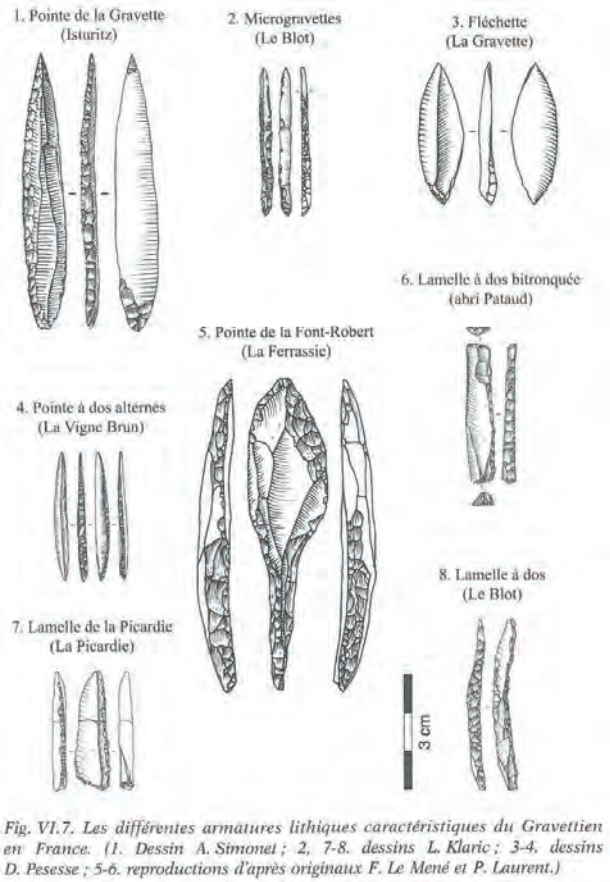



**Figure VI.2:** Exemples d'armatures lithiques du Gravettien de France (d'après Klaric, 2010).

Cependant cette vision, poussée à l'extrême ici, est de plus en plus remise en question par des travaux récents qui questionnent la notion même de l'unité gravettienne. À titre d'exemple, les travaux de thèse de Klaric (2003) ont porté sur l'importante variabilité géographique et/ou chronologique du Gravettien dès lors que l'on s'intéresse aux systèmes techniques de manière plus exhaustive. De ces nouvelles études, une perception plus nuancée du Gravettien émerge ; à l'instar de la table ronde des Eyzies en 2004 intitulée *Le Gravettien : entités régionales d'une paléoculture européenne* (Publication dans la revue *Paléo* : Tomes 19 en 2007 et 20 en 2008). Les publications de Pesesse (2010 ; 2013) sur les industries lithiques du début du Gravettien vont dans le même sens, de même que l'ouvrage de synthèse dirigé par Otte (2013) où la diversité des points de vue présentés démontre la difficulté de s'en tenir à la définition classique du Gravettien dès que l'on prend en compte sa variabilité dans le temps et dans l'espace. Une perception en « mosaïque » du Gravettien semble ainsi de plus en plus admise (Klaric, 2003).

D'un point de vue chronologique, et en se centrant sur l'espace français, le Gravettien se subdivise actuellement en 5 périodes (Klaric, 2003 et 2010 ; Tableau VI.1) :

| | **Phasage Klaric BP** | **Cal. BP** |
|---|---|---|
| *Bayacien* | > 29 000 – 28 000 | > 31 500 |
| *Gravettien ancien* | 28 000 – 26 000 | 30 000 - 28 000 |
| *Gravetien moyen* | Noaillien 28 000 – 23 000 ? | 30 000 – 25 000 |
| | Rayssien 25 000 – 23 000 ? | 27 000 – 25 500 |
| *Gravettien récent* | 24 000 – 22 000 | 26 000 – 24 500 |
| *Gravettien final* | 22 000 – 20 000 | 24 500 – 22 000 |

**Tableau VI.1:** Proposition de chronologie du Gravettien de la France d'après Klaric, 2003 et 2010. Les dates cal. BP sont données ici à titre indicatif à partir de la courbe de calibration IntCal 13.

### 1.1.1. Le Gravettien du nord de la France : un bref état de la question

Le nord de la France n'échappe pas à cette tendance visant à reconsidérer l'uniformité du Gravettien. Plus généralement, les travaux initiés dans le Projet Collectif de Recherche *Paléolithique supérieur ancien au centre et sud du Bassin parisien (1999- 2005)* « Des systèmes techniques aux comportements » (voir Bodu *et al.*, 2013b pour une synthèse) ont permis de mettre en avant le réel potentiel de cette aire géographique pour ces phases du Paléolithique supérieur traditionnellement considérées, en France, à l'aune des sites nord-aquitains.

Les différentes phases du Gravettien sont maintenant mieux connues dans la zone sud du Bassin parisien (Tableau VI.2 ; Klaric, 2013 ; Mevel, 2013). Bien qu'un certain nombre de points restent à préciser, notamment du fait de l'absence de séquence stratigraphique de référence (voir par exemple Klaric, 2003 et 2013 sur la question de celle de la grotte du Renne à Arcy-sur-Cure), la perception d'un espace occupé fréquemment dans ces phases anciennes du Paléolithique supérieur est maintenant bien affirmée (Bodu *et al.,* 2013b).

| **Gravettien** | **Sud du Bassin parisien** | | | **Nord du Bassin parisien / Belgique** | |
|---|---|---|---|---|---|
| | | **Site** | **Dates BP non cal.** | **Site** | **Dates BP non cal.** |
| *Ancien* | | Les Gros-Monts (bis, ter, bois des chênes, Les Ronces), Nemours | | Maisières-Canal (Belg.) | ca. 28000 (Touzé *et al.*, 2015) |
| | | *Grande Grotte ?, Arcy-sur-Cure* | Entre 26000 et 30000 (Klaric, 2013) | Station de l'Hermitage (Belg.) | ca. 26300 (Touzé *et al.*, 2015) |
| | | Cirque de la Patrie (Clairiere Est), Nemours | | | |
| | | Camping de Rizerolles, Azé | Ancien récent | | |
| | | Les Bossats, Ormesson | Entre 27000 et 26000, voir Partie VI.1.3.3 | | |
| *Moyen* | Noailles | La Croix Bagneux (locus 8), Mareuil-sur-Cher | | Grotte Walou (Belg.) | ca. 25000-25500 |
| | Raysses | La Picardie, Preuilly-sur-Claise | | | |
| | | Grotte du Trilobite, Arcy-sur-Cure | | | |
| *Récent et/ou final* | | Cirque de la Patrie (Habitat central), Nemours | | Renancourt 1, Amiens | ca. 23000 - 22000 |
| | | Grotte du Renne (couche V), Arcy-sur-Cure | 23070 ± 210 / 23180 ± 210 | Rue du Gouy, Corbehem | |
| | | Chamvres | 23170 ± 230 | *Goyet* : grottes *? (Belg.)* | ca. 24000-22000 (?) |
| | | Croix Bagneux (Locus 11-14), Mareuil-sur-Cher | 23280 ± 220 | | |
| | | Pente des Brosses, Montigny-sur-Loing | 22200 ± 600 /22500 ± 600 (?) | | |

**Tableau VI.2:** Principaux sites gravettiens au nord de la France et leur attribution chronologique (synthèse d'après Bodu *et al.*, 2013b ; Touzé *et al.*, 2015 ; Paris *et al.*, 2017).

Au nord du Bassin parisien, malgré des conditions géomorphologiques plus favorables (Fagnart *et al.*, 2013 ; Soriano, 2013) du fait d'importants dépôts lœssiques, le nombre de sites se rapportant au Gravettien n'est guère élevé (Tableau VI.2). Ces gisements sont à rattacher aux phases les plus récentes du Gravettien, bien que comme à l'image du sud du Bassin parisien, les datations soient encore peu nombreuses et les attributions typo-technologiques toujours discutées. Le cas du site

de plein air de Renancourt 1 à Amiens (Paris *et al.,* 2017), en cours de fouille, vient nuancer ce constat à l'aide d'un niveau archéologique attribuable à un Gravettien récent et/ou final dans un contexte chrono-stratigraphique bien maitrisé.

Les travaux sur le site des Bossats à Ormesson s'inscrivent fort bien dans cette dynamique, et permettent par ailleurs de documenter une phase ancienne du Gravettien qui, hormis à Arcy-sur-Cure (Grande Grotte), demeure très peu connue pour cette région et est donc encore imparfaitement cernée d'un point de vue typo-technologique et chronologique.

### *1.1.2. Les structures de combustion gravettiennes en France*

Avant de s'intéresser plus particulièrement au cas des Bossats, il paraît utile de dresser un inventaire des structures de combustion gravettiennes qui ont été reconnues jusqu'ici. Pour des raisons de commodité et d'accessibilité de la documentation, celui-ci est centré sur le territoire français et belge (Figure VI.3). Il ne faut cependant pas perdre de vue l'expansion plus large du Gravettien. À ce titre, les gisements d'Europe centrale et de l'est livrent une abondante documentation, bien que souvent ancienne, sur les structures d'habitat (voir Djindjian, 2013 pour une synthèse). Par ailleurs, cette revue ne vise pas à l'exhaustivité et nous n'avons retenu ici que les gisements pour lesquels les informations nous ont paru suffisamment fiables ou susceptibles d'alimenter la discussion autour du cas des structures des Bossats.

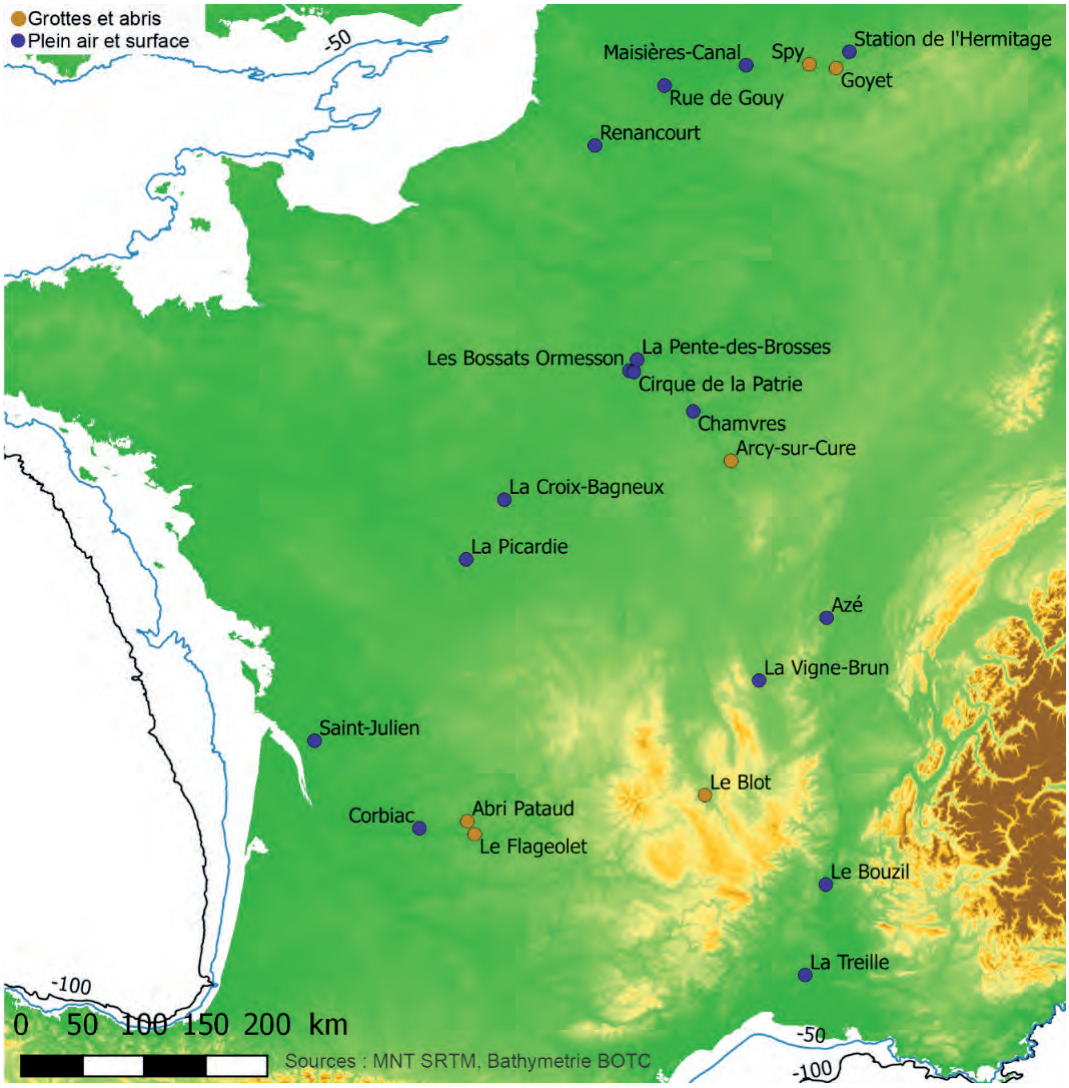



**Figure VI.3:** Localisation des principaux sites gravettiens cités dans le texte.

Les gisements gravettiens répondant à ces attentes sont malheureusement peu nombreux (Figure VI.3). En ce qui concerne le nord de la France, seul le site de plein air de La Croix de Bagneux (Mareuil-sur-Cher, Loir-et-Cher : Kildea, 2007 et 2008 ; Kildea et Guiot, 2014) peut être évoqué. Les autres gisements proches d'Ormesson comme la Pente des Brosses (Schmider, 1971 et 1986), le Cirque de la Patrie (Cheynier, 1962), les Gros Monts (Cheynier, 1957) ou Chamvres (Connet *et al.*, 1992) ont malheureusement été fouillés anciennement et/ou n'ont pas livré de traces claires de structures de combustion. À la Grande Grotte (Arcy-sur-Cure, Yonne) 4 foyers, des aires de rejet de cendres et charbons ainsi que des blocs chauffés, sont reconnus dans un sol de fréquentation (Baffier et Girard 2013 *in* Otte 2013). Ce sol est vraisemblablement un palimpseste aurignacien et gravettien, mais les dates obtenues sur les foyers, à considérer avec beaucoup de prudence, semblent toutes correspondre à une phase ancienne du Gravettien. Toujours à Arcy-sur-Cure, la Grotte du Renne a elle aussi, semble-t-il, livré quelques foyers (Leroi-Gourhan, 1961 ; Leroi-Gourhan et Leroi-Gourhan, 1964 ; Lacarrière, 2015) mais, comme à la Grande Grotte, ces découvertes ne font l'objet que de brèves mentions.

Plus au nord, la fouille en cours de Renancourt 1 (Paris *et al.*, 2017) a livré des témoins de combustion (charbons de bois, os brûlés, grès chauffés) concentrés sur une dizaine de $m^2$. En l'état il semble cependant s'agir d'une aire de rejet et aucune structure foyère primaire n'a été reconnue. Les sites gravettiens connus en Belgique (Maisières-Canal, Station de l'Hermitage, Spy ou Goyet par exemple ; voir Touzé *et al.*, 2015) présentent les mêmes types de lacunes (O. Touzé, com. pers. ; D. Flas, com. pers.). Plus à l'ouest, les rares sites paléolithiques supérieurs ne sont pas mieux lotis (Hinguant et Monnier, 2013).

Ce sont les régions situées au sud du Bassin parisien qui livrent le plus d'éléments probants pour discuter des structures de combustion gravettiennes. Nous avons déjà mentionné le cas de La Croix Bagneux où, lors d'une opération d'archéologie préventive, plusieurs structures de combustion ont été décrites et en partie étudiées (Dumarçay *in* Kildea, 2008). La première se présente sous la forme d'une concentration de blocs brûlés (grès et quartz) d'environ 2x1m au sein du Locus 8 attribué à un Gravettien moyen à burins de Noailles (Kildea, 2008). La structure est cependant démantelée, et même si l'organisation du reste du mobilier tend à lui accorder le statut de foyer, des processus marqués de ravinement incitent à la prudence. Un second espace (Locus 11-14 ; Kildea, 2008), attribué au Gravettien récent, livre de nombreux blocs (n=160) dont la plupart (>99%) sont au moins partiellement brûlés (Dumarçay *in* Kildea, 2008). Trois concentrations charbonneuses ont également été relevées, dont l'une ($m^2$ 277/844 ; Figure VI.4) clairement associée à la plus forte concentration de roches chauffées, ce qui a conduit les fouilleurs à la considérer comme un foyer en place. Cette interprétation est confortée par la concentration des opérations de débitage en périphérie de la structure. Il s'agit d'une structure ovalaire d'environ 80x50cm formée de blocs de grès et de calcaire principalement et recouverte de sédiments charbonneux. Le statut des deux autres concentrations charbonneuses demeure indéterminé.

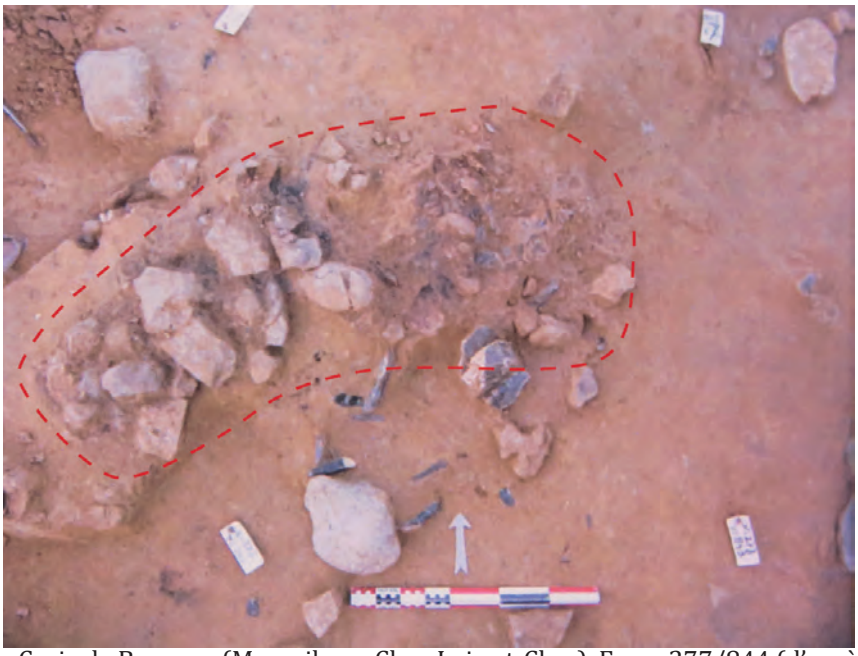


**Figure VI.4:** La Croix de Bagneux (Mareuil-sur-Cher, Loir-et-Cher), Foyer 277/844 (d'après Kildea, 2008).

Dans le Sud-Ouest comme dans le Sud-Est, plusieurs publications font mention de foyers ou de structures de combustion (Corbiac : Bordes, 1968 ; Le Bouzil : Bazile, 2007 ; Le camping de Rizerolles à Azé : Floss *et al.*, 2013 ; La Treille : Bazile *et al.*, 2001 ; La Vigne Brun : Digan *et al.*, 2008 ; Le Blot : Nespoulet *et al.*, 2013) mais,une fois encore, au vu de la documentation actuellement publiée, se résumant généralement à une mention et parfois associée à une illustration, il est difficile d'exploiter ces découvertes. Quelques gisements font cependant exception.

À l'Abri Pataud (Les Eyzies-de-Tayac, Dordogne), les fouilles de H.L. Movius Jr. entre 1953 et 1964 ont livré une importante séquence comportant, entre autres, des niveaux gravettiens (*périgordien IV à VI* et *protomagdalenien* des couches 5 à 2). Les publications d'alors font état d'une quantité remarquable de structures de combustion réparties au sein des couches 3, 4 et 5 (Movius, 1966 et 1977). La couche 3 (Lens 2) aurait ainsi livré 5 foyers en place associés à plusieurs aires de dispersion de résidus de combustion (charbons de bois, os brûlés, cendres, roches chauffées et fracturées). Dans la couche 4 (Lens N), une vaste structure est décrite comme un complexe de foyers installés au sein d'un fossé sans plus de détails. Cette structure résulte apparemment de l'accumulation de résidus de combustion (en place ?) dans le même espace d'au minimum 3m$^2$ pendant un laps de temps assez long (Lens N-4 à N-1). Toujours dans la couche 4, 6 foyers en cuvette sont décrits dans Lens O-2. Il s'agit de petites structures de 20 à 50 cm de large sans autre forme d'aménagement que leur creusement dans l'éboulis sous-jacent (Figure VI.5a). Dans la couche 5 enfin, c'est le fond de l'abri (Rear) qui a livré les structures les plus significatives. Trois lentilles successives ont livré chacune un vaste foyer (Lens J-1, K-1 et K-2 ; Figure VI.5b) où l'os brûlé semble avoir été très abondant.

Les données fournies par H.L. Movius Jr. livrent une idée de la diversité des structures de combustion durant plusieurs phases du Gravettien. Cette documentation est précieuse, mais malheureusement difficilement exploitable à partir des publications. Les descriptions demeurent sommaires, les stratigraphies internes rarement décrites et les photographies ne montrent que peu de détails. De plus, un certain flou règne autour de ce qui est réellement décrit. On peut ainsi se demander à quoi correspondent les mesures ? S'agit-il réellement de la structure de combustion primaire ou bien de l'extension maximale des résidus de combustion ? Bon nombre d'échantillons

de sédiments ont toutefois été conservés, et ont permis l'étude de leur contenu notamment en ce qui concerne les charbons d'os et de bois (Théry-Parisot, 2002). Des prélèvements ont également été effectués en ce sens lors des fouilles récentes (Marquer *et al.*, 2010). Ces différents travaux ont permis de confirmer la très forte abondance d'os brûlés dans la plupart des couches, ce qui pourrait traduire une utilisation récurrente de ce matériau comme combustible depuis l'Aurignacien.

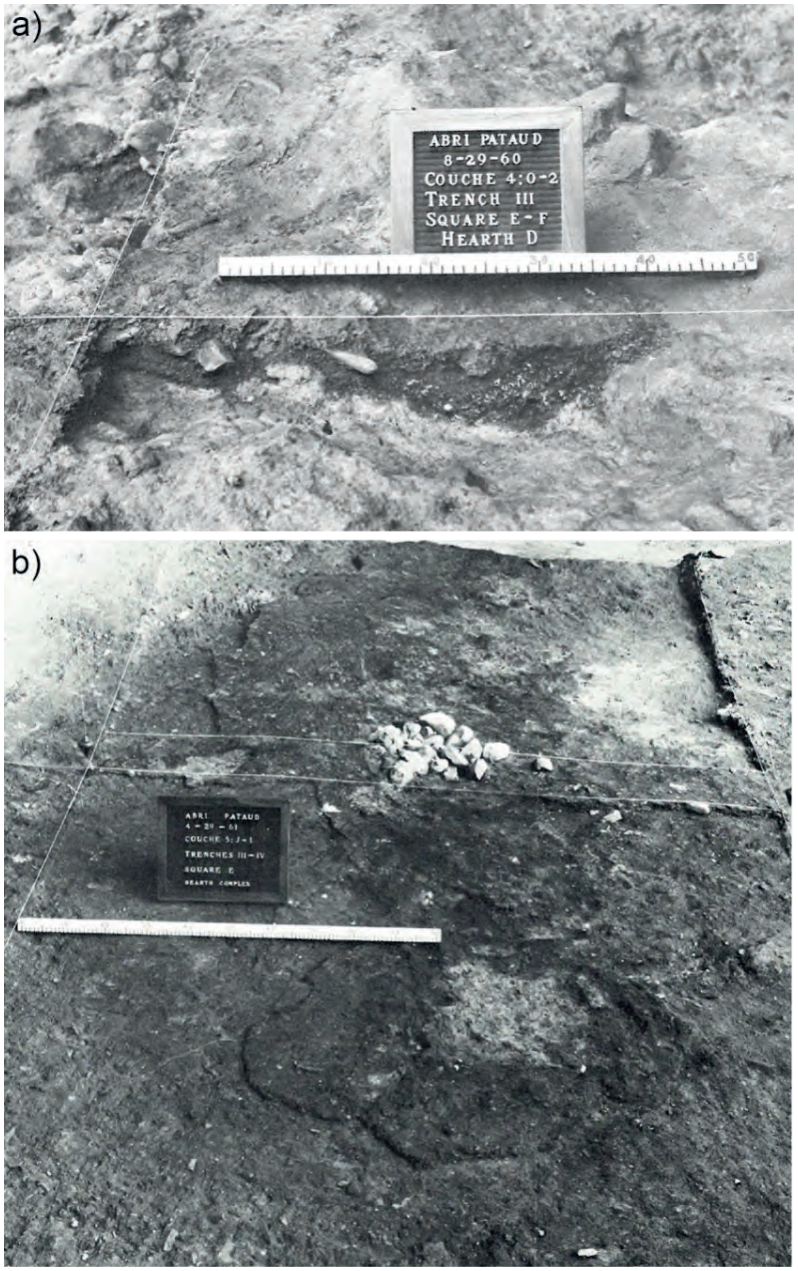



**Figure VI.5:** Abri Pataud (Les Eyzies-de-Tayac, Dordogne), exemples de structures issues des fouilles Movius. a) Couche 4, Lens O-2, foyer D. b) Couche 5 (Rear), Lens J-1, structure de combustion (*hearth complex* ; d'après Movius, 1977).

Dans le même secteur, à l'Abri du Flageolet I (Bézenac, Dordogne ; Rigaud, 1969) six foyers ont été identifiés dans les couches V, VI et VII attribuées au Gravettien (Lacarrière, 2015 ; Bombail, 1989). C. Bombail y décrit des structures installées à plat, a l'exception d'un foyer en cuvette dans la couche VII. Toutes ces structures sont de dimensions modestes (< 50cm dans leur plus grande longueur) et de forme ovalaire. La présence de galets de quartzite importés sur le site et de calcaires est systématique dans ces foyers ou à leurs abords. Leur altération et leur fragmentation thermiques semblent fréquentes. L'auteure remarque cependant que la disposition de ces éléments

pierreux est variable et propose, avec prudence, qu'ils puissent correspondre dans certains cas à une délimitation des foyers (couche VI, SB5, couche V, SA4/5) ou bien à des éléments chauffés et mobilisés dans le cadre d'activités culinaires (couche VI, SC8). Une abondante quantité de charbons de bois et d'os était apparemment associée à chacune de ces structures et une concentration de roches peu chauffées a été interprétée comme une possible structure de rejet et de stockage de ce type de matériaux (couche VII, SC10).

## 1.2. Présentation générale du gisement des Bossats

La présentation qui suit reprend en grande partie les travaux de l'équipe scientifique de Bossats fournie par les rapports 2014 (P. Bodu, historique des recherches) et 2015 (H.-G. Naton, contexte géologique et géomorphologique) notamment. Il ne s'agit là que de brèves synthèses visant à replacer le site dans son contexte, des informations plus détaillées sont disponibles dans les deux rapports en question sur chacun de ces aspects. Par ailleurs, plusieurs publications récentes abordent également ces différents points (Bodu *et al.*, 2011 ; Lacarrière *et al.*, 2015 ; Bodu *et al.*, sous presse)

### *1.2.1. Historique des recherches*

Le site des Bossats à Ormesson (Seine-et-Marne) doit sa découverte aux prospections menées au XXe siècle par plusieurs archéologues amateurs et notamment les frères Barbichon et C. Pommier en 1974. Malgré la mise au jour d'objets préhistoriques par ces derniers, la découverte reste confidentielle et une partie des collections alors récoltées s'égare. Il faudra attendre le début des années 2000 et un retour sur le terrain de C. Pommier, toujours en prospection, pour que de nouveaux objets soient retrouvés et pour que l'information remonte à P. Bodu en 2004 par l'intermédiaire de J.-L. Rieu du musée voisin de Nemours. L'observation du matériel, qui laisse présager l'existence d'un gisement paléolithique supérieur et plus particulièrement gravettien, motive la réalisation de deux datations sur matériel osseux. L'une d'elles livre alors une date (Erl8203: 26691 ± 530 BP) qui confirme l'attribution typo-technologique d'une partie du matériel à une phase ancienne du Gravettien. Dans le même laps de temps, de nouvelles découvertes de surface de C. Pommier, ainsi qu'une autre série provenant des Bossats (collection M. Robin), achèvent de convaincre de l'intérêt du gisement dans un cadre régional où les recherches sur le Paléolithique supérieur ancien ont été redynamisées par le PCR *Paléolithique supérieur ancien au centre et sud du Bassin parisien (1999- 2005)* et où la quasi-absence de gisements gravettiens datables et en stratigraphie était une constatation récurrente.

Une prospection est alors menée en 2007 avec l'accord du propriétaire, D. Lebègue, sous la direction de P. Bodu dans la partie nord de la parcelle des Bossats (Rapport ORM 2007). Des ramassages systématiques ainsi que quelques tests de tamisage permettent alors de mettre en évidence un matériel composé de silex taillés, d'ossements animaux et de pierres apparemment brûlées tout ceci dans un bon état de fraîcheur et incluant des éléments de petites dimensions, concentré sur une centaine de mètres carrés. La remontée de ce matériel en surface s'explique par les labours menés sur la parcelle. Ce sont les zones les plus riches en matériel qui feront l'objet de cinq sondages en 2009, ces derniers permettant de confirmer l'existence et la préservation d'un niveau gravettien en place à une faible profondeur (environ 40 cm sous la surface actuelle), mais également d'autres niveaux plus profonds. Dès lors, une opération de fouilles programmées dirigées par P. Bodu se met en place à partir de 2010 et se poursuit actuellement. Les résultats de

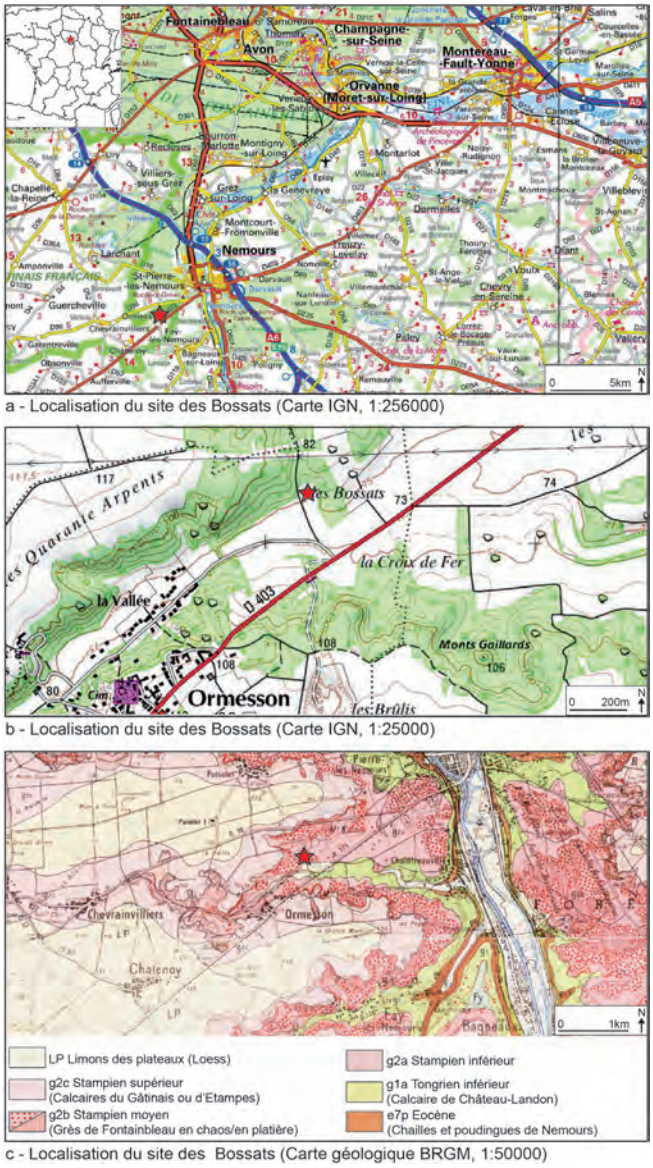
ces travaux ont fait l'objet de plusieurs rapports auprès du SRA (Rapport ORM 2007, 2009-2016), de publications (Bodu *et al.*, 2011, 2014a et b, 2017 et sous presse ; Mathis *et al.*, 2014 ; Lacarrière *et al.*, 2015) de nombreuses présentations et de multiples travaux universitaires (voir Rapport ORM 2016 : pp. 31-34).

### *1.2.2. Contexte géologique et géomorphologique*

Les Bossats à Ormesson (Seine-et-Marne) sont situés sur le versant nord d'une petite vallée débouchant sur le Loing à hauteur de Nemours, à environ 70 km au sud de Paris (Figure VI.6a et b). Le cadre géologique local (Figure VI.6c) est fortement marqué par le substrat stampien qui est bien connu au travers des formations des sables de Fontainebleau et des calcaires d'Étampes (localement appelés calcaires du Gâtinais ; Denizot, 1970). Ces formations sont entaillées par un affluent actuellement asséché du Loing, dont l'enfoncement en lien avec celui de la nappe phréatique a contribué à la formation et la mise à nu des grès de Fontainebleau qui jalonnent le paysage (Thiry *et al.*, 1988 et 2013). Les plateaux environnants sont couverts des limons éoliens, correspondant à la marge sud des grands dépôts lœssiques quaternaires nord européens (Antoine *et al.*, 2003).

Le site en lui-même est localisé en contrebas d'un de ces plateaux (Figure VI.7) au débouché d'un système de petits talwegs drainant les eaux de ruissellement et les sédiments vers la vallée. Les niveaux archéologiques ont en partie été affectés par ces incisions. En effet, deux talwegs ayant emprunté la même voie (l'un fonctionnant au Paléolithique supérieur, l'autre durant l'Holocène) et ayant en partie tronqué les dépôts archéologiques ont ainsi été identifiés sur le terrain. Malgré des incisions répétitives, de la partie est du site plus particulièrement, différents niveaux du Paléolithique moyen et supérieur s'étagent sur une épaisseur de près de 3mètres. Les emballages sédimentaires des niveaux correspondent principalement à des reprises par processus colluviaux et/ou éoliens des formations sableuses et limoneuses locales.

Bien que la topographie ait été en grande partie modifiée durant les périodes récentes, il est possible de supposer que la configuration paléolithique offrait un certain nombre d'aspects favorables à l'implantation de groupes de chasseurs-cueilleurs-collecteurs. Ainsi, la topographie en entonnoir de la vallée, par ailleurs à proximité de la confluence Seine/Yonne/Loing, devait initialement constituer un milieu cynégétique attrayant. La présence de blocs de grès erratiques a également pu jouer un rôle important dans ce cadre. Les abondantes ressources minérales locales (à plus ou moins 10 km), que ce soit au niveau des formations en place ou des formations fluviatiles ont par ailleurs été exploitées que ce soit pour la confection d'artefacts ou l'aménagement de structures d'habitat.




a - Localisation du site des Bossats (Carte IGN, 1:256000)

b - Localisation du site des Bossats (Carte IGN, 1:25000)

c - Localisation du site des Bossats (Carte géologique BRGM, 1:50000)

**Figure VI.6:** Localisation et contexte géologique du site des Bossats (étoile rouge)

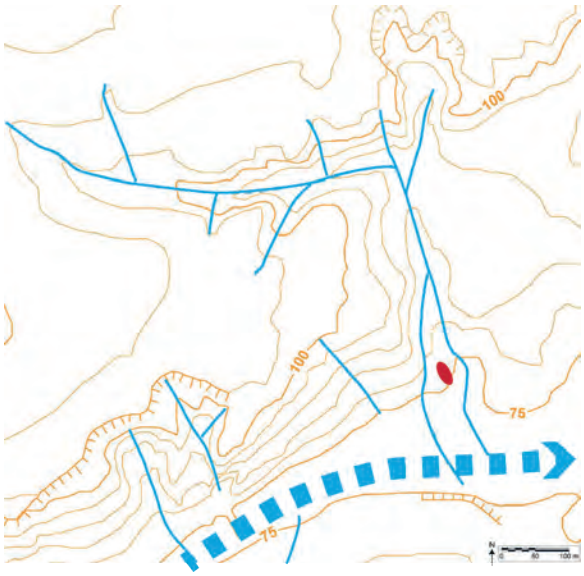



**Figure VI.7:** Topographie des abords du site des Bossats (en rouge). Traits pleins bleus: axes de talwegs actuels ; tirets bleus : axe de la vallée sèche (Fond topographique IGN-Géoportail ; d'après Naton *in* Rapport ORM 2015).

### *1.2.3. Les différents niveaux archéologiques*

À l'issue des travaux de terrain de 2015, 6 occupations paléolithiques ont été formellement reconnues[1] (Tableau VI.3 ; voir la synthèse proposée dans Bodu *et al.*, sous presse). Elles correspondent à une large fourchette chronologique, de la fin du Paléolithique moyen (Moustérien) au Paléolithique supérieur (Badegoulien). De rares indices d'occupation holocènes ont été observés par endroits (notamment une fosse datant du premier Âge du fer ; Rapport ORM 2014). Du matériel moustérien, mais en position secondaire, est également présent au sein de la formation fluvio-glaciaire située sous l'occupation moustérienne discoïde.

| Période | Description (phasage Naton *in* Rapport ORM 2015) | Datation (non cal.) |
|---|---|---|
| *Moustérien discoïde* | Occupation en place sur sables éoliens (Phase HGN 6) | 44.8±3.4 ka BP ; 49.9±3.1 ka BP |
| *Châtelperronien* | Occupation en place sur sables éoliens et/ou colluviaux (Phase HGN 7) | c. 37/39 ka BP |
| *Niveau intermédiaire (Sondage 50)* | Structure de combustion dans une série de dépôt de limons éoliens et de sables colluviaux (Phase HGN 10) | 30110±390BP (Lyon-12377) ; 27930±300BP (Lyon-12378) |
| *Gravettien* | Occupation en place sur limons sableux éoliens (Phase HGN 11) | c. 26500 BP (cf. Partie VI.1.3.3) |
| *Solutréen moyen* | Occupation en place sur comblement du paléotalweg (Phase HGN 13) | 19096±121 BP (Erl-17854) ; 19580±110 BP (Lyo-12620) |
| *Badegoulien (sondage 57)* | Amas de débitage en place sur limons éolien (Phase HGN 14) | - |

**Tableau VI.3:** Synthèse des différents niveaux archéologiques des Bossats (d'après Rapport ORM 2016).

- Le niveau attribué à la période moustérienne est caractérisé par une industrie lithique de méthode discoïde. Les datations obtenues par thermoluminescence sur silex chauffés indiquent un Moustérien plutôt final (Bodu *et al.*, 2014b). Bien qu'encore peu exploré, ce niveau présente à la fois une industrie lithique abondante, des traces de structures de combustion (concentrations charbonneuses, artefacts brûlés) et des évidences très claires de travail des matières colorantes. Ces vestiges ont été observés à l'occasion de différents sondages, permettant d'estimer la surface préservée à plus de 800m$^2$ (Figure VI.8) et laissent supposer l'existence de plusieurs pôles d'activité (Rapport ORM 2015).
- Le niveau châtelperronien, lui aussi encore exploré sur une surface restreinte (une vingtaine de m$^2$, pour une surface estimée à près de 200 ; Rapport ORM 2015 ; Figure VI.8), livre une abondante industrie lithique qui comprend notamment des opérations de débitage laminaire bipolaires et une production de burins et de couteaux de Châtelperron (Bodu *et al.*, 2017). Des matières colorantes travaillées et des concentrations de résidus charbonneux ont également été observées dans ce niveau. L'organisation spatiale du niveau semble bien préservée, mais compte tenu du substrat sableux, les matériaux organiques semblent fortement dégradés.
- Un niveau intermédiaire a été reconnu dans le sondage 50 (Figure VI.8). Celui-ci se résume pour le moment à une structure de combustion en place bien que bioturbée qui comportait une part importante d'os brûlés (Rapports ORM 2014 et 2015). En effet aucun artefact n'était immédiatement associé à cette structure. Quelques objets peu diagnostiques repérés dans un contexte stratigraphique comparable dans d'autres sondages pourraient malgré tout participer à ce niveau intermédiaire. D'un point de vue chronologique, deux dates obtenues pour le foyer donnent une fourchette comprise entre 28 et 30 ka BP, ce qui correspondrait à un Gravettien ancien (plus ancien que celui du niveau 1) ou à un Aurignacien final (Rapport

1 Les opérations conduites en 2016 et 2017 ont cependant permis d'identifier dans le sondage 77 et son extension un nouveau niveau dont le calage stratigraphique et l'attribution chronoculturelle restent à établir dans les années à venir.

ORM 2015).

- Le niveau gravettien est attribué à une phase ancienne de la période, il est détaillé plus loin (cf. Partie VI.1.3)
- Le niveau solutréen est principalement connu à partir d'une surface d'environ 150 $m^2$, à l'est des occupations précédentes (Figure VI.8). La fouille en cours de celui-ci a livré, entre autres, une industrie lithique comprenant des pièces foliacées, des structures semi-circulaires (6 au total en 2017) aménagées au moyen de blocs de calcaire de Fontainebleau ainsi que des traces de structures de combustion (Bodu *et al.*, 2014a ; Rapport ORM 2015). L'attribution chronoculturelle sur la base de deux dates et de l'étude typotechnologique du mobilier placerait provisoirement ce niveau dans le Solutréen moyen, autour de 19 ka BP. Les opérations conduites en 2017 au nord de la parcelle ont donc mis au jour un 6ème locus attribué géomorphologiquement et technologiquement au même ensemble solutréen. Les opérations et études à venir devront explorer la relation entre ces deux espaces *a priori* contemporains.
- L'occupation badegoulienne se résume pour le moment à un petit amas de débitage d'éclats et quelques outils retouchés (85 pièces sur 6 $m^2$) situés à l'ouest de la parcelle (Figure VI.8 ; Rapport ORM 2014). L'attribution chronoculturelle au Badegoulien repose donc, en l'état et en l'absence de tout matériel organique, sur des critères technologiques et stratigraphiques.

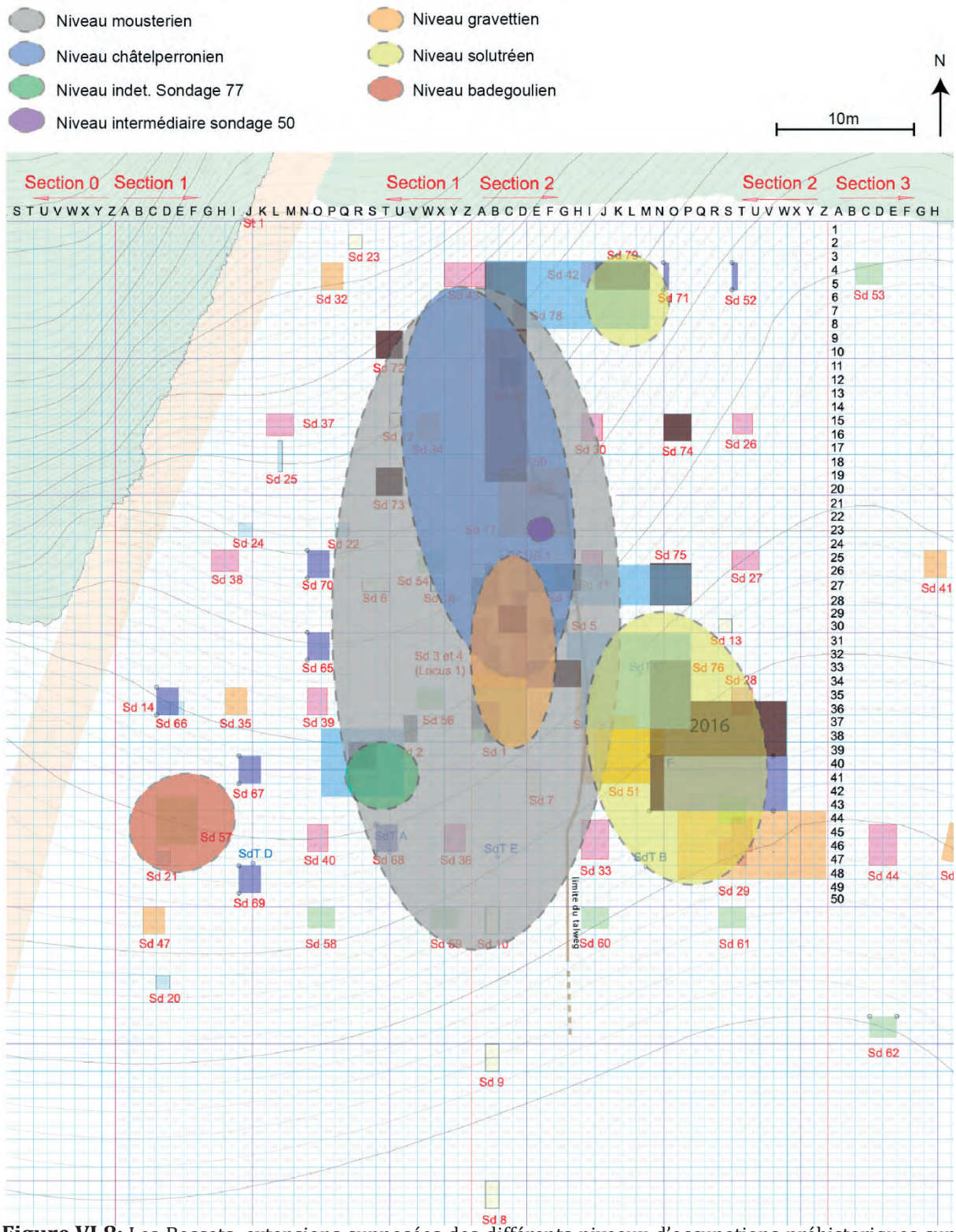



**Figure VI.8:** Les Bossats, extensions supposées des différents niveaux d'occupations préhistoriques sur le plan des sondages et des zones fouillées jusqu'en 2017 (d'après Rapport ORM 2016 ; DAO M. Ballinger, modifié).

## 1.3. Présentation du locus gravettien

### *1.3.1. Contexte géomorphologique*

Le locus gravettien repose sur des lœss sableux clairs d'origine éolienne appartenant à la phase 11 de l'histoire morpho-sédimentaire du gisement (Naton *in* Rapport ORM 2015). Malgré une relative uniformité, ces dépôts lœssiques, comme ceux de la phase 10 sous-jacente, sont rythmés par des passées de sédiments plus grossiers (Figure VI.9) qui résultent de périodes plus humides ayant lessivé les fines et concentré les grossiers. Ces passées sont formées de matériaux cependant assez fins (graviers calcaires) qui se retrouvent aléatoirement ailleurs dans cette formation. Il s'agit donc véritablement d'une résidualisation des dépôts superficiels, sans apports par d'autres phénomènes. La distinction entre les phases 11 et 10 repose sur une diminution de la quantité de sable et en contrepartie une teneur en limon plus élevée.

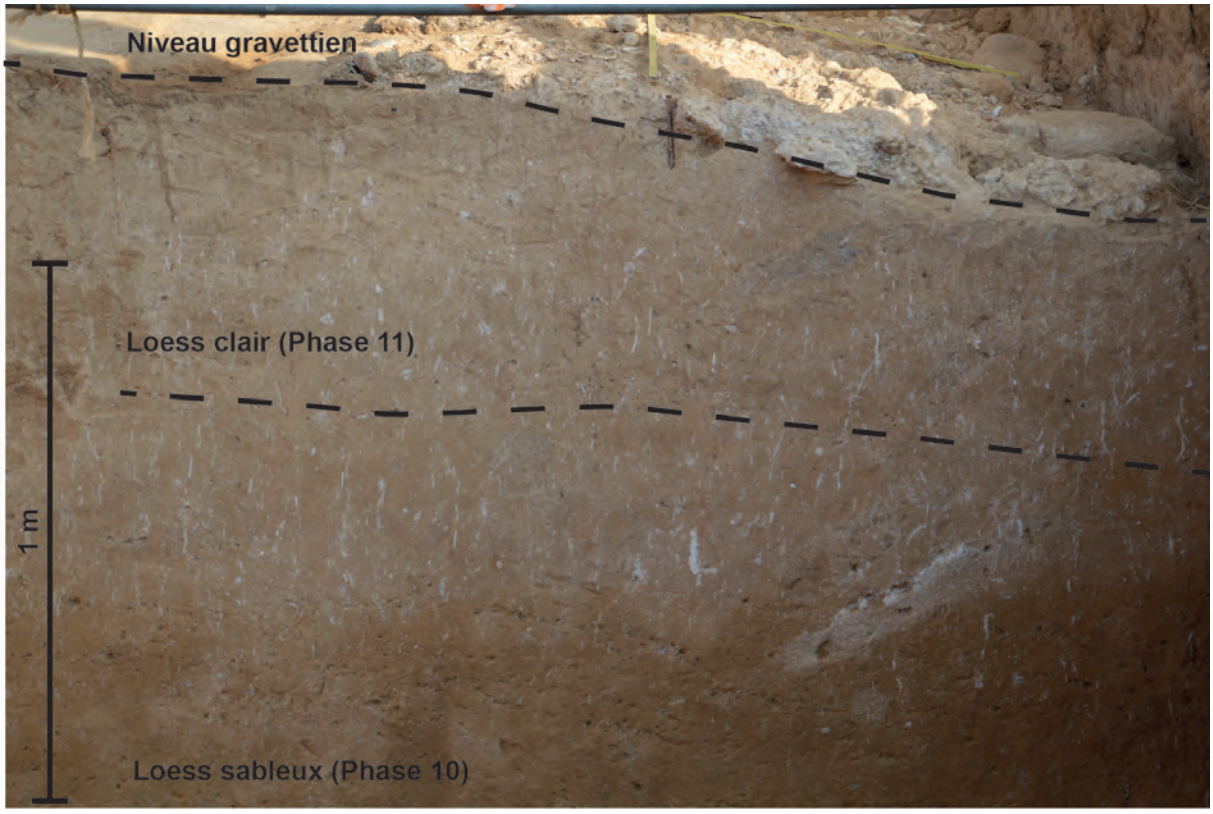



**Figure VI.9:** Les Bossats, coupe nord du sondage 3 en 2013 montrant l'encaissant du niveau gravettien. Noter la présence à droite de crotivines.

Hormis cela, aucune variation n'est observée dans cette formation qui, par exemple, ne montre pas de traces explicites d'éventuels paléosols. Cependant, d'assez nombreux traits pédologiques liés à l'activité faunique ou racinaire sont visibles. Il s'agit par exemple de terriers comblés (crotovines) ou de chenaux racinaires fortement calcités (Vasiliu, 2013 ; Figure VI.9). Le niveau est recouvert par des lœss sableux clairs (Phase 12) proches de ceux de la phase 11, mais toutefois moins riches en sable. Ce recouvrement est lui-même tronqué et coiffé par le sol de labour actuel.

L'implantation du locus gravettien, ou en tout cas sa préservation, semble contrainte à l'est par le passage d'un paléotalweg et au nord par des phénomènes d'érosion dont l'origine est à préciser. Immédiatement à l'ouest, aucun phénomène lié à un talweg n'a été observé, mais les érosions postérieures à l'occupation et les labours ont irrémédiablement détruit toutes traces

d'une éventuelle extension de l'occupation. Concernant le paléotalweg, celui-ci a joué un rôle marquant dans l'évolution post-dépositionnelle du niveau gravettien. En effet, celui-ci semble avoir induit lors de son fonctionnement l'affaissement d'une partie de la berge qui supportait le locus gravettien (Bande des $m^2$ D, E et F au minimum), expliquant le fort pendage du niveau dans ce secteur (cf. Figure VI.19). Par ailleurs, l'activité de la faune du sol (cf. Partie VI.1.3.4.2) a ponctuellement perturbé le niveau comme en attestent des déplacements verticaux de mobilier dans des terriers. Enfin, le matériel gravettien (mobilier et radier) est affecté par une importante carbonatation. Cette calcite est probablement dissoute dans le(s) niveau(x) sus-jacent(s) puis semble précipiter de manière préférentielle sur le niveau gravettien.

### *1.3.2. Organisation générale*

Le locus gravettien, tel qu'il est connu en 2017, recouvre une surface d'environ 50 $m^2$, bien que son extension vers l'est doive encore être affinée (Figure VI.10). La fouille en cours depuis 2009 a permis l'exploration du locus et de ses abords sur une surface de près de 70 $m^2$, notamment à l'ouest. Les travaux à venir permettront de reconnaître la partie est du locus, notamment dans les $m^2$ E/F-28/32. Il faut donc garder à l'esprit que les résultats présentés ci-dessous ne concernent qu'environ les deux tiers de la partie centrale du locus.

La stratigraphie interne du locus a révélé la vraisemblable superposition de deux phases d'occupation. La forte cohérence du mobilier entre ces différentes phases nous incite pour le moment à y voir deux états successifs d'une même occupation plutôt que deux occupations distinctes. Toutefois, cette hypothèse devra être vérifiée par l'étude du mobilier lithique et des éléments de parure notamment.

La première phase d'occupation est implantée directement sur le substrat lœssique et se distingue en particulier par l'emploi de silex tertiaires et une quantité importante d'éléments de parure réalisés à partir de coquillages fossiles.

Dans un second temps une importante quantité de graviers et galets calcaires est disposée à la surface de la première occupation. Le radier ainsi aménagé supporte la seconde occupation dont le mobilier se retrouve à la fois à sa surface et mêlée à la nappe de graviers et galets. L'origine anthropique de ce radier est confortée par l'absence de matériaux parentaux correspondants en amont du site et par l'aspect roulé de ses constituants. La présence naturelle d'un tel ensemble dans les lœss des phases 11 et 12 constituerait, en l'état de notre compréhension de l'histoire géomorphologique des Bossats, une véritable aberration. Par ailleurs, l'observation d'une formation alluviale livrant le même cortège de constituants en aval au sud du site, au niveau du fond de la vallée, confirme que ces matériaux, disponibles à proximité, ont été volontairement remontés vers l'occupation gravettienne. Le radier ainsi aménagé a pour le moment été reconnu sur près de 14$m^2$ et semble dessiner une aire ovalaire d'environ 7x5 m, sous réserve des découvertes à venir lors de la fouille de l'est du locus.

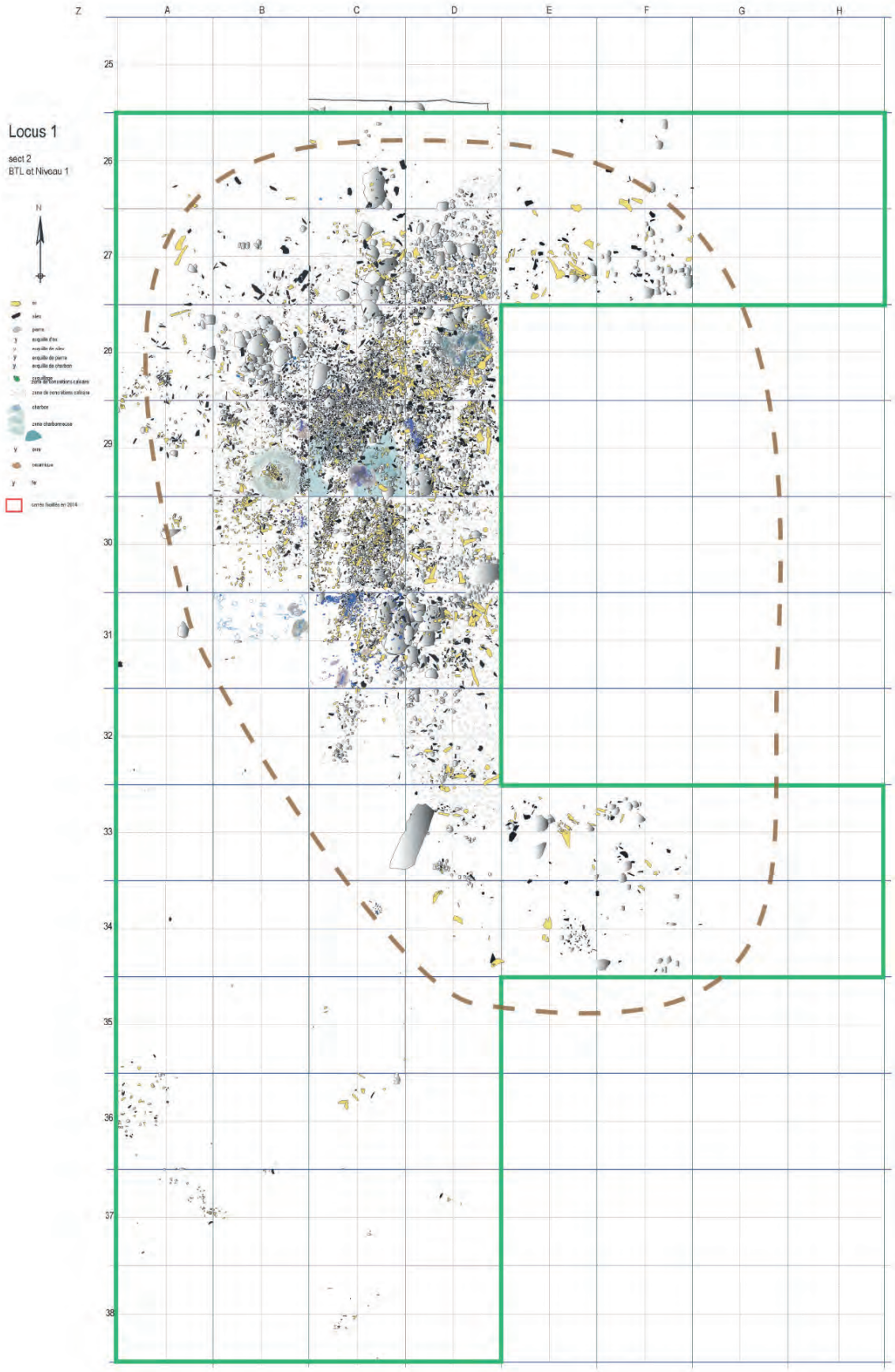



**Figure VI.10:** Les Bossats, Locus gravettien. Zone fouillée ou en cours de fouille (en vert) et estimation de l'extension du locus (en marron ; d'après Rapports ORM 2015 et 2016 et les opérations de terrain de 2016 et 2017 ; DAO M. Ballinger, modifié).

En plus de cet aménagement conséquent de l'espace, le locus gravettien livre également un nombre important de blocs de grande dimension (> 20cm, n=31[2]). Ceux-ci sont majoritairement des calcaires de Fontainebleau[3] (n=29) et plus rarement des grès de Fontainebleau (n=2). Bien qu'il faille sans doute attendre la fin de la fouille complète du locus pour avoir une vision globale de leur répartition, on peut déjà remarquer que ces blocs se concentrent particulièrement dans les $m^2$ C/D-31 et sur la frange nord-ouest du locus (Figure VI.10). L'observation des surfaces de ces blocs a livré peu de traces probantes attestant de leur utilisation en guise de macro-outil, mais rappelons que ces roches friables sont susceptibles d'être fortement altérées. L'hypothèse d'une utilisation comme pierres de calage dans l'élaboration de structures aériennes est également envisagée. Ces blocs se retrouvent à la fois directement sur le substrat lœssique et sur ou dans le radier. Leur utilisation n'est donc pas exclusive d'une phase d'occupation en particulier.

Enfin, deux aires de combustion ont pour le moment été identifiées. La première en D28 correspond à une zone circulaire bordée de blocs tandis que la seconde occupe une vaste surface à cheval entre les $m^2$ B/C/D-29/30 correspondant, semble-t-il, à un foyer bordé de plusieurs épandages de résidus de combustion. Ces deux structures sont décrites, et étudiées en détails plus loin (cf. Partie VI.2 et suivantes).

### *1.3.3. Datations*

À ce jour, 6 datations $^{14}C$ par AMS ont été réalisées sur du matériel osseux provenant du niveau gravettien, dont la première correspond à un os de bovidé retrouvé lors des prospections de C. Pommier correspondant vraisemblablement au démantèlement du Locus 1. Ces résultats, une fois calibrés, indiquent un calage chronologique entre 31500 et 30000 cal. BP (Tableau VI.4 et Figure VI.11). Trois autres datations obtenues sur du matériel osseux provenant du sondage 51, dans le lit du talweg passant à l'est de l'occupation gravettienne, sont également proches de cet intervalle. En l'état des connaissances, ces dernières dates et le mobilier associé correspondent à une remobilisation du locus 1 gravettien vers le fond du paléotalweg (Bodu *in* Rapport ORM 2015).

| Ref. labo | Provenance | Matériau | Date BP | Date cal. BP à 2σ (Oxcal 4.2.4 ; Intcal13 : Reimer *et al., 2*013) |
|---|---|---|---|---|
| *Erl 8203* | Prospection | Os | 26691 ± 530 | 31657 – 29600 |
| *Erl 13860* | Locus 1 | Os | 26497 ± 232 | 31108 – 30290 |
| *Erl 13861* | Locus 1 | Os | 26957 ± 235 | 31318 – 30736 |
| *Erl 16611* | Locus 1 | Os | 26835 ± 323 | 31382 – 30473 |
| *Lyon 9396* | Locus 1 | Os | 26060 ± 205 | 30815 – 29725 |
| *Erl 19456* | Locus 1 | Os | 26572 ± 225 | 31135 – 30404 |
| *Erl 19454* | Sondage 51 | Os | 26441 ± 224 | 31080 – 30234 |
| *Lyon 12379* | Sondage 51 | Os | 26510 ± 250 | 31135 – 30256 |
| *Lyon 12380* | Sondage 51 | Os | 27330 ± 280 | 31675 – 30865 |

**Tableau VI.4:** Datations $^{14}C$ par AMS sur le matériel osseux du locus 1 et du sondage 51 des Bossats et calibration des résultats obtenus.

2 Ce décompte et les suivants ont été effectués sur le matériel des campagnes antérieures à 2016.

3 Le terme malheureusement impropre renvoie en réalité à des grès à ciment calcitique relativement friables parfois également dénommés calcites de Fontainebleau (Voir HGN in rapport ORM 2014).

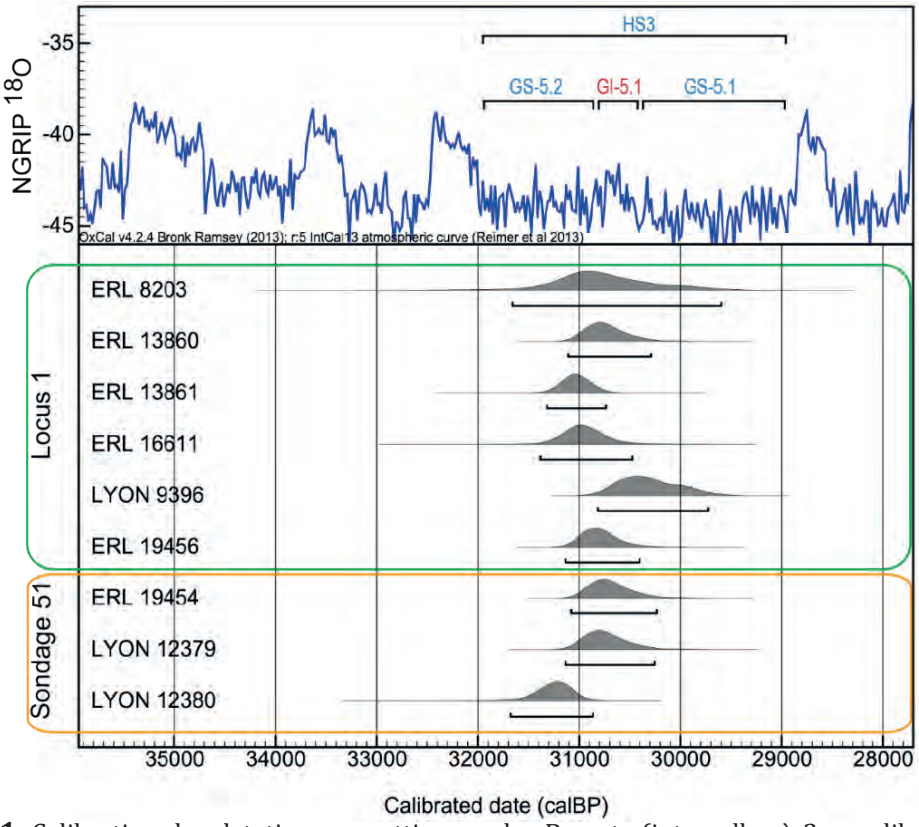



**Figure VI.11:** Calibration des datations gravettiennes des Bossats (intervalles à 2σ ; calibration Ox cal 4.2.4 et courbe Intcal13 ; GS et GI: Rasmussen *et al.*, 2014 ; HS: Sánchez Goñi et Harisson, 2010).

Comme nous l'avons vu, ces datations placent le Gravettien des Bossats dans la phase ancienne du Gravettien du nord de la France (Klaric, 2010). D'un point de vue paléoclimatique, l'intervalle des différentes datations (entre 31500 et 30000 cal. BP ; Figure VI.11) correspond au milieu du 5e cycle de Dansgaard-Oeschger (GS-5 des carottages groenlandais, Blockey *et al.*, 2012). Cette période correspond également au 3e stade de Heinrich (HS3 ; Sánchez Goñi et Harrison, 2010). Dans le détail, les données issues de carottages glaciaires montrent que cette période centrale du GS-5 est ponctuée par un épisode plus chaud, le GI-5.1 aux alentours de 30800 cal. BP (Rasmussen *et al.*, 2014). Pour résumer, à partir des datations uniquement, il paraît difficile de trancher entre une phase froide et aride ou au contraire un épisode légèrement plus chaud et humide de la fin de l'OIS3.

Cependant, les résultats préliminaires obtenus par l'analyse isotopique de l'émail de deux molaires de bison (Julien, étude en cours), ainsi que les résultats de l'étude anthracologique (Théry-Parisot, étude en cours), tendraient à favoriser une occupation du site des Bossats au début de l'HS3 (GS-5.2), et donc durant une phase froide et aride (Lacarrière *et al.*, 2015). La nature des dépôts sédimentaires (cf. *supra*), de la faune (cf. *infra*) et la microfaune (cf. *infra*) soutiendrait par ailleurs cette proposition.

### *1.3.4. Matériel archéologique*

La synthèse suivante emprunte en grande partie aux résultats des campagnes 2015 et 2016 (Rapports ORM 2015 et 2016) et aux articles publiés récemment (Lacarrière *et al.*, 2015 ; Bodu *et al.*, sous presse) dans lesquels plus de précisions pourront être trouvées. Elle reflète l'état des différentes études en cours à partir du matériel récolté jusqu'en 2015/2016 et est donc susceptible d'être revue en fonction de nouvelles découvertes.

#### *1.3.4.1. Faune*

Sur les quelques 2298 restes osseux étudiés (hors esquilles) appartenant au locus gravettien, 279 ont pu être déterminés à l'échelle spécifique (Lacarrière *in* Rapport ORM 2015 ; voir aussi Lacarrière *et al.*, 2015 et Lacarrière, 2015). Un boviné de grande taille (*Bos/Bison priscus*), très probablement le bison, domine avec 85% du NRD[4] et un NMI[5] de 8. Le renne (*Rangifer tarandus*) et le cheval (*Equus sp.*) complètent l'assemblage avec respectivement 10 et 5% du NRD et des NMI de 2 chacun. L'état de surface du matériel est le plus souvent dégradé, avec des processus de *weathering* touchant 83.2% des pièces et des attaques racinaires dans 70% des cas. Ceci traduit une exposition à l'air libre et en sub-surface durant un laps de temps relativement long. Malgré tout, des traces d'origine anthropique ont pu être observées sur les ossements. Elles concernent à la fois des opérations de décharnement et de désarticulation, mais également une intense activité de fracturation se concentrant notamment sur les bas de patte et les os longs de bison. En outre, les restes brûlés sont fréquents dans le matériel coté (n= 207 ; 9%) comme parmi les esquilles (42.9% de la masse) en particulier aux abords de la structure de combustion B/C/D-29/30. Les parties squelettiques les plus représentées pour le renne et le cheval sont les membres tandis que pour le bison toutes les parties sont documentées (Figure VI.12).

Les espèces animales exploitées par les gravettiens des Bossats témoignent d'un climat froid et aride associé à un milieu ouvert de type steppe demeurant cependant assez riche pour permettre leur cohabitation (Lacarrière, 2015). Les analyses isotopiques effectuées sur deux molaires de bison indiquent une alimentation basée sur des végétaux à photosynthèse en $C_3$ cohérente avec cette interprétation (Julien *in* Rapport ORM 2015). Ces analyses montrent par ailleurs une consommation de parties non photosynthétiques (*e.g.* écorces, rameaux) et/ou de lichens lors de la saison froide, ce qui pourrait indiquer une absence de migration de la part de ces bisons.

Compte tenu de l'assemblage osseux, il semble donc que le Locus 1 se soit trouvé à proximité d'un *kill-site* de bison. L'abondance des restes de cette espèce et la représentation de la quasi-totalité des parties anatomiques indiquent que la plus grande partie du traitement a été effectué sur le site après une boucherie sommaire et un court déplacement. Visiblement ce traitement visait l'obtention de ressources carnées, mais également l'extraction de moelle comme en témoigne l'importante fragmentation des os. Le traitement des peaux pourrait être trahi par l'absence des dernières phalanges et des parties crâniennes, mais pour le moment aucun indice direct n'a été identifié à ce sujet. Concernant le cheval et le renne, seules les parties anatomiques les plus riches d'un point de vue nutritif sont représentées, ce qui pourrait traduire une acquisition antérieure à l'arrivée des chasseurs à l'occupation des Bossats (Lacarrière, 2015). Notons que la présence du renne, bien que ponctuelle, va dans le sens d'une occupation durant une phase aride et froide telle que le GS-5.2.

4 Nombre de Restes Déterminés

5 Nombre Minimum d'Individus

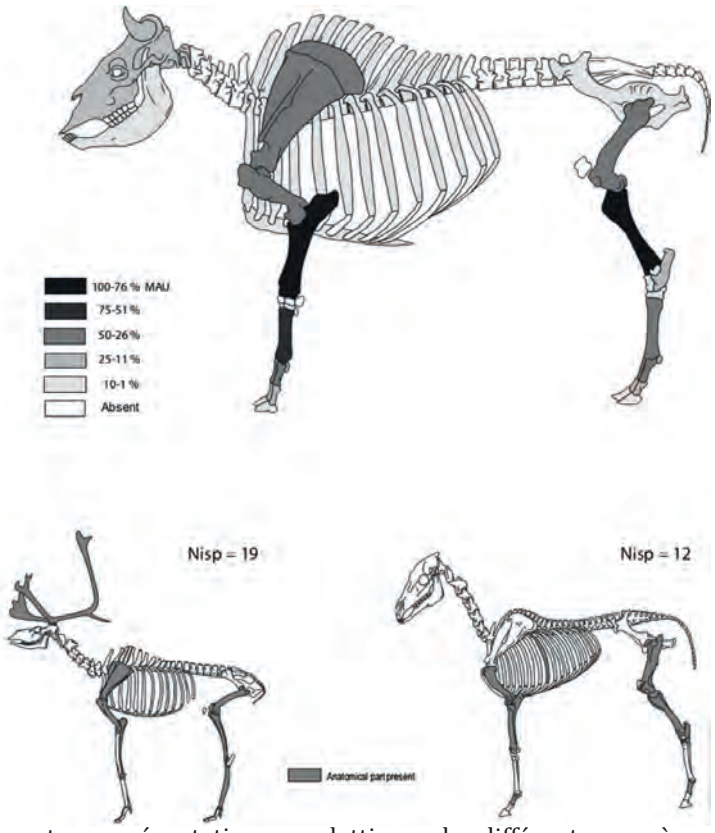



**Figure VI.12:** Les Bossats, représentation squelettique de différentes espèces identifiées (d'après Lacarrière *et al.*, 2015).

#### *1.3.4.2. Microfaune*

Durant la fouille et au tamisage, quelques restes de microfaune ont été identifiés (n= 11). Afin de préciser la concentration de ce type de vestiges, des prélèvements de sédiment en vrac ont été réalisés puis tamisés à maille fine (1 mm ; Stoetzel *in* Rapport ORM 2015), mais n'ont livré que peu de matériel (n=3). Bien que l'activité d'animaux fouisseurs soit attestée aux Bossats par la présence de nombreux terriers fossiles (crotovines), les restes osseux en lien avec ces acteurs demeurent donc très fugaces. Les restes identifiés au niveau du genre appartiennent tous à *Spermophilus sp.* (souslik ; Figure VI.13a et b), les autres restes appartenant à des rongeurs ou des micromammifères sans que plus de précisions puissent être apportées (Figure VI.13c).

Les sousliks sont responsables du creusement et de l'entretien de terriers pouvant atteindre 2m de profondeur. La redistribution verticale ponctuelle de matériel archéologique ainsi que les crotovines observées dans et aux abords de l'occupation gravettienne peuvent donc en grande partie leur être attribuées (Figure VI.13d). Les restes microfauniques ne présentent pas de traces anthropiques (*cutmarks*, chauffe) ce qui semble exclure leur consommation ou leur exploitation, mais l'échantillon se prête peu à ce genre d'observations (faible nombre, absence d'os long). Enfin, les sousliks sont des animaux fréquentant des milieux ouverts (steppes, prairies). Ils occupent actuellement le nord de l'Amérique, de l'Asie et de l'Europe de l'est mais sont bien documentés dans des sites archéologiques et naturels européens datant des phases froides du Pléistocène (Stoetzel *in* Rapport ORM 2015). Leur présence aux Bossats, bien que postérieure au locus gravettien, semble donc indiquer que le milieu était alors relativement ouvert durant un épisode climatique froid.

#### *1.3.4.3. Éléments de parure*

Parmi le matériel malacologique, 146 pièces correspondent à des espèces fossiles de l'étage Lutétien (Peschaux *in* Rapport ORM 2016). Cette formation n'étant affleurante qu'à plus de 60km au minimum au nord ou à l'ouest du site, la présence de ces coquilles implique donc un apport anthropique. Les trois espèces identifiées sont très nettement dominées par *Ampullina depressa parisiensis* (n=144), *Crommium acutum* et *Globularia patula* ne livrant qu'un exemplaire chacune (Figure VI.14). Au sein des *Ampullina*, une forte homogénéité morphométrique est perceptible puisque toutes les pièces mesurent entre 5 et 15 mm de long et entre 5 et 12 mm de large. Visiblement une sélection favorisant les individus de petites dimensions a été effectuée puisque les gites fossilifères du Lutétien livrent des coquilles de tailles plus variées (Peschaux *in* Rapport ORM 2012).

Parmi ces coquilles, 34 sont perforées par pression et certaines présentent des traces d'usure et de matière colorante.Du point de vue de leur répartition, les coquilles percées sont présentes de manière diffuse sur une bonne part du locus actuellement fouillé. Les coquilles cassées ou non percées se concentrent quant à elles dans les $m^2$ C et D-31 (n= 100). Cette forte densité laisse supposer l'existence d'une aire de tri et de perforation des coquilles dans ce secteur (Peschaux *in* Rapport ORM 2012).

#### *1.3.4.4. Industrie osseuse*

L'industrie osseuse est peu nombreuse dans le niveau gravettien, mais sa préservation et sa reconnaissance pâtissent des mêmes processus taphonomiques que ceux affectant le reste du matériel osseux. Onze objets se rapportent à cette catégorie et correspondent tous à des fragments de côte de grands ongulés (boviné ou cheval) à l'exception d'un tronçon de bois de renne (Goutas *in* Rapport ORM 2015). Les fragments de côte se rattachent pour la plupart à des déchets de débitage. Un élément correspond à un fragment mésial appartenant à un probable lissoir.

Malgré un effectif réduit, il semble donc qu'une partie des sous-produits de la chasse aient été employés dans le cadre d'une production de supports osseux par partition de côtes. L'emploi de burins dans ce cadre est clairement identifié et indique un débouché pour une partie de ces outils produits en nombre sur ce niveau. La présence d'un fragment de lissoir, outil habituellement associé par la tracéologie et l'ethnographie au travail de matières souples animales, pourrait être un indice indirect du traitement des peaux (Lacarrière *et al.*, 2015 ; Goutas *in* Rapport ORM 2015).

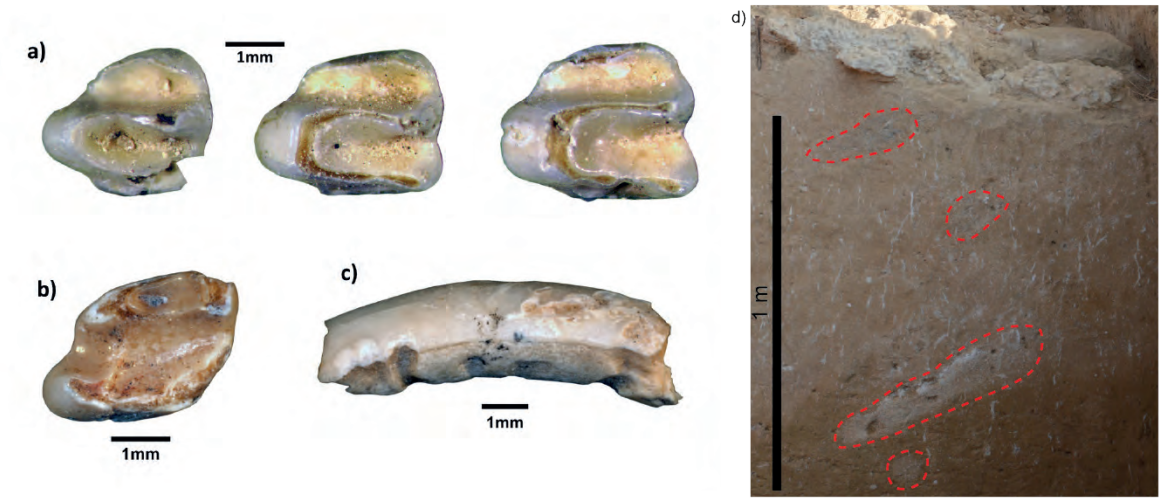



**Figure VI.13:** Les Bossats, niveau gravettien. a) P4, M1 et M2 supérieures gauches de *Spermophilus sp*. en vue occlusale. b) m1 ou m2 inférieure gauche de *Spermophilus sp*. en vue occlusale. c) fragment d'incisive indéterminée sur laquelle on peut observer des traces de racines et d'oxydes de manganèse (d'après Stoetzel *in* Rapport ORM 2015). d) Coupe nord du sondage 3 montrant plusieurs crotovines dans les lœss supportant le locus gravettien.

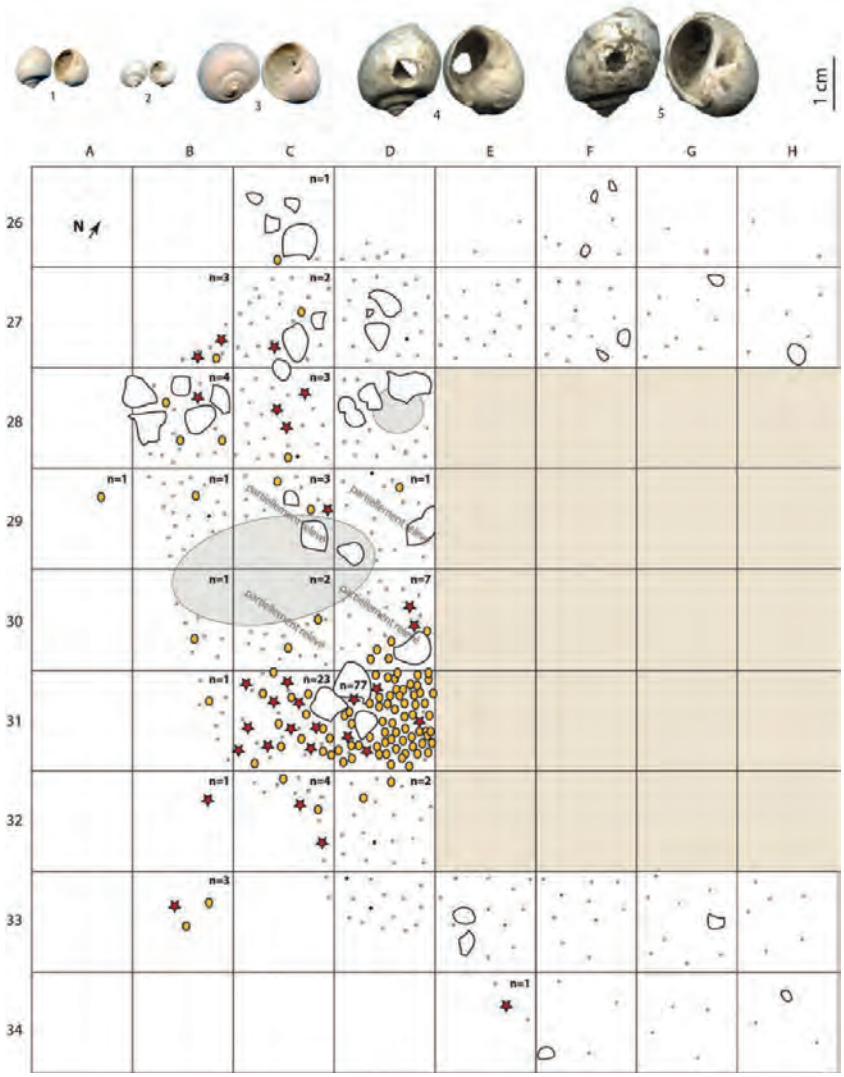



**Figure VI.14:** Les Bossats, coquillages fossiles lutétiens impliqués dans la production d'éléments de parure et leur répartition horizontale dans le locus gravettien. 1) *Ampullina depressa parisiensis*. 2) *Crommium acutum*. 3) *Globularia patula*. 4 et 5) *Ampullina* perforées. Etoiles rouges : coquillages perforés ; Cercles jaunes : coquillages non perforés ou cassés (d'après Peschaux *in* Rapport ORM 2012 et 2016).

#### *1.3.4.5. Industrie lithique*

L'industrie lithique d'Ormesson est principalement réalisée sur du silex campanien disponible à l'affleurement dans la proche vallée du Loing. Un silex tertiaire, d'origine plus lointaine (30 à 40 km en direction du nord-ouest ou du nord-est), est introduit sur le site dans une moindre proportion. Le débitage s'oriente vers la production de lames rectilignes et relativement étroites à partir de nucléi unipolaires ou bipolaires (Figure VI.15b : Lacarrière *et al.*, 2015 ; Touzé *in* Rapport ORM 2015). Avec la réduction des nucléi, le débitage se poursuit par l'obtention de lamelles (Figure VI.15a et c). Ces dernières sont également produites par des débitages sur tranche (burin-nucléus). En 2015, le total du matériel lithique hors esquilles s'élève à 8868 pièces[6] dont 3.5% d'outillage (n=306).

La transformation et la retouche des supports visent en premier lieu à obtenir des armatures telles que des pointes à dos et des microgravettes (53.3% de l'outillage ; Figure VI.15e et f) et des burins de types variés (dièdres et sur troncature, 25.5% ; Figure VI.15d). Des supports retouchés (Figure VI.15g) ou utilisés bruts sont présents (18%) tandis que les grattoirs sont quant à eux extrêmement rares (0.7% ; Figure VI.15g).

Ces différents vestiges témoignent de l'importance de la confection et/ou de la réfection de pointes de projectiles intégrant des armatures à dos de calibres variés (Lacarrière *et al.*, 2015 ; Touzé *in* Rapport ORM 2015). Les activités de chasse occupaient donc sans doute une place centrale dans les préoccupations des gravettiens des Bossats. La présence de supports bruts montrant des traces d'usage laisse envisager en parallèle l'existence d'activités de boucherie et notamment de découpe de viande. Le faible nombre de grattoirs semble cependant indiquer, en l'état, que le traitement des peaux fût limité ou qu'il a été entrepris avec d'autres types d'outils ou réalisé hors de la zone actuellement fouillée. La forte proportion de burins paraît étonnante au regard du peu de traces d'industrie osseuse. La possibilité que ces burins, en particulier ceux à biseau étroit, aient servi au travail de végétaux est donc aussi à envisager (Touzé *in* Rapport ORM 2015). Pour conclure, il conviendra de pondérer ces remarques à l'aune des découvertes à venir dans les $m^2$ pour l'instant non explorés dans les bandes E et F (Figure VI.10). De plus, malgré une première analyse tracéologique (Lechesne, 2013), le volet fonctionnel de l'étude de ces productions reste encore largement à approfondir (Guéret, étude en cours).

6 Décompte et % suivants : O. Touzé in rapport ORM 2015.

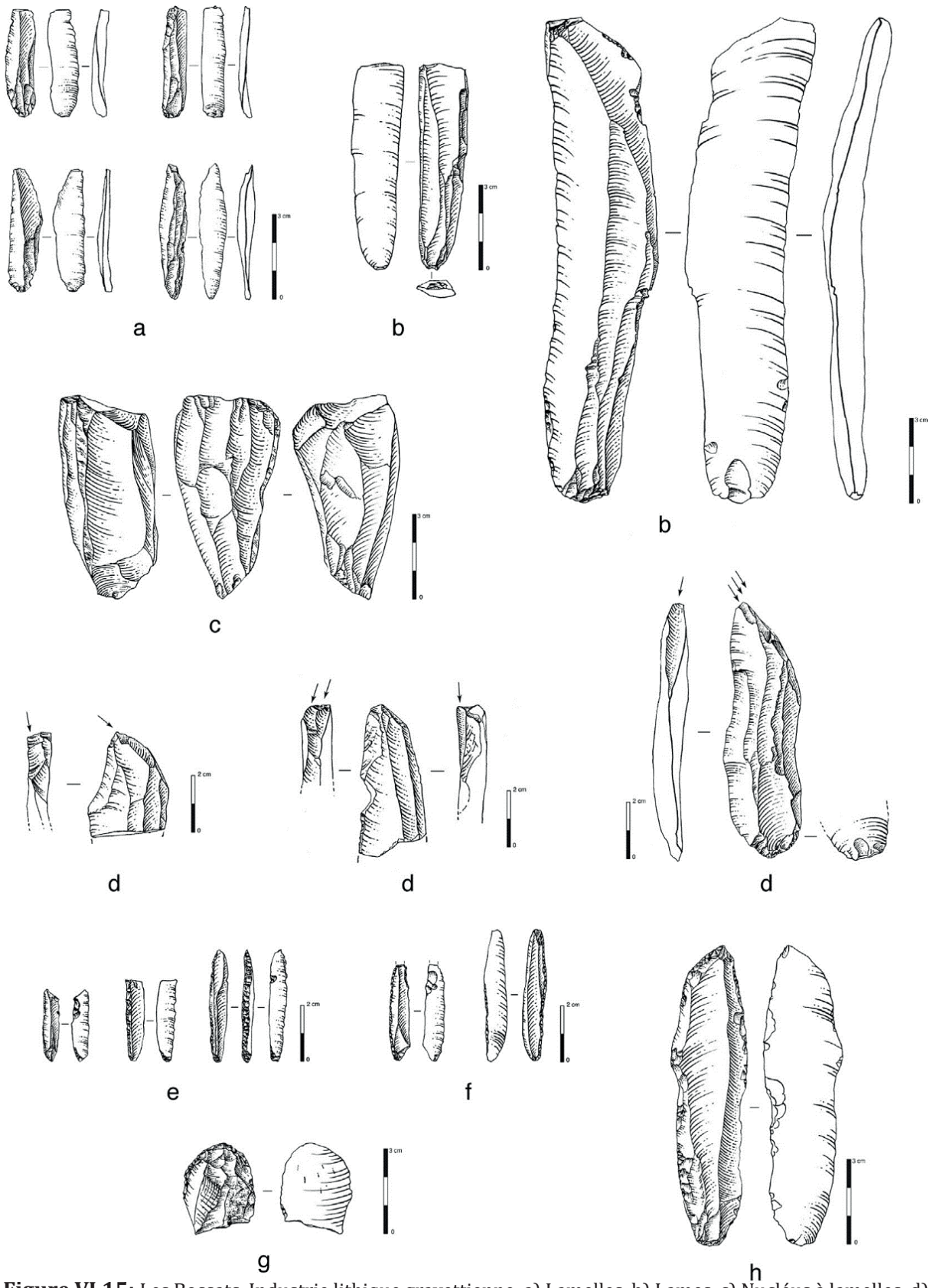



**Figure VI.15:** Les Bossats. Industrie lithique gravettienne. a) Lamelles. b) Lames. c) Nucléus à lamelles. d) Burins. e) Microgravettes. f) Lamelles à dos. g) Grattoir. h) Lame appointée. (d'après Lacarrière *et al.*, 2015 ; DAO: D. Molez).

### *1.3.5. Synthèse*

Une grande part des activités documentées se rapporte à l'acquisition et au traitement de ressources animales. La production lithique est notamment fortement axée sur la réalisation d'armatures à dos intervenant dans la confection ou la réfection de pointes de projectile. L'abattage d'au minimum 8 bovinés de grande taille, sans doute des bisons, a visiblement eu lieu à proximité du locus. Dans ce cadre, la configuration en entonnoir de la vallée d'Ormesson ainsi que la présence de gros blocs de grès disséminés dans le paysage semblent avoir joué un rôle déterminant, expliquant sans doute en partie la réoccupation des Bossats à plusieurs reprises durant le Paléolithique. Le traitement des carcasses illustré par quelques stries présentes sur les os semble s'effectuer à l'aide de supports lithiques utilisés bruts ou légèrement retouchés. D'autre part, les os longs et les diaphyses ont été systématiquement fracturés, indiquant la récupération de moelle. Bien que maigres, quelques indices évoquent le travail de l'os. L'importante quantité de burins produits et abandonnés sur le site dénoterait une place importante, mais pour l'instant peu documentée, de ce type d'activités. Il est néanmoins difficile de se prononcer tant que l'étude tracéologique de ces outils n'aura pas été relancée. Le travail de la peau est également incertain sur le locus, surtout en raison du faible taux de grattoirs retrouvés. Cependant, l'absence de certaines parties squelettiques et l'identification d'un fragment de lissoir pourraient indiquer le contraire.

Les productions lithiques occupent une place non négligeable dans le registre d'activités des Bossats. La proximité des gisements de silex campanien de la vallée du Loing a sans doute également augmenté l'attractivité du site. La production est en grande partie tournée vers les activités cynégétiques et le traitement des ressources animales. L'outillage domestique est peu diversifié et correspond notamment à de nombreux burins. D'un point de vue typotechnologique, peu d'éléments véritablement caractéristiques d'un Gravettien ancien sont observés (Bodu *et al.*, 2011), hormis un fragment de pièce pédonculée et de lame à cran. Néanmoins, il faut reconnaître que les séries de référence bien documentées pour le moment sont peu nombreuses pour la période et la région considérées.

La présence de nombreux coquillages fossiles, concentrés au sud du foyer B/C/D-29/30, semble correspondre à un atelier de tri et éventuellement de fabrication d'éléments de parure. Plus largement sur le site, la présence de coquilles perforées usées atteste du port et de la perte de ces éléments. Malgré un effectif restreint, quelques indices montrent qu'une production de supports osseux par partition de côte a également eu lieu sur le site. Ceux-ci ont pu éventuellement être transformés en lissoirs.

Les différents aménagements observés sur le locus manifestent une importante volonté de structuration de l'espace. La mise en place d'un radier sur une surface d'une vingtaine de mètres carrés associé à de nombreux blocs implique un effort conséquent d'organisation et de renforcement du lieu habité même si les matières premières sont proches. La présence de plusieurs aires de combustion dénote également d'une organisation interne au locus, bien qu'il faille encore déterminer le statut et le degré de contemporanéité de ces différentes structures.

Concernant la définition du statut du locus des Bossats, la question est loin d'être tranchée. Les lacunes liées d'une part aux travaux agricoles à l'ouest et d'autre part à la fouille en cours vers l'est justifient bien sûr une certaine prudence. Malgré tout, quelques lignes se dessinent déjà :

- Les occupants du locus y sont visiblement arrivés avec un minimum de matières premières issues de leurs déplacements antérieurs. Le peu de silex tertiaires, ainsi que les gîtes de coquillages fossiles indiquent une probable arrivée depuis le nord. Ces quelques matériaux étaient visiblement accompagnés d'un stock limité de viande de cheval et de renne.
- Un premier ensemble de vestiges, situé sous le radier, paraît correspondre à un premier groupe d'activités, notamment le débitage de lamelles de silex tertiaire et la confection de parures.
- La chasse d'au minimum 8 bisons à proximité du site a permis l'acquisition d'environ 2.4 tonnes de viande dont le temps de traitement peut être avancé comme une justification à l'établissement d'une structure domestique plus conséquente avec notamment la mise en place d'un radier de graves et de petits galets. Le débitage de silex locaux paraît dans le même temps fournir à la fois de nouvelles armatures et les outils nécessaires au traitement des carcasses (découpe et éventuellement travail de l'os).
- Concernant la durée d'occupation du site, il est délicat en l'état de trancher. Plusieurs indices pointeraient vers un temps relativement court, correspondant éventuellement au temps de traitement des carcasses et de la viande. Le faible nombre d'espèces chassées, l'absence, pour le moment peut-être, d'indices d'activité de traitement des peaux ainsi que le peu de diversité des productions lithiques plaideraient en ce sens. Malgré tout, d'autres arguments, comme la présence d'aménagements « lourds », l'investissement dans le traitement de carcasses ou le nombre de blocs de silex taillé (127 nucléus au minimum) indiquent malgré tout une durée d'occupation suffisamment longue, permettant au locus d'acquérir l'image d'un campement quasiment complet.
- À propos de la taille du groupe, il est également difficile de se prononcer. Les exemples ethnographiques de chasses au bison montrent que l'abattage d'un effectif somme toute restreint, éventuellement en plusieurs fois, peut impliquer un groupe de chasseurs réduit (Lacarrière, 2015). Cette remarque est d'autant plus vraie si l'on tient compte de l'utilisation probable des conditions topographiques du gisement des Bossats pouvant faciliter le piégeage et l'abattage de petits groupes ou d'individus isolés. Malgré tout, le traitement intense qui affecte les ressources animales ainsi obtenues semble indiquer la présence d'occupants en nombre conséquent. Il est par ailleurs envisageable que les deux états successifs que connaît le locus (avant et après pose du radier) puissent correspondre à une augmentation du nombre d'occupants en réponse à l'abattage des bisons par un premier groupe restreint. Des remontages de matériel lithique entre objets trouvés sous le radier et objets découverts au-dessus du radier pourraient témoigner de la contemporanéité relative de ces deux moments du locus.
- Enfin, concernant la composition du groupe, deux registres d'information peuvent être évoqués : les restes humains et les degrés de savoir-faire dans la taille du silex. Pour ce qui est des restes humains, la découverte d'une couronne de deuxième molaire déciduale gauche, attribuable le plus probablement à un enfant de 8-12 ans (Rapport ORM 2016), est la seule

instance pour le moment. Celle-ci permet malgré tout d'avancer avec une certaine confiance qu'un individu relativement jeune faisait partie du groupe ayant occupé le locus. Concernant la taille du silex, l'étude en cours de l'industrie par O. Touzé devrait à terme fournir plus de précisions. Celui-ci note malgré tout qu'au sein d'un ensemble reflétant un bon, voire très bon niveau de savoir-faire, quelques pièces maladroites (choix du support à débiter, gestion du débitage, gestes ratés) peuvent indiquer la présence d'individus moins compétents (O. Touzé, com. pers.). Une étude plus détaillée permettra sans doute de préciser si ce manque de compétence peut être lié à la présence d'individus jeunes et/ou inexpérimentés aux côtés de tailleurs accomplis.

## 2. Les structures de combustion : données de terrain

### 2.1. Les structures du locus gravettien

En l'état des travaux de terrain, le locus gravettien des Bossats comporte deux structures de combustion (Figure VI.16). La première, D28, est située dans la partie nord du locus (m² D28). Il s'agit d'une petite structure circulaire (Ø 50cm) bordée de blocs calcaires à l'ouest et au nord. La seconde, l'aire B/C/D-29/30, est plus étendue puisqu'elle concerne 6 m² différents pour une dimension totale d'environ 180x100 cm. Sa forme irrégulière résulte de l'agglomération de différentes zones décrites plus bas.

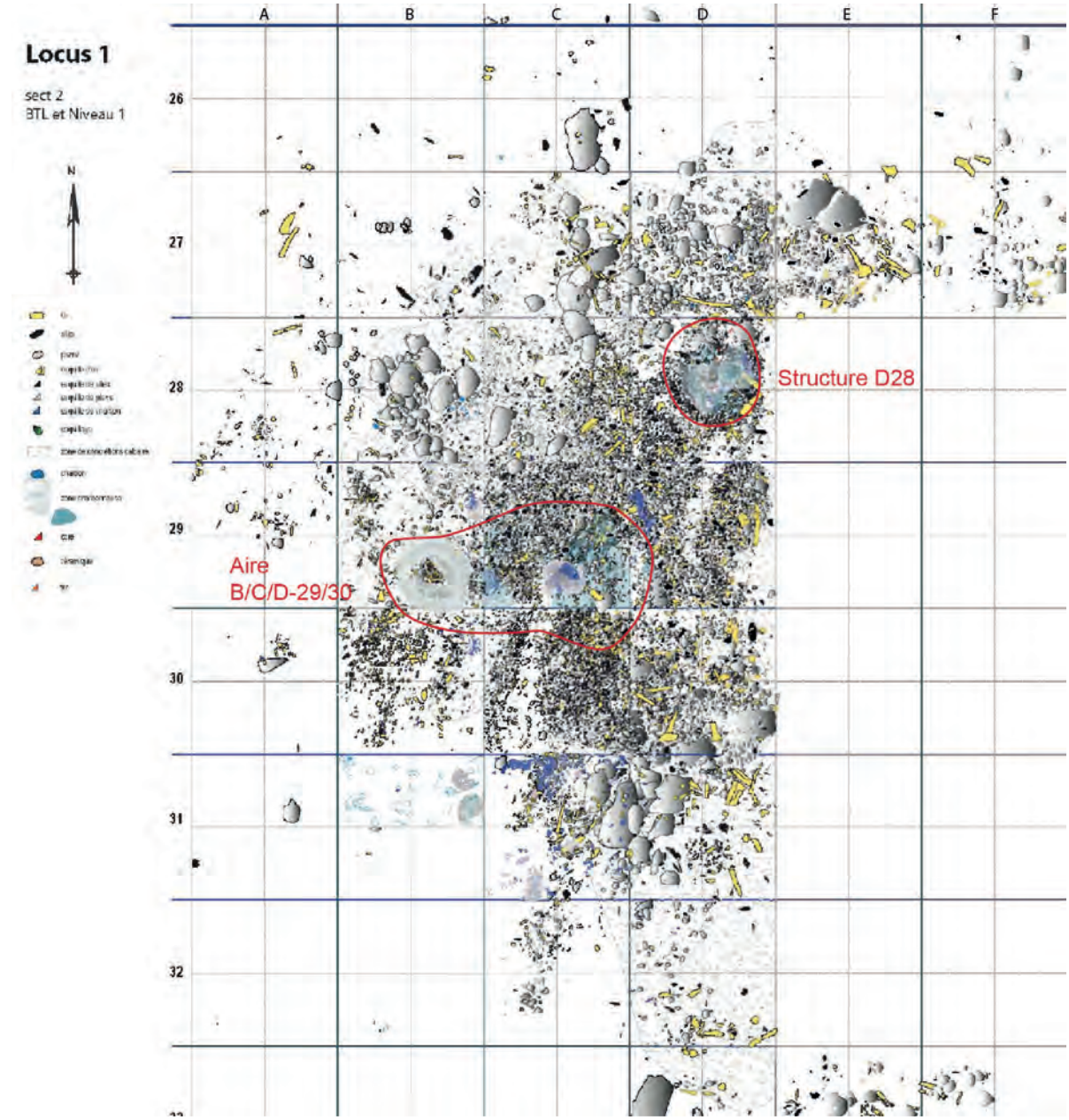



**Figure VI.16:** Localisation des structures de combustion gravettiennes (d'après Rapport ORM 2016 ; DAO M. Balinger, modifié).

### 2.1.1. La structure D28

La structure D28 a été formellement identifiée en 2012 (Rapport ORM 2012) après l'ouverture de la bande des m² D en 2011. Sa fouille ainsi que celle de ses abords s'est étalée sur trois campagnes entre 2013 et 2015 (Rapports ORM 2013, 2014 et 2015). Il importe de garder à l'esprit que l'extension du niveau à l'est dans les m² non fouillés dans les bandes E et F limite pour le moment notre compréhension des abords de cette structure. On peut d'ores et déjà noter que celle-ci est limitée au nord et à l'ouest par d'importantes concentrations de blocs de gros module dans les m² C/D-27 et B/C-28. Le mobilier lithique est relativement peu abondant aux abords immédiats de cette structure, ce qui n'est pas le cas des os qui la bordent au sud, à l'est et au nord. Il s'agit notamment d'une concentration de gros éléments, correspondant à la fracturation d'os de boviné, se poursuivant au nord. Les coquillages fossiles correspondant à des éléments de parure en cours de fabrication ou perdus en cours d'utilisation sont absents du m² D28, et sont plus largement rares dans toute cette partie du locus. On notera enfin que le bord ouest/nord-ouest de la structure est quasiment dépourvu de mobilier archéologique sur une largeur d'environ 20 cm (Figure VI.16).

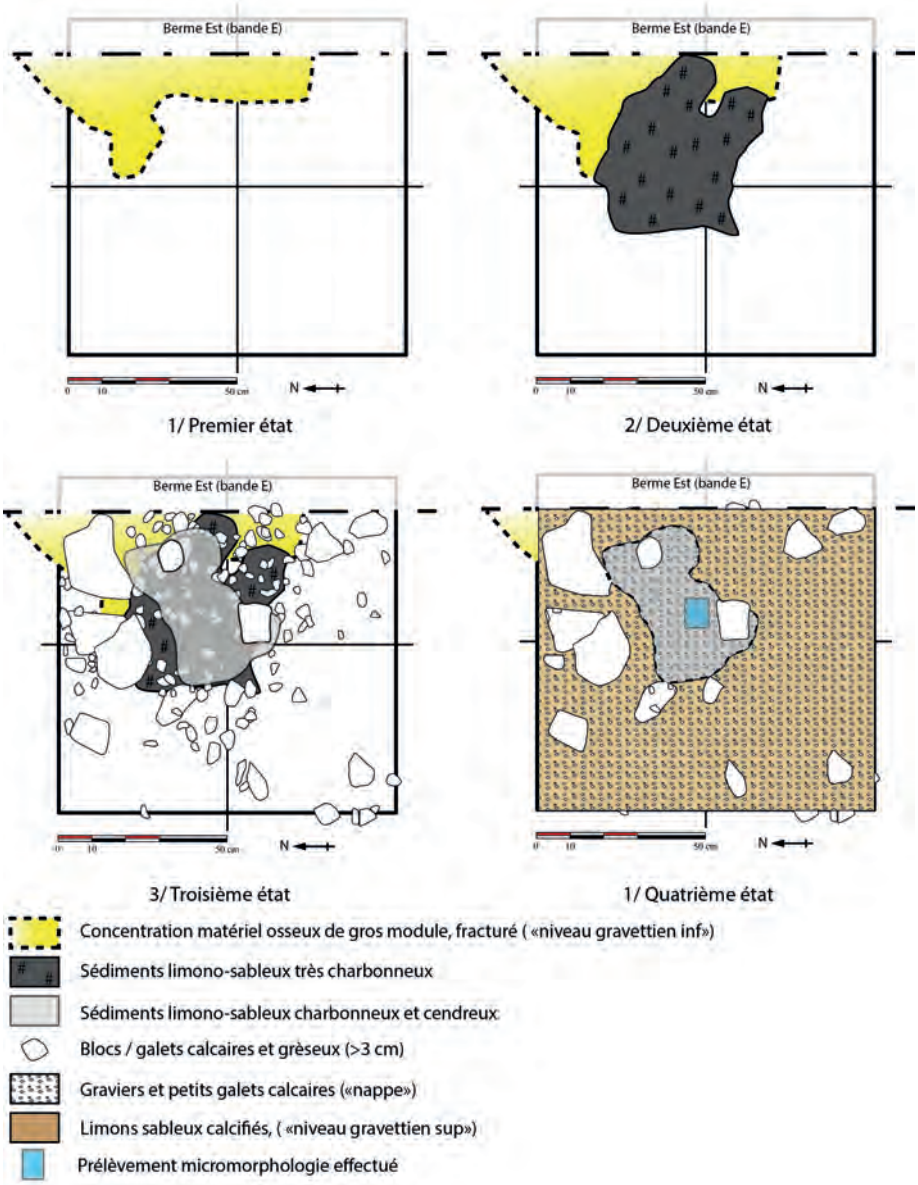



**Figure VI.17:** Locus 1 gravettien. Structure D28, plan interprétatif des différents « états ».

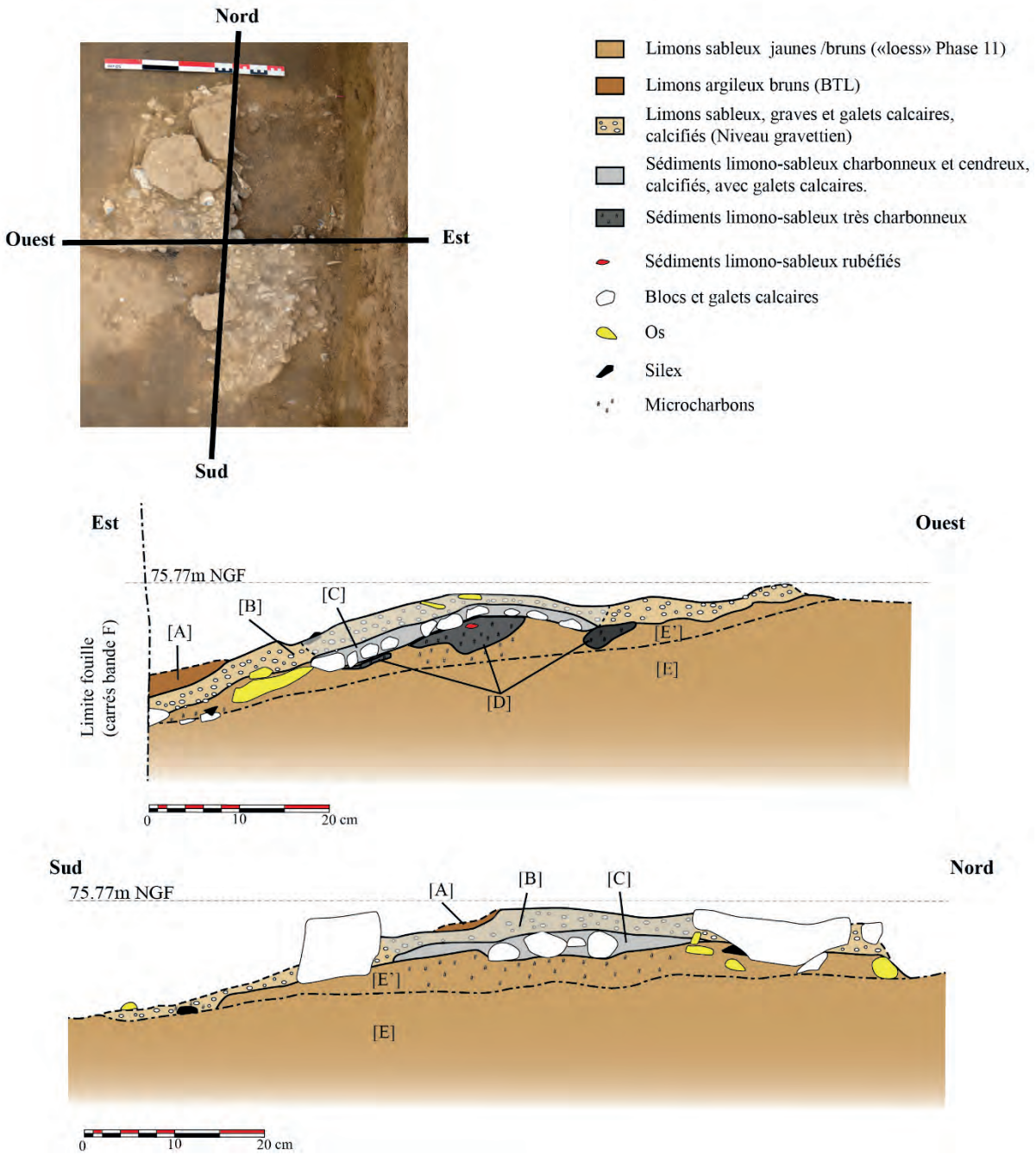



**Figure VI.18:** Locus 1 gravettien. Structure D28, coupes stratigraphiques Est/Ouest et Sud/Nord relevées en 2014.

Les observations de terrain, en plan (Figure VI.16) et en stratigraphie (Figure VI.18), ont permis de délimiter plusieurs ensembles d'éléments nous incitant à proposer la reconstitution de différents états successifs (Figure VI.17):

– L'encaissant est formé de limons sableux jaunes/bruns (Figure VI.18) correspondant aux lœss de la phase 11 (Naton *in* Rapports ORM2015 et 2016). Sa topographie initiale est assez incertaine pour plusieurs raisons. D'une part des processus de bioturbation ont estompé les contacts avec les US supérieures. D'autre part, la présence d'un chenal au nord-est du locus a entraîné un affaissement de sa partie orientale selon un axe SW-NE (Figure VI.19). En l'état, malgré l'observation d'une légère dépression, il est difficile d'affirmer ou d'infirmer la présence d'une éventuelle cuvette.

**Figure VI.19:** Locus 1 gravettien. Pendage du locus vers le nord-est à partir de la bande des m² D (Photo 2014, vue vers le sud, au premier plan la structure D28).

- Cet encaissant supporte et emballe en partie un matériel osseux et lithique abondant dans la partie nord-est du m² (Figure VI.17). Celui-ci est d'assez gros module, et correspond, pour le matériel osseux, à des extrémités de membres fracturés intentionnellement (Figure VI.20).

**Figure VI.20:** Locus 1 gravettien, structure D28, pièce n°1013, phalange fendue en deux.

- Ce matériel est partiellement recouvert par un sédiment limono-sableux très riche en charbons de bois. Cet ensemble est relativement épais par endroits (cuvette ?), jusqu'à 8cm, mais est affecté par des mécanismes de bioturbation rendant ce constat quelque peu artificiel. Par ailleurs cet ensemble est loin d'être homogène. Il se présente sous la forme de concentrations se différenciant par une plus ou moins grande densité de charbons (les zones les plus riches se situant au centre et à l'ouest de la structure ; Figure VI.21). Par endroits, à la base de cette couche, de petits zones de sédiments rougis ont été repérées (Figure VI.22). Cet ensemble est quasiment dépourvu de mobilier.

**Figure VI.21:** Locus 1 gravettien, structure D28, quart NW, concentration charbonneuse.

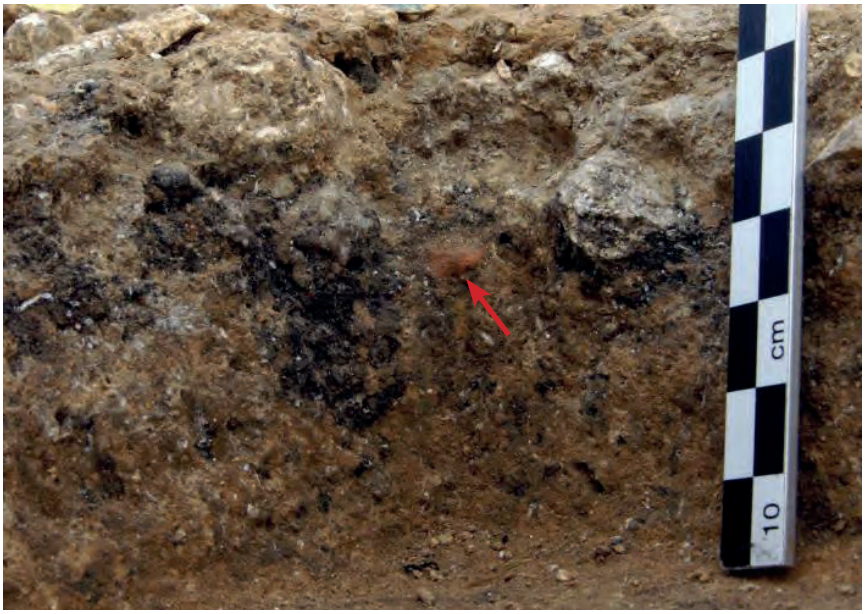



**Figure VI.22:** Locus 1 gravettien, structure D28, quart NE, petite plage/agrégat de sédiments rougis (campagne 2014, Cliché M. Hardy).

- Un ensemble de 7 blocs et galets d'assez gros module (entre 7 et 25 cm) semble former une couronne autour de l'ensemble charbonneux (Figure VI.17et Figure VI.19). Ces blocs sont posés sur la couche charbonneuse (Figure VI.18), ce qui indique qu'ils lui sont postérieurs, même si cela n'implique pas forcément un laps de temps très long. Un ensemble d'une cinquantaine de galets calcaires de dimensions plus modestes (3-7 cm) recouvre également la couche charbonneuse. Au centre de la structure, un sédiment limono-sableux grisâtre emballe les galets. Ce sédiment d'apparence cendreuse contient des micro-charbons, mais également du mobilier archéologique (lithique et osseux) parfois brûlé.
- Finalement l'ensemble des éléments précédents est recouvert, à l'exception des blocs les plus gros, par une nappe de limons, graves et petits galets calcaires, riche en matériel archéologique (Figure VI.17 et Figure VI.18). Cette nappe est fortement calcitée. Au centre de la structure, la présence de sédiments cendreux/charbonneux et de matériel archéologique

chauffé est toujours perceptible.

- Le tout était recouvert par un limon argileux brun correspondant au niveau superficiel labouré (BTL ; Figure VI.18).

Ces différents « états » observés sur le terrain reflètent l'organisation de la structure telle qu'elle a été découverte. Ils ne correspondent qu'imparfaitement à la reconstitution de fonctionnement que nous pouvons proposer à partir de ces éléments.

- Un premier ensemble d'activités, impliquant notamment la fracturation d'os, semble avoir eu lieu à l'est du $m^2$ D28 (cf. Rapport ORM 2014 : pp. 292-294).
- Dans un second temps un foyer est allumé, bénéficiant de ce qui pourrait être une légère dépression en son centre. Celui-ci semble être de petites dimensions et son fonctionnement n'a que très peu affecté le sédiment encaissant. Il ne semble pas appareillé lors de cette étape. Les blocs et galets de grandes dimensions qui délimitent - bien qu'imparfaitement - le foyer, auraient alors été rajoutés plus tard. Un certain nombre de galets de plus petites dimensions présents dans la structure pourrait avoir connu le même sort. Du mobilier archéologique, osseux et lithique, en partie chauffé se retrouve sur et en périphérie du foyer.
- Enfin la mise en place de la nappe de grave et galets sur l'ensemble du locus a recouvert la structure, à l'exception des plus gros blocs.

Plusieurs « événements » post-dépositionnels ont modifié la structure telle qu'elle devait se présenter lors de son abandon par les gravettiens.

- Des bioturbations, avec notamment le déplacement vertical des résidus de combustion, sont responsables du caractère diffus des limites entre les différentes couches et ont probablement contribué à rendre la structure plus hétérogène et discontinue qu'elle ne l'était initialement. La présence de matériel charbonneux en profondeur, mais aussi l'aspect cendreux/charbonneux en surface, lui est en grande partie imputable.
- L'affaissement partiel du locus en direction du nord-est a dû occasionner des déplacements de matériel dans cette direction. La structure D28 semble située à cheval entre la zone du locus non affectée par ce phénomène, à l'ouest, et l'amorce de celle où celui-ci est perceptible, à l'est.
- L'importante calcification de la nappe de grave a contribué à la préservation de la structure, en venant sceller un état proche de celui d'abandon. Cependant, ce type de processus pédologiques est étroitement lié à la circulation d'eau dans la porosité du sol, et notamment dans les réseaux de chenaux racinaires et de la mésofaune. Ces éléments ont donc pu provoquer des déplacements d'artefacts avant la consolidation de la nappe par la calcite.

### *2.1.2. L'aire B/C/D-29/30*

L'aire B/C/D-29/30 a été découverte lors de la campagne 2010 (Rapport ORM 2010) au cœur du locus et ses plus fortes concentrations de matériel (Figure VI.16). Sa fouille a été poursuivie depuis lors, et s'est achevée en 2017. Le mobilier archéologique présent à proximité est extrêmement dense et diversifié. Au nord, un vaste amas de débitage de silex borde les zones foyères a et b, tandis qu'au sud et à l'est ce sont principalement des ossements qui ont été découverts. Le sud de la structure ($m^2$ C/D-30) se démarque par la confection et/ou la réfection de parures en coquillages fossiles. Trois zones particulièrement charbonneuses avaient été définies en 2012 (Zones A, B et C : Rapport ORM 2012 : p.222 ; Figure VI.23) et deux zones foyères se caractérisent par une très forte concentration en os brûlés (Zone foyère a ; Figure VI.23) et en roches chauffées (zone foyère b ; Figure VI.23). Enfin, comme pour la structure D28, il a été observé en plusieurs points autour et sous B/C/D-29/30 des concentrations de mobiliers archéologiques situées en dessous de la nappe de grave. Il s'agit notamment de deux fortes concentrations d'os fragmentés situées en B29 et C30 (Figure VI.24).

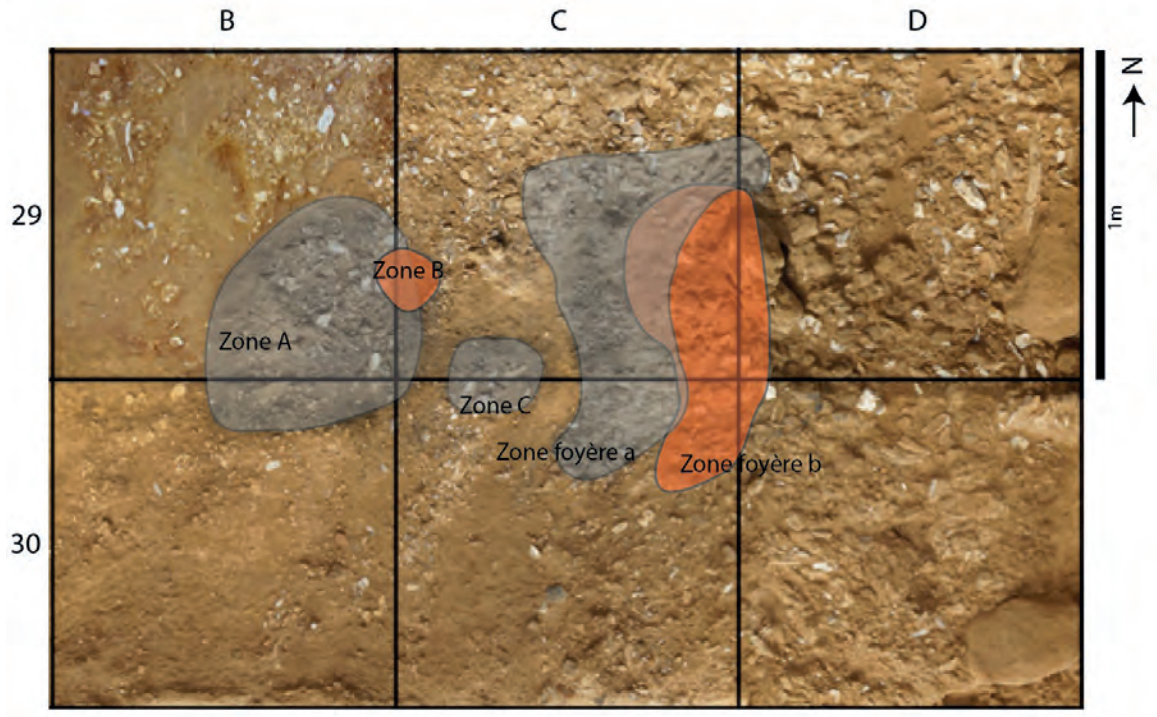



**Figure VI.23:** Locus 1 gravettien, aire B/C/D-29/30, organisation des différentes structures (cliché M. Hardy, Rapport ORM 2012, modifié).

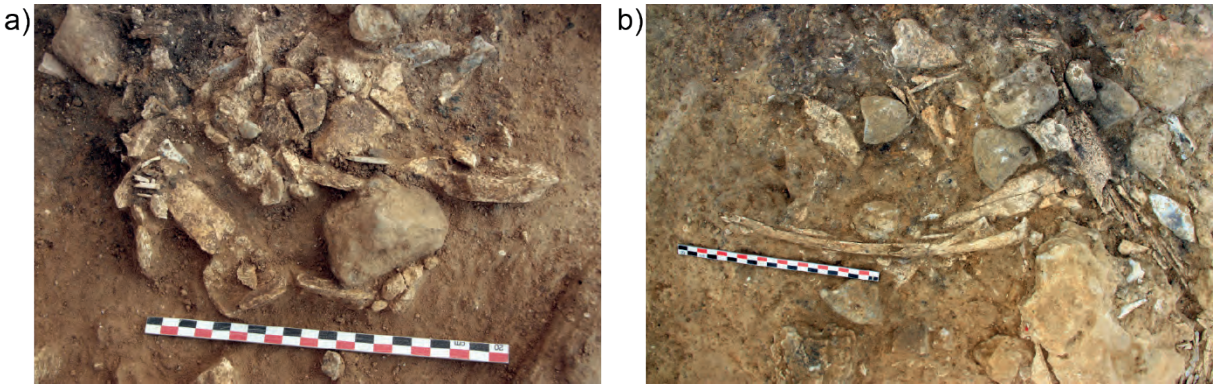



**Figure VI.24:** Locus 1 gravettien, aire B/C/D-29/30. Détails des concentrations d'os fracturés sous la structure. a) Sud-est du $m^2$ B29 (Cliché P. Bodu, campagne 2013). b) Est du $m^2$ C30 (Cliché P. Bodu, campagne 2015).

- *La Zone A*

La Zone A se situe principalement en B29 (Figure VI.23). Celle-ci se présentait en surface comme une structure circulaire d'environ 50 cm de diamètre mêlant un sédiment noirâtre à du mobilier brûlé (pierre et silex ;rapport ORM 2012 : p. 220). La poursuite de la fouille en 2013 a montré la complexité interne de cette structure en creux (Figure VI.25). Différents secteurs sont identifiables en fonction de la nature et de l'état du mobilier et/ou du sédiment.

Le nord-est de la structure est le secteur qui se rapproche le plus de la description générale. Il s'agit d'un mélange de sédiments noirâtres, riches en os brûlés ou non de petites dimensions et en silex brûlés ou non. Ce secteur est recoupé au sud par un arc de pierres apparemment brûlées. Au sud-ouest de cet arc et en partie sous le secteur noirâtre se concentrent de nombreux os non brûlés, mais fragmentés en assez gros morceaux. Le sédiment reprend alors sa teinte brun jaune, habituelle pour l'encaissant du locus (Figure VI.25.

- *La Zone B*

La zone B est située entre les $m^2$ B28 et C28 (Figure VI.23) et est partiellement recouverte par la zone A. Cette petite dépression d'environ 25 cm de diamètre pour jusqu'à 3 cm de profondeur était comblée d'un sédiment très charbonneux quasiment dépourvu de matériel archéologique (Figure VI.26).

- *La Zone C*

La zone C se trouve entre les $m^2$ C29 et 30 (Figure VI.23) et correspond à une concentration de matériel altéré thermiquement mêlé à une matrice grisâtre (Figure VI.27). Il s'agit principalement d'esquilles d'os et de silex brûlés et de quelques pierres (Rapport ORM 2012 : p. 220). Il faut noter que la partie est de cette aire a été en grande partie tronquée par un très probable sillon de charrue (Figure VI.23 ; Rapport ORM 2013).

**Figure VI.25:** Locus 1 gravettien, aire B/C/D-29/30, vue de la Zone A (Cliché P. Bodu, campagne 2013).

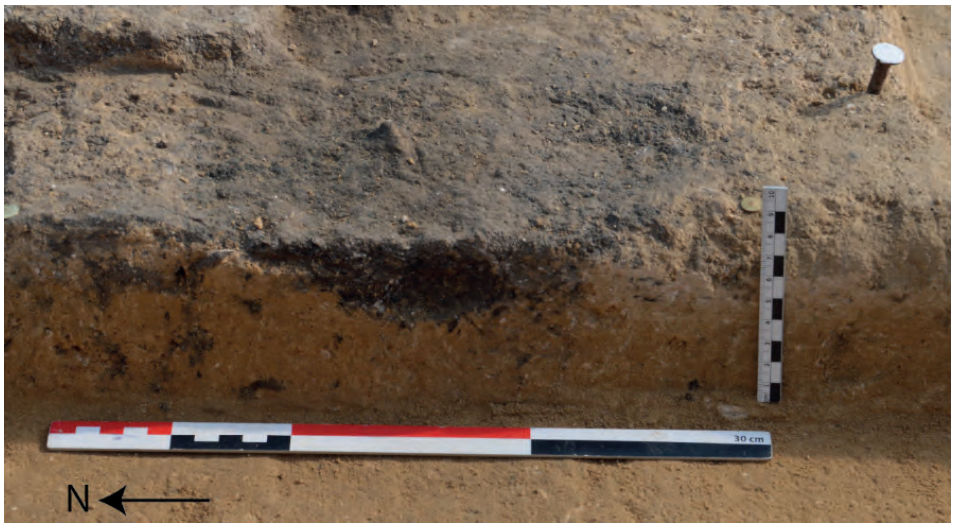



**Figure VI.26:** Locus 1 gravettien, aire B/C/D-29/30, vue de la Zone B (campagne 2013).

**Figure VI.27:** Locus 1 gravettien, aire B/C/D-29/30, vue de la Zone C (campagne 2015).

- *Les Zones foyères a et b*

La structure de combustion primaire, telle qu'elle est perçue sur le terrain, est située à l'intersection des m² C29, C30, D29 et D30 (Figure VI.23 ; Rapport ORM 2013 : pp. 316-317). C'est la forte concentration de galets visiblement chauffés et d'os brûlés dans cet espace qui nous pousse à faire cette proposition qu'il conviendra de vérifier. Quelques plages de sédiments rubéfiés observées sous ces galets viendraient cependant conforter cette hypothèse. La fouille de cette partie de la structure étant encore en cours, nous nous contenterons de décrire les deux ensembles de faits qui la caractérisent :

– La zone foyère b correspond à un assemblage de blocs et galets calcaires/gréseux visiblement chauffés (rubéfaction, surface craquelée, fracture ; Figure VI.28). Ils sont emballés par un sédiment limono-sableux qui contient un abondant mobilier lithique et osseux parfois chauffé. Des charbons de bois et des esquilles d'os brûlés y sont également présents.

**Figure VI.28:** Locus 1 gravettien, structure B/C/D-29/30. Vue de la Zone « foyère b » en 2015, alors que la zone « foyère a » au premier plan a déjà en partie été démontée (Cliché P. Bodu).

– La zone foyère a, quant à elle, se définit par un sédiment charbonneux grisâtre, très riche en os brûlés et calcinés (Figure VI.29). Elle recouvre en partie l'ouest de la zone foyère b.

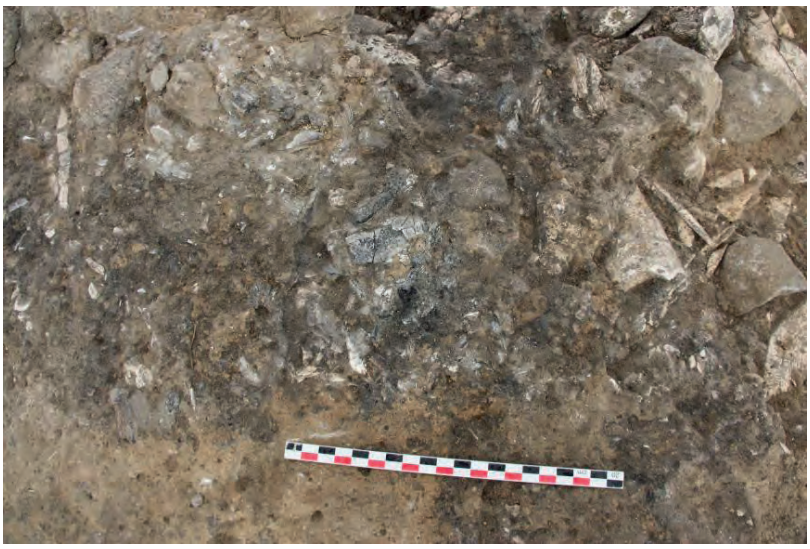


**Figure VI.29:** Locus 1 gravettien, structure B/C/D-29/30, détails de la zone « foyère a » en cours de démontage (Cliché P. Bodu).

### *2.1.3. Les données de l'anthracologie (étude I. Théry-Parisot)*

L'étude du matériel anthracologique du niveau 1 des Bossats s'est en particulier concentrée sur la structure de combustion B/C/D-29/30. Le tamisage à faible maille d'échantillons de sédiments en vrac a permis de démontrer le fort degré de fractionnement des charbons de bois, tout en mettant en évidence une part importante d'os brûlés. Dans les deux cas, la dimension des restes est très faible (entre 500µm et 2mm) et limite donc les identifications. Du point de vue des taxons identifiés, le pin sylvestre ou noir (*Pinus nigra/sylvetris*) domine tandis que d'autres restes de gymnosperme et d'angiosperme demeurent indéterminables (Théry-Parisot *in* Rapport ORM 2015 ; Tableau VI.5).

| Identification | Pinus cf. sylvestris/nigra | Angiosperme | Gymnosperme | Indét. | Total Charbons | Os brûlé | Total général |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *NRI* | 157 | 1 | 23 | 5 | 186 | 57 | 243 |

**Tableau VI.5:** Les Bossats, identification du matériel anthracologique du niveau gravettien (d'après Théry-Parisot *in* Rapport ORM 2015 ; NRI : Nombre de Restes Identifiés).

Ces résultats, encore préliminaires, indiquent une importante activité post-dépositionnelle liée à un climat rigoureux qui, au travers de la fragmentation des restes, induit une reconnaissance biaisée de ce type de vestiges à l'échelle macroscopique, notamment lors de la fouille. Le recours au tamisage de prélèvements de sédiment est donc inévitable pour, à terme, obtenir une image complète des ressources exploitées comme combustibles (Théry-Parisot *in* Rapport ORM 2015). La part importante de matériel osseux brûlé dans cette fraction fine pondère le faible taux de restes brûlés obtenu sur les éléments de plus grandes dimensions (cf. *infra*). La question de l'emploi d'os comme combustible mérite donc d'être soulevée. Par ailleurs, la forte représentation du pin sylvestre/noir témoigne d'une phase dégradée des peuplements forestiers, et donc des conditions climatiques rigoureuses (Théry-Parisot *in* Rapport ORM 2015). Malgré tout, la surreprésentation de ce taxon peut également s'expliquer par l'élagage naturel qu'il subit, fournissant un abondant bois mort aisément collectable par les groupes humains.

### *2.1.4. Quelques observations préliminaires sur le mobilier altéré par la chauffe*

Dans le cadre de l'étude du locus gravettien, un travail collectif de décompte et d'inventaire du mobilier est régulièrement entrepris lors de la phase de post-fouille. Si l'identification des blocs de pierres chauffées a été dès le début engagée par G. Dumarçay, la nécessité d'étendre cette démarche systématique aux autres catégories de vestiges ne s'est imposée que récemment. Au terme de la campagne de terrain 2016, nous disposons ainsi d'une documentation inégale à ce sujet, mais les prochaines campagnes de post-fouilles permettront de pallier cette lacune. Dans cette partie, nous discuterons donc seulement des deux catégories de vestiges dont l'étude est la plus avancée :

- Les blocs de pierre de plus de 7 cm qui ont fait l'objet d'un inventaire complet. Les objets provenant du niveau gravettien (Niv. 1) et du niveau le recouvrant (BTL), mais également, des labours et des prospections ont été considérés.
- Le matériel osseux, et en particulier les esquilles d'os (os de moins de 3 cm de long), ont également été quantifiées. Les esquilles provenant du Niv. 1 et du BTL ont été étudiées prioritairement. Du fait de la forte fragmentation de ce matériel en partie retrouvé lors du tamisage, ces vestiges ont uniquement été pesés.

### 2.1.4.1. Les blocs (matériel 2009-2015)

Le corpus de blocs considérés ici (n=275 ; Tableau VI.6) provient dans une large mesure du niveau 1 (77.8%). Les blocs provenant du sédiment sus-jacent (BTL, n=22, 8%) et des horizons de surface (HS, n=39, 14.2%) ont également été pris en compte puisqu'ils correspondent très majoritairement au démantèlement du niveau 1.

| | NIV 1 | | BTL | | HS | | Total | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **m²** | **Masse (kg)** | **Effectif (n)** | **Masse (kg)** | **Effectif (n)** | **Masse (kg)** | **Effectif (n)** | **Masse (kg)** | **Effectif (n)** |
| *A28* | 3 | 3 | | | 3 | 3 | 6 | 6 |
| *A29* | 0,3 | 2 | 0,4 | 1 | 1 | 2 | 1,7 | 5 |
| *A30* | 0,6 | 1 | | | | | 0,6 | 1 |
| *A31* | 1,1 | 1 | | | | | 1,1 | 1 |
| *A38* | | | | | 0,3 | 1 | 0,3 | 1 |
| *B27* | 0,6 | 2 | | | | | 0,6 | 2 |
| *B28* | 23,2 | 18 | | | 2,7 | 3 | 25,9 | 21 |
| *B29* | 0,3 | 2 | | | 0,5 | 1 | 0,8 | 3 |
| *B30* | | | 0,7 | 2 | 1 | 1 | 1,7 | 3 |
| *B31* | 0,9 | 1 | | | 1,3 | 1 | 2,2 | 2 |
| *C26* | 19,4 | 2 | | | | | 19,4 | 2 |
| *C27* | 18 | 10 | 6,5 | 1 | 0,4 | 1 | 24,9 | 12 |
| *C28* | 15,1 | 6 | 1 | 1 | | | 16,1 | 7 |
| *C29* | 4 | 17 | 4,4 | 4 | | | 8,4 | 21 |
| *C30* | 9,4 | 22 | 1 | 3 | 0,1 | 1 | 10,5 | 26 |
| *C31* | 35.9 | 12 | 0,5 | 1 | 0,9 | 1 | 37.3 | 14 |
| *C33* | | | 17 | 1 | 3 | 2 | 20 | 3 |
| *D26* | 0,6 | 1 | | | | | 0,6 | 1 |
| *D27* | 7,3 | 7 | | | 1,3 | 1 | 8,6 | 8 |
| *D28* | 15,2 | 18 | | | 4,2 | 2 | 19,4 | 20 |
| *D29* | 11,3 | 26 | 0,5 | 1 | 1,4 | 1 | 13,2 | 28 |
| *D30* | 17,7 | 14 | | | | | 17,7 | 14 |
| *D31* | 20,5 | 12 | | | 3,2 | 5 | 23,7 | 17 |
| *D32* | 0,9 | 3 | 4,8 | 5 | | | 5,7 | 8 |
| *D33* | 0,2 | 1 | 2 | 2 | 2 | 2 | 4,2 | 5 |
| *E27* | 2,2 | 2 | | | | | 2,2 | 2 |
| *E33* | 3,4 | 3 | | | | | 3,4 | 3 |
| *E35* | | | | | 5 | 1 | 5 | 1 |
| *F26* | 1,8 | 4 | | | | | 1,8 | 4 |
| *F27* | 3,2 | 11 | | | | | 3,2 | 11 |
| *F33* | 3,8 | 7 | | | | | 3,8 | 7 |
| *F34* | 2,4 | 6 | | | | | 2,4 | 6 |
| *Indet.* | | | | | 12,5 | 10 | 12,5 | 10 |
| ***Total*** | ***222,3*** | ***214*** | ***38,8*** | ***22*** | ***43,8*** | ***39*** | ***304,9*** | ***275*** |
| | ***72.9%*** | ***77.8%*** | ***12.7%*** | ***8%*** | ***14.4%*** | ***14.2%*** | ***100%*** | ***100%*** |

**Tableau VI.6:** Locus 1 gravettien. Décompte général des blocs de pierre (2009-2015, Blocs > 7 cm uniquement). La catégorie HS regroupe les blocs provenant des labours, de la surface et d'autres contextes incertains.

- *Morphologie et matières premières*

D'un point de vue morphologique, le corpus est dominé par les éléments de longueurs comprises entre 8 et 16 cm (50,5%), les éléments de grandes dimensions (> 32 cm) sont rares avec seulement 7 individus (Tableau VI.7). La longueur moyenne des pièces est de 12,3 cm. En termes de masse, ces 275 pièces représentent un total de 304,9 kg. Les blocs les plus imposants pèsent entre 4 et 22 kg (n=19), cependant la plupart des blocs étudiés (70.6%) pèsent moins de 1 kg (Tableau VI.7). Ces blocs sont donc de dimensions et de poids relativement modestes et donc aisément manipulables et transportables. Même en prenant en compte les quelques blocs de grandes dimensions, nous sommes donc loin des gros modules très abondants par exemple dans l'occupation solutréenne voisine (Bodu *et al.,* 2014a ; Rapport ORM 2015).

| | **Effectif (n)** | **Masse (kg)** | **Effectif (%)** | **Masse (%)** |
|---|---|---|---|---|
| **Longueur** | | | | |
| *< 80 mm* | 74 | 10,5 | 27 | 3,4 |
| *80 ≥ x <160 mm* | 139 | 74,6 | 50,5 | 24,5 |
| *160≥ x < 320 mm* | 55 | 133,8 | 20 | 43,9 |
| *≥ 320 mm* | 7 | 86 | 2,5 | 28,2 |
| ***Total*** | ***275*** | ***304,9*** | ***100*** | ***100*** |
| **Poids** | | | | |
| *< 0.5 kg* | 155 | 32,9 | 56,4 | 10,8 |
| *0.5 ≥ x < 1 kg* | 39 | 25,9 | 14,2 | 8,5 |
| *1 ≥ x < 2kg* | 44 | 54,8 | 16,0 | 18,0 |
| *2 ≥ x < 4 kg* | 18 | 45,6 | 6,5 | 15,0 |
| *4 ≥ x < 8 kg* | 14 | 71,7 | 5,1 | 23,5 |
| *≥ 8 kg* | 5 | 74 | 1,8 | 24,3 |
| ***Total*** | ***275*** | ***304,9*** | ***100*** | ***100*** |

**Tableau VI.7:** Locus 1 gravettien. Décompte et masse des blocs en fonction de leur longueur et de leur poids.

La nature de la plupart des blocs reflète le milieu géologique local, avec une forte représentation des calcaires et grès de Fontainebleau (76,7% de l'effectif et 96,5% de la masse ; Tableau VI.8). Cette domination est très marquée parmi les moyens et gros modules puisque tous les blocs de plus de 0.5 kg (n=120) appartiennent à l'une de ces deux roches. La morphologie générale des blocs de calcaire de Fontainebleau est irrégulière (56% de l'effectif) ou plate (29%) ce qui tendrait à indiquer que ces blocs ont été prélevés sur ou à proximité de l'affleurement. En ce qui concerne les blocs de grès de Fontainebleau, ceux-ci sont fréquemment arrondis (61%), mais nous avons observé que ces blocs sont très friables. Par conséquent cette morphologie pourrait refléter, au moins en partie, une altération post-dépositionnelle. Notons toutefois que ces grès sont régulièrement à l'affleurement à proximité immédiate des Bossats.

Les calcaires du Gâtinais, également d'origine locale, représentent 22,2% de l'effectif pour seulement 3,3% de la masse. Ces calcaires sont de forme majoritairement arrondie (69% de l'effectif) ce qui tendrait à indiquer une origine alluviale. Notons que lors de sondage sur la parcelle voisine (Sd 63, Rapport ORM 2014), des niveaux de galets de même nature et de morphologie semblable ont été repérés.

À ce cortège de matériaux présents à proximité du site viennent s'ajouter trois blocs dont la nature géologique évoque une origine plus lointaine. Toutefois leur morphologie est celle de galets de petites dimensions et pourrait dénoter un approvisionnement dans des formations alluviales conjointement aux calcaires du Gâtinais.

| Matière première | Effectif | Masse (kg) | Effectif (%) | Masse (%) |
|---|---|---|---|---|
| *Calcaire de Fontainebleau* | 178 | 269,7 | 64,7 | 88,4 |
| *Grès de Fontainebleau* | 33 | 24,6 | 12 | 8,1 |
| *Calcaire du Gâtinais* | 61 | 10,2 | 22,2 | 3,3 |
| *Calcaire coquillier* | 2 | 0,2 | 0,7 | 0,1 |
| *Grès exogène* | 1 | 0,2 | 0,4 | 0,1 |
| **Total** | **275** | **304,9** | **100** | **100** |

**Tableau VI.8:** Locus 1 gravettien. Décompte et masse des blocs en fonction de leur matière première.

- *Altération thermique des blocs*

L'altération thermique se manifeste majoritairement par une modification de la teinte naturelle des blocs (Dumarçay *in* Rapport ORM 2015 ; Figure VI.30). Dans le cas des calcaires et des grès de Fontainebleau, naturellement jaunes à beiges celle-ci se traduit par une rubéfaction plus ou moins étendue du bloc. Dans le cas des calcaires du Gâtinais, naturellement gris pâle, la chauffe produit une teinte rougeâtre à gris foncé. Un comportement similaire des calcaires de Fontainebleau est observé. De plus, une fragmentation fréquente des blocs est associée à ces changements de couleur.

La présence de traces noirâtres à la surface des blocs peut laisser supposer l'existence de résidus en lien avec la combustion (suie, residus alimentaires, etc.), mais les premières observations à la binoculaire ont montré qu'il s'agissait uniquement de revêtements de manganèse (Dumarçay *in* Rapport ORM 2015).

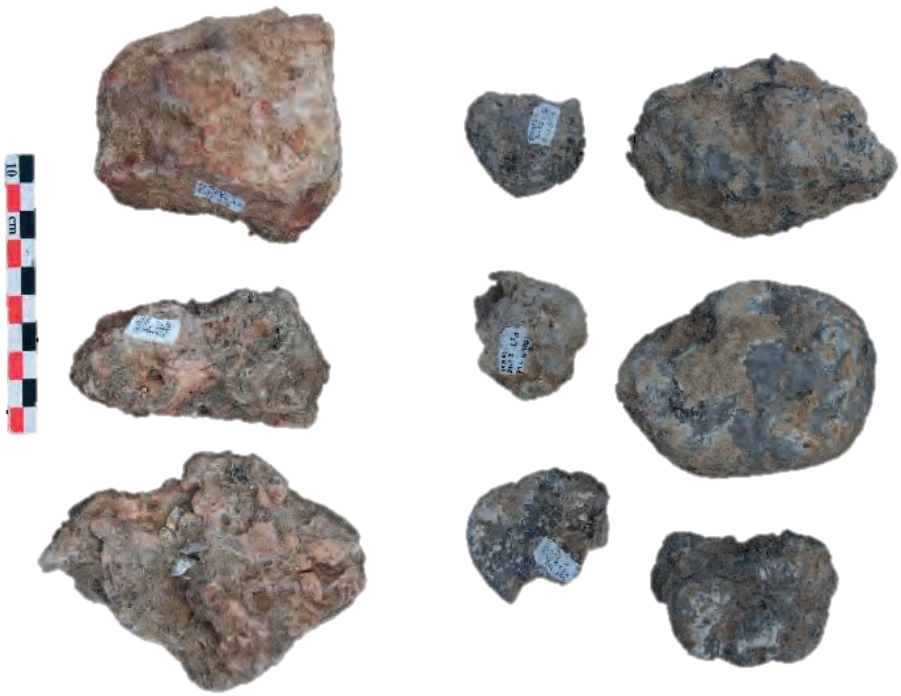



**Figure VI.30:** Locus 1 gravettien, exemples de blocs chauffés. Calcaires de Fontainebleau à gauche et Calcaires du Gâtinais à droite (Cliché P. Bodu, d'après Rapport ORM 2012).

Les calcaires du Gâtinais semblent avoir été systématiquement chauffés (91.8% d'entre eux le sont ; Tableau VI.9) et sont par ailleurs souvent fragmentés. De la même façon, les grès de Fontainebleau présentent très fréquemment (87.9%) des traces de rubéfaction. Dans le cas des autres matériaux, l'altération thermique est moins systématique.

| Matière première | Masses (kg) | Masses (%) | Effectifs (n) | Effectifs (%) |
|---|---|---|---|---|
| ***Calcaire de Fontainebleau*** | | | | |
| *non-chauffé* | 222,1 | 82,4% | 93 | 52,2% |
| *chauffé* | 47,6 | 17,6% | 85 | 47,8% |
| ***Grès de Fontainebleau*** | | | | |
| *non-chauffé* | 5,9 | 24,0% | 4 | 12,1% |
| *chauffé* | 18,7 | 76,0% | 29 | 87,9% |
| ***Calcaire du Gâtinais*** | | | | |
| *non-chauffé* | 0,9 | 8,8% | 5 | 8,2% |
| *chauffé* | 9,3 | 91,2% | 56 | 91,8% |
| ***Calcaire coquillier*** | | | | |
| *non-chauffé* | 0,1 | 50,0% | 1 | 50,0% |
| *chauffé* | 0,1 | 50,0% | 1 | 50,0% |
| ***Grès exogène*** | | | | |
| *chauffé* | 0,2 | 100,0% | 1 | 100,0% |
| ***Total*** | | | | |
| *non-chauffé* | 229 | 75,1% | 103 | 37,5% |
| *chauffé* | 75,9 | 24,9% | 172 | 62,5% |

**Tableau VI.9:** Présence de traces de chauffe sur les blocs répartis par matière première.

Plus largement, près de 2 blocs sur 3 présentent des traces d'altération thermique, bien que la très forte représentation des petits blocs de calcaire du Gâtinais explique que cela ne concerne qu'un quart de la masse totale (Tableau VI.8 et Tableau VI.9). En effet, la quasi-totalité des blocs de gros module, surtout en calcaire de Fontainebleau, n'est visiblement pas chauffée. Cela impacte directement l'analyse de la répartition spatiale de l'altération thermique des blocs (Figure VI.31 et Figure VI.32). En effet, si l'on considère la masse de blocs, cette altération thermique apparaît comme un phénomène périphérique, touchant en particulier les carrés éloignés du centre présumé du locus (Figure VI.31). En réalité, cet effet s'explique par le fait que les blocs de grandes dimensions, en particulier dans les m$^2$ B28, C26-27-28-31 et D31, n'ont visiblement pas été utilisés dans le cadre d'activités directement liées à la combustion.

Si l'on se base sur le nombre de blocs, les fréquences de traces de chauffe les plus significatives s'observent dans les m$^2$ centraux (C29-30 et D28-29-30[1]), là où l'on a observé les deux structures de combustion (Figure VI.32). Malgré tout, il ne faut pas minimiser la présence de blocs chauffés en périphérie du locus. Si ceux situés à l'ouest peuvent s'expliquer par la proximité de l'aire B/C/D-29/30, son entretien et éventuellement son évolution post-dépositionnelle, les deux concentrations observées à l'est (F26/27 et F33/34) sont pour l'instant inexpliquées et pourraient indiquer la proximité de nouvelles structures de combustion primaires ou secondaires.

1 Rappelons une nouvelle fois que les m$^2$ C29-30 et D29-30 ne sont que partiellement fouillés à l'heure où nous écrivons ces lignes. Toutefois, les observations de terrain tendent à montrer que la tendance à une forte concentration de blocs chauffés devrait se confirmer à l'issue de leur démontage.

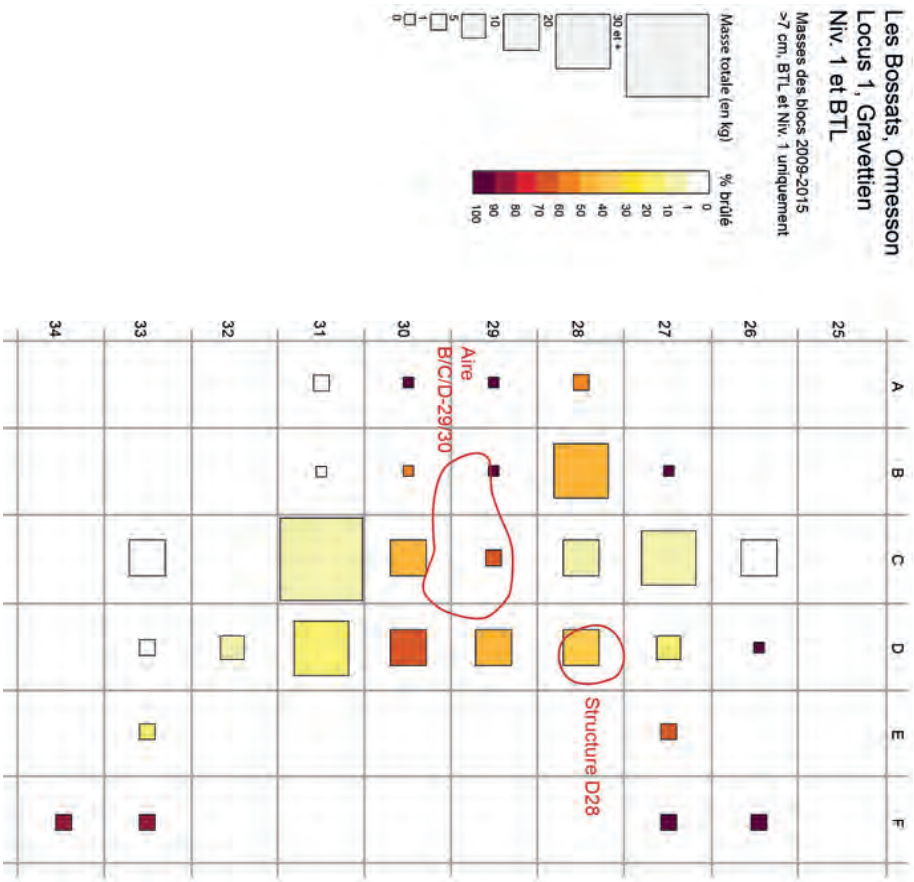



**Figure VI.31:** Locus 1 gravettien, répartition spatiale des pierres (masse) de plus de 7 cm par m$^2$ et fréquences des traces de chauffe (matériel jusqu'en 2015, les m$^2$ C/D-29/30 sont partiellement démontés).

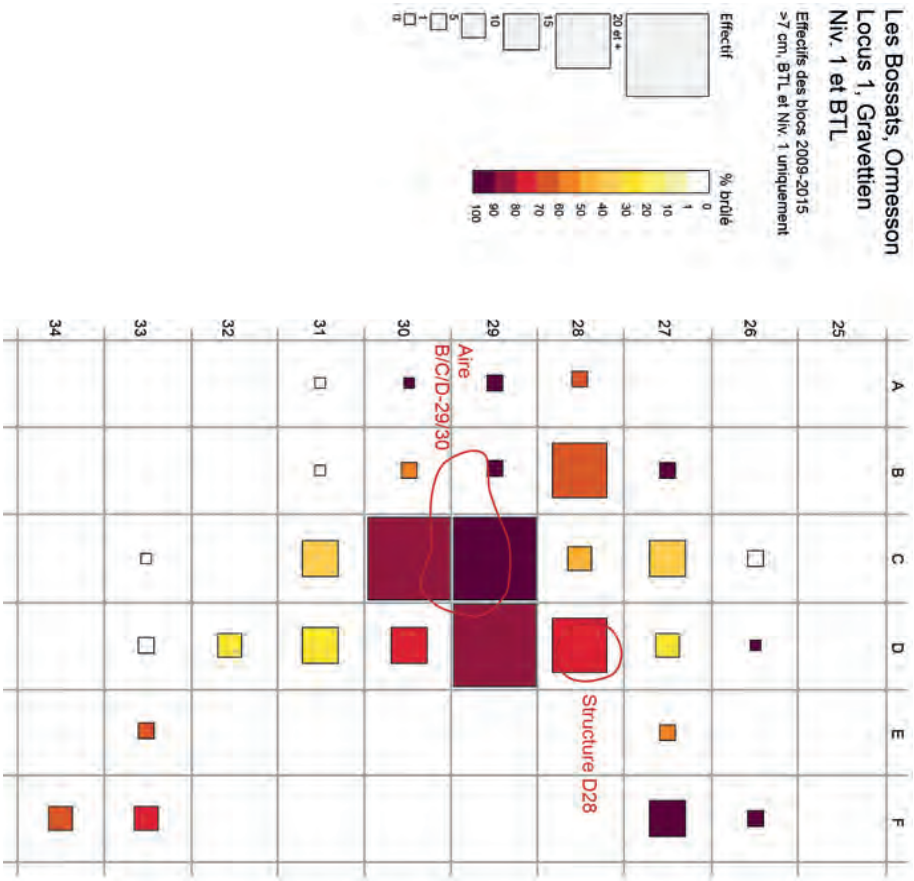



**Figure VI.32:** Locus 1 gravettien, répartition spatiale des pierres (effectif) de plus de 7 cm par m$^2$ et fréquences des traces de chauffe (matériel jusqu'en 2015, les m$^2$ C/D-29/30 sont partiellement démontés).

- *Discussion*

Dans la mesure où tous les blocs du locus gravettien relèvent d'un apport anthropique (cf. Partie VI.1.3.2), ils sont susceptibles d'apporter des informations directes en termes de comportement économique et technique. En raison de leur potentielle implication dans l'élaboration et le fonctionnement de structures de combustion, c'est principalement cet aspect que nous avons exploré. Toutefois il est évident que tous les blocs n'ont pas été utilisés dans ce but, comme en atteste la quasi-absence de traces de chauffe sur les blocs de gros module.

Les blocs du locus 1 reflètent avant tout un approvisionnement local, la plupart des matières premières et des modules observés étant disponibles à l'affleurement ou dans les formations alluviales à proximité du site. Une sélection visant des blocs de taille et de poids relativement modestes semble avoir été opérée. Cette sélection a également favorisé les calcaires de Fontainebleau, que ce soit en termes de masse ou d'effectif. L'altération thermique concerne tous les types de roches, mais ce sont proportionnellement les calcaires du Gâtinais et les grès de Fontainebleau qui sont les plus touchés si l'on considère les effectifs. En termes de masse cependant, ce sont les calcaires de Fontainebleau qui dominent le corpus de roches chauffées.

Concernant la répartition spatiale, deux fortes concentrations de blocs de calcaire de Fontainebleau de gros module et non brûlés ont tendance à minimiser l'importance des blocs chauffés aux abords des deux structures de combustion. Si l'on considère les effectifs, les concentrations les plus significatives correspondent en effet directement aux structures de combustion observées sur le terrain. La présence en périphérie de blocs chauffés en nombre non négligeable doit cependant être expliquée. Si pour les $m^2$ F26/27 et F33/34 il est possible d'avancer prudemment l'hypothèse de la proximité de nouvelle(s) structure(s) de combustion dans les $m^2$ encore non explorés, dans le cas de l'ouest du locus, il faut cependant envisager l'action de processus anthropiques ou taphonomiques. Dans le premier cas, la proximité de la structure B/C/D-29/30 pourrait suggérer leur lien avec des rejets au cours du fonctionnement ou de l'entretien du foyer. Cependant, ce secteur ayant été affecté par les pratiques agricoles, il n'est pas impossible que ces blocs correspondent à des éléments déplacés. Ces hypothèses ne sont d'ailleurs pas incompatibles.

Plusieurs points mériteront d'être approfondis afin de préciser ces remarques. La question de la fragmentation liée à la chauffe n'a pour le moment fait l'objet d'aucune étude poussée, qui nécessitera en préalable l'observation de toute la fraction des blocs de dimensions inférieures à 7 cm. Celle-ci contient visiblement une part importante de fragments, notamment de calcaire du Gâtinais. La recherche de remontages pourra alors être entreprise et permettra d'en dire plus sur la gestion de ces artefacts sur le locus. D'autres pistes de recherche sont également envisagées, concernant en particulier la caractérisation de différents stades d'altération thermique au moyen d'expérimentations, en particulier sur les calcaires de Fontainebleau et du Gâtinais pour lesquels les référentiels font défaut.

### 2.1.4.2. Les esquilles d'os et les os cotés (matériel 2009-2015)

- *Les esquilles*

Les esquilles d'os représentent une quantité non négligeable de matériel (m=5.8kg ; Tableau VI.10). Comme pour les blocs, nos décomptes ne comprennent que le mobilier issu des campagnes 2009-2015. Nous nous sommes exclusivement intéressé au mobilier issu du niveau 1 et du BTL, les couches superficielles n'ayant pas fait l'objet d'un prélèvement systématique.

| m² | Quart NO Masse (g) | Quart NE Masse (g) | Quart SO Masse (g) | Quart SE Masse (g) | Total (g) | Total (%) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| *A27* | 0,8 | 0,8 | 0,8 | 0,8 | 3,1 | 0,05 |
| *A28* | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 1,8 | 0,03 |
| *A29* | 0,4 | 0,4 | 0,4 | 0,4 | 1,7 | 0,03 |
| *A30* | 1,6 | 2,6 | 1,3 | 1,3 | 6,8 | 0,12 |
| *A31* | 4,6 | 4,6 | 4,6 | 4,6 | 18,5 | 0,32 |
| *A32* | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,6 | 0,01 |
| *A33* | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,3 | 0,00 |
| *A34* | 0,9 | 0,9 | 0,9 | 0,9 | 3,5 | 0,06 |
| *A35* | 1,7 | 1,8 | 1,5 | 1,6 | 6,6 | 0,11 |
| *A36* | 10,2 | 7,3 | 8,5 | 6,9 | 33,0 | 0,57 |
| *A37* | 1,2 | 3,3 | 1,2 | 2,2 | 8,0 | 0,14 |
| *B27* | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,2 | 0,00 |
| *B28* | 2,4 | 4,9 | 5,4 | 4,6 | 17,3 | 0,30 |
| *B29* | 91,0 | 104,8 | 63,2 | 331,0 | 590,0 | 10,19 |
| *B30* | 64,5 | 49,9 | 46,4 | 29,8 | 190,5 | 3,29 |
| *B31* | 0,5 | 0,3 | 0,5 | 0,3 | 1,5 | 0,03 |
| *B32* | 1,5 | 1,8 | 2,7 | 1,5 | 7,5 | 0,13 |
| *B33* | 1,3 | 1,8 | 1,3 | 1,3 | 5,6 | 0,10 |
| *B34* | 0,2 | 0,2 | 0,2 | 0,2 | 0,8 | 0,01 |
| *B35* | 1,8 | 1,9 | 1,9 | 1,9 | 7,4 | 0,13 |
| *B36* | 0,9 | 0,9 | 0,8 | 0,9 | 3,4 | 0,06 |
| *B37* | 1,4 | 0,6 | 1,4 | 0,4 | 3,8 | 0,07 |
| *B38* | 0,0 | 0,1 | 0,0 | 0,0 | 0,1 | <0,01 |
| *C26* | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,1 | <0,01 |
| *C27* | 0,8 | 1,7 | 1,3 | 3,5 | 7,4 | 0,13 |
| *C28* | 37,2 | 53,5 | 38,3 | 78,2 | 207,2 | 3,58 |
| *C29* | 600,3 | 468,8 | 341,4 | 395,6 | 1806,1 | 31,18 |
| *C30* | 302,9 | 539,8 | 211,8 | 308,3 | 1362,8 | 23,53 |
| *C31* | 42,4 | 31,0 | 28,5 | 25,6 | 127,5 | 2,20 |
| *C32* | 13,2 | 7,1 | 5,9 | 5,1 | 31,3 | 0,54 |
| *C33* | 0,2 | 0,2 | 0,2 | 0,2 | 0,8 | 0,01 |
| *C36* | 2,6 | 1,8 | 1,8 | 1,8 | 8,0 | 0,14 |
| *C38* | 0,1 | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,1 | <0,01 |
| *D26* | 0,1 | 1,4 | 0,1 | 0,1 | 1,7 | 0,03 |
| *D27* | 6,7 | 9,3 | 12,2 | 23,9 | 52,2 | 0,90 |
| *D28* | 32,4 | 150,7 | 31,6 | 82,5 | 297,2 | 5,13 |
| *D29* | 166,7 | 102,7 | 101,7 | 53,6 | 424,7 | 7,33 |
| *D30* | 105,8 | 74,2 | 85,7 | 67,3 | 332,9 | 5,75 |
| *D31* | 19,8 | 19,8 | 19,2 | 19,2 | 78,0 | 1,35 |
| *D32* | 15,0 | 15,0 | 15,0 | 15,0 | 60,0 | 1,04 |
| *D33* | 6,8 | 6,8 | 7,5 | 7,7 | 28,8 | 0,50 |
| *D34* | 0,0 | 0,3 | 0,0 | 0,3 | 0,5 | 0,01 |
| *D35* | 0,2 | 0,2 | 0,2 | 0,2 | 0,9 | 0,02 |
| *D36* | 0,3 | 0,1 | 0,0 | 0,0 | 0,4 | 0,01 |
| *D37* | 0,2 | 0,2 | 0,4 | 0,0 | 0,8 | 0,01 |
| *D38* | 0,2 | 0,1 | 0,0 | 0,0 | 0,4 | 0,01 |
| *E26* | 0,1 | 0,1 | 0,3 | 0,1 | 0,7 | 0,01 |
| *E27* | 3,7 | 2,9 | 9,1 | 11,0 | 26,5 | 0,46 |
| *E33* | 2,2 | 2,0 | 2,2 | 1,9 | 8,2 | 0,14 |
| *E34* | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,3 | 0,01 |
| *F26* | 0,0 | 0,1 | 0,0 | 0,0 | 0,1 | <0,01 |
| *F27* | 0,2 | 0,0 | 1,1 | 0,3 | 1,6 | 0,03 |
| *F33* | 0,3 | 0,2 | 0,7 | 0,2 | 1,2 | 0,02 |
| *F34* | 0,4 | 0,4 | 0,4 | 10,2 | 11,3 | 0,20 |
| **Total** | **1548,3** | **1679,9** | **1060,2** | **1503,1** | **5791,5** | **100,00** |

**Tableau VI.10:** Locus 1 gravettien. Masse d'esquilles d'os pour chaque quart de m² (niv. 1 et BTL ; Matériel 2009-2015). Ces décomptes sont définitifs sauf en ce qui concerne les m² C29, C30, D29, D30, E27 et F27, toujours en cours de fouille.

Ce sont 54 m² qui sont considérés ici. Parmi ceux-ci 6 sont toujours en cours de fouille et les données fournies seront à préciser dans les années à venir. La distribution des esquilles d'os est extrêmement variable d'un carré à l'autre. En effet, seulement 9 carrés (B29-30, C28-29-30-31 et D28-29-30) ont livré plus de 100 g d'esquilles, ils représentent à eux seuls 92.2% du corpus. Le déséquilibre est donc très fort entre le centre du locus et sa périphérie (Figure VI.33).

Au sein de ces esquilles, une bonne part a été identifiée comme étant brûlée, c'est dire de légèrement carbonisée à totalement calcinée. 43% de la masse totale d'esquilles d'os se rapporte à cette catégorie. La répartition de matériel altéré thermiquement paraît relativement aléatoire en périphérie du locus (Figure VI.33). Il faut dire que les quantités concernées, par exemple au sud de la bande des m² n°32, sont très faibles et rendent une quelconque approche statistique, même basique, hasardeuse. En ce qui concerne le centre du locus, le plus fort effectif rend cette démarche plus efficace (Figure VI.33 et Tableau VI.11). Les m² B29 et C29 concentrent les plus fortes proportions d'esquilles d'os brûlés, dans les deux cas autour de 60% (Tableau VI.11). Dans le détail, c'est surtout au sud de ces carrés que cette proportion est la plus élevée (Figure VI.33). Cette forte concentration coïncide avec la délimitation sur le terrain des structures de combustion B/C/D-29/30. Il est intéressant de noter que dans le cas de la structure D28, la proportion d'esquilles d'os brûlés dans le m² D28 est assez faible (11.5%).

| | **Masse (g)** | | **Masse (%)** | |
|---|---|---|---|---|
| **m²** | **Non chauffé** | **Chauffé** | **Non chauffé** | **Chauffé** |
| *B29* | 244.3 | 345.9 | 41.4 | 58.6 |
| *B30* | 157.5 | 33.2 | 82.6 | 17.4 |
| *C28* | 159 | 49.5 | 76.3 | 23.7 |
| *C29* | 705.9 | 1117.4 | 38.7 | 61.3 |
| *C30* | 853.4 | 525.6 | 61.9 | 38.1 |
| *C31* | 109.3 | 19.4 | 84.9 | 15.1 |
| *D28* | 266.8 | 34.5 | 88.5 | 11.5 |
| *D29* | 278.7 | 148 | 65.3 | 34.7 |
| *D30* | 253.9 | 80.4 | 75.9 | 24.1 |
| **Total** | **3028.8** | **2353.9** | **56.3** | **43.7** |

**Tableau VI.11:** Locus 1 gravettien. Détails des proportions d'esquilles d'os brûlés ou non au sein des m² centraux. La masse d'esquilles d'os de ces 9 m² représente 92.4% de l'ensemble du locus (Matériel 2009-2015).

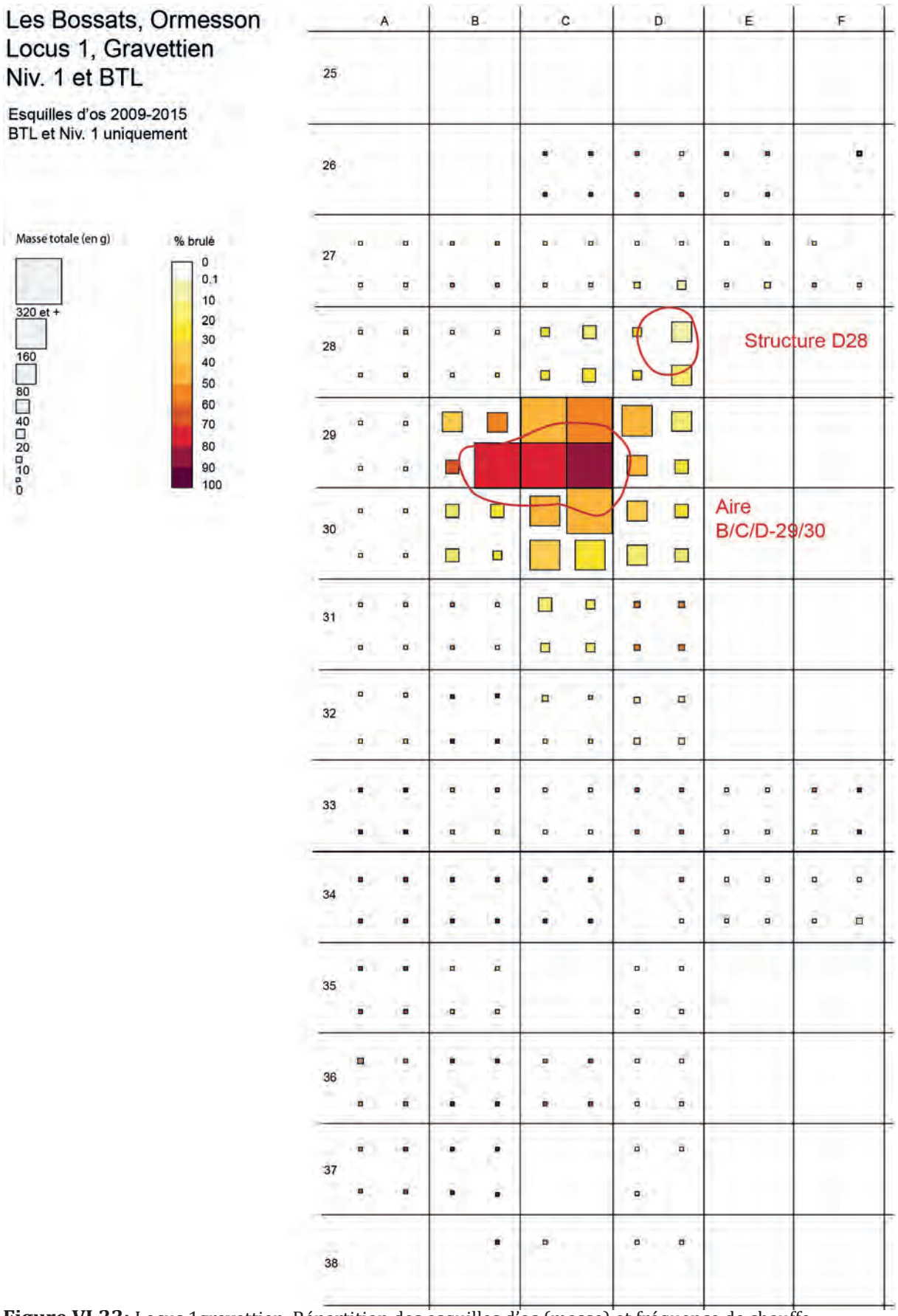



**Figure VI.33:** Locus 1gravettien. Répartition des esquilles d'os (masse) et fréquence de chauffe.

- *Le matériel osseux coté (matériel 2009-2015)*

Le matériel osseux du locus 1 fait l'objet d'une étude archéozoologique et taphonomique de la part de J. Lacarrière. Parmi les résultats déjà obtenus (Lacarrière, 2015 ; Lacarrière *in* Rapport ORM 2015), l'observation de l'altération thermique d'une partie du matériel a été soulevée (Tableau VI.12). De fait, la connexion entre les activités liées au feu et le matériel osseux nécessite quelques remarques.

| M² | Non chauffé | Chauffé | Total | % Chauffé |
|---|---|---|---|---|
| *A26* | 2 | | 2 | 0,0 |
| *A27* | 4 | | 4 | 0,0 |
| *A28* | 37 | | 37 | 0,0 |
| *A29* | 13 | | 13 | 0,0 |
| *A30* | 14 | | 14 | 0,0 |
| *B27* | 2 | | 2 | 0,0 |
| *B28* | 59 | | 59 | 0,0 |
| *B29* | 305 | 38 | 343 | 11,1 |
| *B30* | 357 | 2 | 359 | 0,6 |
| *B31* | 5 | 2 | 7 | 28,6 |
| *B32* | 5 | | 5 | 0,0 |
| *B33* | 6 | 4 | 10 | 40,0 |
| *C26* | 3 | | 3 | 0,0 |
| *C27* | 32 | | 32 | 0,0 |
| *C28* | 391 | 14 | 405 | 3,5 |
| *C29* | 60 | 34 | 94 | 36,2 |
| *C30* | 297 | 95 | 392 | 24,2 |
| *C31* | 181 | 8 | 189 | 4,2 |
| *C32* | 19 | | 19 | 0,0 |
| *C33* | 4 | | 4 | 0,0 |

| M² | Non chauffé | Chauffé | Total | % Chauffé |
|---|---|---|---|---|
| *C34* | | 1 | 1 | 100,0 |
| *C36* | 5 | | 5 | 0,0 |
| *D27* | 55 | 3 | 58 | 5,2 |
| *D28* | 32 | 2 | 34 | 5,9 |
| *D29* | 48 | 5 | 53 | 9,4 |
| *D30* | 40 | | 40 | 0,0 |
| *D31* | 67 | 1 | 68 | 1,5 |
| *D32* | 33 | 2 | 35 | 5,7 |
| *D33* | 9 | | 9 | 0,0 |
| *D34* | 3 | | 3 | 0,0 |
| *D35* | 1 | | 1 | 0,0 |
| *D37* | 2 | | 2 | 0,0 |
| *E27* | 3 | | 3 | 0,0 |
| *E33* | 1 | | 1 | 0,0 |
| *E34* | 1 | | 1 | 0,0 |
| *F26* | 1 | | 1 | 0,0 |
| *F27* | 1 | | 1 | 0,0 |
| *F33* | 2 | | 2 | 0,0 |
| *F34* | 1 | | 1 | 0,0 |
| **Total** | **2101** | **211** | **2312** | **9,1** |

**Tableau VI.12:** Locus 1 gravettien. Décompte des restes osseux chauffés ou non (d'après Lacarrière *in* Rapport ORM 2015).

Le matériel considéré correspond à l'état d'avancement de l'étude en 2015, il regroupe 2312 restes répartis entre 39 m² (Tableau VI.12 ; Lacarrière *in* Rapport ORM 2015). Parmi ceux-ci, 211 restes (9.1%) présentent des traces de chauffe. Ces restes sont distribués inégalement puisqu'ils se retrouvent uniquement sur 14m². De plus, seulement 4 m² (B29, C28-29 et 30) concentrent 85.8% d'entre eux.

La répartition des restes et la fréquence de traces de chauffe de ceux-ci (Figure VI.34) montrent que les abords de la structure B/C/D-29/30 concentrent effectivement la plupart du matériel osseux à la fois chauffé ou non. Il est intéressant de noter que si les esquilles d'os, brûlés ou non, se retrouvent de façon diffuse en périphérie du locus (Figure VI.33), les restes de plus grandes dimensions sont quant à eux nettement plus concentrés autour du cœur du locus.

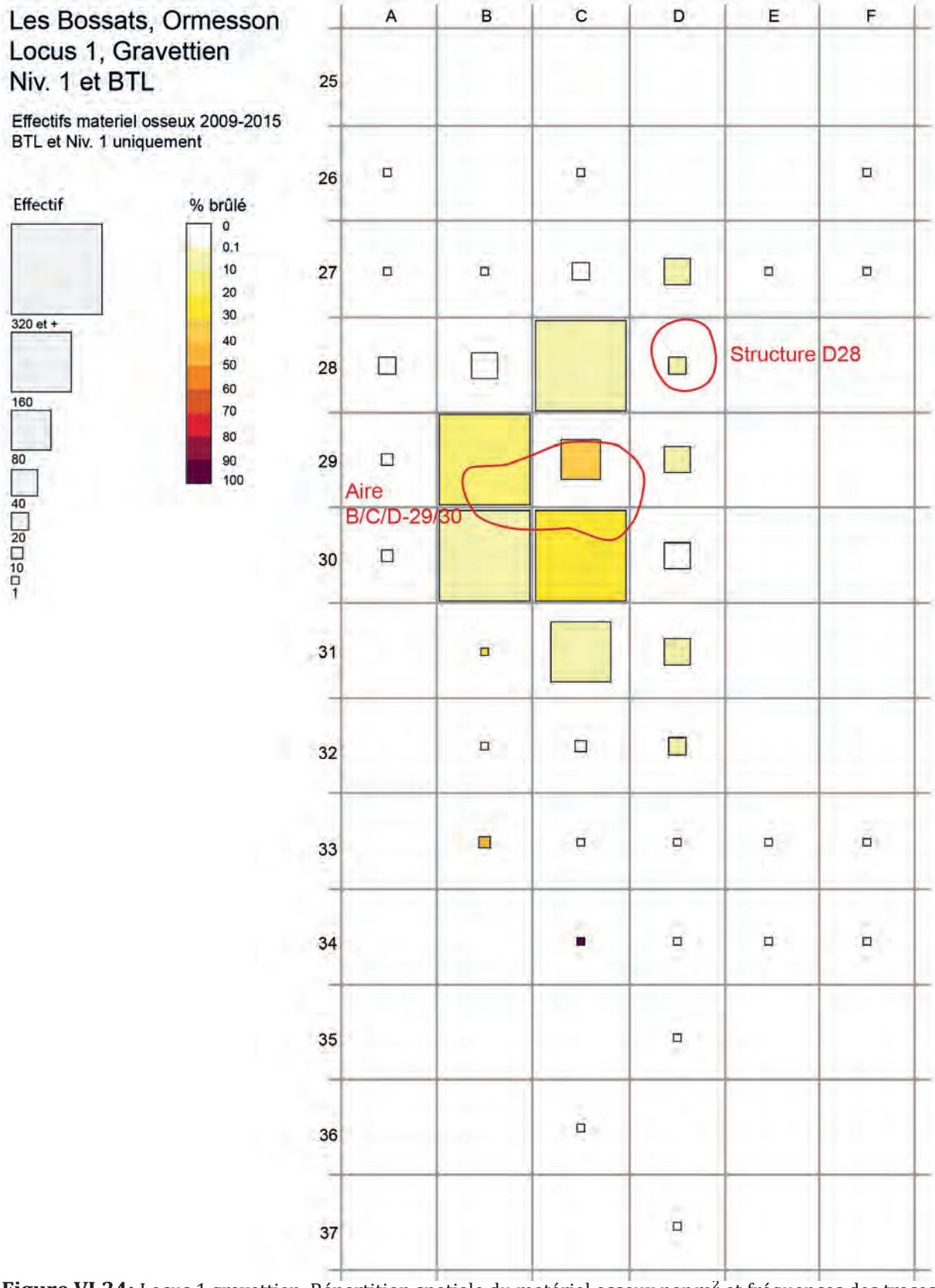



**Figure VI.34:** Locus 1 gravettien. Répartition spatiale du matériel osseux par m² et fréquences des traces de chauffe (matériel jusqu'en 2015, les m² C/D-29/30 sont partiellement démontés).

- *Discussion*

Ces remarques sur les restes osseux du locus gravettien se veulent préliminaires. Seule une étude approfondie, notamment en ce qui concerne les esquilles, permettra de progresser sur la question sous-jacente de l'utilisation de l'os comme combustible. Les travaux existants dans ce domaine (*e.g.* Costamagno *et al.*, 2009) ont démontré que l'identification de cette pratique devait s'appuyer sur une analyse bien plus détaillée que celle issue de nos simples décomptes. Malgré tout, une première analyse sur différents échantillons à proximité de la structure B/C/D-29/30 suggère une utilisation possible de l'os comme combustible (Lacarrière, 2015).

Que l'on considère les esquilles ou les restes cotés, les plus fortes concentrations de restes brûlés s'articulent autour de la structure B/C/D-29/30. Les abords de la structure D28 pour leur part sont nettement moins fournis en ce qui concerne ce type de vestiges. Si l'on considère que l'os a été utilisé comme combustible, il en découle que c'est préférentiellement la structure B/C/D-29/30 qui aurait bénéficié de cet approvisionnement. Si au contraire la combustion des os n'est qu'un effet secondaire du fonctionnement des foyers à proximité d'aires d'activité produisant ce type de vestiges, la structure B/C/D-29/30 semblerait alors avoir été implantée et avoir fonctionné au sein d'une zone particulièrement riche à cet égard. Cette distinction binaire est sans doute caricaturale, plusieurs hypothèses intermédiaires, par exemple l'élimination des déchets osseux par le feu, pouvant également être invoquées.

### 2.1.5. Synthèse

Les deux structures de combustion identifiées au sein du locus sont donc sensiblement différentes, que ce soit en termes d'aspect, de dimension et d'organisation.

La structure D28 évoque sur le terrain un petit foyer, possiblement limité par quelques blocs et dont le fonctionnement semble avoir principalement impliqué l'utilisation de bois en guise de combustible. Toutefois, le sédiment sous-jacent aux résidus de combustion n'est que rarement rubéfié si bien qu'aucun véritable niveau de sole n'est observé, ce qui interroge sur la véritable nature de cette structure. L'étude préliminaire des matériaux thermoaltérés (roches et os) et de leur répartition montre qu'au niveau du $m^2$ D28 il n'y a pas de concentration particulièrement significative dans ce domaine. La question de la fonction des petits galets recouvrant la couche charbonneuse demeure encore incertaine. S'agit-il d'éléments ayant participé au fonctionnement ou à l'utilisation d'un foyer ou bien simplement du résultat du recouvrement de la structure D28 par la nappe de grave ? Cette distinction est essentielle dans la mesure où elle peut apporter des arguments pour discuter de l'association de la structure D28 à une éventuelle occupation antérieure à l'installation de la nappe de galet.

L'aire B/C/D-29/30 est nettement plus complexe. Il convient de la considérer comme résultant de la combinaison de plusieurs structures, dont la proximité plaide en faveur de l'association, mais aussi de la combinaison de plusieurs facteurs taphonomiques. La concentration de galets visiblement chauffés dans la Zone foyère b, en partie recouverte des résidus de combustion de la zone foyère a (riche en os brûlés notamment) tiendrait dans ce schéma le rôle de structure de combustion primaire. Les différentes zones observées plus à l'ouest sont nettement organisées, bien que la Zone C ait été en partie perturbé et tronqué, et paraissent correspondre à des aires de rejets possiblement liés à l'entretien du foyer. Ces attributions basées sur les observations effectuées sur le terrain laissent toutefois de la place à un certain nombre d'interrogations. Tout d'abord la partie de la structure que nous croyions correspondre au véritable foyer (Zones foyères a et b) a été fouillée en totalité et échantillonnée durant la campagne 2017. Son analyse détaillée, et celle de la répartition du mobilier dans les $m^2$ concernés, est donc encore en cours. Malgré tout, les observations préliminaires indiquent qu'elle correspond à un foyer dont le fonctionnement impliquait à la fois de nombreux galets et une forte quantité d'os. Les trois zones (A, B et C) que nous pensons être des structures de rejet sont quant à elles totalement fouillées. En l'état, on comprend mal les raisons qui expliquent l'agencement de ces structures. Le soin qui a par exemple été apporté au creusement de la dépression abritant la Zone B s'accorde assez mal avec une « simple » vidange de foyer. Il faut sans doute envisager un fonctionnement plus complexe, avec éventuellement des statuts différents et complémentaires entre ces différentes structures.

### 2.2. La structure du niveau intermédiaire du Sondage 50

Lors de l'ouverture à la pelle mécanique du sondage 50 (situé à 2 m au nord du locus gravettien ; Figure VI.8), une concentration de sédiments noirâtres est apparue à environ 120 cm sous le niveau de sol actuel, soit environ 70 cm plus bas que le niveau gravettien du locus 1 (Figure VI.35). D'un point de vue stratigraphique, cette découverte se situe au contact des lœss sableux de la phase 10 avec ceux de la phase 11 (Figure VI.9).

En surface cette structure se présente comme une aire circulaire d'environ 50 cm de diamètre tronquée à l'est par une crotovine (Figure VI.36). Le sédiment qui la compose est de couleur brune à noirâtre avec une plage plus rougeâtre à l'ouest. L'ensemble de cette surface est très hétérogène du fait de son intense bioturbation matérialisée par des chenaux de racine et/ou de mésofaune comblés par du sédiment limono-sableux jaune /brun comparable à l'encaissant sédimentaire. Par endroits ces chenaux peuvent être comblés de calcite.

La fouille de cette structure a démarré dans son quart SW en parallèle à la prise de prélèvements de sédiments en vrac pour analyses anthracologiques et géochimiques (Voir Théry-Parisot *in* Rapports ORM 2014 et 2015). Le tamisage de ces prélèvements et l'analyse des restes charbonneux qu'ils contenaient ont permis de mettre en évidence une prépondérance des restes osseux brûlés (n=61) sur les charbons de bois (n=13).

La coupe obtenue finalement dans l'axe NS de la structure confirme que l'hétérogénéité observée en surface se retrouve également sur le plan vertical (Figure VI.36). En effet, nous pouvons observer différents faciès qui se distinguent à l'échelle macroscopique par leur couleur, leur composition, et leur altération :

- Du sédiment limono-sableux jaune/brun constituant l'encaissant sédimentaire (Figure VI.36 [D]), mais qui se retrouve également dans les chenaux qui recoupent la structure
- Du sédiment limono-sableux brun enrichi en charbons et microcharbons (Figure VI.36 [A])
- Des plages de sédiment limono-sableux apparemment rubéfié (Figure VI.36 [B] et [B'])
- De fortes concentrations de charbons et microcharbons (Figure VI.36 [C]).

La répartition spatiale de ces différents faciès est irrégulière bien que l'ensemble soit relativement bien circonscrit (environ 14 cm de hauteur pour un diamètre de 50cm à la surface).

Ces différents éléments nous incitent à voir dans cette découverte les vestiges d'un foyer ayant subi des processus post-dépositionnels relativement intenses. Sa position stratigraphique est sans doute relativement intègre malgré des déplacements verticaux de résidus de combustion sur quelques centimètres de hauteur. Cependant la morphologie initiale de ce foyer est difficile à discuter dans la mesure où sa sole a visiblement été fragmentée.

L'absence pour le moment de mobilier associé cette structure nous empêche également de définir un niveau de sol associé à cette structure ainsi que d'établir une éventuelle attribution chronoculturelle. À ce sujet, la structure est stratigraphiquement postérieure au Châtelperronien et antérieure au Gravettien, ce que confirme les deux datations radiocarbones obtenues qui indiquent un intervalle compris entre 31 et 34 ka cal. BP (Lyon-12977: 30110±390 BP ; Lyon 12378: 27930±300 BP).

**Figure VI.35:** Sondage 50, localisation de la structure E/F22 dans la partie sud du sondage.

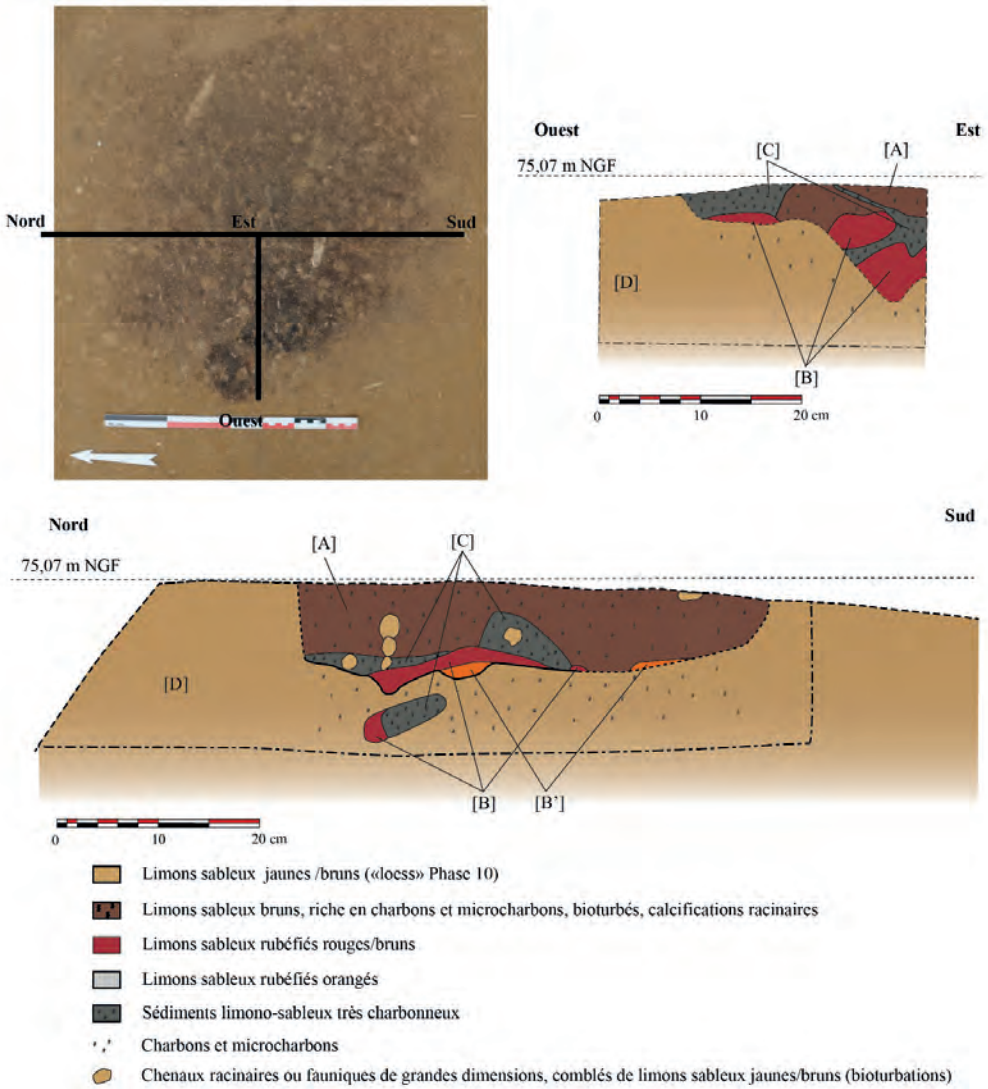



**Figure VI.36:** Sondage 50. Structure E/F-22, coupes stratigraphiques Ouest/Est et Nord/Sud.

Plusieurs interrogations justifient l'intégration de E/F-22 à cette étude. La première réside avant tout dans le positionnement chronostratigraphique de cette structure. En effet que ce soit du point de vue des Bossats ou plus largement de la région du bassin parisien, les occurrences de Gravettien ancien ou d'Aurignacien sont rares (Bodu *et al.,* 2013b), et la découverte d'une structure de combustion mérite à elle seule qu'on s'y attarde. Par ailleurs, l'aspect de cette structure diffère sensiblement de ce qui a été observé dans le locus gravettien. La présence de larges plages de sédiment rubéfié est ainsi intrigante au regard de leur quasi-absence dans le Gravettien alors que le substrat est, *a priori,* comparable.

### 2.3. Bilan des interrogations

Pour chacune des structures retenues ici, plusieurs problématiques communes se dégagent. Il s'agit de questions relativement simples, mais essentielles pour la compréhension de leur nature et leur interprétation dans un cadre plus large. La nature primaire ou secondaire de ces structures, parfois pressentie sur le terrain, mérite néanmoins une démonstration. C'est notamment le cas de la structure D28. La question des combustibles mis en œuvre trouve quant à elle un premier registre de renseignements à partir de l'étude anthracologique. Il sera donc intéressant de confronter ces résultats à ceux des analyses micromorphologique et géochimique.

Du point de vue de l'utilisation de chacune de ces structures, les informations sont inégales. Concernant le locus gravettien, l'inclusion des structures au cœur d'un espace très riche en mobiliers de natures variées donne l'inévitable impression que, pour la structure D28 comme pour la structure B/C/D-29/30, des activités nombreuses et diversifiées se sont déroulées à proximité. Toutefois, il faudra à terme dépasser ce stade de la simple association spatiale et tenter de préciser si pour une ou plusieurs activités il est possible d'assurer le lien avec une structure de combustion. Dans le cadre de ce travail, qui dépasse largement celui de la présente étude, l'intégration des résultats de l'analyse du contenu des structures s'avérera néanmoins nécessaire. Pour ce qui est de la structure E/F-22, la situation est diamétralement opposée puisqu'aucun mobilier n'a été retrouvé aux abords de la structure. Hormis l'identification d'os brûlés, il n'y a donc pour le moment que bien peu d'indices concernant la fonction de cette structure.

Toujours à propos de toutes les structures, un important travail doit concerner la question de l'évolution post-dépositionnelle. En effet, que ce soit pour le niveau gravettien ou pour la structure du niveau intermédiaire, les observations de terrain ont mis en évidence l'impact de processus taphonomiques. Si une part d'entre eux peut déjà probablement s'expliquer par l'effet de la bioturbation, il reste néanmoins à préciser les acteurs de ces processus et l'étendue de leurs effets.

À propos de la structure D28 en particulier, un certain nombre de points spécifiques doivent être analysés en détails. Il s'agit par exemple de la quasi-absence de sédiments rubéfiés sous cette structure dont l'aspect général semble malgré tout indiquer une véritable structure de combustion primaire. La question de l'implication ou non des petits galets présents en surface de la structure dans le cadre de son fonctionnement doit également être approfondie.

Dans le cas des différentes zones de la structure B/C/D-29/30, au-delà de la question de la nature de chacune de ces zones c'est également la question de leurs relations entre elles et avec le cœur de la zone foyère qui doit à terme être posée. L'analyse détaillée et la comparaison de leur contenu devront notamment viser à mettre en évidence les différences qui les distinguent et/ou les points communs qui les rapprochent dans l'optique de mettre en évidence d'éventuelles complémentarités.

Finalement concernant la structure E/F-22, au-delà de son intérêt propre, c'est aussi sa relative simplicité et le caractère marqué de ses ensembles constitutifs qui en font un cas d'étude attractif pour le site des Bossats. En effet, sa situation dans des dépôts lœssiques proches de ceux supportant le locus gravettien permettra sans doute des comparaisons intéressantes avec les structures de ce dernier.

# 3. Étude micromorphologique des structures des Bossats

## 3.1. Remarques sur les travaux antérieurs

Les sédiments supportant les niveaux décrits ci-dessous ont déjà fait l'objet d'études géoarchéologiques, en particulier de la part de F. Sellami puis d'H.-G. Naton (cf. Partie VI.1.3.1). Durant celles-ci, une première analyse micromorphologique a été conduite sur les dépôts situés sous et sur le locus gravettien (Sellami *in* Rapport ORM 2010). Nous en livrons ici une courte synthèse dans la mesure où elle apporte des éléments de comparaison intéressant les faciès étudiés ci-après. Par ailleurs, une étude plus poussée sur toute la séquence du sondage 3 est en cours (Naton, en cours ; Rapport ORM 2014), mais livre déjà quelques enseignements (Naton *in* Rapports ORM 2015 et 2016).

Les dépôts supportant le niveau intermédiaire, dont la structure E/F-22 (Dépôts Phase 10, Naton *in* Rapports ORM 2015 et 2016), et le locus gravettien (Dépôts Phase 11, Naton *in* Rapports ORM 2015 et 2016) sont constitués de limons éoliens et de sables colluviaux. Du bas vers le haut, les limons se font plus abondants tandis que les sables sont de moins en moins fréquents. Bien qu'assez homogènes, ces dépôts sont rythmés par des passées plus grossières marquant des phénomènes de résidualisation sous l'effet de ruissellement de surface (Naton *in* rapport ORM 2015 et 2016) ou de colluvionnement marquant des arrêts dans les apports éoliens (Sellami *in* Rapport ORM 2010).

Sur le plan micromorphologique, la baisse des matériaux sableux est effectivement constatée au profit de constituants fins comprenant des matériaux limoneux emballés par une matrice brune carbonatée (Sellami *in* Rapport ORM 2010). Des carbonatations de la masse sont également observées ainsi que des « poupées calcaires », ces différents traits participant à la stabilisation des matériaux limoneux. Ces traits calcitiques sont particulièrement marqués au niveau du « sol » archéologique gravettien, mais leur fréquence diminue en profondeur. Un brassage biologique notable est marqué par la présence de chenaux et de vésicules d'origine racinaire.

Ainsi, malgré des épisodes postérieurs ayant probablement tronqué un sol en cours de formation sur des dépôts éoliens (Sellami *in* Rapport ORM 2010), l'essentiel des dépôts sous-jacents aux structures gravettiennes et à E/F-22 correspondent à des limons sableux relativement peu évolués d'un point de vue pédologique bien qu'ils puissent présenter des traits calcitiques et biologiques courants pour ce type de contexte.

## 3.2. Étude micromorphologique des structures du locus gravettien

Huit lames minces permettent de documenter quatre structures du locus 1 gravettien (Figure VI.37). Elles ont été réalisées à partir de cinq blocs de sédiments orientés prélevés entre 2012 et 2015 (Tableau VI.13).

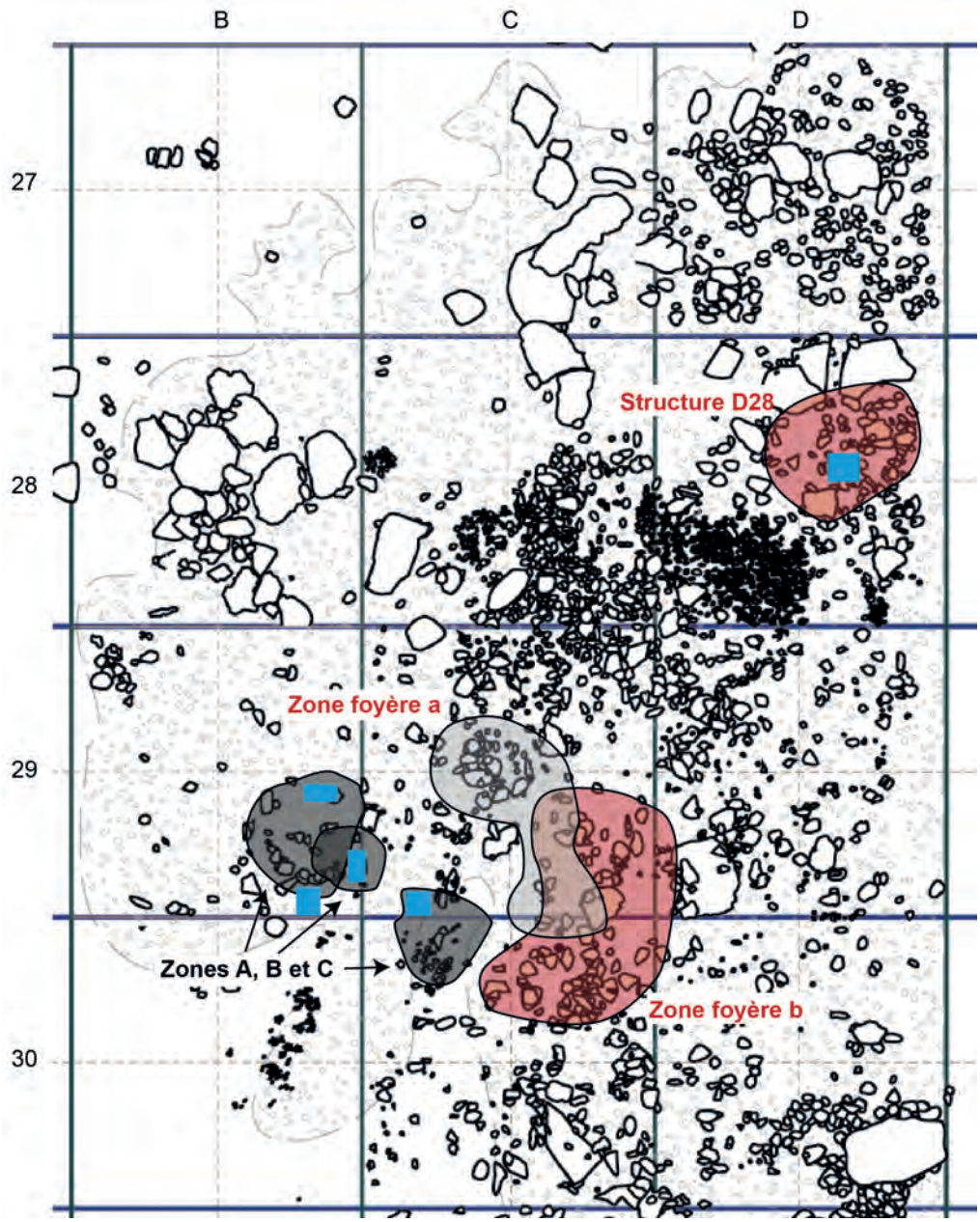



**Figure VI.37:** Les Bossats, Locus 1 gravettien, localisation en bleu des prélèvements micromorphologiques étudiés (voir Tableau VI.13 ; DAO modifié d'après M. Ballinger, Rapport ORM 2015)

| Structure | Lame mince | Provenance |
|---|---|---|
| *Zone A* | ORM 12 B29 (18) a | Prélevé en 2012 au nord de la Zone A * |
| | ORM 12 B29 (18) b | / |
| | ORM 12 B29 (18) c | / |
| | ORM 12 B29 (18) d | / |
| | ORM 13 B29 | Prélevé en 2013 au sud de la Zone A |
| *Zone B* | ORM 14 B29 | Prélevé en 2014 au centre de la Zone B |
| *Zone C* | ORM 15 C29 | Prélevé en 2015 au nord de la Zone C |
| *D28* | ORM 14 D28 | Prélevé en 2014 dans le quart sud-est du foyer D28 |
| ** Les lames minces ORM 12 B29 (18) a, b, c et d correspondent au découpage d'un seul et même bloc de sédiments orientés.* | | |

**Tableau VI.13:** Les Bossats, locus 1 gravettien, structures étudiées et lames minces correspondantes.

### 3.2.1. *La structure D28*

La structure D28 est documentée par une lame mince de grand format (140x70mm) : ORMES 14 D28. Nous avons distingué sur cette lame une succession de 3 faciès sur la base de critères sédimentaires et de la présence d'éléments anthropiques (Figure VI.38). Notre description suit l'ordre de ces faciès, tout en portant une attention particulière à l'altération thermique des constituants. Il convient de noter que les limites entre ces trois faciès sont diffuses et discontinues, notamment en raison de phénomènes de bioturbation.

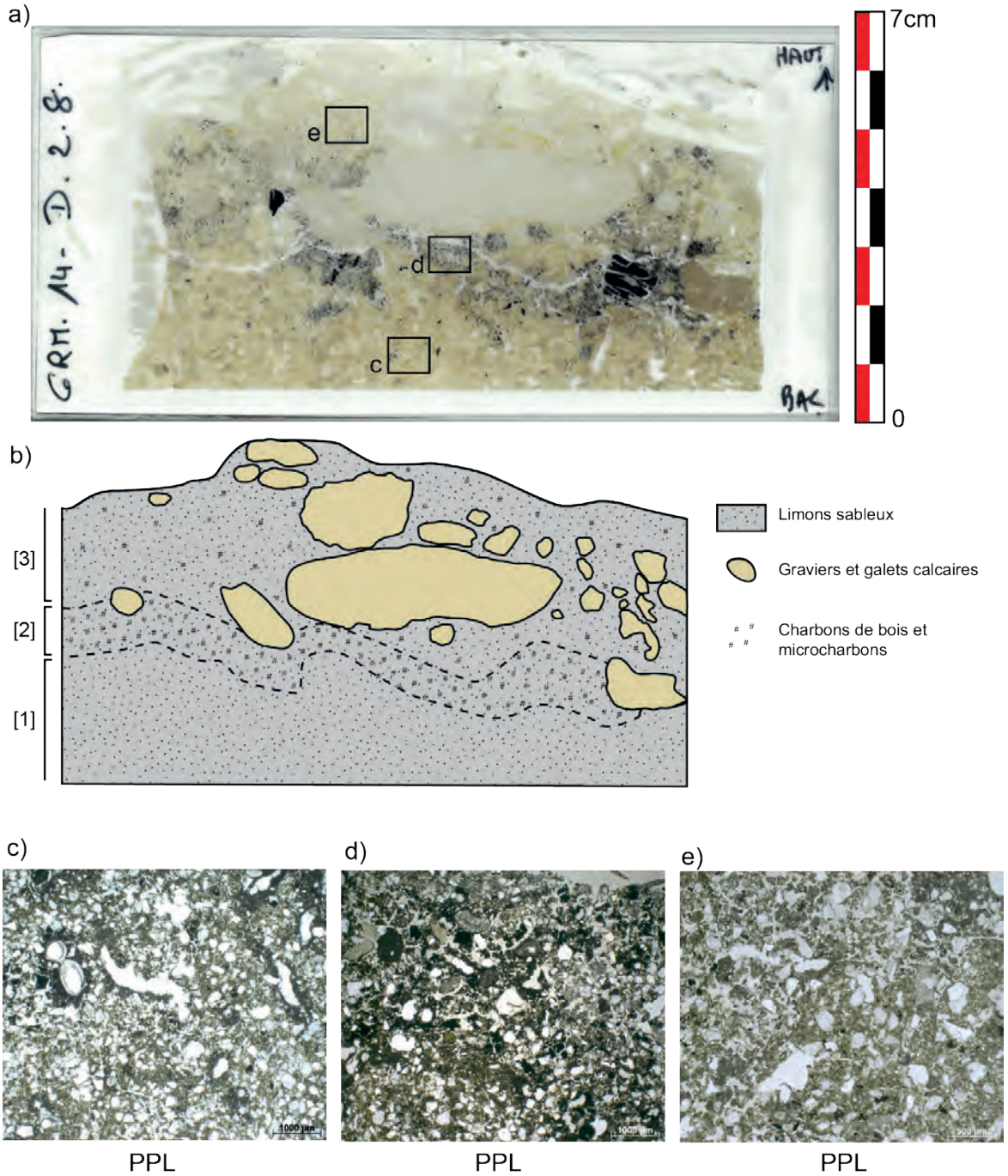



**Figure VI.38:** Les Bossats, lame mince ORMES 14 D28. a) Scan numérique des lames minces et localisation des microphotographies. b) Schéma descriptif des principaux faciès et traits observés. c) Limon sableux massif ; assemblages porphyriques ; porosité essentiellement canaliculaire. d) Charbons de bois et microcharbons mêlés à des limons sableux ; microstructure grumeleuse/excrémentielle e) Limons sableux mêlés de cendres et charbons ; galets et graviers calcaires abondants ; microstructure grumeleuse/excrémentielle.

#### 3.2.1.1. *Le faciès encaissant [1]*

- *Microstructure et assemblage*

La microstructure de ce faciès est massive et canaliculaire (Figure VI.38c). La porosité est principalement liée aux chenaux de la faune du sol ou à des racines de végétaux, mais correspond également en partie à des vides d'entassement entre les constituants. Elle est estimée à 10%. L'assemblage des constituants suit un mode porphyrique avec un espacement simple à double.

- *Constituants*

Les constituants grossiers correspondent à des sables moyens à très fins bien triés (50-500µm, mode autour de 200 µm) de forme sub-angulaire à arrondie. Les quartz sont dominants au sein de cette fraction. Quelques éléments de plus grandes dimensions (1-3mm) correspondent à des graviers de calcaire arrondis et sont répartis aléatoirement. La fraction fine est limoneuse et carbonatée. Elle présente une teinte brune à grisâtre en lumière naturelle. Sa b-fabrique est de type indifférencié et calcitique. Enfin, en OIL sa teinte est beige à jaune pale. Le rapport C/f entre les deux fractions est d'environ 25/75, ce faciès correspond donc à des limons sableux.

Des éléments correspondant à des résidus de combustion sont également observés. Il s'agit surtout de fragments d'os, de teinte ivoire à brune, et de dimensions variables (300-7000µm ; Figure VI.39b), de fragments de charbon de bois (300-700µm ; Figure VI.39a) et de microcharbons indéterminables. Ces éléments sont principalement observés dans la porosité du sol en lien avec des traits excrémentiels, mais ils se trouvent également parfois bien intégrés à la masse. Enfin, de rares agrégats de sédiment présentent une teinte brune/orangée en OIL (Figure VI.39c).

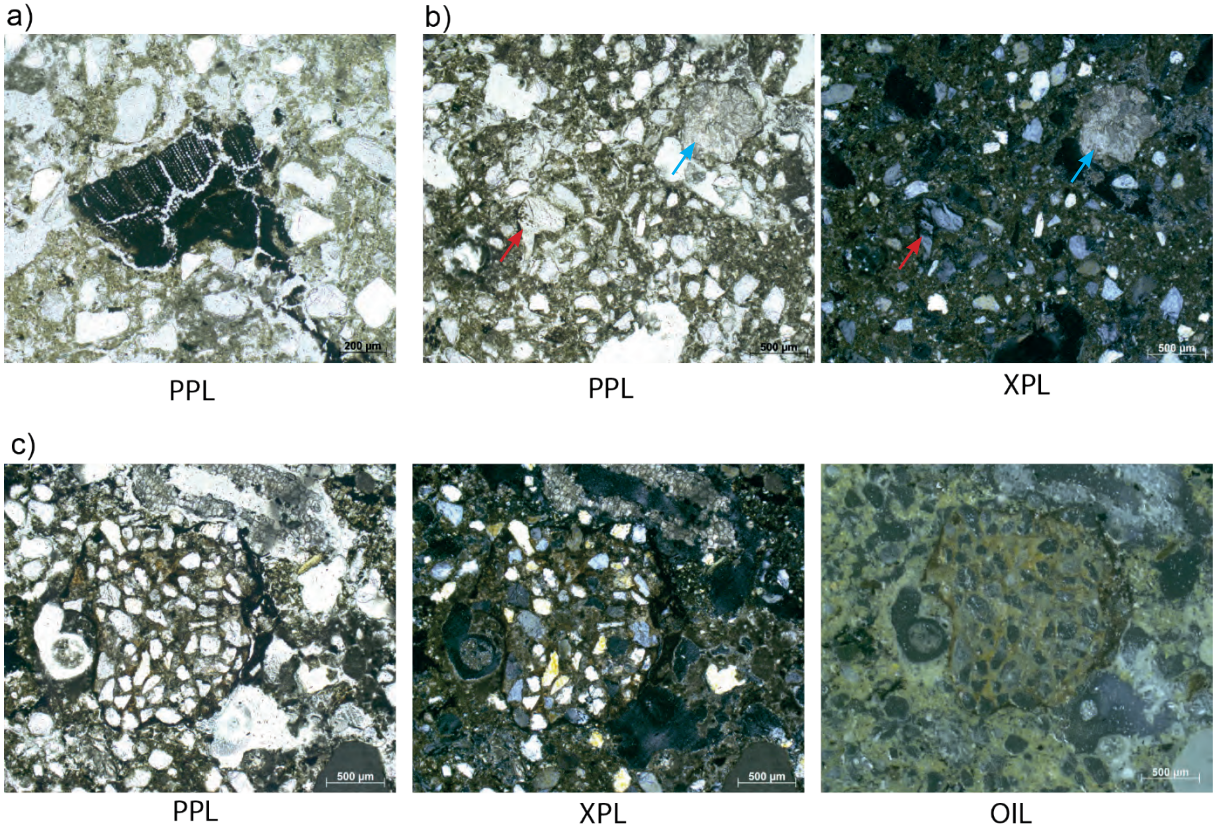



**Figure VI.39:** Les Bossats, lame mince ORMES 14 D28. Constituants du faciès [1]. a) Charbon de bois fragmenté en place. b) Fragment d'os (flèche rouge) et granule de vers de terre (flèche bleue). c) Agrégat de sédiments limono-sableux oxydés.

- *Traits pédologiques*

Les principaux traits observés sont liés à la précipitation de calcite. Il s'agit en particulier de revêtements et d'hyporevêtements fréquents de la porosité. Des comblements de calcite en aiguille sont également présents. Plus rarement, la formation de comblement de la porosité par des cristaux cytomorphiques de calcite est observée. Le creusement et le comblement de chenaux par la mésofaune et par des racines sont également fréquents. Les comblements excrémentiels causés par la mésofaune reprennent des matériaux hétérogènes, pouvant localement être enrichis en résidus de combustion ou des agrégats de sédiments apparemment rubéfiés. Enfin, des granules de calcite, liées à l'activité de vers de terre, sont observées aussi bien dans la masse que dans la porosité (Figure VI.39b).

- *Interprétation*

Ce faciès est constitué d'un ensemble de matériaux correspondant aux limons sableux formant l'encaissant naturel du locus gravettien. La morphologie des sables, la nature de la fraction fine et la relative homogénéité du faciès corroborent leur détermination en tant que sédiment d'origine éolienne. L'absence d'organisation verticale du faciès peut être interprétée comme le résultat d'un processus d'apports relativement constants ou massifs. Cependant, l'intégration de rares éléments grossiers de natures différentes (graviers calcaires) pourrait signer la participation d'apports locaux et une relative part de discontinuité dans le dépôt (Naton *in* Rapport ORM 2015).

La présence de résidus de combustion est liée à l'activité biologique qui redistribue vraisemblablement des matériaux provenant des faciès sus jacents. Cette bioturbation est sans doute en grande partie due à des vers de terre dont la présence est trahie pas la présence de granules calcitiques et de déjections (Canti et Piearce, 2003 ; Durand *et al.*, 2010 ; Kooistra et Pulleman, 2010). Cependant, l'activité racinaire ne peut être négligée, la présence d'hyporevêtements et de calcitisations cytomorphiques pouvant lui être associée (Durand *et al.*, 2010 ; Weider et Yaalon, 1982). L'observation de sédiments rubéfiés (oxydation observée en OIL) ne peut être clairement associée à la présence d'une véritable sole. Il s'agit de déjections ou d'agrégats reprenant des matériaux altérés thermiquement, là aussi possiblement depuis un faciès sus-jacent.

#### *3.2.1.2. Le faciès charbonneux [2]*

- *Microstructure et assemblage*

La microstructure de ce faciès est caractérisée par une forte porosité correspondant à la fois à des chenaux et à des vides d'entassement (Figure VI.38d). Il s'agit donc d'un faciès relativement grumeleux, micro-agrégé et excrémentiel. La porosité de ce faciès est estimée à 17%. L'assemblage des constituants est généralement de type enaulique avec un espacement variable.

- *Constituants*

Les constituants minéraux grossiers et fins sont identiques à ceux du faciès [1]. Il est cependant difficile d'évaluer leur abondance relative dans la mesure où une très forte quantité de résidus de combustion et d'artefacts s'ajoutent à ces constituants.

Il s'agit en particulier de très nombreux charbons de bois de dimensions parfois importantes (100 µm-8.5 mm ; Figure VI.40a) accompagnés de microcharbons. Quelques os brûlés sont également à noter (400-1500 µm ; Figure VI.40d). Leur degré d'altération thermique va d'une

légère brunification à une calcination complète. D'autres éléments noirâtres, amorphes et craquelés se rapportent à la catégorie des *chars sans qu'une identification plus fine soit possible* (Figure VI.40b). Ces artefacts sont fréquemment fragmentés, mais les fragments qui en résultent sont proches et bien accommodés.

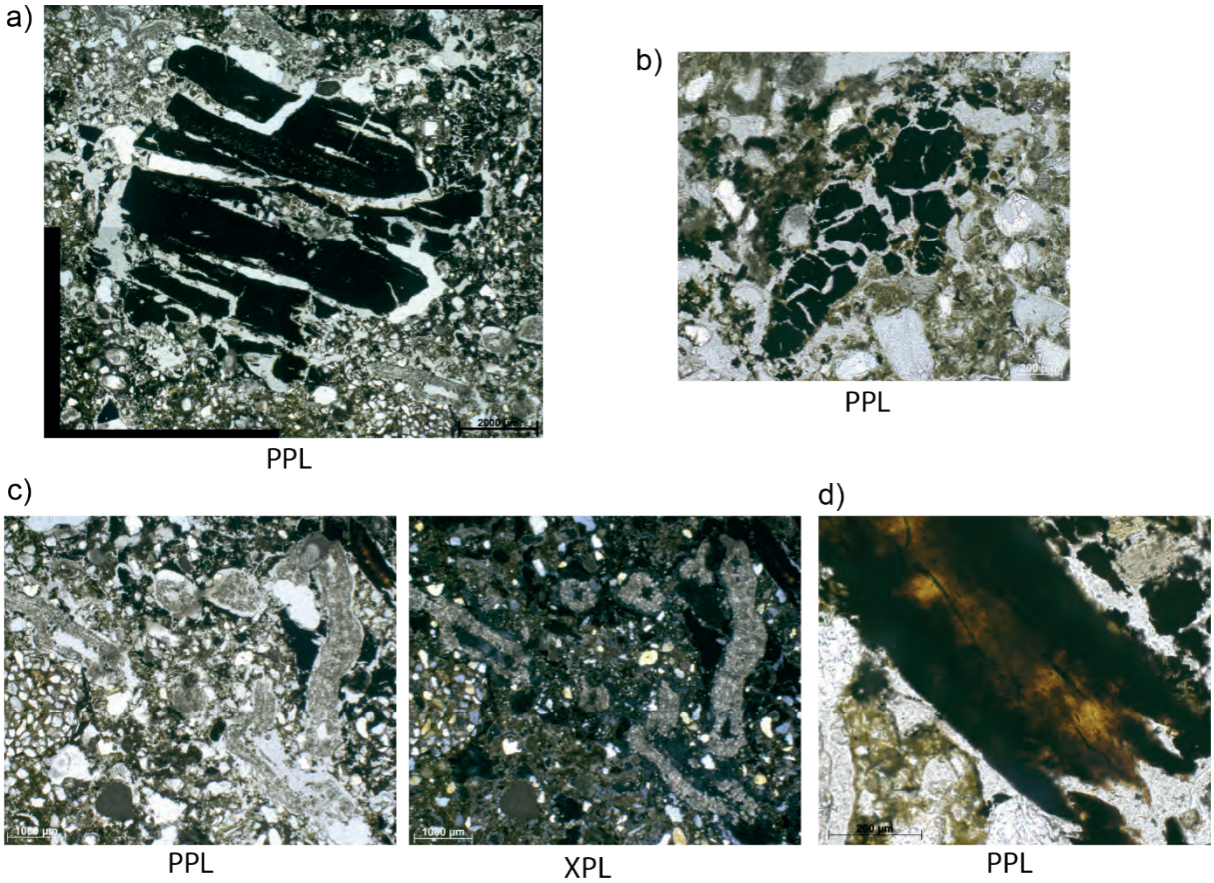



**Figure VI.40:** Les Bossats, lame mince ORMES 14 D28. Constituants du faciès [2]. a) Charbon de bois fragmenté en place. b) Matériau amorphe carbonisé (*char*). c) Calcitisations cytomorphiques en place dans la porosité canaliculaire. d) Os brunifié.

- *Traits pédologiques*

Les traits pédologiques sont semblables à ceux décrits pour le faciès [1] si ce n'est leur fréquence nettement plus importante. Les traits calcitiques, en particulier la formation de calcitisations cytomorphiques dans les chenaux (Figure VI.40c), sont très fréquents. La bioturbation a également été importante comme en atteste l'abondance de déjection et de chenaux produisant la microstructure grumeleuse du faciès.

- *Interprétation*

La forte concentration en résidus de combustion plaide en faveur d'un faciès correspondant initialement à un dépôt de ce type de matériaux. Toutefois, dans la mesure où aucun véritable niveau de sole, matérialisé par des sédiments rubéfiés par exemple, n'est observé il est difficile de trancher entre des dépôts en position primaire ou secondaire.

Celui-ci comporte principalement des charbons de bois de dimensions variables (de quelques µm à plusieurs mm) qui sont souvent fragmentés. Cette fragmentation est en partie post-dépositionnelle comme en attestent les fragments bien accommodés et pourrait éventuellement correspondre à des traces de piétinement (Miller *et al.,* 2010) ou en tout cas de tassement. La

présence dans une moindre mesure d'os brûlés et de quelques *chars* amorphes suggère un fonctionnement ou une utilisation en lien avec des matériaux d'origine animale. L'abondance des traits calcitiques dans ce faciès est sans doute à mettre en lien avec d'une part une forte disponibilité en matériaux calcitiques, et d'autre part des processus de dissolution/précipitation possiblement favorisés par l'activité biologique. Au vu des résidus de combustion présents, il est envisageable que le matériau parental calcitique puisse être des cendres, dissoutes et/ou recristallisées sous forme de calcitisations cytomorphiques (*e.g.* Couchoud, 2003 ; Karkanas *et al.,* 2007 ; Mentzer *et al.,* 2015).

L'importante bioturbation que connaît ce faciès sous l'action de la faune du sol et des racines empêche également l'observation de l'organisation initiale de ce faciès. Ces remaniements ont induit des déplacements à la fois horizontaux, mais aussi verticaux, comme en atteste la présence de résidus de combustion dans la porosité des faciès inférieur et supérieur. Malgré tout, ces processus ont dû rester modérés puisque les éléments fragmentés sont toujours bien accommodés, ou que les traits calcitiques cytomorphiques sont le plus souvent bien structurés.

#### *3.2.1.3. Le faciès supérieur [3]*

- *Microstructure et assemblage*

Le faciès supérieur est affecté par une porosité relativement abondante (chenaux, vides d'entassement) et d'abondants agrégats d'origine biologique (déjections ; Figure VI.38e). Il en résulte une microstructure pouvant être décrite comme grumeleuse et excrémentielle. La porosité estimée de ce faciès est de 11%. L'assemblage des constituants est le plus souvent enaulique. À droite de la lame, la microstructure est plus massive bien que présentant toujours d'abondants chenaux. L'assemblage y est également plus porphyrique.

- *Constituants*

Les constituants minéraux décrits pour le faciès [1] se retrouvent dans le faciès [3]. À la fraction grossière s'ajoutent de nombreux graviers et galets de calcaire qui sont décrits en détail plus loin (cf. *infra*). Ceux-ci sont bien arrondis et de dimensions variables (entre 2 et 47 mm). Le rapport C/f de ce faciès est estimé à 15/85 si l'on fait exception des éléments de plus de 2 mm. Il s'agit donc de limons sableux emballant des graviers et galets calcaires.

Des résidus de combustion et des artefacts sont dispersés dans la masse. Il s'agit notamment de charbons de bois (Figure VI.41b) et de microcharbons indéterminés. Les fragments d'os, brûlés à calcinés ou non, sont fréquents et de dimensions variées (300µm-25mm ; Figure VI.41a)

- *Traits pédologiques*

Les traits pédologiques observés dans ce faciès sont de deux types. D'une part les traits calcitiques, qui sont très abondants, que ce soit sous la forme de revêtements, d'hyporevêtements ou de comblements cytomorphiques. Des revêtements calcitiques, incluant souvent des particules charbonneuses, sont observés dans la porosité et sur les artefacts (Figure VI.41c). Par exemple, un os fragmenté sur place a été scellé par de la calcite micritique qui s'est développée à sa surface et dans ses fractures (Figure VI.41a). D'autre part, l'activité biologique, qu'il s'agisse de la faune du sol ou bien des racines de végétaux, est responsable du creusement et du comblement de chenaux et du brassage des constituants par bioturbation.

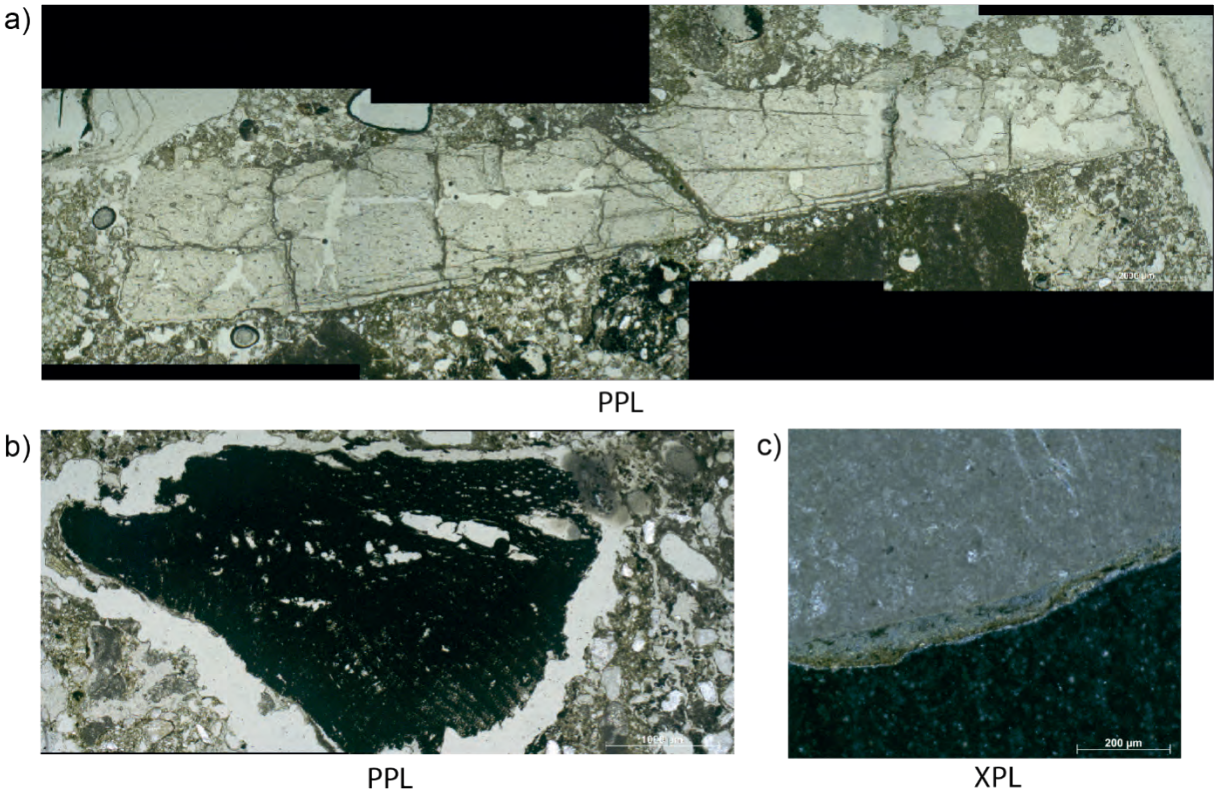



**Figure VI.41:** Les Bossats, lame mince ORMES 14 D28. Constituants du faciès [3]. a) Os calciné et fragmenté en place. Noter que les zones de fracturation sont comblées de calcite. b) Charbon de bois. c) Revêtement calcitique d'un gravier calcaire incluant de particules charbonneuses.

- *Interprétation*

Ce faciès correspond à un mélange d'éléments correspondant à l'emballage sédimentaire du niveau (limon sableux éolien et carbonaté) avec de résidus de combustion et des artefacts archéologiques. La présence de galets calcaires de grandes dimensions correspond aux éléments de la nappe de grave qui caractérise le niveau et ces éléments sont donc également d'origine anthropique. Les résidus de combustion observés sont dominés par les os, souvent altérés thermiquement. Comparativement au faciès [2] les charbons de bois semblent moins fréquents. La fragmentation de certains os s'est faite sur place, comme le démontre le bon accommodement des fragments.

Bien que bioturbée, l'organisation du faciès semble préservée, probablement grâce à une calcitisation rapide qui a lié une bonne part des constituants, « armant » ainsi en quelque sorte le faciès. Les traits biologiques et calcitiques sont malgré tout bien développés, les mouvements verticaux et latéraux de matériel ont donc dû être fréquents. Comme dans le faciès [2], la présence de nombreuses calcitisations cytomorphiques semble indiquer une quantité initiale importante de matériaux cendreux aujourd'hui recristallisés.

### 3.2.1.4. *Les graviers et galets au sommet du faciès [2] et dans le faciès [3]*

Ce sont 25 éléments grossiers d'environ 2 mm et plus qui ont été repérés et numérotés au sommet du faciès [2] et dans le faciès [3] (Figure VI.42 et Tableau VI.14). Ceux-ci on fait l'objet d'une observation poussé en PPL, XPL et OIL afin de déterminer leur nature et d'évaluer leur lien avec le fonctionnement de la structure D28.

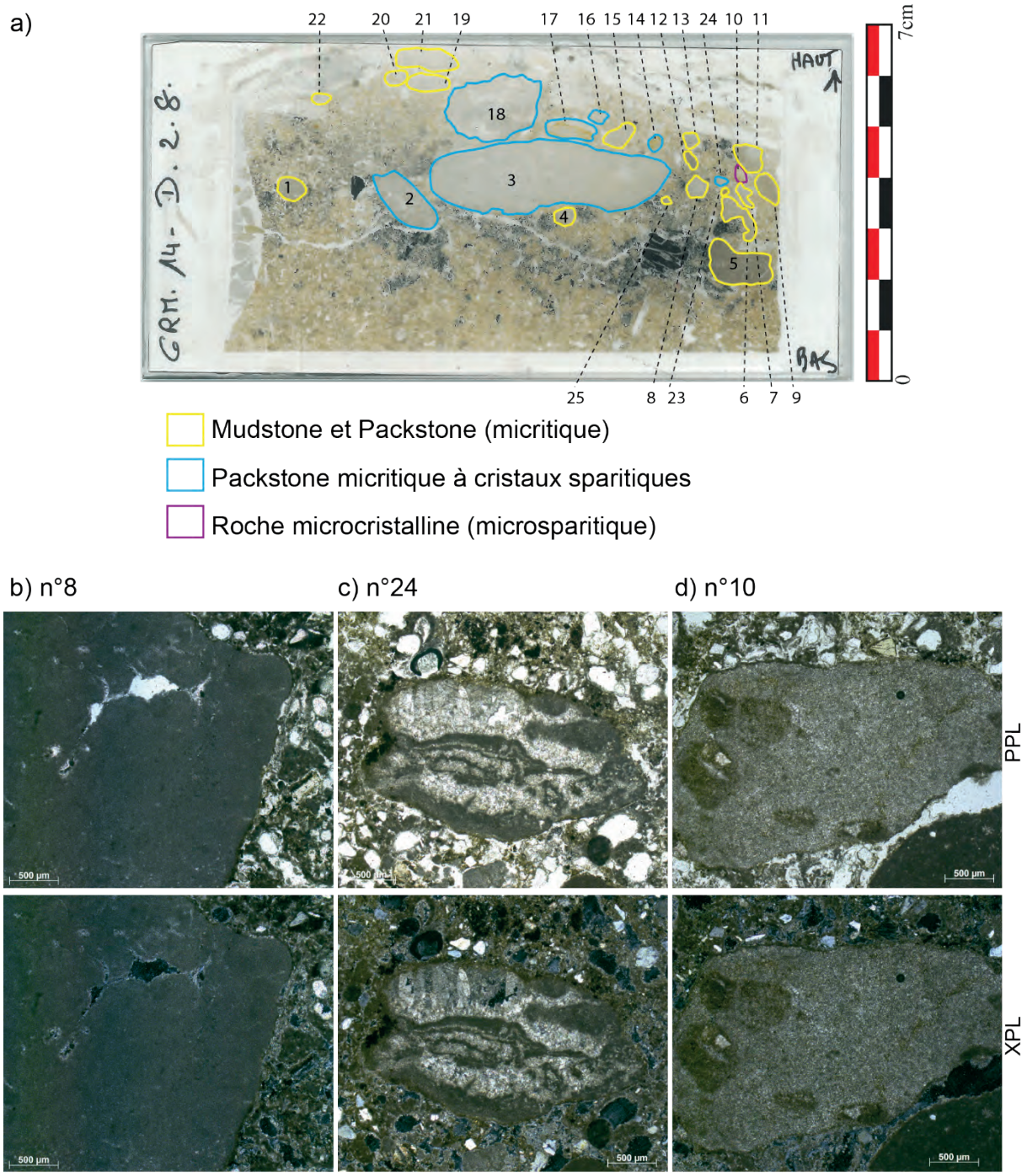



**Figure VI.42:** Les Bossats, lame mince ORMES 14 D28, nature des éléments grossiers calcaires. a) Scan numérique de la lame mince, numérotation et description des éléments grossiers. b) Exemple de mudstone micritique. c) Exemple de mudstone à cristaux sparitique. d) gravier n°10 microcristallin.

| N° | Longueur (mm) | Largeur (mm) | Nature (Dunham, 1962 ; modifié) | Catégorie | Oxydation | Fracturation | Chauffé |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *1* | 5,2 | 4,4 | Mudstone à bioclastes | 1 | non | non | non |
| *2* | 15,4 | 6,7 | Packstone à pelloïdes, cristaux sparitiques abondants | 2 | non | non | non |
| *3* | 47,1 | 14,6 | Packstone à pelloïdes, cristaux sparitiques abondants | 2 | non | oui | oui ? |
| *4* | 4,6 | 3,1 | Packstone à pelloïdes | 1 | non | non | non |
| *5* | 13 | 6,3 | Mudstone à bioclastes | 1 | oui | non | oui |
| *6* | 9,9 | 4,9 | Packstone à pelloïdes | 1 | non | non | non |
| *7* | 5,3 | 2,5 | Packstone à pelloïdes | 1 | non | non | non |
| *8* | 4,4 | 4,2 | Mudstone | 1 | non | non | non |
| *9* | 6,7 | 3,5 | Packstone à pelloïdes | 1 | non | non | non |
| *10* | 3,8 | 2 | Microcristalline (microsparite) | 3 | oui ? | non | oui ? |
| *11* | 6,9 | 5,3 | Packstone à pelloïdes | 1 | non | non | non |
| *12* | 3,9 | 2,1 | Mudstone | 1 | oui | non | oui |
| *13* | 2,9 | 2,4 | Packstone à pelloïdes | 1 | oui ? | non | oui ? |
| *14* | 3,5 | 2,4 | Packstone à pelloïdes, cristaux sparitiques abondants | 2 | oui | oui | oui |
| *15* | 5,9 | 3,9 | Packstone à pelloïdes | 1 | non | non | non |
| *16* | 3,7 | 2,2 | Mudstone, cristaux sparitiques abondants | 2 | non | non | non |
| *17* | 10,1 | 3,9 | Packstone à pelloïdes, cristaux sparitiques abondants | 2 | oui ? | non | oui ? |
| *18* | 19,8 | 12,2 | Packstone à pelloïdes, cristaux sparitiques abondants | 2 | non | non | non |
| *19* | 8,1 | 3,3 | Mudstone | 1 | non | non | non |
| *20* | 3,5 | 3,1 | Mudstone | 1 | oui ? | non | oui ? |
| *21* | 12,1 | 4,3 | Mudstone | 1 | non | non | non |
| *22* | 3,7 | 2,3 | Mudstone | 1 | non | non | non |
| *23* | 1,7 | 1,3 | Mudstone | 1 | oui | non | oui |
| *24* | 2,6 | 1,6 | Packstone à pelloïdes, cristaux sparitiques abondants | 2 | non | non | non |
| *25* | 1,8 | 1,6 | Mudstone | 1 | oui ? | non | oui ? |

**Tableau VI.14:** Les Bossats, lame mince ORMES 14 D28. Principaux caractères des éléments grossiers calcaires.

- *Description et nature des éléments grossiers :*

Il s'agit en totalité de roches calcaires pouvant être subdivisées en 3 catégories (Figure VI.42 et Tableau VI.14):

– La première, la plus abondante (17 sur 25, 68%), correspond à des mudstones et packstones micritiques (Figure VI.42b), comportant rarement des bioclastes. La porosité de ces éléments est peu abondante. Lorsqu'elle existe, elle peut contenir des cristaux de calcite de petites dimensions (micrite). Ce sont des roches gris pâle à foncé lorsqu'elles sont observées en section à l'œil nu, gris foncé en PPL, brun/gris en XPL et gris/beige en OIL. Leur morphologie est arrondie à sub-arrondie et leurs dimensions hétérogènes n'évoquent pas de tri particulier (1.7 à 12.1 mm de longueur).

– La seconde représente 28% des éléments grossiers (7 sur 25). Il s'agit de packstones

micritiques présentant d'importantes zones de cristallisation de calcite de grandes dimensions (sparite, c 50 µm ; Figure VI.42c). Ces roches sont également grises lors de l'observation directe de la section, grises en PPL, brun/gris en XPL et grise/beige en OIL. Cependant, les zones riches en cristaux sparitiques induisent de fortes réfringences. La morphologie de ces éléments est également arrondie, de même que leurs dimensions variables ne traduisent pas de tri particulier (2.6 à 47.1 mm). Il s'agit donc également de calcaire, peut-être à inclure dans la variabilité de ceux décrits précédemment.

– Enfin, un élément (n°10 ; Figure VI.42d) se démarque clairement de ces deux premières catégories. Il s'agit d'une roche à structure microcristalline homogène composée de petits cristaux de sparite (10 à 20 µm : microsparite). De couleur grise en observation à l'œil nu et en PPL, c'est en XPL et OIL que le caractère microcristallin de cette roche est le mieux perceptible du fait de la réfringence élevée des microsparites. Il s'agit donc là aussi d'une roche carbonatée, cependant il est difficile de dire s'il s'agit d'une autre variation des calcaires mentionnés plus haut, ou bien d'un autre type de roches carbonatées (calcaire/calcite de Fontainebleau par exemple).

Du point de vue de la détermination de ces éléments grossiers, cette première analyse livre une image globalement homogène, avec uniquement des éléments calcaires correspondant bien aux observations de terrain. Une détermination géologique plus fine doit cependant pouvoir être obtenue par une véritable étude pétrographique et l'observation d'échantillons de référence.

Ces éléments mesurent en moyenne 8.2x4.2 mm, bien que dans l'absolu la mesure d'objets en lame mince demeure relativement imparfaite, car dépendante du plan dans lequel la section a été faite (Stoops, 2003). Malgré tout, la comparaison avec les autres lames minces en notre possession et les observations de terrain laissent transparaître que ces éléments grossiers sont largement plus grands que ceux qui ont pu être repérés dans les niveaux naturels sous- et sus-jacents au locus gravettien (rares sables grossiers et graviers calcaires).

- *Altération thermique*

Du fait de leur position au sein de la structure D28, la question de leur relation avec le fonctionnement d'un foyer s'est légitiment posée. La détermination de l'altération thermique des roches calcaires, et de son degré a fait l'objet d'un certain nombre de travaux (*e.g.* Wattez, 1992 ; Soler Mayor, 2003a et b ; March *et al.*, 2006 ; Lucquin, 2007 ; Ferrier *et al.*, 2014). Un programme de recherche sur cette question est également en cours d'élaboration avec G. Dumarçay (cf. Partie VI.2.1.4). Nous nous contenterons ici de deux caractères facilement observables en lames minces : les variations de couleurs et la fracturation. La première est liée à l'oxydation des éléments ferreux présents dans la roche tandis que la seconde correspond aux contraintes mécaniques liées aux changements de température lors de la chauffe et du refroidissement.

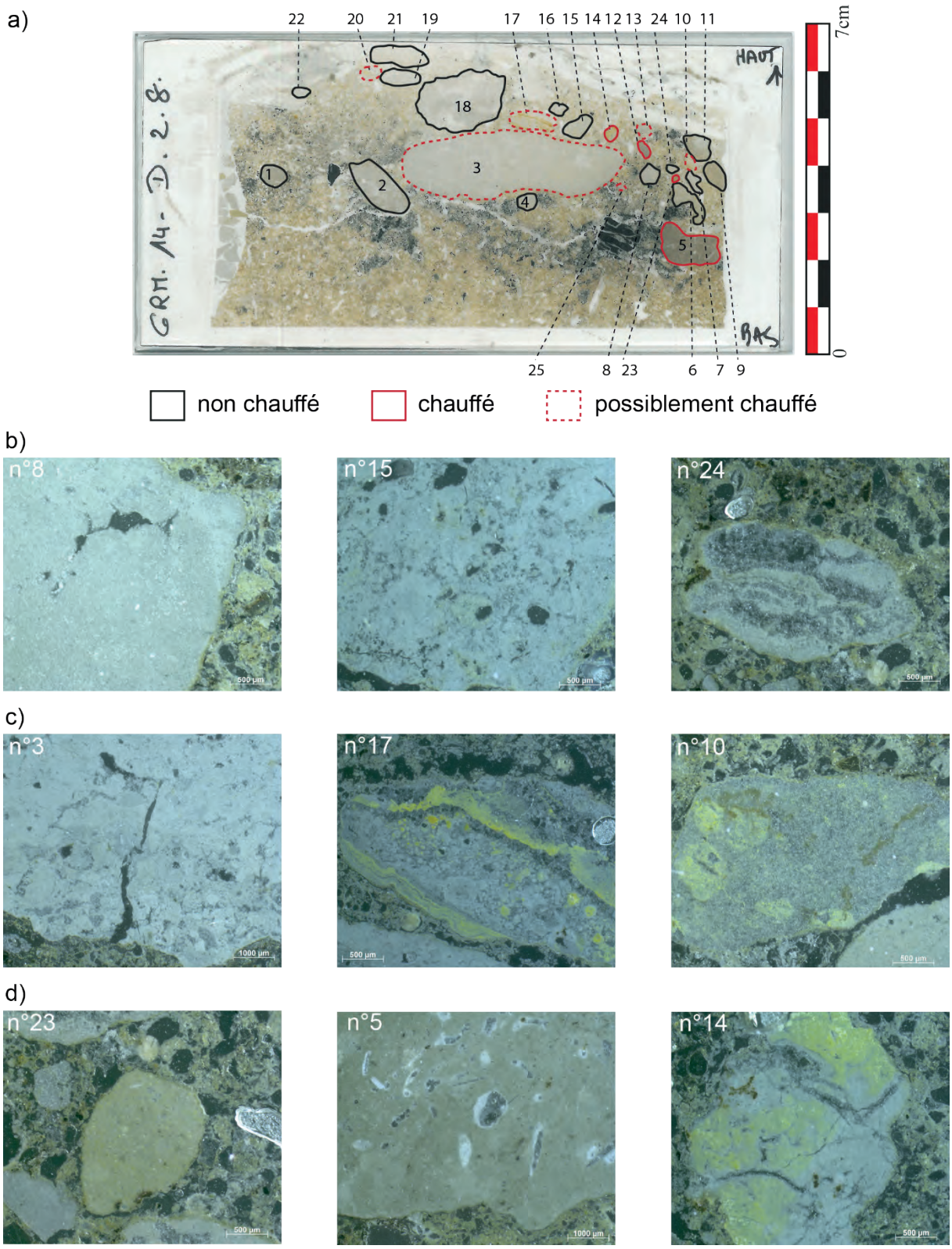



**Figure VI.43:** Les Bossats, lame mince ORMES 14 D28. Altération des éléments grossiers calcaires. a) Scan numérique annoté de la lame mince. b) Non altérés. c) Possiblement altérés (fracturation ou oxydation limitée). c) Altérés (oxydation importante, fracturation ; toutes les microphotographies sont prises en OIL).

L'observation à l'œil nu de la lame mince (Figure VI.43a) montre une gamme de couleurs dominée par les gris (18 sur 25). Cependant certains éléments présentent une teinte nettement plus foncée (n°5 et 12), des taches orangées (n°10, 14, 17 et 20) ou une teinte tirant uniformément sur le rose/orange (n°23).

En PPL et XPL, ces variations colorimétriques sont moins marquées. Tout au plus peut-on noter des zones plus sombres correspondant aux taches orangées observées directement sur la section. Les observations en OIL sont plus parlantes (Figure VI.43b, c et d). Plusieurs types d'éléments peuvent être distingués par ce mode d'observation : des éléments présentant une couleur blanchâtre à beige uniforme, une couleur blanchâtre à beige avec des taches jaunes à noires, une couleur grise à orangé uniforme. Ces différences en OIL s'expliquent par la présence variable d'oxydes métalliques au sein de la matrice de ces éléments grossiers. Cette variabilité peut elle-même être expliquée par l'altération thermique ou non de ces éléments.

Notons enfin que hormis dans le cas des éléments grossiers n°3 et 14 (Figure VI.43c et d), aucune fracture pouvant être liée à une altération thermique n'a été observée. Même dans le cas de ces deux éléments, ces fractures sont somme toute limitées. Signalons dans le même registre un ensemble de petits fragments calcaires anguleux au-dessus du n°5, mais ne pressentant pas de stigmate de chauffe par ailleurs.

En fonction de ces critères, 14 éléments grossiers (56%) ne présentent pas de traces évoquant une possible altération thermique (Tableau VI.14 et Figure VI.43b). Sept éléments (28%), présentant des plages d'oxydation réduites ou une faible fracturation (Figure VI.43c), pourraient avoir été légèrement chauffés, mais le peu de stigmates observés incite à la prudence. Enfin, 4 éléments (16%) présentent des traces claires d'altération thermique sous la forme d'une oxydation significative, perceptible en observation directe, mais surtout en OIL (Figure VI.43d).

#### 3.2.1.5. Synthèse

La lame mince ORM14 D28 a permis de documenter une succession de 3 faciès au sein de la structure D28. Ceux-ci correspondent à :

- L'encaissant naturel limono-sableux dans lequel sont intégrés quelques résidus de combustion et de rares agrégats de sédiment rubéfié
- Un niveau de charbon de bois, de résidus cendreux recristallisés et des os brûlés
- Une couche de galets et graviers calcaires mêlés à des résidus de combustion

Aucun véritable niveau de sole de sédiments rubéfiés n'a été observé. Toutefois, des sédiments rubéfiés sont observés en position secondaire. Compte tenu de l'organisation générale de la structure sur le terrain, et de la superposition des faciès observés en lame mince, il est possible d'envisager au moins deux hypothèses à propos de cet ensemble:

- Si l'on considère que la structure D28 est bien un foyer en place, l'absence de thermoaltération du sédiment sous-jacent peut s'expliquer, en plus des phénomènes post-dépositionnels, par une température insuffisante pour oxyder suffisamment la fraction fine limoneuse. Cependant, l'étude d'autres échantillons (cf. *infra* : Zone B ou E/F-22) avec le même type de substrats montre que celui-ci est tout à fait susceptible d'être oxydé. Il faut alors peut-être envisager un fonctionnement très court et/ou très peu intense pour expliquer cette absence de rubéfaction.
- Malgré l'aspect de la structure sur le terrain qui évoque un foyer, il est aussi possible qu'il ne s'agisse que d'une structure secondaire. Dans ce cas, l'absence de thermoaltération de l'encaissant indiquerait un rejet bien circonscrit de résidus de combustion dans le $m^2$ D28.

Quoi qu'il en soit, les résidus de combustion indiquent l'existence d'un foyer ayant principalement fonctionné avec du bois comme combustible. Toutefois des os brûlés sont également présents, ainsi que quelques *chars* amorphes, ce qui suggère un fonctionnement et/ou une utilisation impliquant des ressources animales.

Enfin, la couche de galets et graviers calcaires qui comblent la structure paraît relativement peu affectée par la combustion. Elle intègre, certes, des résidus de combustion et quelques graviers oxydés, mais ces indices paraissent ténus pour étayer un éventuel fonctionnement impliquant un recouvrement de galets.

### *3.2.2. La Zone A de B/C/D-29/30*

La Zone A de B/C/D-29/30 est documentée par 5 lames minces réalisées à partir de deux prélèvements orientés. Les quatre lames de ORM12 B29 (18) a, b, c et d, sont complémentaires puisqu'elles correspondent au découpage d'un même bloc. Cependant, en raison de leurs petites dimensions (45* 60 mm) et d'artefacts de fabrication (inclusions d'abrasif donnant un aspect « poussiéreux »), une autre lame mince, de grand format cette fois-ci (70*140mm) a été réalisée à partir d'un autre bloc : ORM 13 B29. Cette autre lame permet, en outre, de renseigner une autre partie de la Zone A (Figure VI.37). Ces différentes lames minces ont permis de documenter 3 faciès différents ([1], [2] et [3] ; Figure VI.44 et Figure VI.45) reconnus sur la base de leurs natures sédimentaires et de leurs constituants.

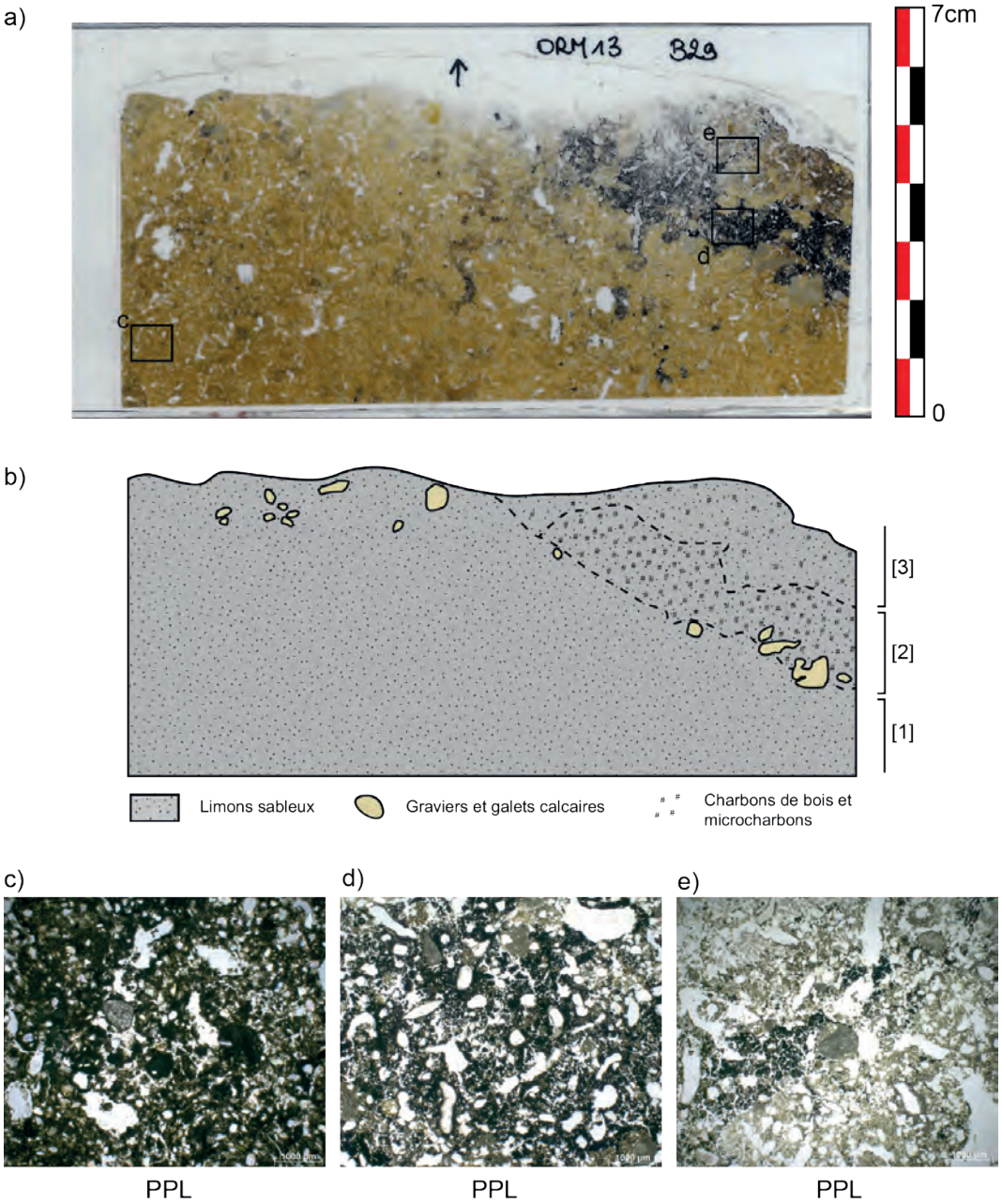



**Figure VI.44:** Les Bossats, lame mince ORM 13 B29. a) Scan numérique de la lame mince et localisation des microphotographies. b) Schéma descriptif des principaux faciès et traits observés. c) Limon sableux massif ; assemblages porphyriques ; porosité essentiellement canaliculaire. d) Charbons de bois et microcharbons mêlés à des limons sableux ; microstructure grumeleuse/excrémentielle e) Limons sableux mêlés de charbons ; microstructure massive/canaliculaire.

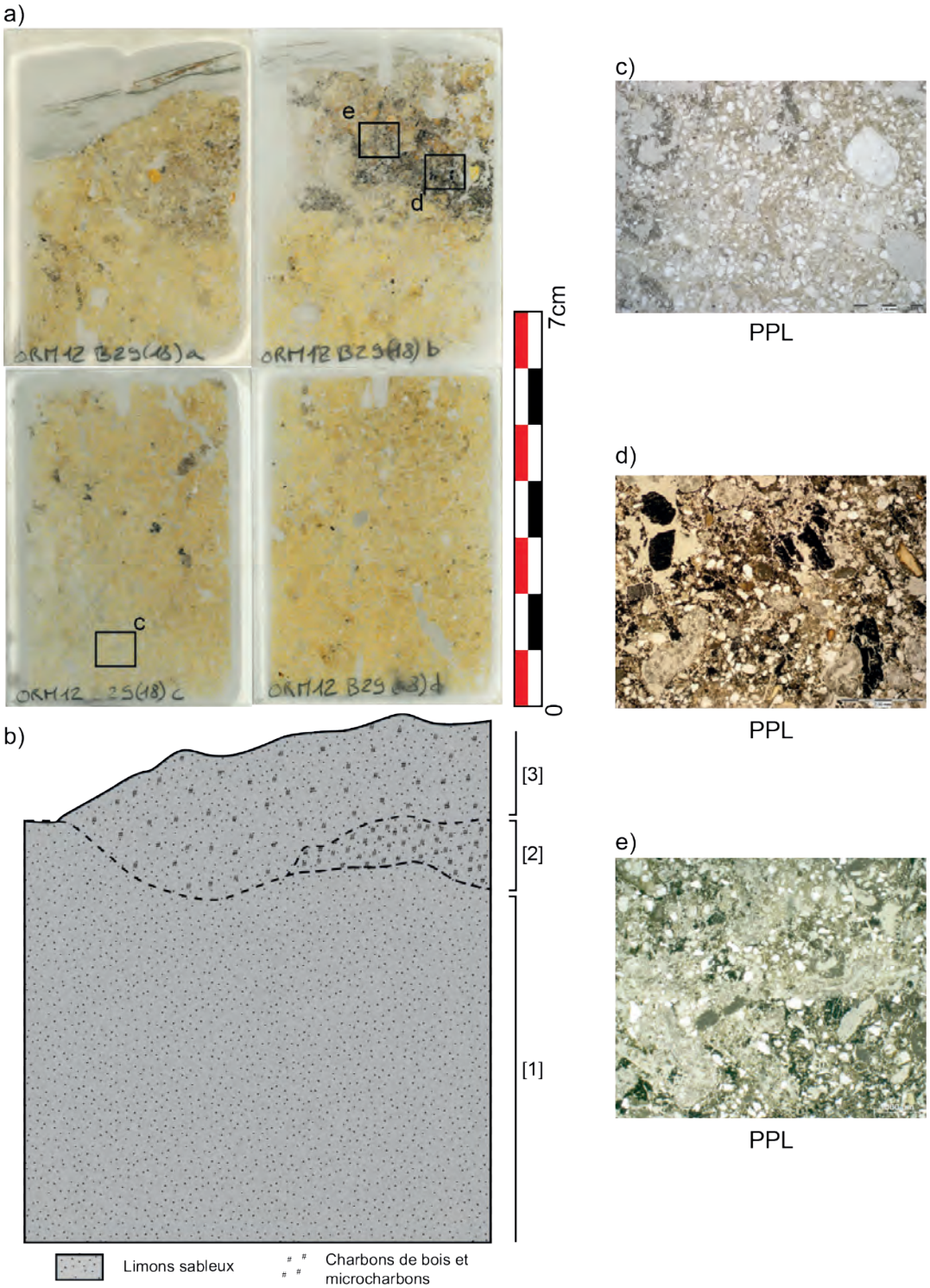



**Figure VI.45:** Les Bossats, lames minces ORM12 B29 (18), a, b, c et d. a) Scan numérique des lames minces et localisation des microphotographies. b) Schéma descriptif des principaux faciès et traits observés. c) Limon sableux massif ; assemblages porphyriques ; porosité essentiellement canaliculaire. d) Charbons de bois et microcharbons mêlés à des limons sableux ; microstructure grumeleuse/excrémentielle e) Limons sableux mêlés de charbons ; microstructure massive/canaliculaire, noter les nombreuses calcitisations cytomorphiques.

#### 3.2.2.1. *Le faciès encaissant [1]*

- *Microstructure et assemblage*

La microstructure de faciès [1] est massive bien que de fréquents chenaux soient observés (Figure VI.44c et Figure VI.45c). Ils sont la principale cause de la porosité qui est évaluée à environ 10% (valeur moyenne des différentes lames minces). L'assemblage des constituants est de type porphyrique, avec un espacement simple à double.

- *Constituants*

La fraction grossière est constituée essentiellement de sables de quartz très fins à moyens (50-400µm, mode autour de 200 µm), sub-angulaires à arrondis et bien triés. De rares éléments de plus grandes dimensions sont également présents. Il s'agit de sables grossiers et de graviers calcaires (800µm-2 mm, très exceptionnellement jusqu'à 8 mm) bien arrondis. Quelques fragments de coquilles de gastéropode sont également observés. Tous ces éléments grossiers sont répartis aléatoirement dans la masse, mais les graviers calcaires sont malgré tout plus nombreux au sommet du faciès sur la lame mince ORM 14 B29 (Figure VI.44a). La fraction fine quant à elle est limoneuse et carbonatée. Sa couleur est d'une teinte brune à grisâtre en lumière naturelle, en OIL elle est grisâtre à jaune. Sa b-fabrique est de type indifférencié et calcitique. Le rapport C/f entre les deux fractions est d'environ 30/70, ce faciès correspond donc à des limons sableux.

Des artefacts, notamment des résidus de combustion sont également observés dans ce faciès. Il s'agit principalement de charbons de bois, de microcharbons et de fragments d'os souvent brûlés. Le plus souvent, ces éléments sont associés aux traits biologiques, mais ils sont parfois intégrés à la masse (Figure VI.46a et b).

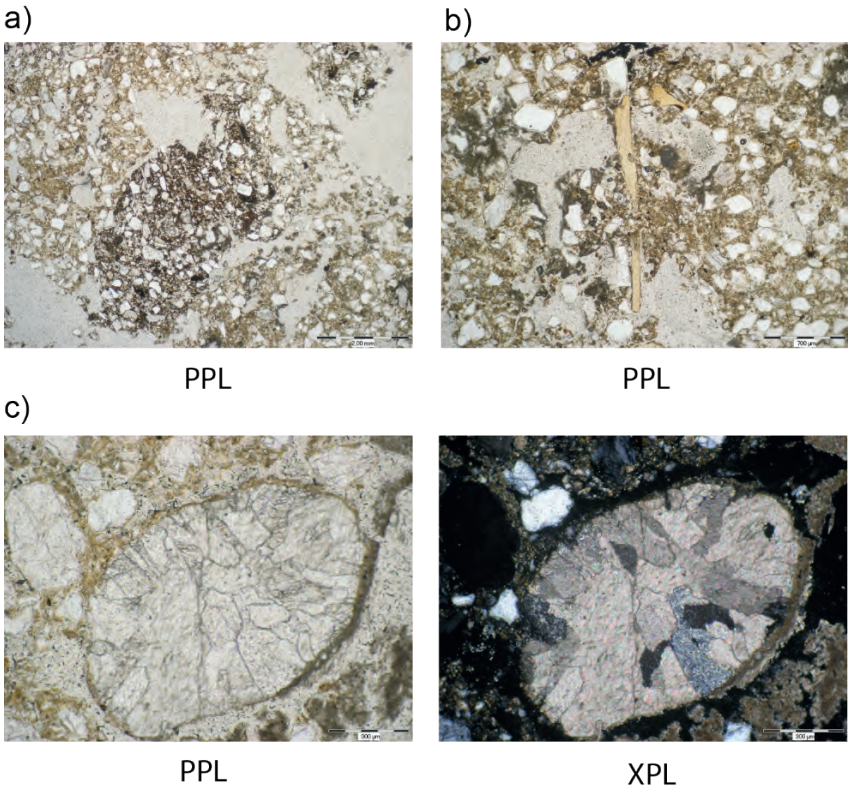



**Figure VI.46:** Les Bossats, lame mince ORM12 B29 (18) c, faciès [1]. a) Pelote de déjection enrichie en résidus de combustion (microcharbons). b) Fragments d'os brûlés dans un chenal. c) Granule calcitique de vers de terre.

- *Traits pédologiques*

Les traits calcitiques sont abondants, ils correspondent le plus souvent à des revêtements ou des hyporevêtements de la porosité. Les traits d'origine biologique, également fréquents, sont liés au creusement et au comblement de chenaux par la mésofaune et les racines. Les déjections qui comblent ces chenaux et s'intègrent progressivement à la masse sont parfois considérablement enrichies en résidus de combustion (charbons de bois, microcharbons, os brûlés ; Figure VI.46a et b) ou peuvent également être oxydées (teinte rougeâtre en OIL). La fréquence de ce type de traits diminue en profondeur. Des granules de calcite signant le passage de vers de terre sont également observées (Figure VI.46c).

- *Interprétation*

Ce faciès correspond à la formation naturelle supportant le niveau gravettien. La présence de petits graviers calcaires permet d'évoquer des apports locaux par exemple *via* des phénomènes de ruissellement. Ces sédiments sont assez peu évolués d'un point de vue pédologique, bien que les traits calcitiques et biologiques soient non négligeables. L'incorporation d'éléments anthropiques est imputable à l'activité de la faune du sol et des racines (bioturbations). Ce sont majoritairement des résidus de combustion identiques à ceux des faciès sus jacents qui sont remobilisés au sein du faciès [1].

#### *3.2.2.2. Le faciès charbonneux [2]*

- *Microstructure et assemblage*

La microstructure de ce faciès est de nature grumeleuse en raison d'abondants chenaux et vides d'entassement (Figure VI.47a). Une bonne part de cette microstructure résulte de l'entassement de pelotes de déjection et peut donc en conséquence également être considérée comme excrémentielle. L'assemblage des constituants est de type enaulique, avec un espacement simple à double en raison des abondants vides d'entassement. La porosité est importante au sein de ce faciès. Du fait de sa faible épaisseur, elle a été mesurée conjointement à celle du faciès [3]. Le résultat moyen pour les différentes lames minces est de 14%. Cependant en appliquant la même méthode à une microphotographie du faciès [2] uniquement (Figure VI.47b), la porosité estimée est sensiblement plus importante (22%)

- *Constituants*

Les constituants grossiers de ce faciès sont essentiellement des fragments de charbons de bois (Figure VI.48a et b), angulaires à arrondis lesquels sont souvent dépourvus de toute structure interne. Des sables de quartz très fins à moyens (la plupart autour de 200 µm), sub-angulaires à arrondis, les accompagnent. De rares morceaux angulaires de roche siliceuse microcristalline (silex) et des fragments d'os parfois brûlés complètent cette fraction. La fraction fine est constituée de microcharbons et de matériaux limoneux carbonatés. Le rapport entre les différentes fractions est relativement délicat à définir en raison de la difficulté à délimiter les masses charbonneuses amorphes. Il est en effet difficile de décrire ce faciès en termes sédimentaires puisque la majeure partie de ces constituants sont d'origine anthropique. Il s'agit *in fine* de matériaux charbonneux variés mêlés à de rares limons sableux.

- *Traits pédologiques*

Les traits liés à l'activité biologique sont très marqués au sein de ce faciès. Il s'agit en premier lieu de nombreux chenaux creusés par la mésofaune et/ou les racines. Leur comblement par des pelotes de déjection est également très fréquent. Ces deux phénomènes sont responsables de la microstructure générale du faciès, mais également d'un important brassage des constituants organiques (charbon notamment). Par conséquent ceux-ci sont très fragmentés ce qui rend leur détermination ardue. La présence de quelques granules de calcite indique que des vers de terre sont, au moins en partie, responsables de ces phénomènes. Les déjections comblant la porosité peuvent reprendre des matériaux caractéristiques du faciès [2], mais sont aussi régulièrement constituées de matériaux similaires à ceux du faciès [1] ou du faciès [3]. Les traits en lien avec la calcite sont également marqués. La formation de revêtements et de comblements de la porosité est ainsi fréquente. Par endroits, on observe des cristaux sparitiques (30-100µm) qui s'apparentent à des calcitisations cytomorphiques organisées (ORM12 B29 (18)b ; Figure VI.49b) ou non (ORM13 B29 ; Figure VI.49a).

- *Interprétation*

Ce faciès correspond à une forte concentration de résidus de combustion. Les constituants minéraux « naturels » (sables, limons) en sont quasiment absents ce qui lui confère une origine essentiellement anthropique. Cependant ce dépôt paraît peu structuré et a, de plus, subi d'intenses processus de bioturbation. Il est donc fort probable qu'il s'agisse de résidus de combustion en position secondaire.

Les processus post-dépositionnels qui ont affecté ces matériaux semblent avoir été intenses, comme le montrent la microstructure excrémentielle, la porosité abondante et la forte fragmentation des charbons. L'abondance de calcitisations cytomorphiques pourrait indiquer un stock initial de calcite, éventuellement des cendres, aujourd'hui recristallisées (*e.g.* Couchoud, 2003 ; Karkanas *et al.*, 2007 ; Mentzer *et al.*, 2015). Enfin, les processus biologiques sont également à l'origine de déplacements horizontaux et verticaux qui conduisent à la fois à l'intégration de matériaux des faciès supérieur et inférieur, mais également à l'atténuation des limites entre ces faciès.

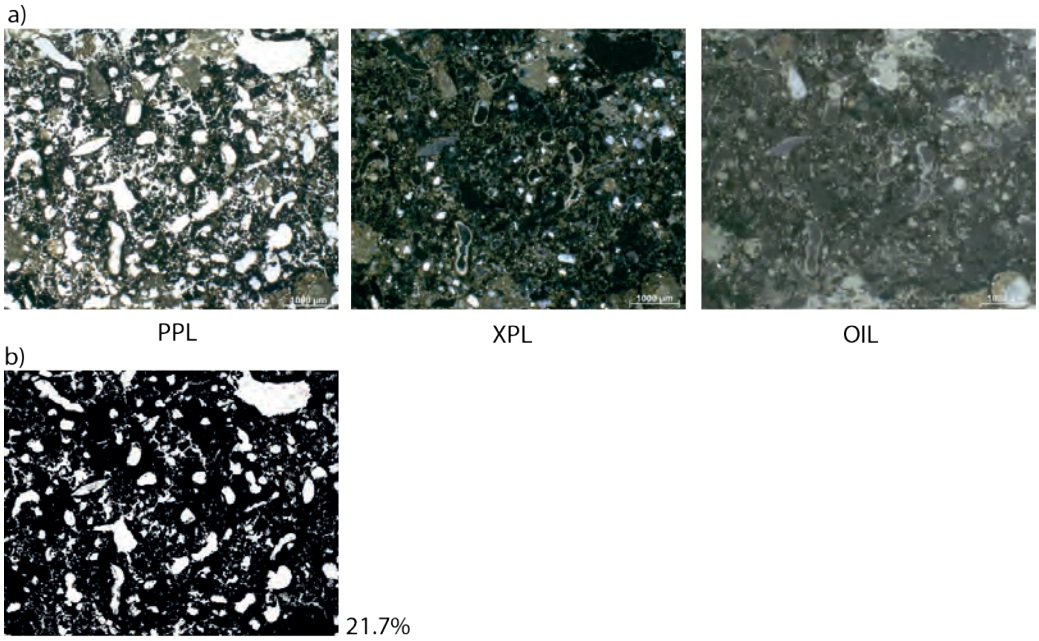



**Figure VI.47:** Les Bossats, lame mince ORM13 B29, faciès [2]. a) Microstructure grumeleuse et excrémentielle présentant une forte porosité. b) Estimation de la porosité à l'aide du logiciel ImageJ.

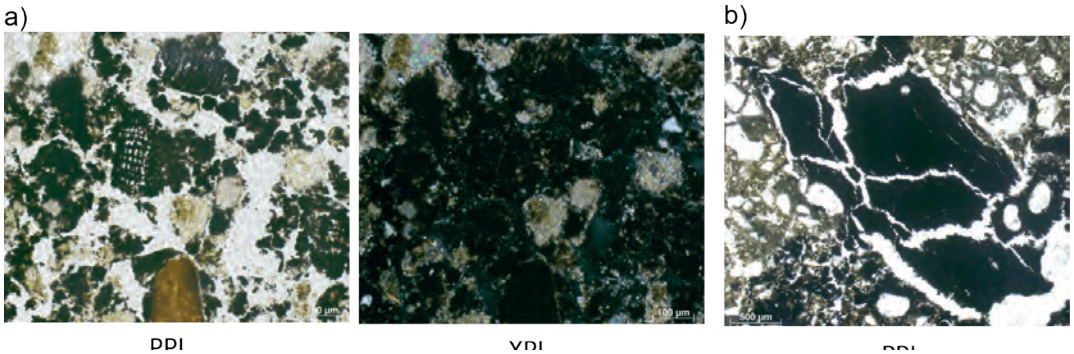



**Figure VI.48:** Les Bossats, lame mince ORM13 B29, faciès [2]. a) Constituants organisés aléatoirement : charbons, microcharbons et masses charbonneuses amorphes, os brûlés, etc. Noter la faible quantité de constituants minéraux hormis les concentrations de calcite. b) Détail d'un charbon de bois fragmenté sur place.

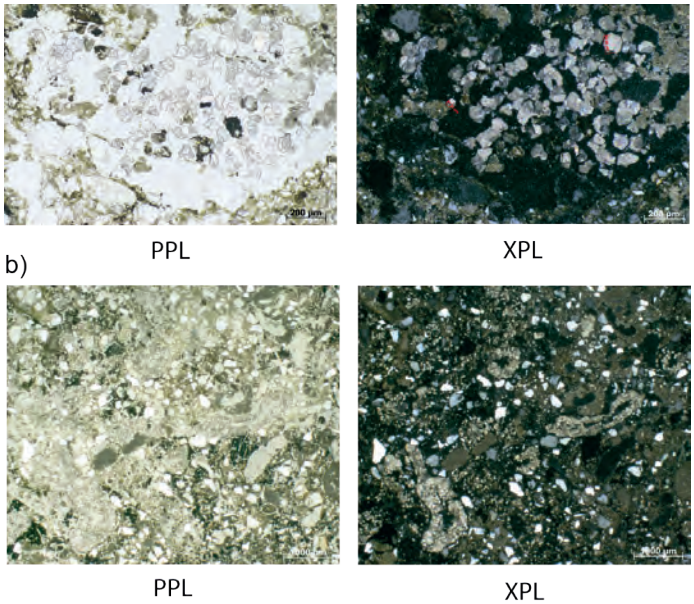



**Figure VI.49:** Les Bossats, lame mince ORM13 B29 et ORM12 B29 (18)b, faciès [2]. a) Calcitisations cytomorphiques désorganisées. b) Calcitisations cytomorphiques organisées.

#### *3.2.2.3. Le faciès supérieur [3]*

- *Microstructure et assemblage*

La microstructure du faciès [3] est relativement massive bien que la porosité, essentiellement canaliculaire, soit bien marquée (Figure VI.50a). Cependant, par endroits on constate que cette microstructure semble résulter de la « fusion » d'agrégats arrondis. De même, la microstructure peut localement prendre un aspect plus grumeleux. L'assemblage des constituants est majoritairement de type porphyrique. La porosité est difficile à quantifier en raison de la faible étendue de ce faciès documenté sur les échantillons. L'estimation effectuée conjointement avec le faciès [2] a livré un résultat moyen de 14%, mais on peut noter que la porosité du faciès [3] est moins développée que celle du faciès [2] comme le montre l'estimation effectuée sur une microphotographie du faciès (11% ; Figure VI.50b, à comparer avec Figure VI.47b).

- *Constituants*

Les constituants grossiers sont principalement des sables très fins à moyen (50-500µm, mode autour de 200 µm) de quartz. Ils sont sub-arrondis à arrondis. Des sables grossiers et de graviers (0.8 à 4 mm) de calcaire les accompagnent. Ils sont également généralement bien arrondis et présentent parfois en OIL des traces d'oxydation. Ces éléments calcaires sont en particulier observés sur les lames ORM12 B29 (18) a et b (Figure VI.51a et b). Les constituants fins sont de type limoneux carbonaté. Ils sont de couleur marron en PPL. En OIL certaines zones sont de teinte brune à orangée (Figure VI.50a). On observe de manière générale que cette fraction fine est riche en microparticules charbonneuses.

De nombreux résidus de combustion sont intégrés à cette masse. Il s'agit à la fois de charbons de bois et d'os brûlés (Figure VI.51c) ainsi que de cristaux de calcite (micrite et sparite). Un grain opaque en PPL présente une couleur rouge très vif en OIL (Figure VI.51d). Il pourrait s'agir d'un matériau constitué en grande partie d'oxyde de fer (hématite ?).

- *Traits pédologiques*

Les traits observés sont similaires à ceux du faciès [2], à savoir : une forte activité biologique et d'importants traits calcitiques. Les premiers expliquent à la fois la variabilité de la microstructure, mais également l'intégration, sous forme de déjections, de constituants identiques à ceux des faciès [1] ou [2]. Les seconds, notamment sous la forme de calcitisations cytomorphiques en place ou remaniées, sont abondants au sein de la porosité.

- *Interprétation*

Ce faciès correspond à des sédiments sablo-limoneux enrichis en résidus de combustion (os brûlés, charbons et microcharbons notamment). Localement, les constituants minéraux paraissent avoir été oxydés. Toutefois, ces éléments sont répartis de manière aléatoire, sans doute en raison des phénomènes de bioturbation abondamment observés. En conséquence, ce faciès semble résulter du mélange de matériaux sédimentaires, altérés thermiquement ou non, avec des résidus de combustion. Il semble peu probable qu'il s'agisse véritablement d'un niveau de sole, même très perturbé.

Les processus post-dépositionnels, en particulier ceux d'origine biologique, ont induit, comme pour les faciès sous-jacents, des déplacements verticaux et horizontaux de matériaux. Ce phénomène rend la limite inférieure du faciès extrêmement diffuse.

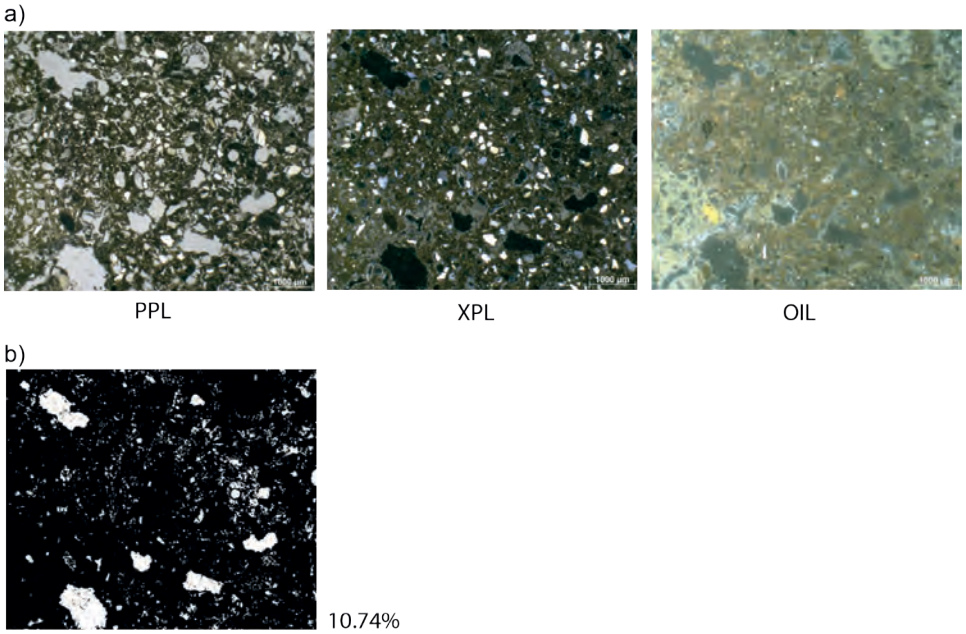



**Figure VI.50:** Les Bossats, lame mince ORM13 B29, faciès [3]. a) Microstructure massive et canaliculaire résultant de l'aggradation et de l'homogénéisation d'agrégats arrondis. b) Estimation de la porosité à l'aide du logiciel ImageJ.

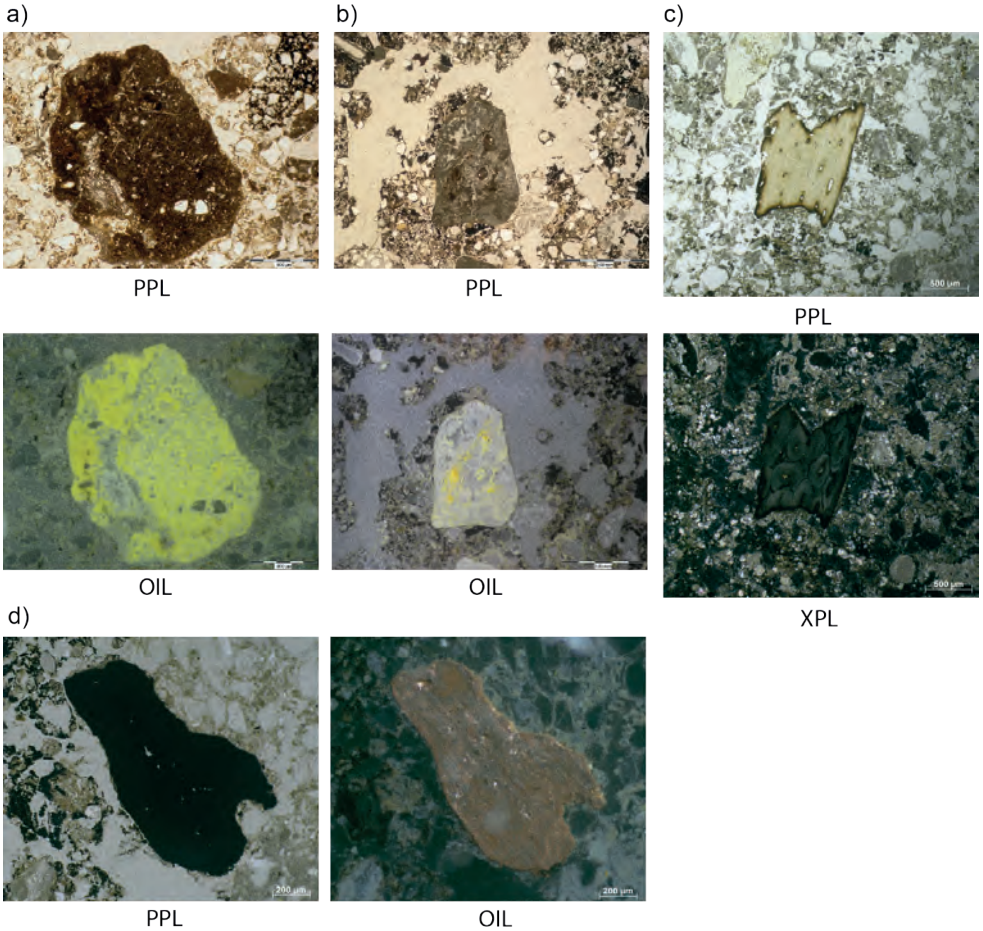



**Figure VI.51:** Les Bossats, lame mince ORM13 B29 et ORM12 B29 (18)a et b, faciès [3]. a) Gravier calcaire oxydé. b) Gravier calcaire partiellement oxydé. c) Fragment d'os brûlé. d) Grain riche en oxyde de fer (hématite?).

#### *3.2.2.4. Synthèse*

Les lames minces ORM12 B29 (18) a, b, c et d et ORM 13 B29 provenant de la Zone A de l'aire B/C/D-29/30 nous ont permis de décrire trois faciès :

- [1], le faciès encaissant s'apparentant aux limons sableux déjà décrits ici (cf. *infra* et *supra*) et par F. Sellami et H.-G. Naton (Rapports ORM 2010, 2015 et 2016). Ceux-ci correspondent à des sédiments lœssiques peu évolués qui intègrent ponctuellement des résidus de combustion *via* des bioturbations.
- [2] un niveau formé en très grande partie de résidus de combustion : charbon de bois, os brûlés, microcharbons et probablement recristallisations cendreuses. Celui-ci est fortement bioturbé.
- [3], un faciès présentant des similarités avec l'encaissant, mais qui intègre par bioturbation de nombreux résidus de combustion et des sédiments oxydés. Ces derniers peuvent, compte tenu du contexte être interprété comme les matériaux issus de la remobilisation d'une sole de foyer.

Sur le plan micromorphologique, la Zone A correspond donc à une dépression au sein de l'encaissant limono-sableux du locus comblé de résidus de combustion variés. Les constituants minéraux de l'encaissant ne présentent aucune trace évidente suggérant leur altération thermique. Les deux faciès sus-jacents incluent de nombreux éléments en lien avec une (ou plusieurs) structure(s) de combustion et notamment des charbons de bois pour le faciès [2] et également des limons et calcaires rubéfiés pour le faciès [3]. Dans ce dernier faciès, les résidus de combustion semblent malgré tout remaniés et mêlés à des limons sableux similaires à ceux de l'encaissant, ce qui pourrait témoigner du recouvrement du niveau archéologique par les apports éoliens de la phase 12 (Naton *in* Rapports ORM 2015 et 2016).

Ce type d'organisations verticales évoque une vidange de foyer avec dans un premier temps le rejet des résidus de combustion puis un curage plus poussé de la sole. Malgré tout, les importants processus post-dépositionnels observés, notamment en lien avec l'activité biologique, incitent à considérer avec prudence les hypothèses basées sur l'organisation initiale de ces faciès.

### 3.2.3. La Zone B de B/C/D-29/30

Cette partie de l'aire structure B/C/D-29/30 est renseignée par une lame mince de grandes dimensions (140*70mm) réalisée à partir du prélèvement ORM 14 B29. Deux faciès ont été distingués ([1] et [2] ;Figure VI.52) sur la base de leurs natures sédimentaires et de leurs constituants.

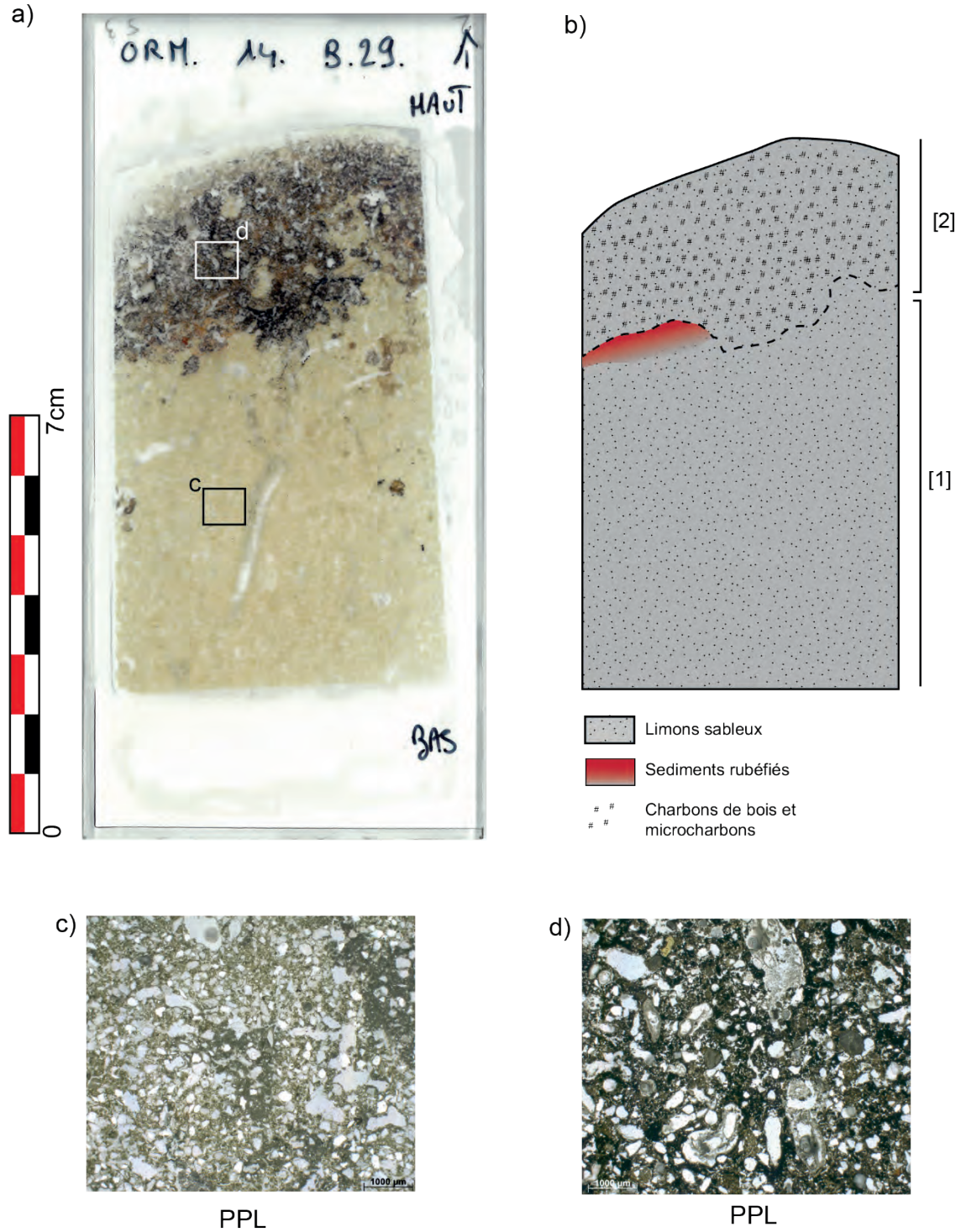



**Figure VI.52:** Les Bossats, lame mince ORM14 B29. a) Scan numérique des lames minces et localisation des microphotographies. b) Schéma descriptif des principaux faciès et traits observés. c) Limons sableux massifs à porosité canaliculaire. d) Limons sableux mêlés à d'abondants résidus de combustion, microstructure massive à excrémentielle, porosité canaliculaire et vides d'entassement.

#### 3.2.3.1. *Le faciès encaissant [1]*

- *Microstructure et assemblage*

La microstructure du faciès [1] est massive avec une porosité causée par la présence de chenaux (Figure VI.52c). L'assemblage des constituants est de type porphyrique. La porosité est estimée à 8% dans ce faciès.

- *Constituants*

La fraction grossière est principalement formée de sables de quartz fins à très fin bien triés (50-500µm, mode autour de 150 µm), arrondis à sub-arrondis. Quelques sables et graviers calcaires (500-3000µm) arrondis à sub-angulaires sont répartis aléatoirement dans la masse. La fraction fine est limoneuse et carbonatée. Sa couleur est d'une teinte brune à grisâtre en lumière naturelle, grisâtre à jaune en OIL. Observée en XPL, la b-fabrique est de type indifférencié et calcitique. Le rapport C/f entre les deux fractions est d'environ 25/75, ce faciès correspond donc à des limons sableux.

Des résidus de combustion sont observés dans ce faciès. Il s'agit de charbons de bois, de microcharbons et de fragments d'os souvent brûlés (Figure VI.53a). Le plus souvent, ces éléments sont associés aux traits biologiques (cf. *infra*), mais ils sont parfois intégrés à la masse (Figure VI.53a). Des agrégats de sédiments de couleur orangée en OIL sont également observés que ce soit dans la porosité ou plus intégrés à la masse (Figure VI.53d).

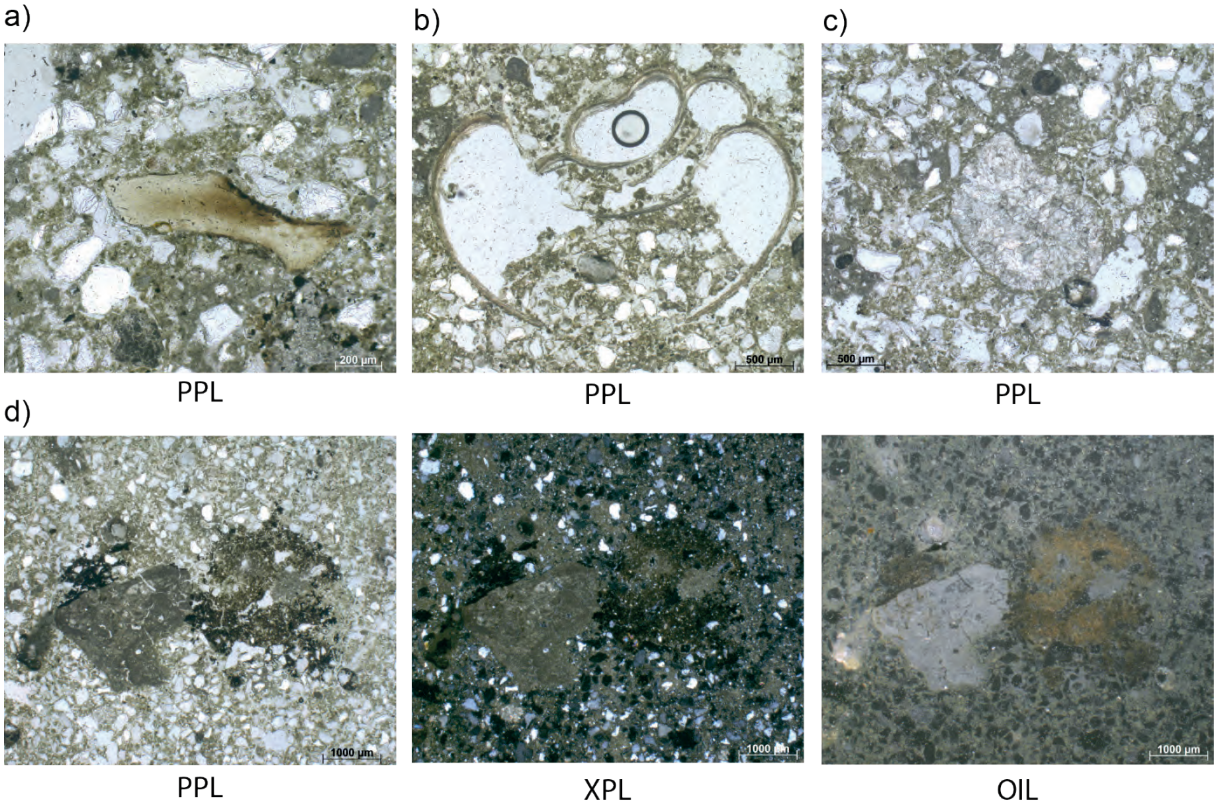



**Figure VI.53:** Les Bossats, lame mince ORM14 B29, faciès [1]. a) Fragment d'os brûlé. b) Test de gastéropode. c) Granule de vers de terre. d) Agrégat de sédiments rubéfiés et résidus de combustion (microcharbons) intégrés au faciès.

- *Traits pédologiques*

L'activité biologique se manifeste dans ce faciès par le creusement et le comblement de chenaux. Les pelotes de déjection qui constituent les comblements sont formées de constituants identiques à ceux du faciès ou bien de limons sableux enrichis en résidus de combustion (microcharbons, os brûlés). Parfois ces sédiments sont également orangés en OIL (Figure VI.53d). Des granules de calcite sont également observés (Figure VI.53c), soit dans la porosité soit dans la masse. Des tests de gastéropode sont également observés mêlés à la masse (Figure VI.53b).

Les traits calcitiques sont abondants notamment sous la forme de revêtements de la porosité et d'imprégnations calcitiques de la masse (Figure VI.52c). Dans certains chenaux, des calcitisations cytomorphiques sont observées. Elles présentent un degré d'organisation variable.

- *Interprétation*

Les constituants et la microstructure de ce faciès le rattachent à la formation limono-sableuse supportant le locus gravettien. Son origine est imputable à des processus d'apport éolien massif ou régulier de matériaux relativement homogènes. Toutefois la présence de graviers calcaires pourrait indiquer des apports ponctuels d'origine locale, par exemple par ruissellement.

Les traits calcitiques et biologiques sont bien marqués indiquant des phénomènes de circulation d'eau (Kemp, 1995 ; Becze-Deák *et al.*, 1997) et une activité biologique conséquente (Durand *et al.*, 2010). Des incorporations des constituants depuis le faciès sus-jacent *via* les processus de bioturbation sont également à noter. L'observation de granules de vers de terre (Canti et Piearce, 2003 ; Durand *et al.*, 2010) et de tests de gastéropode indique au moins deux espèces animales à l'œuvre (Kooistra et Pulleman, 2010), mais certains traits calcitiques démontrent également l'action des racines (Weider et Yaalon, 1982 ; Verrachia, 2002).

#### *3.2.3.2. Altération thermique du sommet du faciès [1]*

Le sommet du faciès [1] présente en lame mince un certain nombre de caractères qui amènent à se questionner sur son éventuelle altération thermique. En plus d'une teinte légèrement plus sombre que le reste du faciès en PPL, c'est en OIL que le sommet du faciès présente une teinte orangée associée à une oxydation de la fraction fine (Stoops, 2003). Cette altération est observable sur environ 5 mm d'épaisseur (Figure VI.54). Quelques graviers calcaires présentent eux aussi en OIL une teinte grise ou orangée résultant de leur oxydation (Figure VI.54 et Figure VI.55). Les grains de quartz formant le reste de la fraction grossière ne sont quant à eux visiblement pas altérés.

Les processus de bioturbation qui affectent le faciès n'épargnent pas son sommet (Figure VI.54). L'activité racinaire et de la mésofaune du sol a en effet été importante, il en résulte des déplacements verticaux et latéraux de sédiments depuis et vers le reste du faciès [1] (cf. *supra* ; Figure VI.53d) et le faciès [2] (cf. *infra*). Toutefois, les sédiments oxydés correspondent localement à l'altération *in situ* du faciès [1] (Figure VI.54), ce qui plaide en faveur de l'existence d'une véritable sole de sédiments rubéfiés (Wattez, 1992 ; Aldeias *et al.*, 2016a). Toutefois, l'importante bioturbation que connaît le sommet du faciès [1] limite le champ de nos observations, il est par exemple difficile de relever le statut dégressif de cette rubéfaction qui confirmerait définitivement son statut en place.

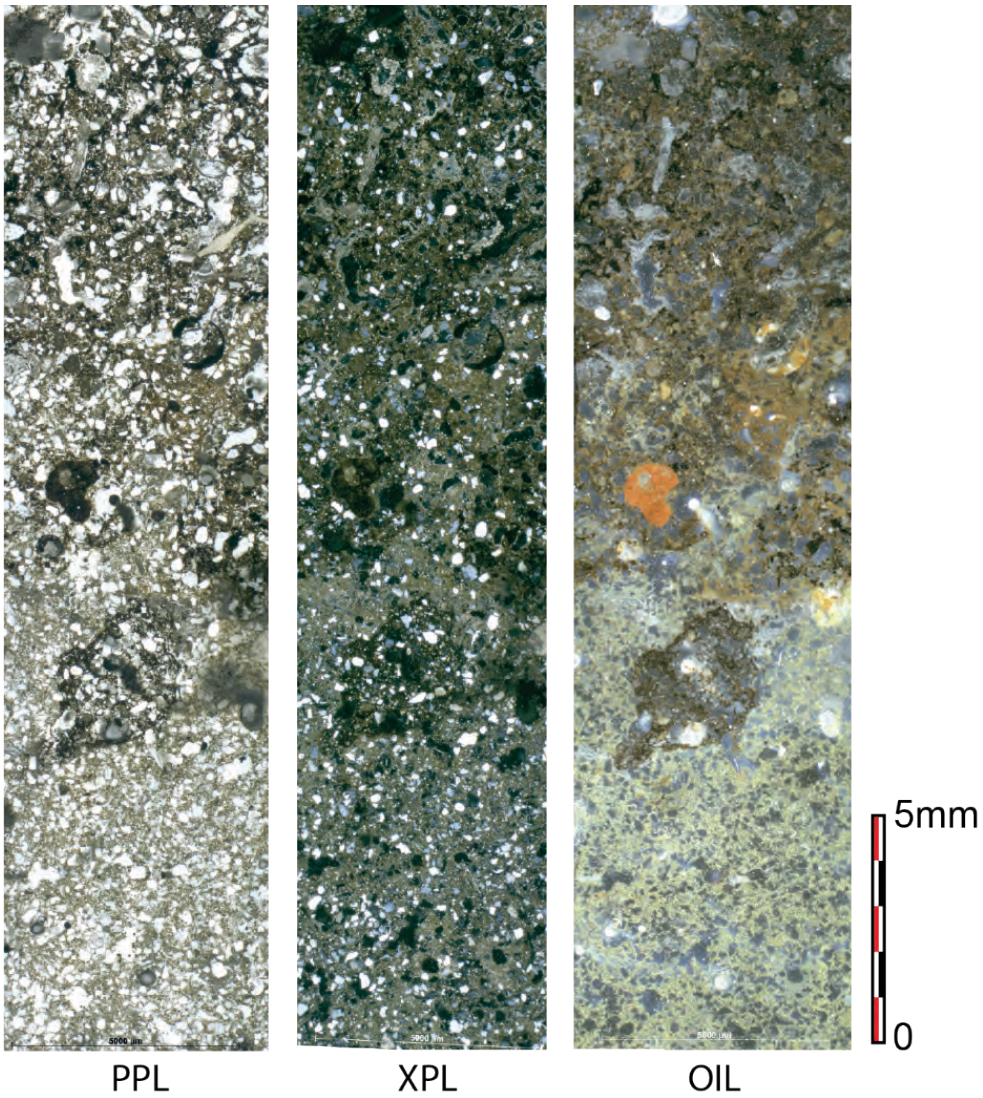



**Figure VI.54:** Les Bossats, lame mince ORM14 B29. Sommet rubéfié du faciès [1] (assemblage de microphotographies).

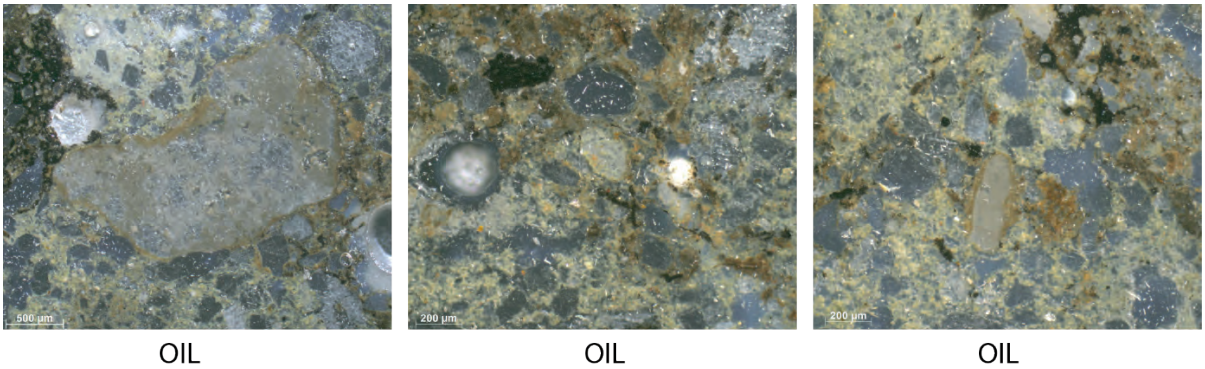



**Figure VI.55:** Les Bossats, lame mince ORM14 B29. Sommet du faciès [1]. Sélection de graviers calcaires oxydés présentant une teinte grisâtre à orangé en OIL.

#### *3.2.3.3. Le faciès charbonneux [2]*

- *Microstructure et assemblage*

La microstructure du faciès [2] est relativement hétérogène, avec des variations verticales et latérales allant du massif canaliculaire à des microstructures grumeleuses ou excrémentielles (Figure VI.56a). L'assemblage est également variable avec des zones massives plutôt porphyriques et des zones grumeleuses plus proches du type enaulique. La porosité est principalement liée à la présence de nombreux chenaux, mais dans les zones grumeleuses les vides d'entassement sont également abondants (Figure VI.56a). La porosité du faciès est estimée à 12%.

- *Constituants*

Les constituants minéraux grossiers sont similaires à ceux du faciès [1] (sables de quartz et quelques graviers calcaires). Toutefois, il convient de noter que les graviers calcaires présentent souvent une teinte grisâtre à orangé en OIL (Figure VI.56b). La fraction fine minérale est également similaire à celle du faciès [1] (limons carbonatés). Notons toutefois que fréquemment cette fraction fine limoneuse présente une teinte orangée en OIL (Figure VI.56a). Là aussi, les résidus de combustion sont abondants (microcharbons et masses charbonneuses indéterminables).

À ceux-ci s'ajoutent de fréquents résidus de combustion : charbons de bois et os brûlés de dimensions très variables (0.5 à 5 mm pour les charbons de bois, de 0.1 à 5 mm pour les os brûlés ; Figure VI.56c et d)

- *Traits pédologiques*

Les traits en lien avec l'activité biologique sont très abondants dans ce faciès. Il s'agit en particulier de chenaux creusés et comblés par l'activité de la mésofaune du sol (Figure VI.56a). Les traits excrémentiels sont fréquents, sous la forme de comblement par des déjections de taille et de dimension variables. Ces déjections reprennent des constituants du faciès [2], mais également des limons sableux similaires à ceux décrits dans le faciès [1] (Figure VI.57a). Quelques granules de calcite indiquent que les vers de terre sont au moins l'un des acteurs de ces processus. Les traits calcitiques sont également abondants, que ce soit sous la forme de revêtements (Figure VI.57b) ou de comblements. Ces calcitisations peuvent être microcristallines (micrite ; Figure VI.57c).) et/ou cytomorphiques (sparite organisée ;Figure VI.57c). Dans le dernier cas, celles-ci peuvent être bien organisées et rappellent le tissu cellulaire de racines de végétaux ou bien sont désorganisées et peuvent se mêler à la masse.

- *Interprétation*

Ce faciès résulte du mélange de constituants sablo-limoneux en partie thermoaltérés avec d'abondants résidus de combustion. L'organisation initiale du dépôt a subi d'importants processus post-dépositionnels liés à la bioturbation, mais aussi à une importante calcitisation. Malgré tout, ces processus n'impliquent pas forcement de déplacements de grande ampleur et peuvent donc résulter du brassage en place de sédiments rubéfiés avec des résidus de combustion riches en charbon et os brûlés. La présence de calcitisation cytomorphique pourrait correspondre à la recristallisation d'un abondant stock de matériaux calcitiques, comme de la cendre (*e.g.* Couchoud, 2003 ; Karkanas *et al.,* 2007).

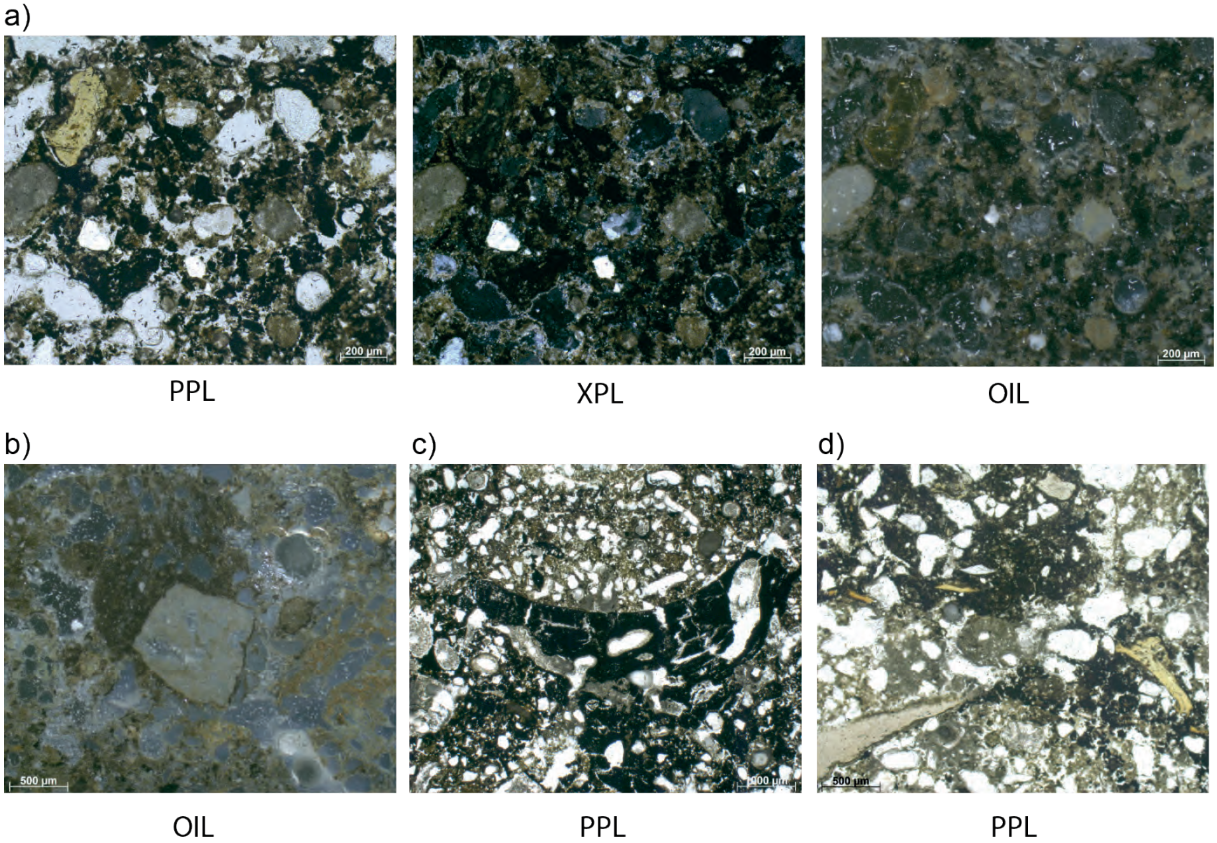



**Figure VI.56:** Les Bossats, lame mince ORM14 B29. Faciès [2]. a) Détails de la microstructure grumeleuse/ excrémentielle et des constituants incluant d'abondants résidus de combustion. b) Gravier calcaire oxydé. c) Charbon de bois. d) Fragments d'os légèrement chauffés (en jaune).

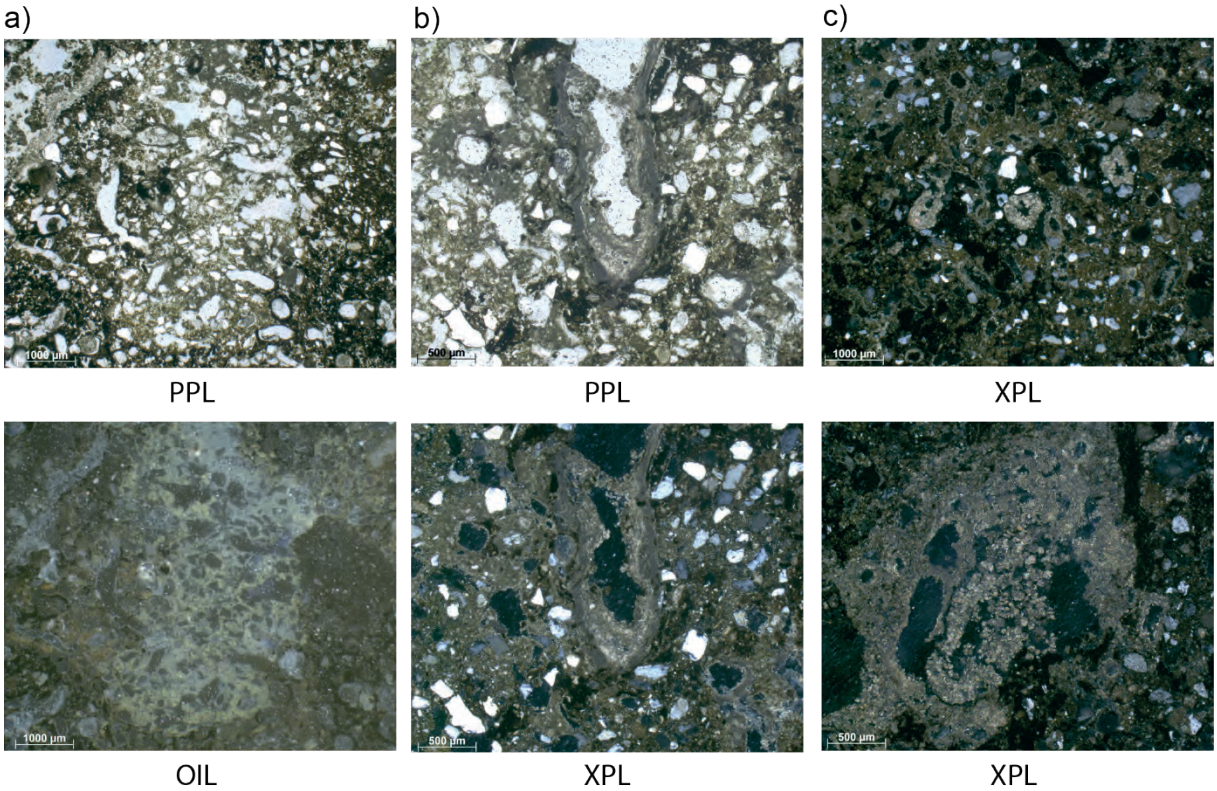



**Figure VI.57:** Les Bossats, lame mince ORM14 B29. Faciès [2]. a) Comblement d'un chenal par des matériaux non oxydés. b) Revêtement par de la calcite micritique de la paroi d'un chenal. c) Calcitisation cytomorphique comblant la porosité (noter l'association avec un revêtement bien développé de calcite micritique sur la photo du bas).

#### *3.2.3.4. Synthèse*

La lame mince ORM14 B29 provenant de la Zone B de l'aire B/C/D-29/30 livre une succession de deux faciès correspondant aux observations de terrain de 2014 (Rapport 2014), à savoir :

- Un faciès encaissant limono-sableux incluant quelques résidus de combustion *via* des phénomènes de bioturbation
- Un faciès charbonneux, également riche en os souvent brûlés, ne présentant pas de traces d'organisation.

Toutefois, l'analyse micromorphologique a permis de montrer que le sommet du faciès encaissant était rubéfié. Ce phénomène résulte de l'oxydation de la fraction fine limoneuse, mais aussi de quelques grains calcaires. Ceci étant, et compte tenu du contexte archéologique, il semble très vraisemblable que la Zone B corresponde finalement à une petite structure de combustion primaire, c'est-à-dire un foyer non décelé sur le terrain.

Cette découverte nécessite donc de repenser notre interprétation de l'aire B/C/D-29/30. En l'état, et en attendant une étude plus fine des deux zones foyères principales, il semble prudent de proposer que la Zone B ait joué le rôle d'un petit foyer périphérique à l'ouest du locus.

### *3.2.4. La Zone C de B/C/D-29/30*

La Zone C de la structure a fait l'objet d'un prélèvement micromorphologique (ORM15 C29) à partir duquel une lame mince de grandes dimensions (140*70 mm) a été réalisée (Figure VI.58a). Deux faciès ont été distingués sur la base de critères sédimentaires et du contexte archéologique (Figure VI.58b, c et d). Notons immédiatement que la limite entre ces deux faciès est relativement diffuse.

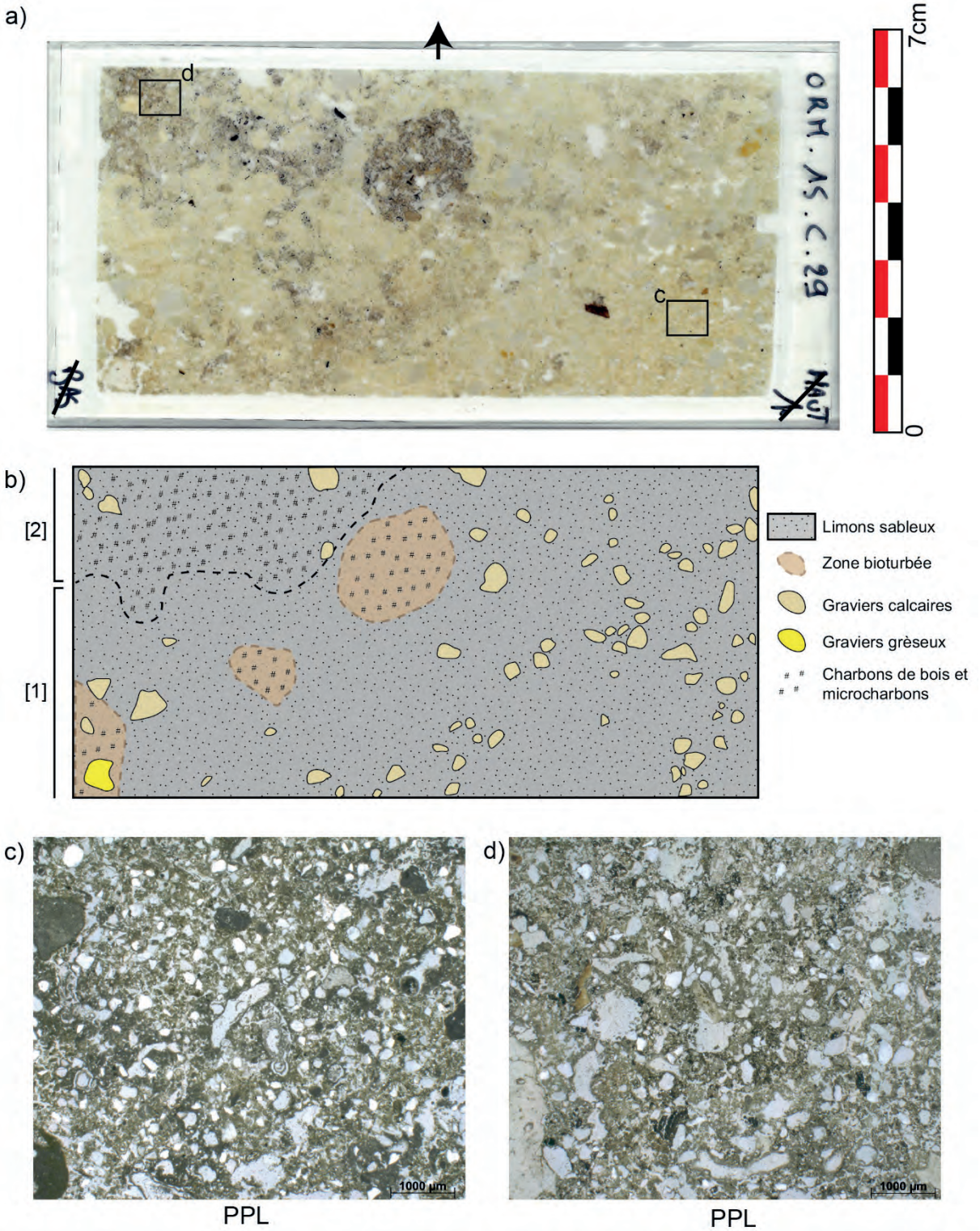



**Figure VI.58:** Les Bossats, lame mince ORM15 C29. a) Scan numérique de la lame mince. b) Schéma interprétatif. c) Faciès [1], limons sableux à microstructure relativement massive. d) Faciès [2], limons sableux bioturbés riches en résidus de combustion, microstructure grumeleuse/excrémentielle.

#### 3.2.4.1. *Le faciès encaissant [1]*

- *Microstructure et assemblage*

Le faciès [1] présente une microstructure variable, allant du massif au grumeleux/excrémentiel peu séparé (Figure VI.59). Dans tous les cas, la porosité est bien marquée, essentiellement sous la forme de chenaux dans les zones massives, mais aussi par des vides d'entassement entre les agrégats dans les secteurs plus grumeleux. Cette porosité est estimée à environ 10%. L'assemblage des constituants est de type porphyrique bien espacé.

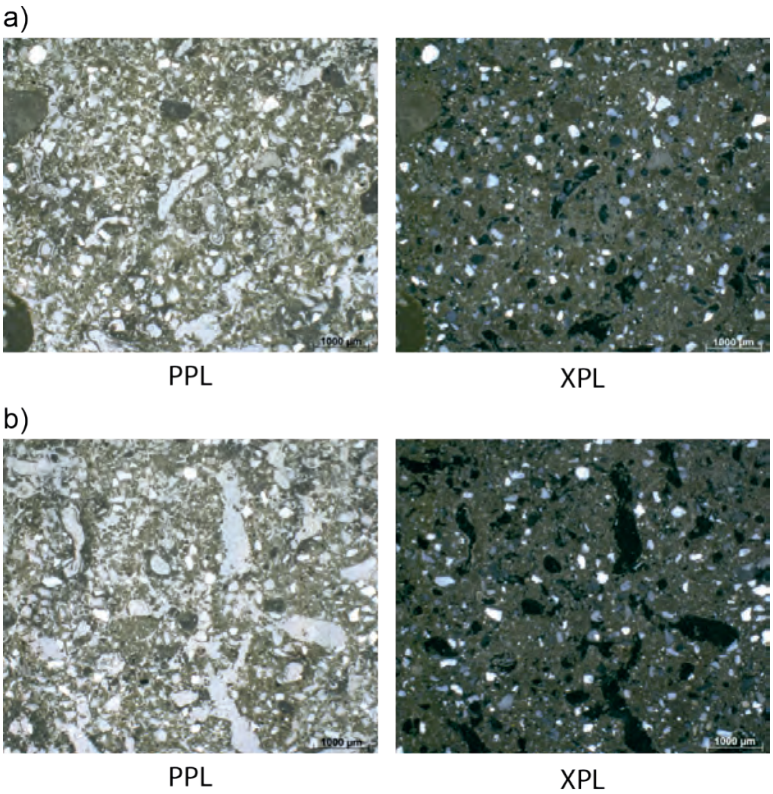



**Figure VI.59:** Les Bossats, lame mince ORM15 C29. Faciès [1]. a) Limon sableux à microstructure massive et chenaux. b) Limons sableux à microstructure grumeleuse et excrémentielle, chenaux et vides d'entassement.

- *Constituants*

Les constituants grossiers sont principalement des sables très fins à moyens de quartz (50-400µm, mode autour de 200 µm), bien triés, arrondis à sub-angulaires. De fréquents grains de calcaire sont également présents dans ce faciès. Il s'agit de sables très grossiers et de graviers (1.2 à 7 mm), arrondis et répartis aléatoirement dans la masse (Figure VI.58b). Certains de ces grains calcaires présentent une teinte jaune orangé en OIL (Figure VI.60a). De rares fragments de tests de gastéropode sont également mêlés à la masse. Un gravier de roche détritique formée de grains de quartz cimentés par de la calcite est à noter (Figure VI.60b). Celui-ci semble participer au comblement d'un large chenal et présente quelques traces d'oxydation en OIL. La fraction fine est limoneuse et carbonatée. Sa couleur est brune à grisâtre en lumière naturelle, grisâtre à jaune pâle en OIL. Observée en XPL, la b-fabrique est de type indifférencié. Le rapport C/f entre ces deux fractions est de l'ordre de 15/85. Nous sommes donc face à des limons moyennement sableux, incluant toutefois des graviers calcaires.

Des artefacts archéologiques sont observés de façon sporadique dans la masse et la porosité (Figure VI.60c). Il s'agit principalement de fragments d'os de dimensions variées (0.5 à 5 mm), montrant ou non des traces de chauffe. De rares charbons de bois sont présents dans la porosité et un élément correspondant à un *char* indéterminé a également été observé. Enfin, un silex fragmenté en deux morceaux bien accommodés est également à signaler (Figure VI.60c).

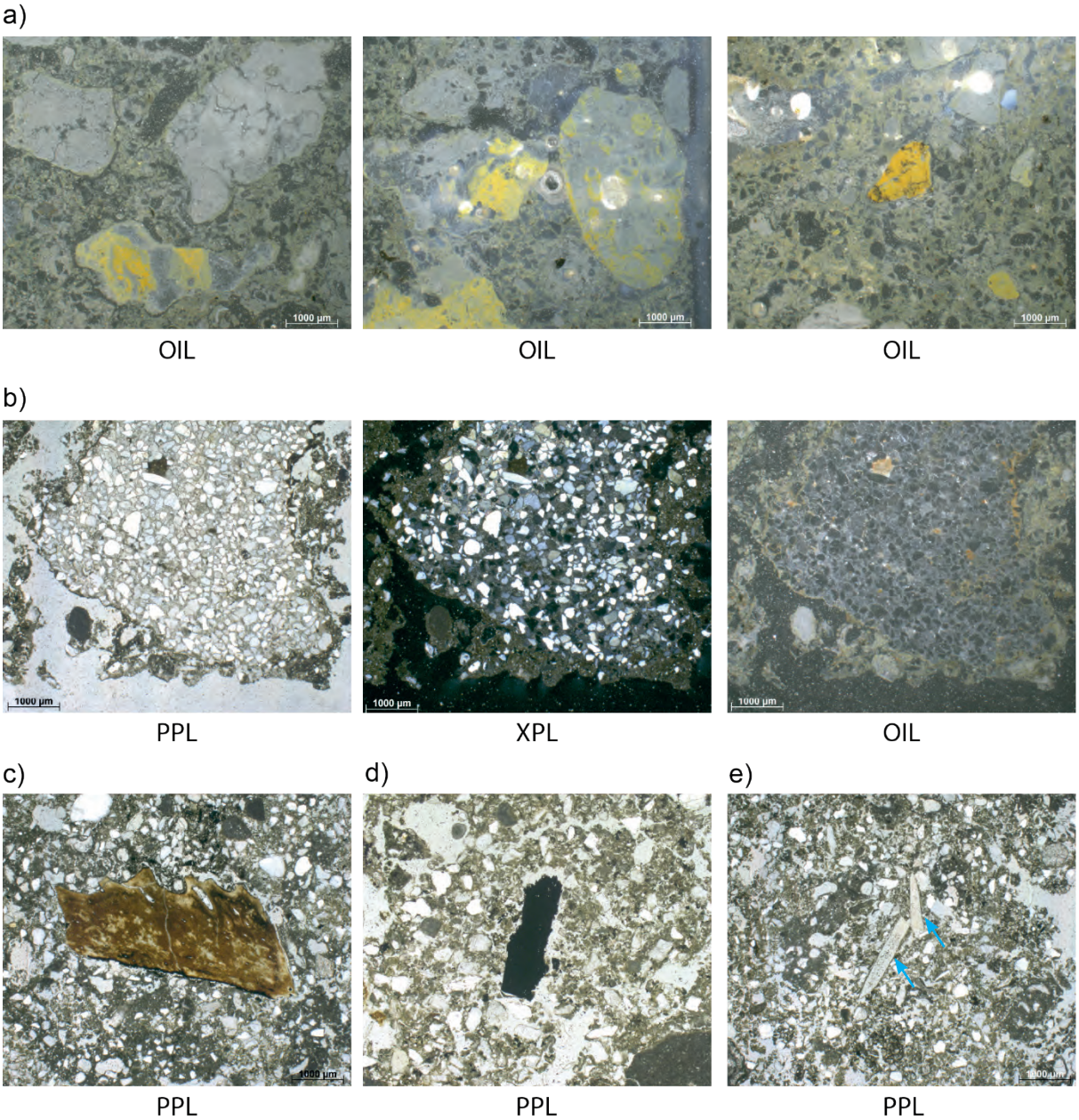



**Figure VI.60:** Les Bossats, lame mince ORM15 C29. Faciès [1]. a) Différents graviers calcaires présentant parfois des traces d'oxydation. b) Gravier de roche détritique à ciment calcitique. Noter la légère oxydation visible en OIL en particulier en périphérie. c) Os brûlé. d) Charbons de bois. e) Deux fragments d'un silex cassé en place (fragments accommodés ; flèches bleues).

- *Traits pédologiques*

Les traits calcitiques sont fréquents dans ce faciès. Ils correspondent le plus souvent à des calcitisations micritiques de la porosité (comblements en aiguille par exemple ou revêtements) ou de la masse (imprégnation ; Figure VI.61a et b). Ces deux phénomènes sont souvent étroitement

liés (hyporevêtements). En conséquence, ce faciès est fortement calcifié, c'est-à-dire qu'une bonne partie de la matrice fine liant les constituants grossiers est composée presque exclusivement de grains de calcite micritique (Figure VI.61b).

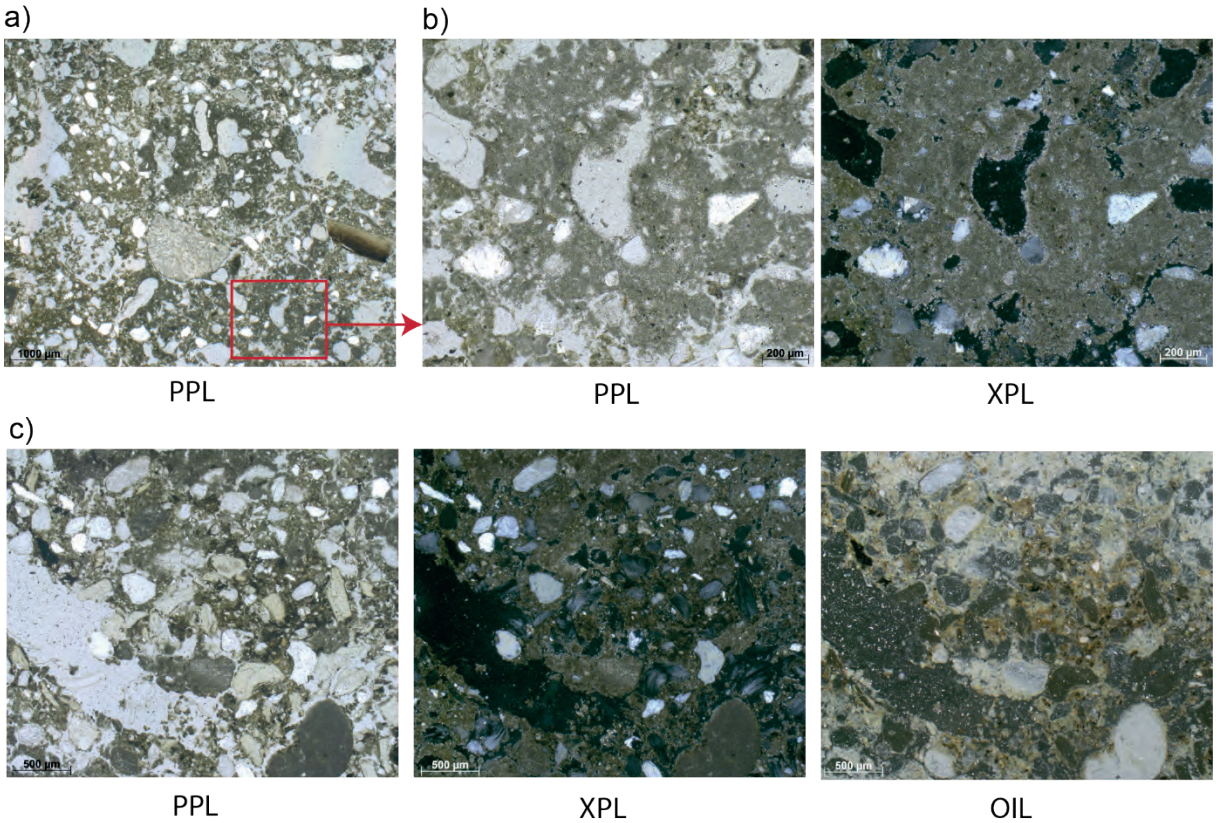



**Figure VI.61:** Les Bossats, lame mince ORM15 C29. Faciès [1]. a) Imprégnation et hyporevêtements calcitiques du faciès. Noter la présence au centre d'une granule de vers de terre. b) Détails de la calcitisation du faciès se traduisant par la mise en place d'un ciment de calcite micritique. c) Comblement de la porosité par des sédiments légèrement oxydés et riches en résidus de combustion.

Du point de vue de l'activité biologique, les creusements et les comblements de chenaux sont abondants. Les dimensions de ces chenaux sont variées (de quelques centaines de µm à plusieurs mm), de même que la morphologie et la taille des déjections. Quelques granules de vers de terre ont été observés aussi bien dans la porosité que dans la masse (Figure VI.61a). La plupart des déjections reprennent des matériaux identiques à ceux de l'ensemble du faciès, mais il est courant que celles-ci soient formées de constituants comparables à ceux du faciès sus-jacent. Il s'agit notamment de déjections formées de sédiments limono-sableux légèrement oxydés enrichis en résidus de combustion (Figure VI.61c).

- *Interprétation*

Dans les grandes lignes, ce faciès correspond à l'encaissant limono-sableux déjà décrit pour le locus gravettien. Il s'en démarque toutefois par une présence plus marquée des constituants grossiers que sont les graviers calcaires. Cette variabilité en termes de constituants a toutefois déjà été notée sur le terrain au niveau de l'ensemble de la formation qui supporte le locus et peut s'interpréter en termes de mécanisme d'apports différents (ruissellement par ex.) venant s'ajouter à la dynamique globalement éolienne (Sellami *in* Rapport ORM 2010et Naton *in* Rapport ORM 2015). Le fait que certains de ces graviers soient oxydés pose cependant question. Dans la mesure où ils sont distribués aléatoirement dans la masse, il semble peu probable qu'il s'agisse d'une

altération thermique *in situ*. Deux hypothèses s'offrent donc, soit il s'agit d'éléments remaniés préalablement altérés thermiquement, soit certains de ces graviers ont été oxydés naturellement (*chemical weathering ?*).

Ce faciès est affecté par des processus pédologiques et biologiques qui ont en particulier causé l'intégration plus ou moins poussée de constituants d'origine anthropique. Des résidus de combustion en particulier, mais également des artefacts en silex, sont ainsi observés le plus souvent en comblement de la porosité, mais aussi parfois bien intégrés dans la masse. L'activité biologique, en particulier des vers de terre, trahie par la présence de granules de calcite (Canti et Piearce, 2003 ; Durand *et al.*, 2010), est sans doute la principale cause de ces déplacements de matériaux et de leur intégration. Toutefois, les racines de végétaux ont également pu jouer un rôle, leur présence étant indiquée par les nombreux hyporevêtements calcitiques de la porosité (Weider et Yaalon, 1982 ; Verrachia, 2002). D'autres traits calcitiques, tels des comblements et une calcitisation de la masse, semblent par ailleurs indiquer des processus importants de dissolution/précipitation, et donc un régime hydrique variable (Kemp, 1995 ; Becze-Deák *et al.*, 1997).

#### *3.2.4.2. Le faciès charbonneux [2]*

- *Microstructure et assemblage*

La microstructure de ce faciès est relativement grumeleuse du fait de la présence de nombreux traits excrémentiels et des vides d'entassement qui les séparent (Figure VI.58 et Figure VI.62a). La porosité est également augmentée par de nombreux chenaux. Elle est estimée à près de 11%. L'assemblage est de type enaulique.

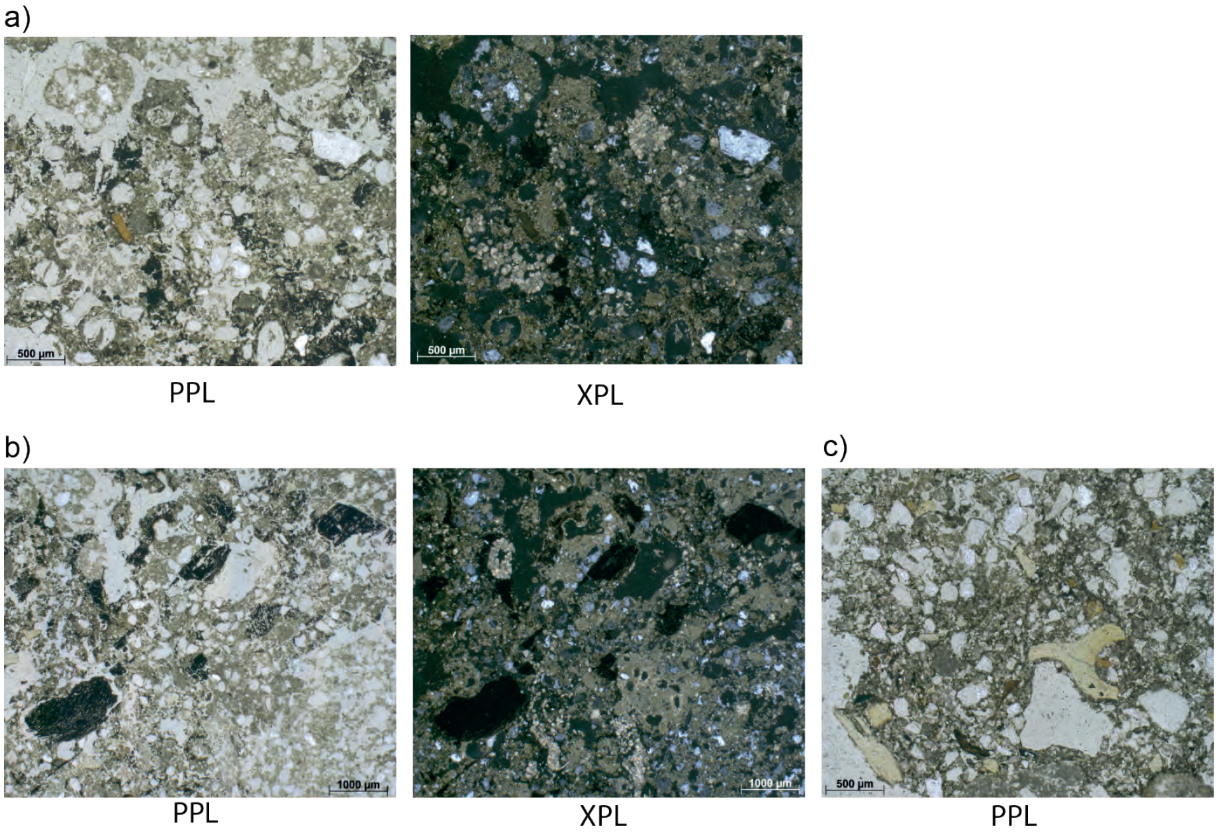



**Figure VI.62:** Les Bossats, lame mince ORM15 C29. Faciès [2]. a) Microstructure et assemblage du faciès. Noter l'intégration de microcharbons à la micromasse. b) Charbons de bois et calcitisations cytomorphiques dans les chenaux. c) Fragments d'os brûlés à des degrés divers.

- *Constituants*

Les constituants grossiers sont similaires à ceux décrits pour le faciès [I], à savoir des sables fins de quartz avec quelques graviers calcaires. De nombreux fragments de charbons de bois (0.1 à 2.5 mm ; Figure VI.62b) et d'os (0.1 à 3.5 mm ; Figure VI.62c) sont mêlés aux constituants minéraux naturels. Les fragments d'os peuvent être brûlés ou non. Ils adoptent alors des teintes variées, allant d'un brun pâle à des teintes blanchâtres. De rares tests de gastéropode sont observés dans la porosité. La fraction fine est elle aussi similaire à celle du faciès [I], mais elle intègre de nombreux microcharbons (Figure VI.62a) qui lui confèrent une teinte légèrement brune en OIL. Toujours en OIL, quelques zones paraissent légèrement orangées et sont donc probablement oxydées.

- *Traits pédologiques*

Les traits observés se rattachent principalement à l'activité biologique. De très nombreuses pelotes de déjection sont observées. Elles sont de dimensions variées, allant de quelques centaines de µm à plusieurs cm (voir Figure VI.58). Elles reprennent des matériaux limono-sableux comparables à l'encaissant, mais sont le plus souvent riches en résidus de combustion. De nombreux chenaux sont présents et sont fréquemment comblés de ces déjections. Notons que plusieurs granules calcitiques de vers de terre sont visibles, ainsi que quelques fragments de tests de gastéropode. Les traits calcitiques observés sont les mêmes que pour le faciès [1]. S'y ajoutent de fréquentes calcitisations cytomorphiques comblant des chenaux ou remaniées et intégrées à des traits excrémentiels (Figure VI.62).

- *Interprétation*

Ce faciès correspond aux mêmes matériaux naturels que le faciès sous-jacent. Toutefois, d'importants processus biologiques ont induit une microstructure excrémentielle et une incorporation de résidus de combustion. Ces résidus d'os et de charbons de bois sont distribués de façon aléatoire et très fragmentés. Ce faciès est donc fortement bioturbé, ce qui induit des déplacements de constituants depuis et vers le faciès [1], ainsi qu'une absence de préservation de la microstructure initiale.

Des calcitisations cytomorphiques sont observées dans la porosité ce qui induit une quantité importante de carbonate au niveau de ce faciès. Compte tenu du contexte, on peut avancer l'hypothèse que des cendres aient pu être dissoutes et recristallisées sous cette forme, *via* l'activité racinaire par exemple (Couchoud, 2003 ; Karkanas *et al.*, 2007 ; Mentzer, *et al.*, 2015).

#### *3.2.4.3. Synthèse*

La lame mince ORM15 C29 provenant de la Zone C de l'aire B/C/D-29/30 montre donc la superposition de deux faciès à la limite diffuse :

- Le premier [1] correspond à l'encaissant du locus formé de limon sableux carbonaté. Il correspond dans les grandes lignes à ce qui a déjà été décrit par ailleurs (cf. Partie VI.1.3.1 ; Sellami *in* Rapport ORM 2010 ; Naton *in* Rapport ORM 2015), mais il faut noter que les graviers calcaires y sont particulièrement abondants ce qui illustre une certaine variabilité dans cette formation. Quelques éléments archéologiques, notamment des résidus de combustion sont observés, mais sont visiblement liés à des processus de redistribution *via* l'activité biologique.
- Le second [2] quant à lui correspond à un mélange des mêmes constituants (limons sableux) avec d'abondants résidus de combustion. Là aussi, l'action de la faune du sol et des racines semble avoir été marquée. Du fait de la quasi-absence de matériaux minéraux oxydés il semble peu probable qu'il s'agisse d'une structure de combustion primaire, même fortement bioturbée.

Dans la mesure où le dépôt est très perturbé, il est difficile de dire si les résidus correspondent à un apport anthropique volontaire (vidange par ex.) ou bien à des remobilisations par des phénomènes naturels. Cependant, à la vue du contexte et notamment de la nette délimitation de la Zone C au sein de l'ensemble B/C/D-29/30, la première hypothèse semble raisonnable. Toujours du fait de l'importante bioturbation il est également impossible de dire si la Zone C correspond à une dépression naturelle ou non.

### 3.3. Étude micromorphologique de la structure E/F-22 du Sondage 50

La structure E/F-22, détectée et fouillée dans le sondage 50 en 2014 (cf. Partie VI.2.2) est localisée au sommet de limons de la Phase 11, soit environ 70 cm sous le niveau du locus gravettien. Un prélèvement de sédiments orientés a été effectué en 2014 (F22 (1) ; Figure VI.63) au centre de la structure.

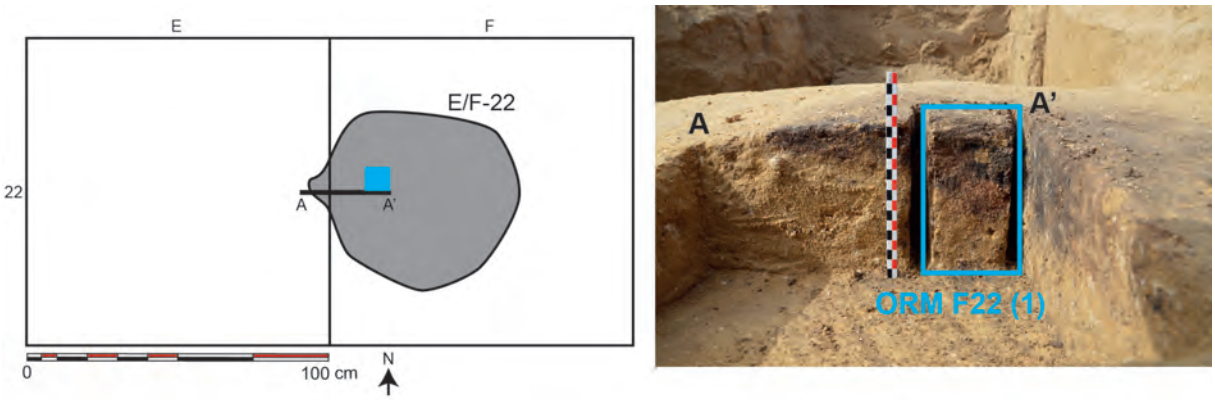



**Figure VI.63:** Les Bossats, Sondage 50, Niveau intermédiaire, structure E/F-22. Localisation en bleu du prélèvement micromorphologique étudié.

Cette structure est documentée par une lame mince de grandes dimensions (140* 70 mm) ORM F22 I. À partir de leur nature sédimentaire et des traits observés, nous avons distingué 3 faciès distincts sur cette lame mine (Figure VI.64).

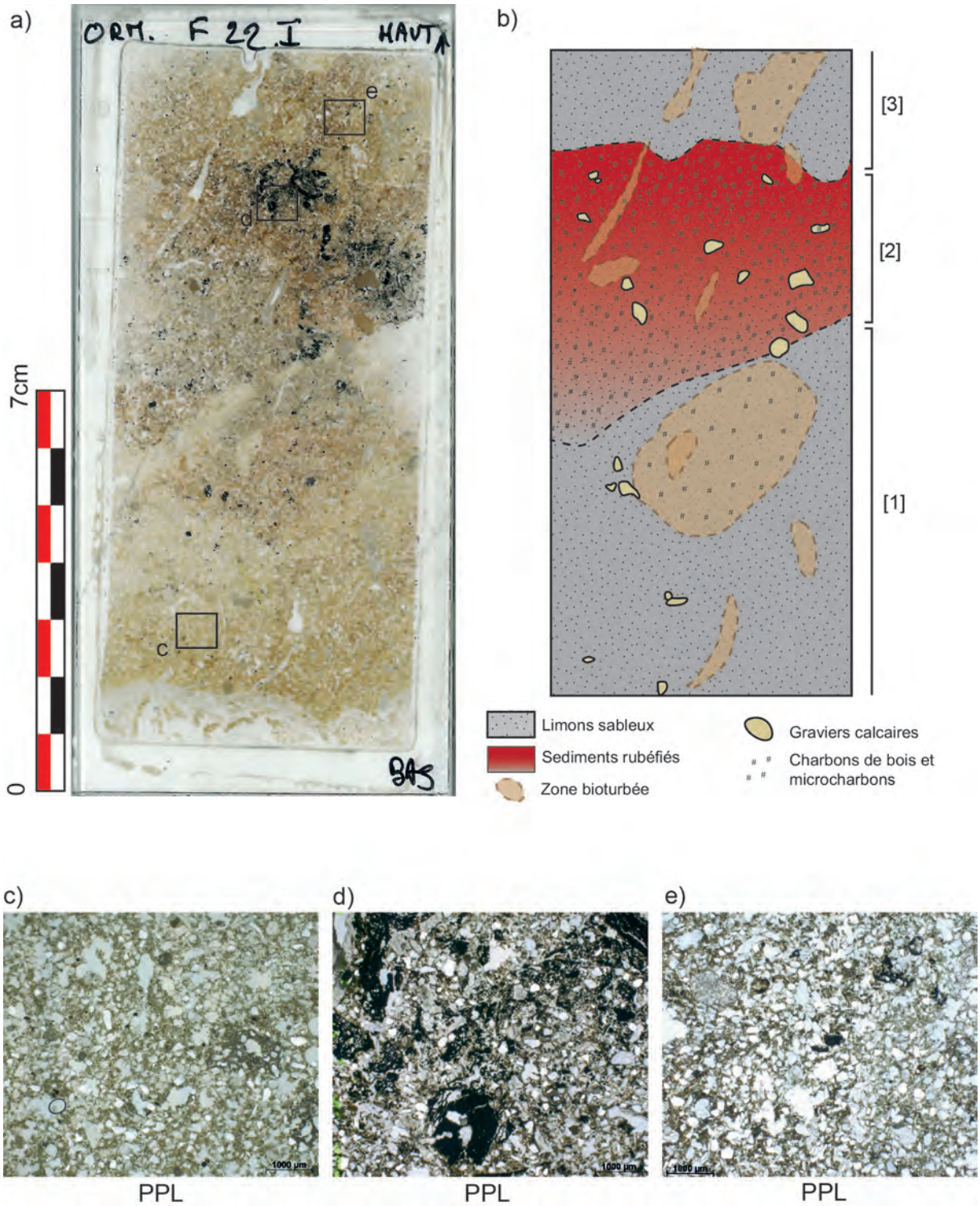



**Figure VI.64:** Les Bossats, sondage 50, niveau intermédiaire, lame mince ORM F22 I. a) Scan numérique de la lame mince. b) Schéma interprétatif. c) Faciès [1], limons sableux à microstructure massive et assemblage porphyrique. Noter la présence à droite d'un hyporevêtement calcitique. d) Faciès [2], limons sableux rubéfiés et riches en résidus de combustion, microstructure massive à grumeleuse, assemblage porphyrique à enaulique. e) Faciès [3], Limons sableux à microstructure massive et assemblage porphyrique.

### 3.3.1. Le faciès encaissant [1]

- *Microstructure et assemblage*

La microstructure de ce faciès est relativement massive avec une porosité canaliculaire bien développée (Figure VI.64c). Toutefois, l'assemblage des constituants, généralement porphyriques, peut parfois adopter un caractère plutôt enaulique ce qui donne à la microstructure un aspect localement grumeleux (*crumb*). La porosité est donc essentiellement liée à des chenaux, mais des vides d'entassement sont également observés. Cette porosité est estimée à 11%.

- *Constituants*

Les constituants grossiers de ce faciès sont essentiellement des sables de quartz très fins à moyens (50-400 µm, mode autour de 150 µm), majoritairement arrondis à sub-arrondis. Quelques grains calcaires de dimensions variables (0.3-4 mm), eux aussi de formes arrondies, sont également observés répartis de façon aléatoire dans le faciès. Ces derniers sont le plus souvent d'un gris pâle uniforme en OIL, mais peuvent présenter une légère oxydation périphérique ou des ponctuations (Figure VI.65a). La fraction fine est limoneuse et carbonatée. Sa couleur est brune à grisâtre en lumière naturelle, grisâtre à jaune pâle en OIL. Observée en XPL, la b-fabrique est de type indifférencié. Le rapport C/f est de le l'ordre de 20/80, ce faciès est donc constitué de limons sableux avec cependant la présence ponctuelle de graviers calcaires.

- *Traits pédologiques*

Les nombreux chenaux observés sont liés à l'activité de la faune du sol et/ou à l'activité racinaire. Ceux-ci sont parfois comblés de pelotes de déjection formées de matériaux identiques au reste du faciès, ils comportent parfois des résidus de combustion et notamment des microcharbons (Figure VI.65c et d). Ponctuellement, des sédiments similaires à ceux du faciès [2] (riches en résidus de combustion, fraction fine oxydée) sont également observés dans la porosité (Figure VI.65b). Les traits calcitiques sont fréquents et correspondent à des revêtements et, surtout, des hyporevêtements de la porosité (Figure VI.64c). Quelques comblements de calcite microcristalline sont également observés.

- *Interprétation*

Ce faciès correspond à un dépôt relativement homogène de limons sableux. L'organisation des constituants, leurs natures ainsi que le contexte plaident en faveur de processus d'origine éolienne, mais la présence de quelques éléments calcaires grossiers et de variations de microstructure peuvent indiquer que d'autres processus, ruissellement ou compaction par exemple, ont pu également affecter ces dépôts. Les traits observés sont peu diversifiés, mais indiquent cependant une activité biologique non négligeable. Celle-ci a sans doute participé à la fois à l'homogénéisation de la microstructure et à l'intégration de matériaux semblables à ceux du faciès sus-jacent. Les traits calcitiques sont principalement liés à l'activité racinaire (Weider et Yaalon, 1982 ; Verrachia, 2002) et à la circulation d'eau dans la porosité (Kemp, 1995 ; Becze-Deák *et al.*, 1997).

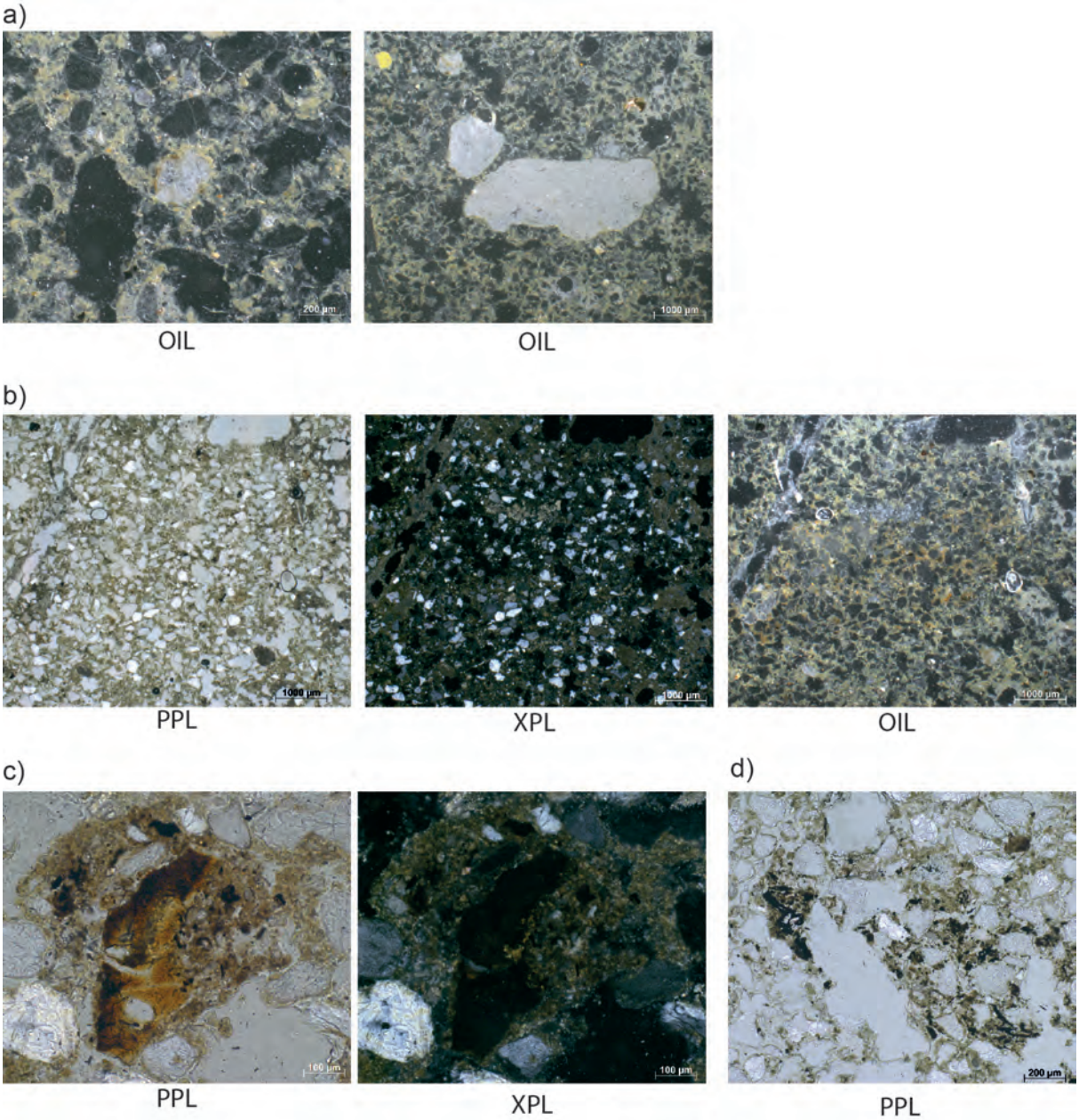



**Figure VI.65:** Les Bossats, sondage 50, niveau intermédiaire, lame mince ORM F22 I. Faciès [1]. a) Graviers calcaires pas ou peu oxydés. b) Intégration de matériaux fins oxydés par bioturbation. c) Fragment de MO amorphe indéterminée partiellement carbonisée dans la porosité. d) Microcharbons de bois fragmentés dans la porosité.

### *3.3.2. Le faciès rubéfié et charbonneux [2]*

- *Microstructure et assemblage*

La microstructure de ce faciès est variable sur les plans verticaux et latéraux (Figure VI.64). Certaines zones, à l'assemblage plutôt porphyrique, ont une microstructure relativement massive tandis que pour d'autres une microstructure plutôt grumeleuse, avec un assemblage enaulique des constituants, est observée. Dans tous les cas, la porosité, liée à des vides d'entassement et des chenaux, est bien développée (estimation 12%).

- *Constituants*

Les constituants minéraux sont identiques à ceux décrits pour le faciès [1] hormis deux différences notables. Les graviers calcaires présentent fréquemment des traces d'oxydation marquées par une teinte orangée à gris foncé en OIL (Figure VI.66a). La fraction limoneuse présente elle aussi des traces d'oxydation, selon des degrés divers en fonction de la zone observée, nous y revenons plus bas.

À la différence du faciès sous-jacent, une forte proportion de matériaux organiques est intégrée à la masse et présente dans la porosité. Il s'agit principalement de charbons de bois (0.3-6mm) et de microcharbons ne présentant plus de structure diagnostique (Figure VI.66b). Des matériaux translucides de teinte jaune à brune sont observés dans la porosité (revêtements et fragments de ces derniers remaniés) (Figure VI.67a et b). Régulièrement, des fragments de ces revêtements sont mêlés à la masse (Figure VI.67d). Ils sont surtout présents au bas du faciès, et sont parfois pris dans des calcitisations de la porosité (Figure VI.67c). Il s'agit de matériaux amorphes, non réfringents en XPL et brunâtres en OIL (Figure VI.67a). Ils sont très comparables à ceux remarqués en position secondaire dans le faciès [1] (Figure VI.65c).

- *Oxydation du faciès*

Le faciès [2] montre en OIL une teinte orangée à brunâtre imputable d'une part à l'intégration de matériaux organiques et d'autre part à une oxydation des constituants (fraction fine et graviers calcaires ; Figure VI.68). Cette dernière est répartie de façon inégale au sein du faciès, en raison principalement des processus de bioturbations impliquant des phénomènes de troncature, de remplacement et de remobilisation des sédiments.

Ainsi la partie basse du faciès est apparemment moins rubéfiée, et présente un caractère discontinu (Figure VI.68). Associé à la bioturbation, nous pensons que cela indique qu'une partie de ces sédiments rubéfiés ne sont plus réellement en position primaire. Malgré tout, leur parenté avec ceux tout proches du reste du faciès est plus que probable en raison de leur nature et de leurs constituants similaires. C'est au milieu du faciès que les sédiments paraissent le plus oxydés (couleur orange vif en OIL). Une oxydation décroissante en profondeur (Figure VI.68), ainsi qu'un assemblage porphyrique des constituants et une microstructure plutôt massive sont des arguments en faveur de sédiments altérés en position primaire et donc d'une véritable sole. Les résidus de combustion, notamment les charbons, sont très fréquents à ce niveau et surtout au sommet du faciès (Figure VI.68), ce qui constitue un argument de plus dans le sens d'une structuration initiale de la structure assez bien préservée.

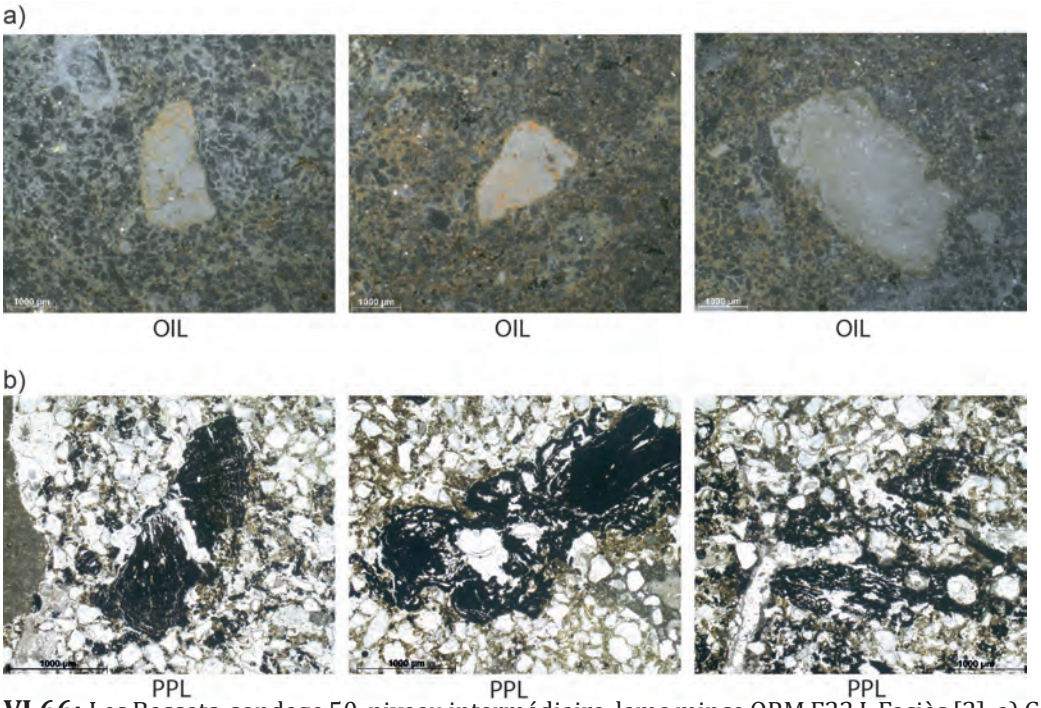



**Figure VI.66:** Les Bossats, sondage 50, niveau intermédiaire, lame mince ORM F22 I. Faciès [2]. a) Graviers calcaires oxydés. b) Charbons de bois à différents stades de dégradation.

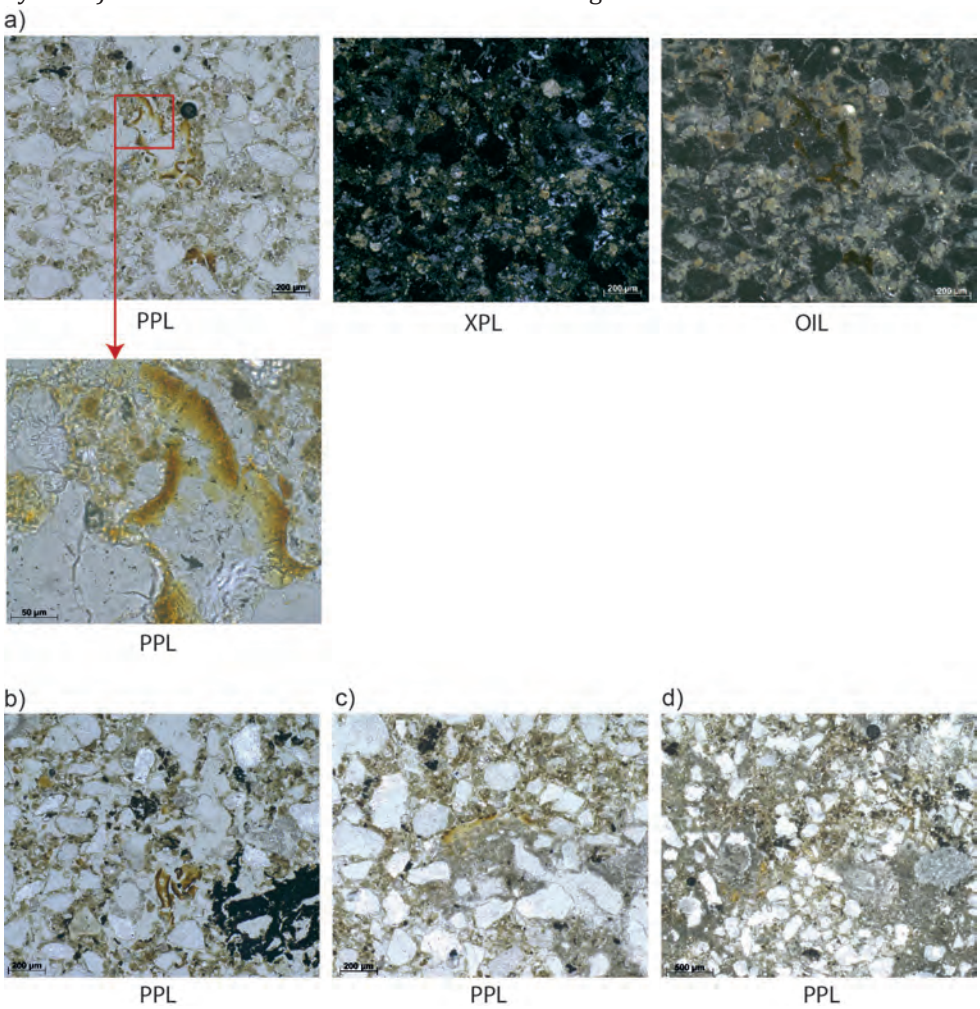



**Figure VI.67:** Les Bossats, sondage 50, niveau intermédiaire, lame mince ORM F22 I. Faciès [2]. a) Revêtement amorphe de la porosité. b) Fragments de revêtements du même type que a), répartis aléatoirement dans un comblement de chenal. c et d) Revêtement amorphe englobé par des comblements de calcite micritique.

- *Traits pédologiques*

Les traits imputables à l'activité de la faune du sol et aux racines sont abondants. Le creusement de chenaux, et leur comblement sont fréquents. Ils se traduisent par des déplacements constituants au sein du faciès et depuis les faciès sous- et sus-jacents. Ils participent également à l'homogénéisation du faciès en fragmentant et en redistribuant les matériaux organiques et les résidus de combustion évoqués plus haut. Ponctuellement, des granules de vers de terre et des tests de gastéropode (Figure VI.69a et b) sont observés ce qui donne une indication de certains des acteurs de ces phénomènes.

Les traits calcitiques sont également fréquents, et comparables à ceux observés pour le faciès [1] : hyporevêtements, revêtements et comblements de la porosité. Notons cependant que quelques calcitisations cytomorphiques sont observées (Figure VI.69c). Elles sont présentes dans la porosité (mais non organisées) ou bien en voie d'intégration dans la masse, probablement redistribuées par bioturbation.

- *Interprétation*

Ce faciès correspond d'une part à des matériaux en place et identiques au faciès sous-jacent, mais qui ont été oxydés. Compte tenu du contexte, cette oxydation peut être interprétée comme résultant de leur altération thermique. Toutefois, il semble que les parties inférieure et supérieure de cette véritable sole aient été affectées par des processus de bioturbation importants, ce qui a conduit à des contacts actuels relativement diffus entre eux et à une redistribution de matériaux entre chacun. La fraction fine a semble-t-il été oxydée de façon dégressive ce qui est un des principaux arguments plaidant en faveur d'une sole en place (Wattez, 1992 ; Aldeias *et al.*, 2016a). Les graviers calcaires sont également affectés par ce phénomène d'oxydation, mais ne sont pas fissurés, ce qui nous indique que les températures atteintes au sein de la sole ont dû être comprises entre 300 et 500 °C (Wattez, 1992).

Par ailleurs, ce faciès présente de nombreuses traces de matériaux organiques amorphes soit en position primaire, soit remaniés avec des résidus de combustion tels que des charbons de bois et des microcharbons. En l'état, il est difficile de préciser la nature ou l'origine de cette MO organique, même si l'observation de revêtements de chenaux par ces matériaux suggère que celle-ci a pu s'y déposer par écoulement au sein de la porosité du sol. Il semble que les matériaux identiques intégrés à la masse ne soient que des fragments de ces revêtements remobilisés par bioturbation.

Notons qu'aucun fragment d'os n'a été observé. Quelques calcitisations cytomorphiques sont repérées et, bien que déstructurées ou redistribuées dans la masse, elles peuvent traduire la recristallisation de matériaux cendreux aujourd'hui disparus (Karkanas *et al.,* 2007 ; Couchoud, 2003). L'importance des réseaux racinaires dans ce cadre, et plus largement pour la bioturbation, ne doit donc pas être négligée, même si des témoins indiquent l'importance des vers de terre et des gastéropodes dans ce domaine (Canti et Piearce, 2003 ; Durand *et al.*, 2010).

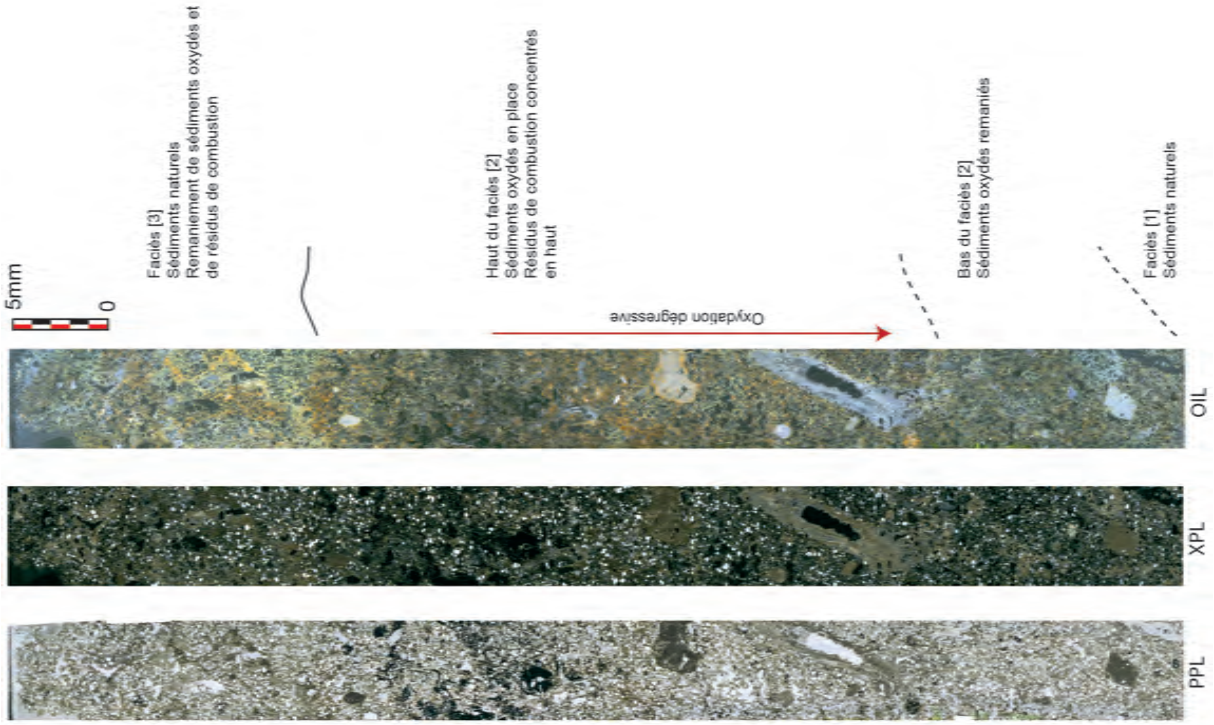



**Figure VI.68:** Les Bossats, sondage 50, niveau intermédiaire, lame mince ORM F22 I. Organisation du faciès [2] et contacts avec les faciès sous- et sus-jacents (assemblage de microphotographies).

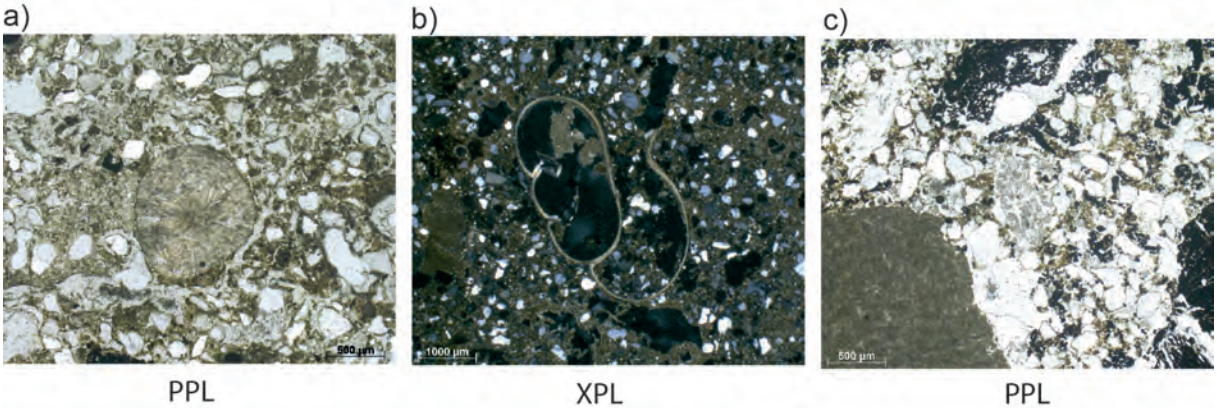



**Figure VI.69:** Les Bossats, sondage 50, niveau intermédiaire, lame mince ORM F22 I. Faciès [2]. a) Granule de vers de terre dans un comblement de chenal. b) Test de gastéropode. c) Calcitisations cytomorphiques désorganisées dans un chenal (racinaire ?). Noter autour les charbons fragmentés mêlés des limons sableux adoptant une microstructure grumeleuse/excrémentielle.

### 3.3.3. Le faciès supérieur [3]

- *Microstructure et assemblage*

La microstructure et l'assemblage du faciès [3] sont comparables à celle du faciès [1] (Figure VI.64e). La porosité, toujours liée à des chenaux et des vides d'entassement, est estimée à 11%.

- *Constituants*

Les fractions fine et grossière sont identiques à celles du faciès sous-jacent. L'oxydation observée pour le faciès [2] n'est cependant plus aussi fréquente, et elle semble surtout concerner des matériaux correspondant à des comblements de chenaux plus ou moins intégrés dans la masse (Figure VI.70). De la même façon, des résidus de combustion (MO amorphe et charbons) sont observés dans ce qui semble être des positions secondaires.

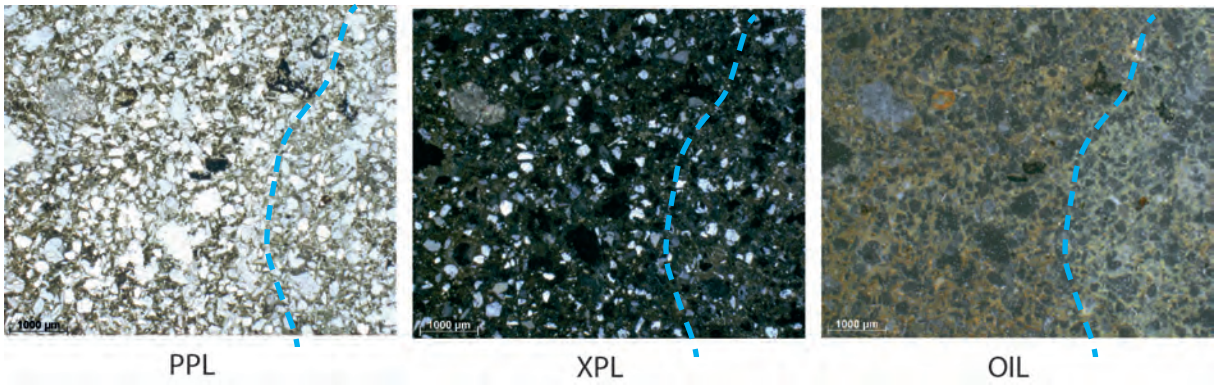



**Figure VI.70:** Les Bossats, sondage 50, niveau intermédiaire, lame mince ORM F22 I. Faciès [3]. Intégration de matériaux oxydés et riches en résidus de combustion (à gauche) similaires à ceux du faciès [2] par le biais de comblements denses de chenaux au sein de matériaux proches du faciès encaissant [1] (à droite).

- *Traits pédologiques*

Les traits pédologiques sont identiques à ceux des faciès sous-jacents : bioturbation importante et fréquents traits calcitiques en lien avec la porosité.

- *Interprétation*

Ce faciès semble correspondre au recouvrement du faciès [2] par des matériaux similaires à ceux du faciès encaissant. Toutefois, de nombreux résidus de combustion et sédiments oxydés y sont intégrés par les phénomènes de bioturbation. Il est donc probable que ce faciès corresponde à la poursuite de l'altération du niveau de sole identifié au sein du faciès [2] alors que celui-ci a déjà en partie été recouvert par de nouveaux limons sableux. Ce recouvrement a cependant probablement été relativement rapide puisqu'il a permis aux constituants organiques du faciès sous-jacent d'être conservés. Malheureusement la faible épaisseur de faciès [3] documentée sur la lame mince, et son importante bioturbation rendent délicate une proposition des processus à l'origine de cet apport sédimentaire.

### *3.3.4. Synthèse*

La lame mince ORM F22 I provenant de la structure EF22 du sondage 50 a permis de décrire trois faciès superposés correspondant à :

- [1], le faciès de limon sableux encaissant, en grande partie d'origine éolienne, mais illustrant aussi des épisodes d'apports locaux pouvant être liés à des phénomènes de ruissellement.
- [2], un faciès de nature similaire, mais oxydé par altération thermique et livrant de nombreux résidus de combustion. L'organisation interne de ce faciès montre que, malgré des processus de bioturbation non négligeables, celui-ci correspond à une sole de foyer en place. L'observation de revêtements amorphes, et très probablement organiques, de la porosité constitue en l'état l'une des particularités de ce faciès à l'échelle de tous les échantillons des Bossats que nous avons pu étudier à ce jour.
- [3], un faciès de recouvrement par des matériaux similaires à l'encaissant, mais auxquels se mêlent par bioturbation des constituants du faciès [2].

La structure E/F-22 semble donc bien correspondre à une sole de foyer en place et couverte de résidus charbonneux. Celle-ci a été fortement bioturbée, mais il est probable qu'un recouvrement relativement rapide ait malgré tout permis sa préservation sur le long terme. Malgré tout, compte tenu de ces phénomènes il est délicat de décrire précisément sa morphologie initiale. L'épaisseur minimale de la sole est de 25 mm, mais était sans doute plus importante. La nature des altérations thermiques indique des températures atteintes dans le sol de l'ordre de 300 à 500 °C, ce qui correspond à un foyer ouvert « classique » dans ce genre de contexte sédimentaire (*e.g.* Aldeias et al., 2016a). Nous avons observé de nombreux charbons de bois au sommet du faciès [2], mais ceux-ci sont fortement fragmentés et dégradés. Par ailleurs, même si de nombreux microcharbons sont indéterminables, nous n'avons pas repéré de restes osseux sur cette lame mince. Cela va en partie dans le sens des résultats préliminaires de l'analyse anthracologique mettant en avant la piètre préservation des charbons de bois (Théry-Parisot *in* Rapport ORM 2015). Par contre un décalage existe en ce qui concerne la présence d'os brûlés qui avaient été identifiés lors de cette analyse, mais est absente ici. Rappelons que dans ce domaine la représentativité d'une lame mince à l'échelle de toute une structure peut être discutée (Stoops, 2003). Enfin, l'observation de revêtements amorphes, vraisemblablement de nature organique, à la fois en place dans la porosité ou redistribués dans la masse, pose de nombreuses questions quant à leur nature et à leur origine. Leur position primaire dans la porosité va dans le sens d'un dépôt suite à un écoulement dans ces vides, il est alors possible d'avancer l'hypothèse, à vérifier, que ces matériaux amorphes puissent être le résultat du fonctionnement du foyer. À cet égard, un parallèle peut être établi avec ce qui a été observé lors des expérimentations impliquant la présence de MO animale (cf. Partie IV.3.4).

## 3.4. Bilan et interprétation

### 3.4.1. Synthèse des différents traits et éléments anthropiques observés

L'étude des échantillons archéologiques des Bossats a permis d'observer de nombreux traits qui correspondent d'une part aux processus naturels de mise en place et d'évolution des dépôts sédimentaires et d'autre part à des phénomènes liés à l'action anthropique ancienne (Tableau VI.15).

| Traits | Types | | Description | Exemples |
|---|---|---|---|---|
| ***Naturels*** | Sédimentaire | *Incorporation graviers* | Présence de constituants grossiers le plus souvent calcaires indiquant la reprise (ruissellement ?) de dépôt issu de l'érosion des formations locales | Zone C, E/F-22 |
| | Biologique | *Chenaux* | Vides de tailles et morphologies variables liés au creusement de galerie par la mésofaune ou les racines | Zone A, Zone B |
| | | *Passage feature* | Vides densément comblés résultant du passage de fouisseur (e.g. lombric, gastéropode) | Zone B, Zone C |
| | | *Comblement déjection* | Comblement des chenaux par des pelotes de déjection de la mésofaune | Zone A, Zone C |
| | | *Brassage constituants* | Intégration de constituants des faciès sous- ou sus-jacents déplacés par la mésofaune ; désorganisation d'autres traits (e.g. calcite cytomorphique) | E/F-22, Zone A, D28 |
| | Calcitique | *Infilling* | Comblement microcristallin de la porosité, lié à un milieu plus ou moins aride | E/F-22 |
| | | *Needle Calcite* | Comblement de calcite en aiguille de la porosité, marque un niveau de vadose, activité fongique ? | D28, Zone C |
| | | *Cytomorphes* | Cristallisations reprenant la structure de cellule racinaire, éventuellement désorganisées ou redistribuées dans la masse | Zone A, E-F/22 |
| | | *Hyporevêtement* | Imprégnation de calcite microcristalline au niveau de la périphérie des chenaux, en lien avec la circulation d'eau et/ou l'activité racinaire | Zone C, E/F-22 |
| | | *Imprégnation* | Accumulation de calcite microcristalline dans la masse présentant de forme irrégulière et des limites diffuse. Les observations de terrain montrent que ces imprégnations sont cependant moins consolidées que de véritables nodules | Zone B, Zone C |
| ***Anthropique*** | Combustion | *Rubéfaction fraction fine in situ* | Oxydation de la fraction fine | Zone B, E/F-22 |
| | | *Altération T° élément calcaire* | Coloration grisâtre à noirâtre en OIL, Fracturation | D28 ?, E/F-22 |
| | | *Formation cendres, charbons bois, os brûlés* | Combustion plus ou moins complète de végétaux et/ou d'os | D28, Zone B, E/F-22 |
| | Autres | *Artefact archéo* | Présence d'artefacts (silex, os non brûlés), éventuellement en position secondaire (bioturbation) | Zone A, Zone C |
| | | *Résidus de combustion déplacés* | Charbons de bois et d'os en position secondaire | Zone A, Zone C |
| | | *Revêtement MO porosité* | Revêtement amorphe de la porosité par de la MO | E/F-22 |

**Tableau VI.15:** Synthèse des principaux traits observés dans les échantillons des Bossats.

#### *3.4.1.1. Traits et phénomènes naturels*

Les traits naturels observés sont relativement homogènes parmi les échantillons que nous avons pu observer, sans doute en raison de la stratégie d'échantillonnage. Pour rappel, une étude plus détaillée sur ce thème est en cours (Naton étude en cours).

Hormis l'incorporation de graviers calcaires qui paraît traduire des variations dans la rythmicité des dépôts (Sellami *in* Rapport ORM 2010 ; Naton *in* Rapport ORM 2015), aucun trait ou phénomène strictement sédimentaire n'ont été observés. En effet, les dépôts observés sont extrêmement homogènes et peu de variations significatives ont été décelées. Les dépôts observés correspondent à des limons sableux fins, relativement massifs. Ces quelques remarques confirment bien les études antérieures qui considéraient ces sédiments comme résultant de processus éoliens relativement constants, malgré les quelques interruptions liées à des épisodes de ruissellement et/ou colluvionnement déjà évoqués.

Les traits pédologiques sont cependant fréquents. Ils relèvent d'une part de l'activité biologique (faune du sol et racine) et d'autre part de phénomènes de calcitisation. Les traits biologiques correspondent à la fois au creusement et au comblement de chenaux par la mésofaune du sol, ces phénomènes induisant des déplacements de matériaux et un brassage des constituants qui a sans doute en partie homogénéisé les microstructures observées. Des granules de calcite de vers de terre ainsi que des tests de gastéropode indiquent que ces deux types d'organismes font partie des acteurs principaux de ces processus. D'autres vides sont sans doute plus directement liés à l'activité racinaire comme en atteste le développement de traits calcitiques diagnostiques (hyporevêtements, calcitisations cytomorphiques). Les traits calcitiques sont également liés à la circulation d'eau dans la porosité (revêtements, comblements) et témoignent d'un régime hydrique fluctuant.

À l'échelle des niveaux archéologiques, il faut noter que ces traits pédologiques participant au processus taphonomique sont nettement plus marqués, que ce soit en termes de bioturbation ou en termes de calcitisation. L'estimation de la porosité au sein des différents faciès permet dans une certaine mesure d'évaluer l'intensité des processus biologiques dans la mesure où l'essentiel de ces vides lui est imputable. Les résultats mesurés (Tableau VI.16 et Figure VI.71), certes de façon approximative, montrent au-delà des valeurs absolues, une tendance à l'augmentation de la porosité dans les faciès « anthropisés », soit par la présence d'une structure de combustion primaire et de ses résidus (faciès [2] de Zone B et E/F-22 par exemple), soit dans le cas de résidus de combustion déplacés ou en tout cas remaniés (faciès [2] de D28, faciès [3] de E/F-22 et faciès [2] et [3] de la Zone A par exemple). Cette remarque montre bien que les vestiges archéologiques, et sans doute en particulier des matériaux organiques résultant de la combustion, ont contribué localement à une augmentation des processus biologiques.

| Structure | Lame mince | Faciès | Description | Classement | Porosité (%) |
|---|---|---|---|---|---|
| *D28* | *ORM14 D28* | [1] | Limon nat bas | Séd nat | 10 |
| | | [2] | Séd charb | Séd anthro | 17 |
| | | [3] | Séd nat et résidus | Séd anthro | 11 |
| *E/F-22* | *ORM14 F22 I* | [1] | Limon nat bas | Séd nat | 11 |
| | | [2] | Séd rubéfié et résidus | Séd anthro | 12 |
| | | [3] | Séd nat, résidus, bioturbé | Séd anthro | 11 |
| *Zone A* | *ORM12 B29a* | [1] | Limon nat bas | Séd nat | 10 |
| | | [3] | Séd nat, résidus, bioturbé | Séd anthro | 12 |
| | *ORM12 B29b* | [1] | Limon nat bas | Séd nat | 10 |
| | | [2] et [3] | Séd nat et charb, résidus, bioturbé | Séd anthro | 17 |
| | *ORM12 B29c* | [1] | Limon nat bas | Séd nat | 9 |
| | *ORM12 B29d* | [1] | Limon nat bas | Séd nat | 11 |
| | *ORM13 B29* | [1] | Limon nat bas | Séd nat | 10 |
| | | [2] et [3] | Séd nat et charb, résidus, bioturbé | Séd anthro | 14 |
| | | [2] | Séd charb | Séd anthro | 22 |
| | | [3] | Séd nat, résidus, bioturbé | Séd anthro | 11 |
| *Zone B* | *ORM14 B29* | [1] | Limon nat bas | Séd nat | 8 |
| | | [2] | Séd nat et charb, résidus, bioturbé | Séd anthro | 12 |
| *Zone C* | *ORM15 C29* | [1] | Limon nat bas, résidus, bioturbé | Séd nat | 10 |
| | | [2] | Séd nat et charb, résidus, bioturbé | Séd anthro | 11 |

**Tableau VI.16:** Récapitulatif des valeurs de porosité mesurées à partir des lames minces des Bossats.

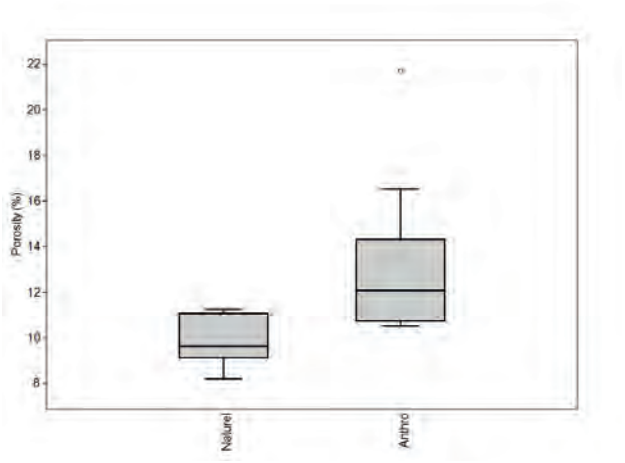



**Figure VI.71:** Diagramme en boîte des valeurs de porosité des lames minces des Bossats regroupées en Naturel (Faciès non affectés par l'activité anthropique) et Anthro (Faciès rubéfiés, brunifiés, enrichis en résidus de combustion, etc.). Voir Tableau VI.16 pour le détail.

#### *3.4.1.2. Traits et phénomènes anthropiques*

La plupart des traits et phénomènes d'origine anthropique que nous avons pu observer se rapportent aux processus touchant de près ou de loin à la combustion.

Nous avons observé dans plusieurs échantillons des traces d'oxydation de la fraction fine limoneuse et de constituants grossiers calcaires. Si dans le cas de la fraction fine il s'agit compte tenu du contexte d'une altération liée à une élévation de température dans le sol (rubéfaction), la question est plus délicate pour les graviers calcaires. Dans certains cas, ceux-ci sont clairement associés à des limons rubéfiés ou, au moins, à des résidus de combustion et il semble alors

prudent d'envisager leur oxydation comme résultant également d'une altération thermique (Zone B, E/F-22 par exemple). Mais dans d'autres cas, notamment le faciès [1] de la Zone C, des graviers observés dans ce que nous considérons comme un faciès naturel présentent également des traces d'oxydation. On remarque que dans les faciès de combustion ces graviers ont une teinte plutôt orangée à grisâtre (en OIL) alors que dans les faciès naturels cette oxydation se traduit par des colorations jaunâtres discontinues (toujours en OIL) ce qui pourrait traduire des types ou des degrés d'altération différents. Malgré tout, un travail plus approfondi sur ces questions demanderait à être mené.

Des résidus de combustion ont également été repérés. Ils se réfèrent en grande partie à des charbons de bois de dimensions réduites et parfois indéterminables (microcharbons), ce qui corrobore les observations anthracologiques effectuées sur le site (Théry-Parisot *in* Rapport ORM 2015). Dans le cas de la structure D28, ces charbons paraissent peu perturbés et probablement en place, scellés par le dépôt de la nappe de gravier sus-jacente et sa calcitisation. Dans le cas des différentes zones de B/C/D-28/29 et du foyer E/F-22, ces résidus de combustible sont affectés par une bioturbation conséquente. La présence d'os altérés par la chaleur soulève la question de leur utilisation en guise de combustible. Ils sont présents dans la plupart des échantillons observés, mais dans des quantités somme toute relativement limitées (à moins de considérer qu'une partie d'entre eux sont inclus dans les particules microcharbonneuses non identifiées ici).

Sur un échantillon (E/F-22), nous avons pu observer des revêtements amorphes en place dans la porosité ou redistribués par bioturbation. Les propriétés optiques de ces matériaux sont compatibles avec de la MO altérée à des degrés variables, mais il est en l'état difficile d'en dire plus sur leur nature exacte. Notons que leur position et leur mode de dépôt au sein de la porosité va dans le sens de l'hypothèse d'une infiltration à l'état plus ou moins liquide depuis la partie active du foyer comme proposé pour le site de Régismont le Haut à partir des résultats expérimentaux (cf. Partie IV.3.4).

Enfin, bien que rares, quelques artefacts archéologiques ont été repérés en particulier au sein des structures secondaires telles que la Zone A et la Zone C. Il est intéressant de noter que ceux-ci sont absents des lames minces provenant des structures de combustion primaires (même si sur le terrain cette distinction semble moins tranchée : Partie VI.2.1). Il s'agit de petits fragments de silex ou d'os non brûlés, parfois fragmentés en place. Ce type d'observations, couplé à des processus identiques affectant les charbons de bois, pourrait être indicatif de phénomènes de piétinement (Miller *et al.,* 2010), mais leur nature sporadique et la possibilité d'autres processus taphonomiques à l'œuvre restreignent la pertinence de cette remarque.

### 3.4.2. Synthèse des différents faciès observés

Du fait de la relative homogénéité des sédiments observés et du faible nombre de processus anthropique et taphonomique en jeu, la comparaison des différents faciès est relativement aisée. Ceux-ci correspondent à trois grandes catégories : les faciès naturels, les faciès de combustion primaire, les faciès de combustion secondaire (Tableau VI.17). Au total, huit sous-types de faciès permettent de résumer les observations menées précédemment (Figure VI.72).

| Faciès | Sous type | | Description | D28 | Zone A | Zone B | Zone C | E/F-22 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *Naturel / encaissant {A}* | *{A1}* | *Limons sableux massifs* | Matériaux limono-sableux massifs, porosité essentiellement canaliculaire, fréquents traits calcitiques, rares graviers calcaires | [1] | [1] | [1] | | [1] |
| | *{A2]* | *Limons sableux massifs à graviers calcaires* | Matériaux limono-sableux massifs, porosité essentiellement canaliculaire, fréquents traits calcitiques et nombreux graviers calcaires | | | | [1] | |
| *Combustion primaire {B}* | *{B1}* | *Rubéfié et brunifié in situ* | Oxydation et brunification de la fraction fine de l'encaissant, intégration de résidus de combustion par processus post-dépositionnel | | | [1]sup | | |
| | *{B2}* | *Rubéfié, brunifié et imprégné OM* | Oxydation et brunification de la fraction fine de l'encaissant. Imprégnation organique de la masse | | | | | [2] |
| | *{B3}* | *Résidus de combustion in situ* | Concentration de résidus de combustion sur niveau rubéfié, processus post-dépositionnel important. | [2] ? | | | | [2]sup |
| *Combustion secondaire {C}* | *{C1}* | *Mélange limons sableux naturels et résidus de combustion* | Intégration d'abondants résidus de combustion et des sédiments rubéfiés à des sédiments naturels par bioturbation | | [3] | [3] | [2] | |
| | *{C2}* | *Vidange* | Forte concentration de résidus de combustion, absence d'organisation, processus post-dépositionnels marqués | [2] ? | [2] | | | |
| | *{C3}* | *Mélange résidus de combustion et nappe de gravier/ galet* | Intégration d'abondants résidus de combustion à la nappe de graviers/galets | [3] | | | | |

**Tableau VI.17:** Synthèse des principaux types de faciès identifiés dans les échantillons des Bossats.

Les faciès « naturels » observés se rapportent tous deux à des limons sableux. Le cas le plus fréquent correspond à des sédiments relativement homogènes et d'origine éolienne ({A1}). Le type {A2} est assez proche, mais comporte une forte proportion de graviers calcaires qui peut correspondre localement à des variations dans les dynamiques de dépôts (ravinement, ruissellement).

Les trois faciès de « combustion primaire » que nous avons définis sont liés à des sédiments altérés thermiquement ou à des résidus de combustion en place. Il ne faut cependant pas perdre de vue l'importance des processus post-dépositionnels qui les affectent, et ils sont souvent proches des faciès secondaires sus-jacents. Le premier ({B1}), observé pour la Zone B, correspond à des matériaux oxydés *in situ*, cette rubéfaction présentant notamment un caractère dégressif en profondeur. Le type {B2}, correspondant au foyer E/F-22, est similaire, mais s'accompagne de revêtements amorphes de la porosité. Toujours pour la structure E/F-22, mais également pour

D28, nous avons créé un troisième type {B3} qui regroupe des résidus de combustion (charbons de bois et recristallisations cendreuses notamment) dont l'organisation et la bonne préservation nous paraissent indiquer une position primaire.

Enfin, une troisième catégorie regroupe les faciès qui se rattachent à des résidus de position en position secondaire. Le premier type {C1} correspond à un intense brassage de résidus de combustion souvent accompagnés de matériaux rubéfiés avec des sédiments identiques à ceux des faciès naturels. Il peut s'agir de reprise d'éléments en position primaire comme dans le cas des foyers de la Zone B ou de E/F-22. Mais dans le cas de la Zone A et de la Zone C il semble s'agir de la remobilisation de matériaux déjà en position secondaire. Dans le cas de la Zone A, des résidus de combustion concentrés et bien préservés malgré un manque d'organisation nous paraissent justement s'apparenter à une vidange de foyer {C2}. Finalement, le type {C3} est proche de premier mais son inclusion dans la nappe de grave du niveau gravettien et sa forte concentration en traits calcitiques en justifient la distinction.

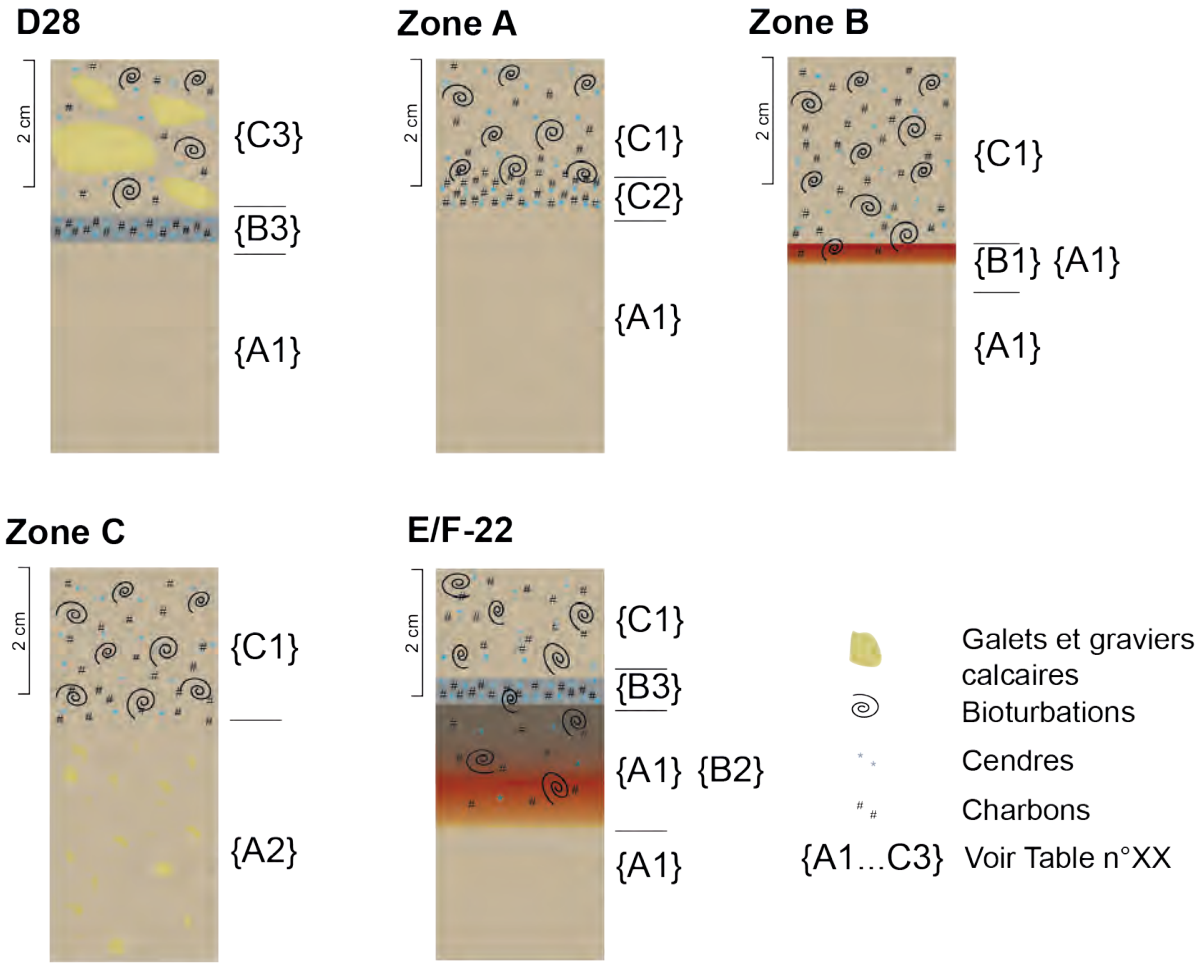



**Figure VI.72:** Organisation des principaux faciès types observés dans les échantillons des Bossats.

# 4. Géochimie organique des structures des Bossats

## 4.1. Structures sélectionnées et échantillons

Les échantillons sélectionnés pour les différentes analyses géochimiques l'ont été en fonction des observations de terrain, des résultats de l'étude micromorphologique et du déroulement des opérations de terrain (Tableau VI.18). Cette sélection a notamment été orientée par les interrogations concernant la nature des matériaux organiques amorphes mis en évidence durant l'analyse micromorphologique (E/F-22) et par les questions concernant les modalités de fonctionnement et d'utilisation des différentes structures.

Les échantillons de contrôle du bruit de fond local ont été prélevés pour le locus gravettien (**E31-1 et Zone A I**) et le niveau intermédiaire du sondage 50 (**EF22-3 et 8**). Dans la mesure où ils étaient relativement semblables au sein d'un même secteur, seuls les échantillons E31 1 et E/F-22 8 font ici l'objet d'une présentation détaillée, pour les deux autres seules les valeurs de $\%C_{org}$ sont exploitées.

Pour le locus gravettien, trois structures sont considérées:

- La **Zone A**, en plus d'un témoin (**I**) prélevé dans l'encaissant, un échantillon de sédiment charbonneux (**II**) correspondant au faciès [2 et 3] observé en lame mince (cf. Partie VI.3.2.2 ; faciès non distingués sur le terrain).
- La **Zone B**, avec également un prélèvement de sédiment charbonneux correspondant aux faciès charbonneux [2] et rubéfié [1 sup] observés en micromorphologie (cf. Partie VI.3.2.3 ; le faciès rubéfié n'avait pas été repéré sur le terrain lors du prélèvement).
- La structure **D28**, avec deux prélèvements (**1** et **2**) de sédiments charbonneux dans deux parties du foyer et qui correspondent au faciès charbonneux en place [2] observé en lame mince (cf. Partie VI.3.2.1).

Pour le foyer du sondage 50:

- Un prélèvement de sédiment charbonneux (**EF22-6**) correspondant au haut du faciès [2] observé en lame mince (cf. Partie VI.2.2)
- Un prélèvement de sédiment rubéfié (**EF22-7**) correspondant au bas du faciès [2] observé en lame mince (cf. Partie VI.2.2).

| | | | | Résultats présentés ici | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **Structure** | **Sous ech.** | **Description** | **Faciès micro.** | **%$C_{org}$** | **CG-SM** | **Py(TMAH)-CG-SM** |
| *E31* | 1 | Témoin sédiment encaissant Locus 1 | | x | x | x |
| *Zone A* | I | Encaissant Zone A | [1] | x | | |
| | II | Sédiment charbonneux Zone A | [2] et [3] | x | x | x |
| *Zone B* | | Sédiment charbonneux Zone B | [2] | x | x | x |
| *D28* | 1 | Sédiment charb.dans D28 (N-E) | [2] | x | x | x |
| | 2 | Sédiment charb. dans D28 (S-W) | [2] | x | x | x |
| *EF22* | 3 | Recouvrement à proximité du foyer EF22 | [3] | x | | |
| | 6 | Sédiment charbonneux foyer EF22 | [2]sup | x | x | x |
| | 7 | Sédiment rubéfié foyer EF22 | [2]inf | x | x | x |
| | 8 | Encaissant foyer EF22 | [1] | x | x | x |

**Tableau VI.18:** Échantillons des Bossats retenus et résultats discutés ici.

### 4.2. Carbone organique (%$C_{org}$)

Le tableau et la figure suivants (Tableau VI.19 et Figure VI.73) livrent les teneurs en carbone organique (%$C_{org}$) mesurées pour chacun des échantillons. Réalisées après élimination du carbone minéral (cf. Partie III.3.2.2), ces mesures reflètent donc la teneur en MO des différents prélèvements.

| **Échantillon** | **Description** | **% $C_{org}$** | **σ** |
|---|---|---|---|
| *E31-1* | Témoin sédiment encaissant Locus 1 | 0,3 | 0.8 |
| *Zone A I* | Témoin encaissant Zone A | 0,5 | 0.3 |
| *Zone A II* | Sédiment charbonneux Zone A | 1,9 | 0.4 |
| *Zone B* | Sédiment charbonneux Zone B | 2,7 | 0.8 |
| *D28-1* | Sédiment dans D28 (N-E) | 1,3 | 0.8 |
| *D28-2* | Sédiment dans D28 (S-W) | 0,8 | 0.8 |
| *EF22-3* | Recouvrement à proximité du foyer EF22 | 0,2 | 0.8 |
| *EF22-6* | Sédiment charbonneux foyer EF22 | 4,6 | 0.8 |
| *EF22-7* | Sédiment rubéfié foyer EF22 | 1,0 | 0.8 |
| *EF22-8* | Témoin encaissant foyer EF22 | 0,3 | 0.2 |

**Tableau VI.19:** %$C_{org}$ des différents échantillons des Bossats mesurés par analyse élémentaire après décarbonatation (σ correspond aux marges d'erreur en % calculées à partir d'étalons de tyrosine, cf. Partie III.3.2.2).

- *E31-1 et Zone A I*

Les deux échantillons témoins de l'encaissant du locus gravettien ont livré des résultats relativement bas (0.3 et 0.5%) ce qui corrobore les observations de terrain et micromorphologiques qui indiquaient des sédiments pauvres en constituants organiques. La valeur légèrement plus élevée constatée pour l'échantillon provenant de l'encaissant de la Zone A pourrait s'expliquer par la présence de matériaux charbonneux en lien avec l'activité biologique (bioturbation ; cf. Partie VI.3.2.2). Rappelons cependant que, compte tenu de la méthode employée (cf. Partie III.3.2.2), des variations aussi faibles ne sont pas significatives.

- *Zone A II, Zone B et structure D28*

Les sédiments charbonneux de ces trois structures ont logiquement livré des valeurs sensiblement plus élevées, comprises entre 0.8 et 2.7%, que les échantillons de contrôle. Cette augmentation est imputable à l'inclusion de nombreux charbons de bois et microcharbons dans ces sédiments. La présence plus rare d'os, parfois brûlés, peut également avoir joué un rôle dans ce phénomène.

Au sein de D28, les deux valeurs sont relativement proches, surtout en prenant en compte la marge d'erreur liée à la méthode, mais peuvent malgré tout refléter une certaine variabilité latérale en termes de concentration en résidus de combustion, que nous avions observée sur le terrain (cf. Partie VI.2.1.1).

- *Contrôles EF22 3 et 8*

Les deux échantillons provenant des sédiments sus- et sous-jacents au foyer EF-22 (3 et 8) ont livré des valeurs basses (0.2 et 0.3%) comparables à celles des témoins du locus gravettien, ce qui corrobore les observations de terrain et micromorphologiques qui montrent le caractère relativement homogène de ces sédiments (cf. Partie VI.2.2 et Partie VI.3.3.1).

- *EF22 6 et 7*

Les valeurs obtenues au sein du foyer lui-même sont significativement plus élevées: 4.6% pour les sédiments charbonneux et 1% pour les sédiments rubéfiés. Dans le premier cas, cela correspond sans doute principalement aux nombreux charbons de bois observés, mais, dans le second cas, cela peut appuyer l'hypothèse que les matériaux amorphes observés en lame mince sont bien de nature organique.

- *Bilan*

Le faible bruit de fond mesuré dans les échantillons de contrôle confirme que les sédiments du gisement des Bossats sont naturellement pauvres en MO, ce qui laisse présager qu'une bonne part des composés organiques provenant des structures archéologiques seront d'origine anthropique. Dans ces dernières les teneurs en carbone organique relativement élevées que nous avons mesurées sont sans doute le plus souvent liées à une forte composante charbonneuse, mais dans le cas de l'échantillon de sédiments rubéfié du foyer EF-22 (7), peu charbonneux, il est possible qu'une partie de cette MO corresponde aux constituants amorphes observés en micromorphologie.

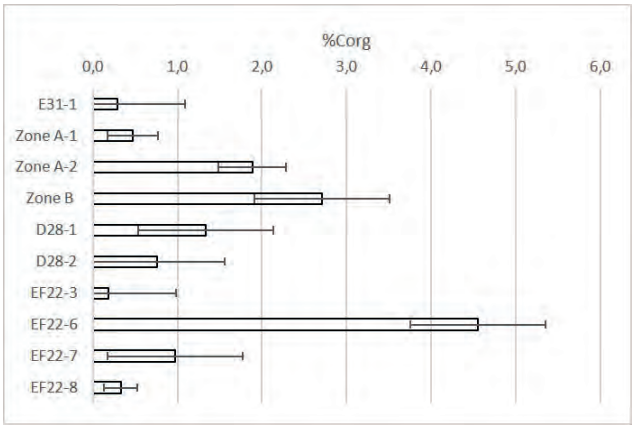



**Figure VI.73:** Histogramme des valeurs $\%C_{org}$ des différents échantillons des Bossats et représentation de la marge d'erreur à 1σ liée à la méthode employée (cf. Partie III.3.2.2).

## 4.3. Extraits lipidiques (CG-SM)

### *4.3.1. Résultats*

Les résultats obtenus en CG-SM sont détaillés ci-dessous. Les numéros portés sur chaque figure renvoient aux composés n'appartenant pas aux séries de composés aliphatiques indiqués par des symboles (acides gras saturés et insaturés, alcanes, alcools, etc.). Leur identification est précisée dans l'Annexe F (Tabl. Ann. F.1), où se trouve également un tableau (Tabl. Ann. F.4) synthétisant les composés détectés pour chaque extrait.

#### *4.3.1.1. E31-1 (Figure VI.74)*

Les composés aliphatiques sont les principaux contributeurs de cet extrait avec trois séries d'acides gras, d'alcanes et d'alcools. La série d'acides ($C_{8:0}$ à $C_{30:0}$) est dominée par $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$. Les insaturés ($C_{16:1}$ et $C_{18:1}$) sont peu marqués et les acides impairs >$C_{17}$ sont absents. La série d'alcools est relativement discontinue ($C_7$ à $C_{32}$), mais présente une nette prédominance des alcools pairs >$C_{21}$. La série d'alcanes ($C_{16}$ à $C_{35}$) est, pour sa part, dominée par les chaînes impaires à partir de $C_{25}$. Enfin, une courte série d'acides monométhylés (m-$C_{13}$ à $C_{16}$) et un alcène ($C_{26}$) sont également détectés.

Du glycérol (n° 5) et deux monoacylglycérols (n° 49 et 56) sont identifiés ainsi que du cholestérol (n° 61). Notons la présence d'acide benzoïque (n° 4) et d'un dérivé phénolique (n° 19). Du squalène (n° 58) est également détecté.

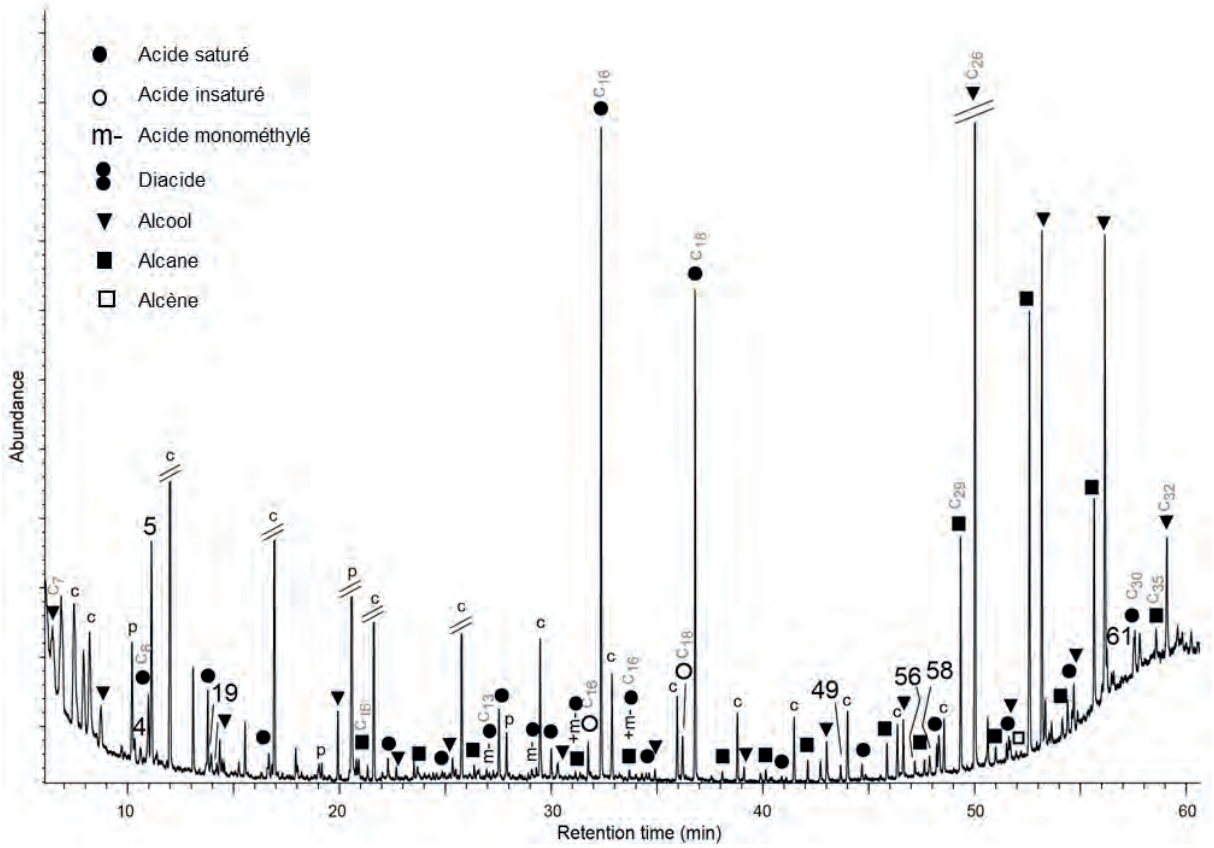



**Figure VI.74:** TIC de l'échantillon E31-1 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

#### *4.3.1.2. EF22-8 (Figure VI.75*

Les principaux composés identifiés dans cet extrait correspondent à trois séries : alcools, acides et alcanes. La série discontinue d'alcools ($C_{12}$ à $C_{32}$) est dominée par les chaînes paires. La série d'acides ($C_{6:0}$ à $C_{18:0}$) est dominée par $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$. Les acides insaturés sont uniquement représentés par $C_{16:1}$ et $C_{18:1}$, les isomères de ce dernier étant relativement abondants. Plusieurs diacides ($C_6$ à $C_{10}$) et des acides monométhylés (m-$C_{14}$ et $C_{16}$) ont également été détectés. La série discontinue d'alcanes ($C_{19}$ à $C_{35}$) est dominée par les chaînes impaires à partir de $C_{29}$.

Du glycérol (n° 5) et deux monoacylglycérols (n° 49 et 56) sont identifiés ainsi que du cholestérol (n° 61). Un HAP (n° 36), un diterpène (n° 39) ainsi que deux phytostérols (n° 66 et 67) ont été détectés. Notons également la présence de composés azotés : nitrile (n° 46), amide (n° 57) et un hétérocycle (n° 21). Plusieurs autres composés azotés ont été détectés, mais n'ont pu être identifiés (N). Trois cétones longues ($C_{27}$, $C_{29}$ et $C_{31}$) avec le groupe carbonyle en début de chaîne et le squalène (n° 58) complètent la liste des composés identifiés.

#### *4.3.1.3. Zone AII (Figure VI.76)*

Trois séries de composés aliphatiques dominent cet extrait (acides, alcools et alcanes). La série d'acides ($C_{7:0}$ à $C_{28:0}$) est dominée par $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$. Les insaturés ($C_{16:1}$et $C_{18:1\ et\ 2}$) sont peu marqués et les acides impairs >$C_{17}$ sont absents. La série d'alcools ($C_{20}$ à $C_{32}$) comporte uniquement des alcools pairs. La série d'alcanes ($C_{15}$ à $C_{35}$) est pour sa part dominée par les chaînes impaires à partir de $C_{27}$. Une courte série d'acides monométhylés (m-$C_{13}$ à $C_{16}$) est également détectée.

Du cholestérol (n° 61) ainsi que deux phytostérols (n° 64 et 66) ont été détectés. Un dérivé phénolique (n° 25) et du squalène (n° 58) viennent compléter cette liste.

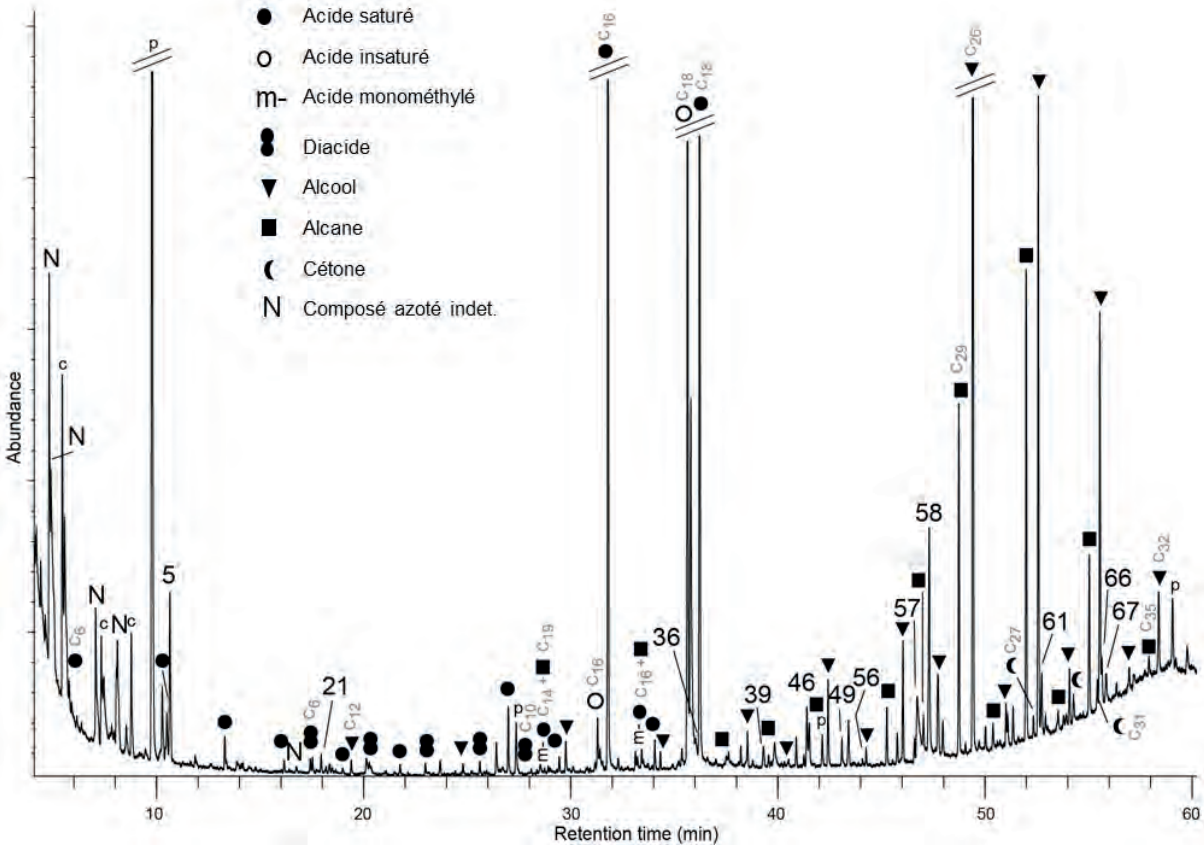



**Figure VI.75:** TIC de l'échantillon EF22-8 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

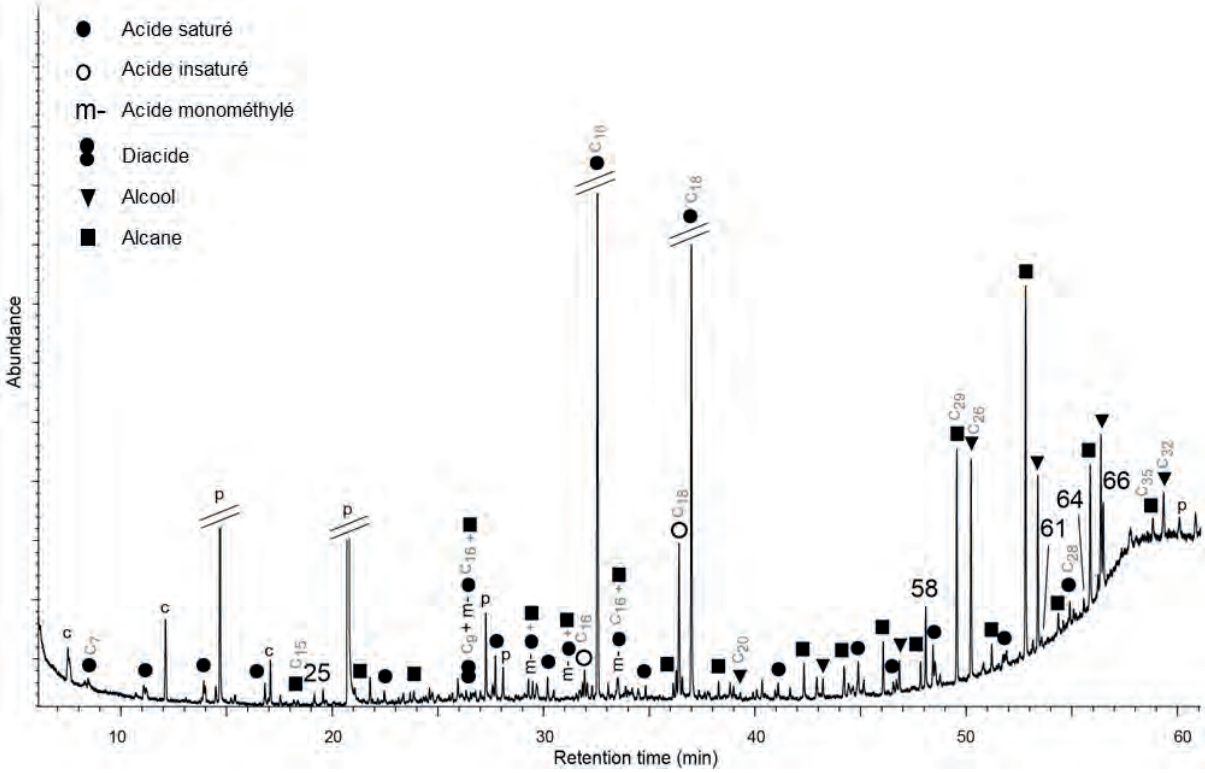



**Figure VI.76:** TIC de l'échantillon Zone A II (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

#### *4.3.1.4. Zone B (Figure VI.77)*

Une série discontinue d'alcools ($C_{12}$ à $C_{32}$) domine cet extrait avec en particulier des alcools pairs <$C_{20}$. Une série également discontinue d'acides saturés ($C_{6:0}$ à $C_{24:0}$) avec quelques insaturés ($C_{16:1}$ et $C_{18:1\ et\ 2}$) est détectée. Des diacides ($C_8$ et $C_9$) et des acides monométhylés (m-$C_{13}$ à $C_{16}$) sont présents. Enfin, une série discontinue d'alcanes ($C_{21}$ à $C_{33}$), dominée par les chaînes impaires à partir de $C_{27}$, est aussi identifiée.

Du glycérol (n° 5) et deux monoacylglycérols (n° 49 et 56) sont identifiés ainsi que du squalène (n°58). Une cétone ($C_{29}$), un nitrile (n° 46) et un amide (n° 57) sont aussi détectés.

Des composés phénoliques (n° 7, 8 et 22), des stérols (n° 61 et 70) et phytostérols (n° 62, 63 et 66) et un diterpène, le totarol (n° 40), complètent la liste des composés identifiés dans cet extrait. Plusieurs composés azotés ont été détectés (N), mais n'ont pu être identifiés.

#### *4.3.1.5. D28-1 (Figure VI.78)*

Cet extrait est dominé par une série d'alcools ($C_{12}$ à $C_{32}$) avec une forte prédominance des chaînes paires à partir de $C_{22}$. Une série discontinue d'alcanes ($C_{21}$ à $C_{33}$), dominée par les chaînes impaires à partir de $C_{25}$, est détectée. Une autre série, d'acides gras cette fois-ci ($C_{6:0}$ à $C_{18:0}$), est quant à elle dominée par $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$ et livre peu d'insaturés ($C_{16:1}$ et $C_{18:1}$).

Du glycérol (n° 5) et deux monoacylglycérols (n° 49 et 56) sont identifiés ainsi que du cholestérol (n° 61). Enfin, notons la présence d'acide benzoïque (n° 4), de deux phytostérols (n° 64 et 66) et du squalène (n° 58). Plusieurs composés azotés ont été détectés, mais n'ont pu être identifiés.

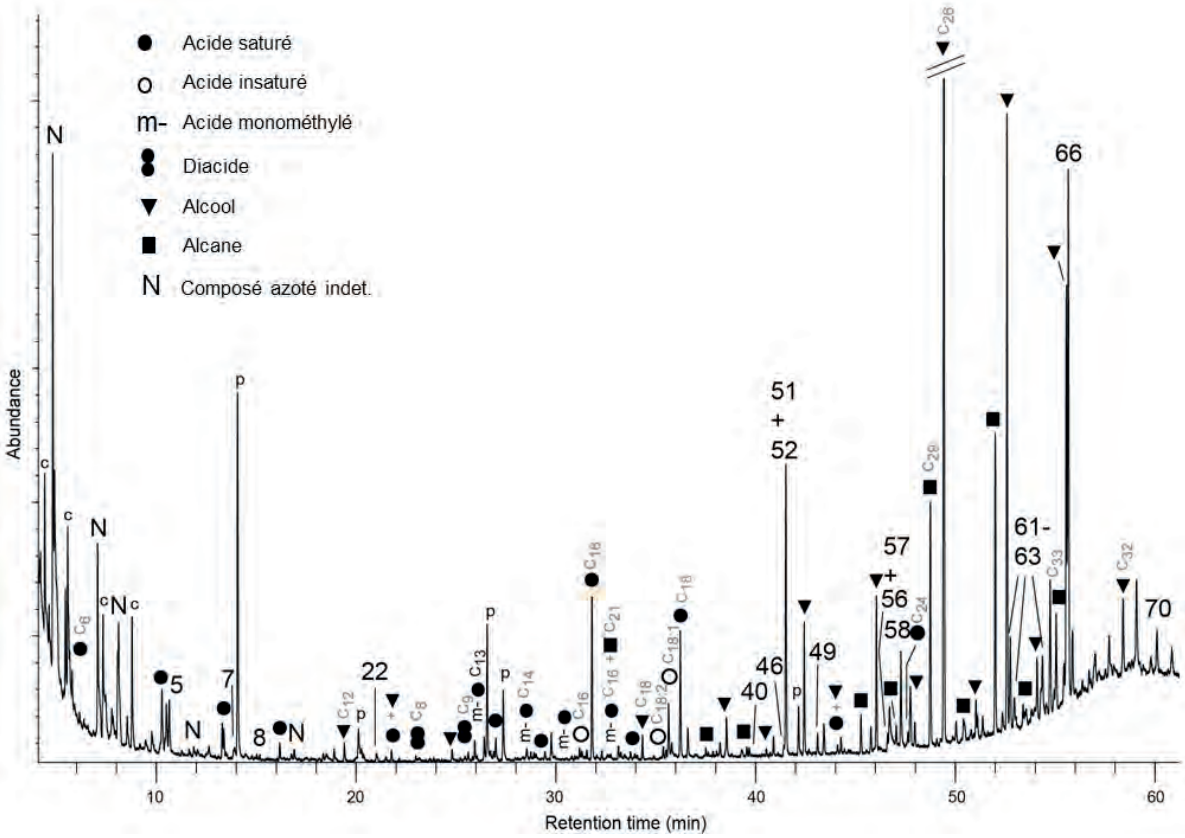



**Figure VI.77:** TIC de l'échantillon Zone B (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

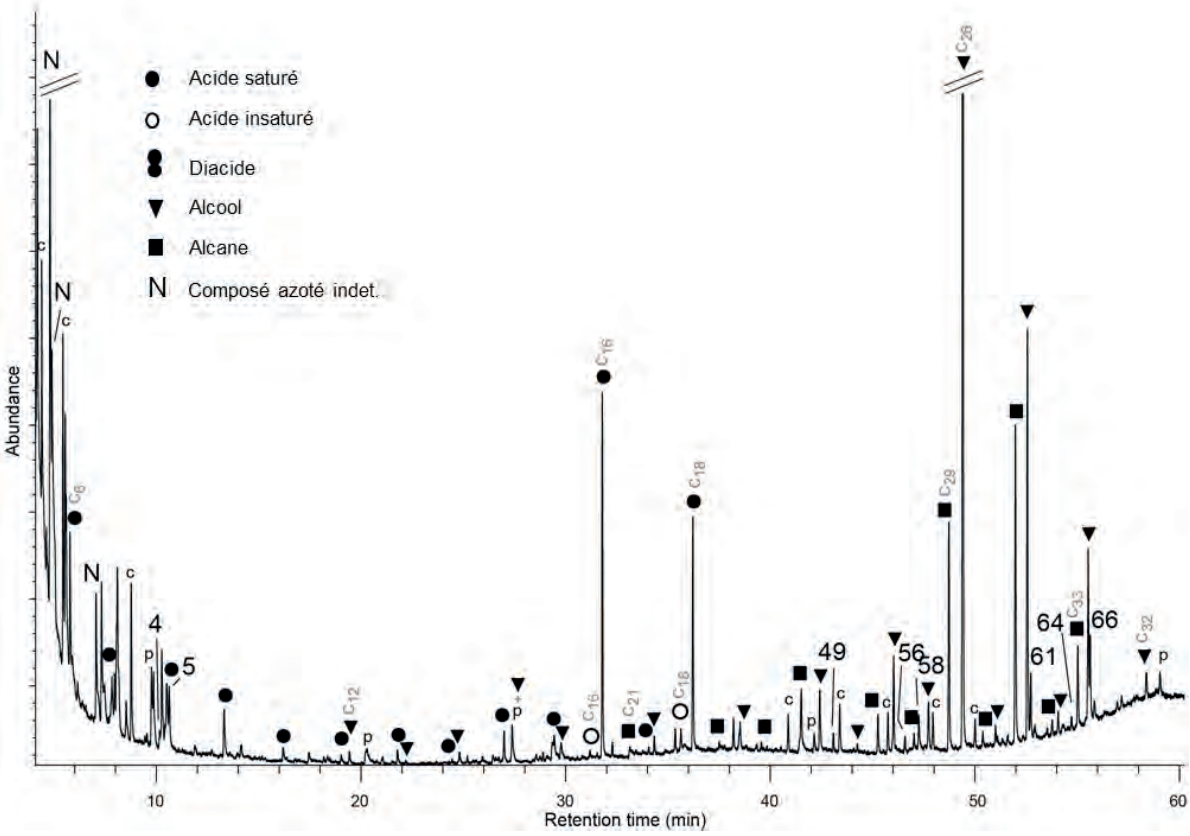



**Figure VI.78:** TIC de l'échantillon D28-1 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

#### *4.3.1.6. D28-2 (Figure VI.79)*

Trois séries de composés aliphatiques dominent cet extrait (acides, alcools et alcanes). La série d'acides ($C_{6:0}$ à $C_{28:0}$) est dominée par $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$. Les insaturés ($C_{16:1}$ et $C_{18:1 \text{ et } 2}$) sont peu marqués et les acides impairs >$C_{17}$ sont absents. La série d'alcools ($C_{12}$ à $C_{32}$) est dominée après $C_{20}$ par les chaînes paires. La série discontinue d'alcanes ($C_{20}$ à $C_{33}$) est pour sa part dominée par les chaînes impaires à partir de $C_{25}$. Une série d'acides monométhylés (m-$C_{11}$ à $C_{17}$) est également détectée. Enfin, notons la présence de deux diacides ($C_8$ et $C_9$).

Du glycérol (n° 5) et deux monoacylglycérols (n° 49, 56) sont identifiés ainsi que du squalène (n° 58) et deux y-lactones (n° 35 et 38). Plusieurs cétones, courtes et longues avec le groupe carbonyle en début ($C_{15}$, $C_{17}$, $C_{29}$et $C_{31}$) ou en milieu de chaîne ($C_{35}$), sont présentes. Notons également la présence de trois composés azotés : un hétérocycle (n° 21), un nitrile (n° 46) un amide (n° 57). De l'acide benzoïque (n° 4), deux stérols (n° 61 et 70) et deux phytostérols (n° 64 et 66) sont également détectés. Plusieurs autres composés azotés ont été détectés (N), mais n'ont pu être identifiés.

#### *4.3.1.7. EF22-6 (Figure VI.80)*

Cet extrait est dominé par trois séries ; alcools, acide gras et alcanes. La série discontinue d'alcools ($C_{12}$ à $C_{32}$) est dominée après $C_{20}$ par les chaînes paires. La série d'acides ($C_{6:0}$ à $C_{30:0}$) est dominée par $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$ et ne comporte que des acides de chaînes paires au-delà de $C_{18}$. Les acides insaturés sont uniquement représentés par $C_{16:1}$ et $C_{18:1}$. Deux diacides ($C_8$ et $C_9$) ont également été détectés. Enfin, la série discontinue d'alcanes ($C_{17}$ à $C_{33}$) est dominée par les chaînes impaires à partir de $C_{25}$.

Du glycérol (n° 5) et deux monoacylglycérols (n° 49 et 56) sont identifiés ainsi que du squalène (n° 58) et deux stérols (n° 60 et 61). Deux dérivés phénoliques (n°19 et 41), du sitostérol (n° 66), un HAP (n° 36), un diterpène (n° 39) et un dérivé terpénique (n° 50) sont présents dans cet extrait. Un amide (n° 22) et plusieurs composés azotés non identifiés ont également été détectés.

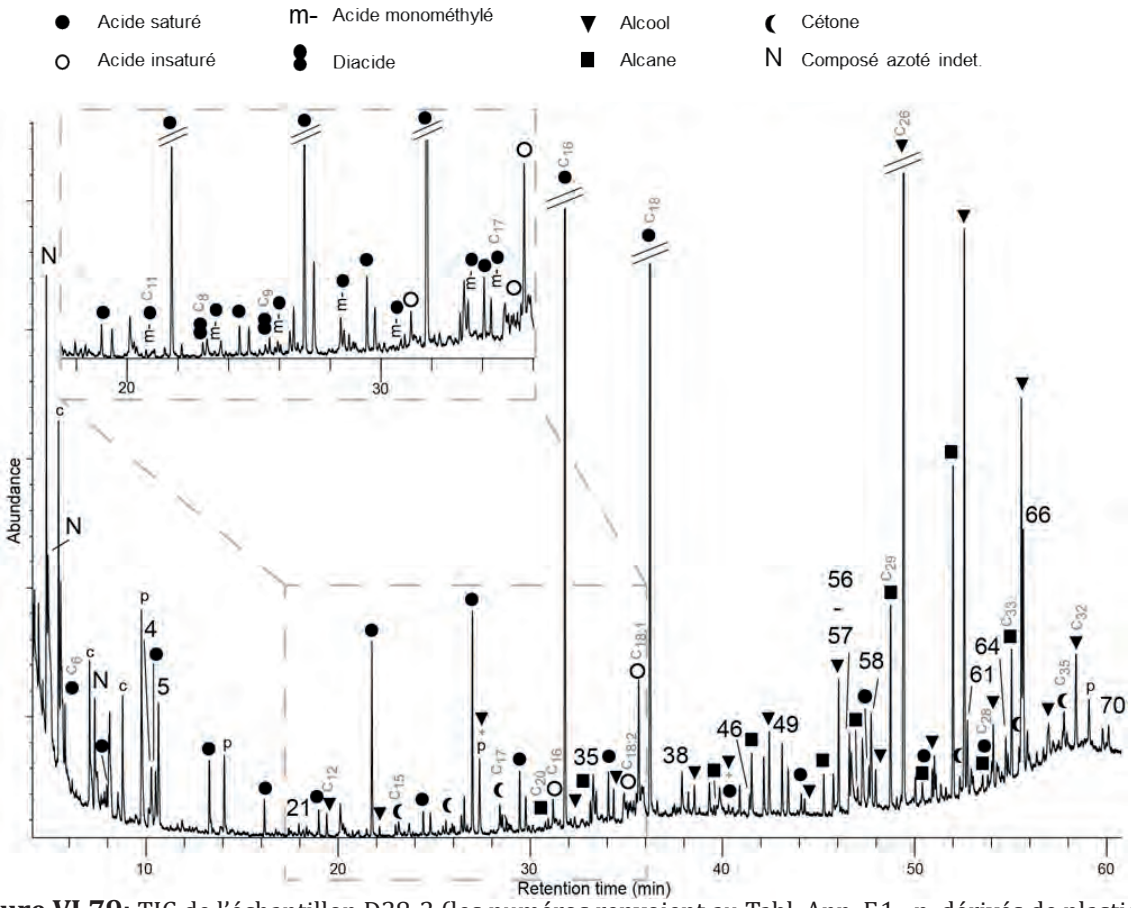



**Figure VI.79:** TIC de l'échantillon D28-2 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

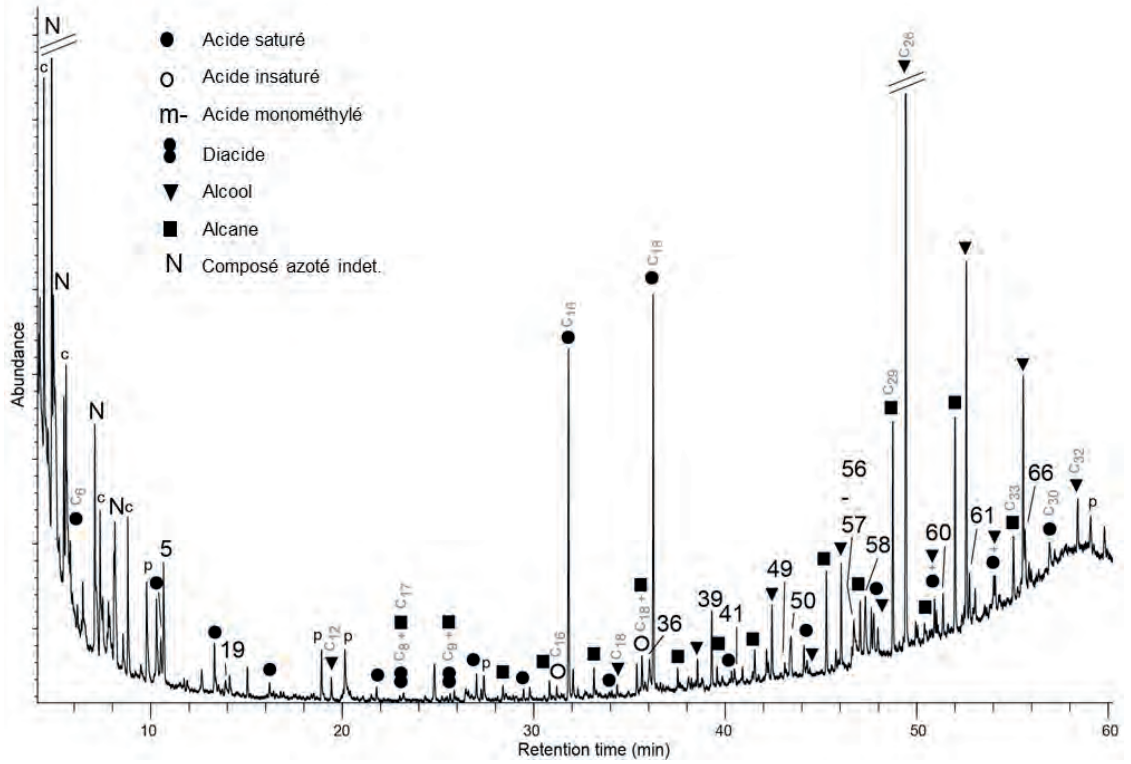



**Figure VI.80:** TIC de l'échantillon EF22-6 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

#### 4.3.1.8. EF22-7 (Figure VI.81)

Trois séries de composés aliphatiques (alcools, acides gras, alcanes) dominent cet extrait. La série discontinue d'alcools ($C_{12}$ à $C_{32}$) est dominée par les chaînes paires. La série d'acides ($C_{6:0}$ à $C_{28:0}$) est dominée par $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$, mais $C_{12:0}$ et $C_{14:0}$ sont également relativement abondants. Elle ne comporte que des acides de chaînes paires au-delà de $C_{18}$. Les acides insaturés sont uniquement représentés par $C_{16:1}$ et $C_{18:1}$. Un diacide ($C_9$) a également été détecté. Enfin, la série discontinue d'alcanes ($C_{16}$ à $C_{33}$) est dominée par les chaînes impaires à partir de $C_{25}$.

Du glycérol (n° 5) et deux monoacylglycérols (n° 49 et 56) sont identifiés ainsi que du squalène (n° 58) et du cholestérol (n° 61). Deux dérivés phénoliques (n° 18 et 19), deux phytostérols (n° 66 et 67), un diterpène, l'acide déhydroabiétique (n° 39), un HAP (n° 36) et un dérivéterpénique (n° 50) sont présents dans cet extrait. De l'acide pyroglutamique (n° 21) ainsi que plusieurs composés azotés non identifiés (N) ont également été repérés.

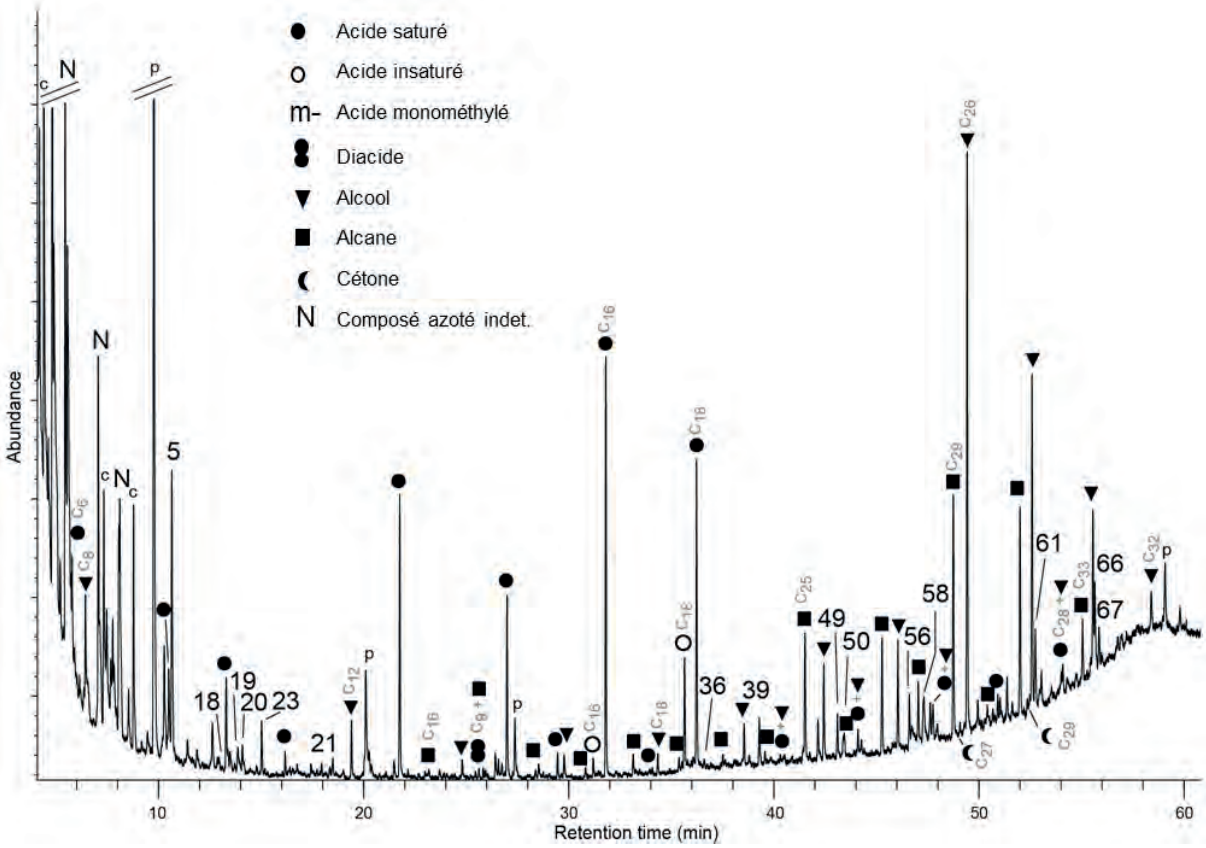



**Figure VI.81:** TIC de l'échantillon EF22-7 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

### *4.3.2. Bilan de l'approche qualitative*

#### *4.3.2.1. Bruit de fond des échantillons témoins*

Deux échantillons peuvent être considérés comme représentatifs du bruit de fond local des Bossats : E31-1 et EF22-8. Les composés identifiés y sont relativement nombreux, mais correspondent principalement à trois séries de composés aliphatiques (acides gras, alcanes, alcools). Des produits de la dégradation de triacylglycérols et des stérols sont également présents. Relativement ubiquistes, nous verrons ci-dessous qu'une origine végétale peut être supposée pour certains de ces composés. Notons que pour l'échantillon EF22-8, prélevé sous le foyer EF22, plusieurs composés (cétones, composés azotés) sont plutôt inattendus. Dans la mesure où certains d'entre eux sont également retrouvés dans les prélèvements sus jacents (EF22-6 et 7) il est difficile d'écarter l'hypothèse qu'il s'agisse d'une « pollution » par exemple suite à un lessivage du foyer.

#### *4.3.2.2. Éléments non diagnostiques*

Dans chacun des échantillons, la contribution des acides saturés de courtes chaînes ($C_6$ à $C_{18}$) est récurrente. Il est donc difficile, d'un point de vue qualitatif, d'y voir une signature spécifique dans la mesure où leur présence peut aussi bien refléter la contribution de MO végétale, animale et/ou végétale (Christie, 2014). La même remarque peut être faite pour les acides monométhylés qui sont présents dans tous les échantillons sauf D28-1, EF22-6 et 7 (Dudd *et al.*, 1999).

Du cholestérol a été retrouvé dans tous les échantillons également. Du fait de son abondance dans les tissus animaux, ce composé est fréquemment considéré comme un marqueur de MO animale, mais plusieurs travaux ont démontré sa possible origine bactérienne ou fongique (Huang et Meinschein, 1976 ; Volkmann, 2005 ; Christie, 2014). La présence systématique de glycérol et de monoacylglycérol est également peu diagnostique. Ce type de composés issus de la dégradation de triacylglycérols peut en effet aussi bien correspondre à de la MO végétale qu'animale (Nolte *et al.*, 1999 ; Evershed *et al.,* 2002 ; Van Den Berg *et al.*, 2002).

La détection, elle aussi systématique, du squalène pose également problème dans la mesure où ce composé peut aussi bien être un précurseur de nombreux stérols (Christie, 2014), mais aussi un plastifiant et un lipide présent sur la peau (*e.g.* Evershed, 1993 ; Grenacher et Guerin, 1994 ; Heron *et al.*, 2010). Dans la mesure où la détection de polluants (*e.g.* phtalates) est fréquente dans nos échantillons, l'hypothèse d'une contamination est donc difficile à ignorer.

#### *4.3.2.3. MO végétale*

Une large part des composés identifiés correspondent à de la MO d'origine végétale. La contribution systématique des alcanes, alcools et fréquente des acides > $C_{18}$ est attribuable à cette source (Evershed *et al.*, 1999 ; Simoneit, 2002 ; Poirier *et al.*, 2005 ; Spangenberg *et al.*, 2014). Les phytostérols, sous la forme de sitostérol, de campestérol et de stigmastérol par exemple, sont également liés à ce type de MO (Huang et Meinschein, 1976). L'observation d'une forte prédominance des alcanes de longues chaînes impaires et l'importance de $C_{29}$ et $C_{31}$ dans tous les échantillons semblent indiquer une contribution de MO provenant de cires épicuticulaires (Oros *et al.*, 1999 ; Oros et Simoneit, 2001). La prédominance des alcools de chaînes longues paires dans les échantillons va dans le même sens (Oros et Simoneit, 2001).

Les composés terpéniques retrouvés dans les échantillons de la Zone B et de EF-22 indiquent également une origine végétale. Pour l'acide déhydroabiétique (EF22-6, 7 et 8), une origine en lien avec les conifères a souvent été avancée en particulier avec la résine de pin (Phillips et Croteau, 1999 ; Knicker *et al.*, 2013). Toutefois sa formation se faisant par oxydation des acides résiniques, il serait sans soute plus juste de le considérer ici comme un marqueur de l'altération thermique de MO végétale (Simoneit *et al.*, 1993 et 2000 ; Oros et Simoneit, 2001 ; Simoneit, 2002). Il faut cependant signaler que des travaux récents questionnent cette attribution systématique à une origine végétale (Costa *et al.*, 2016). Pour le totarol (Zone B) quant à lui, une origine en lien avec les Cupressacées (gymnospermes y compris *Juniperus* sp.) est généralement proposée (Mills et White, 1987 ; Otto et Simoneit, 2001 ; Otto et Wilde, 2001 ; Schellekens *et al.,* 2013).

Retrouvés de façon plus sporadique, des dérivés phénoliques (Zone A II, Zone B, EF22-6 et 7) et de l'acide benzoïque (E31-1, D28-1 et 2) peuvent correspondre à des sous-produits de la dégradation de la lignine (Simoneit *et al.*, 1993 ; Quénéa *et al.*, 2004 ; Simoneit, 2005 ; Regert *et al.*, 2006 ; Shadkami et Helleur, 2010) et donc indiquer la présence de dérivés du bois dans tous les échantillons sauf EF22-8.

#### *4.3.2.4. MO végétale thermo altérée*

Bien que peu fréquents, quelques composés sont à rattacher directement à l'altération thermique de MO végétale. Nous avons déjà évoqué l'acide déhydroabiétique, un dérivé terpénique pouvant se former par oxydation et donc éventuellement altération thermique, dans les échantillons EF22-6, 7 et 8 ainsi que certains produits de la dégradation de la lignine qui peuvent également correspondre à ce mécanisme dans la plupart des échantillons (Oros et Simoneit, 2001).

Plus spécifiquement, différents produits de la dégradation de terpènes illustrent l'incorporation de MO végétale thermoaltérée. La présence de retene (EF22-6, 7 et 8) et d'acide 7-oxodehydroabiétique (EF22-6 et 7) va dans le sens d'une MO thermoaltérée issue de conifères dans cette structure (Rogge *et al.*, 1998 ; Simoneit *et al.*, 2000 ; Oros et Simoneit, 2001).

#### *4.3.2.5. MO animale*

Les indicateurs d'une contribution importante de MO animale sont peu fréquents dans les extraits lipidiques. Une présence quasi systématique des quelques diacides (sauf E31-1 et D28-1) pourrait éventuellement correspondre à la dégradation d'acides d'origine animale (Wexler, 1964 ; Mills, 1966 ; Erhardt, 1998 ; Van Den Berg *et al.*, 2002 ; Rontani et Aubert, 2008). Plus ponctuellement, une forte contribution de l'insaturé $C_{18:1}$ dans l'échantillon EF22-8 (38%FA, voir infra) pourrait être interprétée de la même façon (Malainey *et al.,* 1999a ; Nieuwenhuyse *et al.*, 2015). Dans l'échantillon EF22-7 une contribution notable des acides saturés $C_{12:0}$ (14%FA) et $C_{14:0}$ (9%FA ; voir *infra*) correspond peut-être au même type de contribution. Dans l'échantillon D28-1 les acides très courts (< $C_{10}$) sont également abondants (34%FA)

#### *4.3.2.6. MO animale altérée thermiquement*

Les alcools courts (< $C_{17}$), présents dans tous les échantillons sauf celui de la Zone A, peuvent correspondre à des marqueurs de l'altération thermique de MO animale, bien que peu de références existent (Nawar, 1989 ; Rogge *et al.*, 1991 ; Evershed *et al.*, 2002). Des cétones ont été identifiées dans plusieurs extraits (EF22-7 et 8, Zone B, D28-2) avec dans un cas des y-lactones (D28-2). Ces composés sont considérés comme des marqueurs de MO animale thermoaltérée (Nawar, 1969 ;

Rogge *et al.*, 1991 ; Evershed *et al.*, 1995, 2002 ; Raven *et al.*, 1997 ; Schauer *et al.*, 1999 ; Lucquin, 2007 ; Belitz *et al.*, 2009). Des composés azotés, linéaires (amines et nitriles : EF22-8 et 6, Zone B et D28-2) et hétérocycliques (acide pyroglutamique : D28-2 et EF22-7), sont également identifiés et pourraient plus spécialement indiquer une MO initiale riche en protéines comme de la viande (Rogge *et al.*, 1991 ; Schauer *et al.*, 1999 ; Simoneit, 2002 ; Simoneit *et al.,* 2003 ; Cascarosa *et al.*, 2011 ; Sharma *et al.*, 2004 ; Berruti *et al.,* 2012 ; Rono *et al.*, 2017).

#### *4.3.2.7. Synthèse*

La prise en compte du bruit de fond naturel est déterminante pour l'approche qualitative des échantillons des Bossats. À partir de l'échantillon E31-1, et dans une moindre mesure de EF22-8 (qui semble impacté par les formations sus-jacentes), ce bruit de fond comporte en particulier des composés se rapportant à de la MO végétale et des composés relativement ubiquistes. La forte contribution des composés aliphatiques que sont les acides, alcanes et alcools se retrouve ainsi dans tous les échantillons. Plusieurs dérivés benzoïques et phénoliques sont également récurrents et soulignent donc la contribution de végétaux ligneux à ce bruit de fond. La présence de plusieurs composés dérivés de triglycérides (glycérol, MAG) et de cholestérol est elle aussi récurrente et à ce titre semble peu diagnostique. D'un point de vue méthodologique, les résultats de l'échantillon EF22-8, prélevé en témoin du foyer sus-jacent, illustrent une probable contamination depuis la structure archéologique. Ce type de stratégies de prélèvement paraît donc risqué et implique de considérer avec une certaine réserve le bruit de fond « naturel » de ce « contrôle ».

Malgré tout, plusieurs marqueurs ou groupes de composés se distinguant de ce bruit de fond global ont pu être identifiés dans les échantillons provenant des structures archéologiques (Tableau VI.20, voir également Annexe F).

La Zone A présente un signal fortement marqué par de la MO végétale, mais peu de traces de MO d'origine animale à l'exception de rares diacides. La Zone B quant à elle livre également un signal dominé par la MO végétale, mais plusieurs composés (amide, nitrile, cétones) indiquent une contribution de MO animale thermoaltérée.

Dans les deux échantillons de la structure D28, la présence de MO végétale est également importante. Toutefois, l'échantillon D28-2 fournit en plus des indices de MO animale (diacides) et surtout animale thermoaltérée (cétone, lactone). Dans cet échantillon, plusieurs composés azotés cycliques (acide pyroglutamique) ou linéaires (amide et nitrile) sont également détectés. Cette différence entre les deux échantillons semble donc indiquer une certaine variabilité latérale au sein de cette structure.

Finalement, les échantillons provenant de la structure EF22 sont assez semblables entre eux du point de vue de l'extrait lipidique. Le contrôle prélevé sous la structure (EF22-8) est similaire aux échantillons sus jacents EF22-6 et 7 ce qui pose problème pour distinguer le bruit de fond local dans ce secteur. Malgré tout, un faisceau d'éléments indique une importante contribution de MO végétale en partie thermoaltérée et dont une portion semble pouvoir être spécifiquement rattachée au grand groupe des résineux (acide déhydroabiétique, acide 7-Oxodéhydroabiétique et retene). De plus, des composés azotés linéaires et cycliques suggèrent la présence de MO animale thermoaltérée dans cette structure.

Vis-à-vis des résultats expérimentaux, la contribution généralisée de MO végétale peut être mise en lien, outre le bruit de fond, avec la signature de combustible végétale. Les composés illustrant la dégradation de cette MO sont cependant également rares dans les extraits lipidiques des Bossats, sans doute en raison d'une plus forte récalcitrante à l'extraction. En ce qui concerne les marqueurs de MO animale fraîche, ceux-ci sont peu diversifiés pour les Bossats, ce qui confirme le faible potentiel de préservation de la plupart d'entre eux sur le temps long. Malgré tout, les groupes de composés reflétant la contribution de MO animale thermoaltérée (cétones, lactones, composés azotés) sont quant à eux bien représentés dans les échantillons des Bossats et ont donc, plus généralement, un meilleur intérêt d'un point de vue archéologique.

| | **Contrôles** | | **Zone A** | **Zone B** | **D28** | | **EF22** | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | **E31 1** | **EF22-8** | **II** | | **1** | **2** | **EF22-6** | **EF22-7** | |
| *Acides saturés >$c_{18}$* | X | | X | X | | X | X | X | **MO végétale** |
| *n-alcools >$c_{17}$* | X | X | X | X | X | X | X | X | |
| *n-alcanes* | X | X | X | X | X | X | X | X | |
| *Phytostérols* | | X | X | X | X | X | X | X | |
| *Terpènes* | | X | | X | | | X | X | |
| *Acides benzoïques* | X | | | | X | X | | | |
| *Composés phénoliques* | | | X | X | | | X | X | |
| *Terpène dériv.* | | x | | | | | x | x | **MO végétale thermoaltérée** |
| *Diacides* | | X | X | X | | X | X | x | **MO animale** |
| *Cétones* | | X | | X | | X | | x | **MO animale thermoaltérée** |
| *y-lactones* | | | | | | X | | | |
| *Amines / nitriles* | | X | | X | | X | X | | **MO animale thermoaltérée ?** |
| *Composés azotés arom./ hétéro* | | x | | | | X | | X | |

**Tableau VI.20:** Synthèse des principaux marqueurs identifiés dans les extraits lipidiques issus des échantillons des Bossats.

### *4.3.3. Distribution des acides gras*

Les détails des distributions et des valeurs calculées pour leur analyse sont regroupés dans l'Annexe E.

#### *4.3.3.1. Distribution générale des acides gras*

Les acides courts ($C_6$ à $C_{18}$) sont les principaux contributeurs pour tous les échantillons (entre 79 et 100% ; Figure VI.82). L'acide saturé $C_{16:0}$ est généralement le principal contributeur (entre 23.7 et 35%) sauf pour EF22-6 ($C_{18:0}$ : 28.8%) et EF22-8 ($C_{18:1}$ : 38%). L'abondance des acides insaturés est très variable d'un échantillon à l'autre. Elle est inférieure à 10% pour les échantillons E31-1, D28-1, EF22-6 et 7, comprise en 10 et 20% pour les échantillons Zone A II, Zone B et D28-2 et atteint enfin 40.4% pour EF22-8.

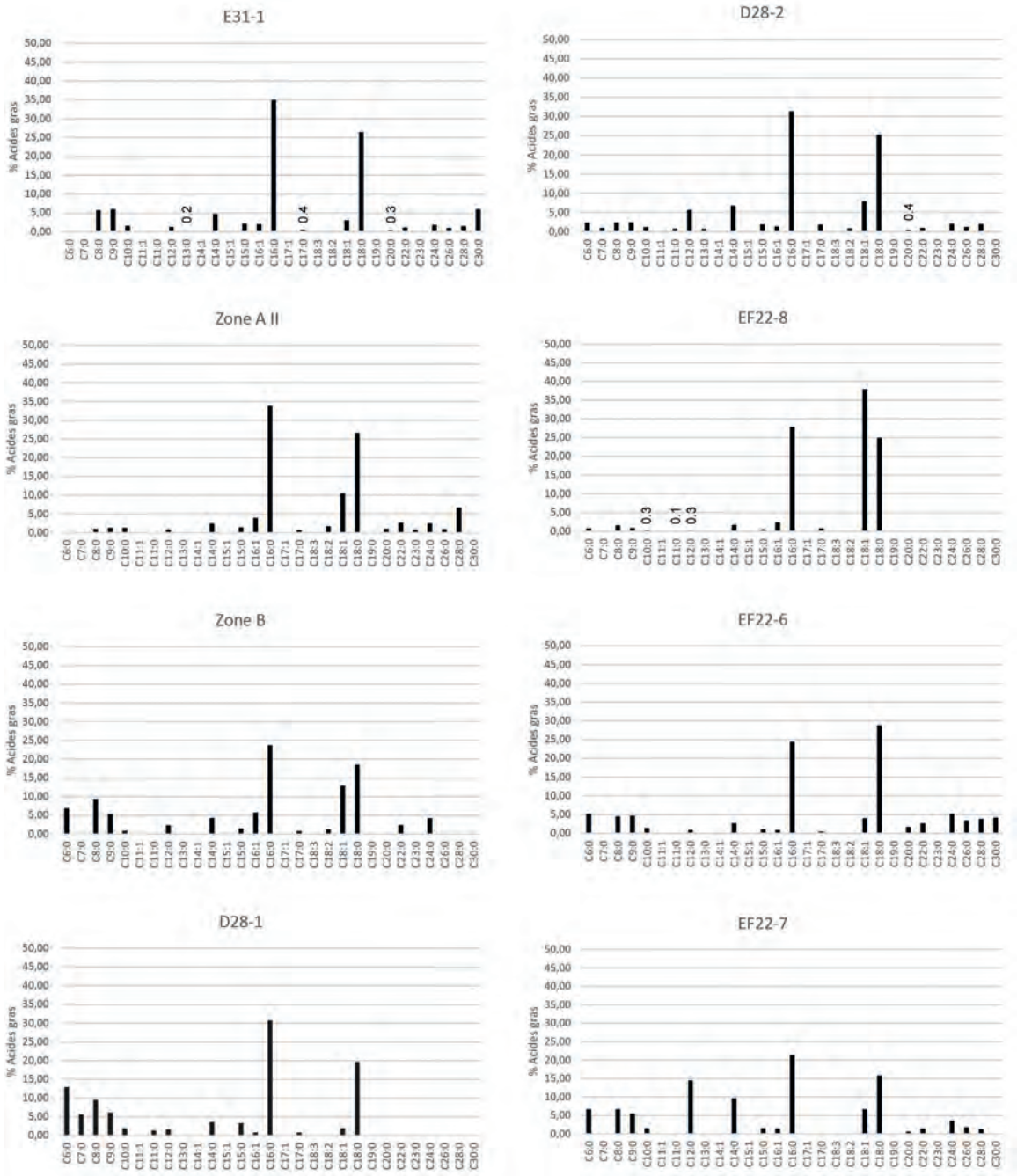



**Figure VI.82:** Abondances relatives des acides gras dans les extraits lipidiques des échantillons des Bossats. Les valeurs expriment des % des acides gras totaux de chaque extrait (cf. Annexe E).

Les acides de très courtes chaînes (< $C_{14}$) sont également représentés de façon variable (entre 4 et 39.2%) avec une forte présence dans les extraits Zone B (24.7%), D28-2 (29.2%), EF22-7 (34.8%) et D28-1 (39.2%). Les acides longs (>$C_{18}$) sont quant à eux abondants dans les échantillons E31-1 (11.6%), Zone A II (14.5%) et EF22-6 (21%). Nous avons déjà avancé plus haut qu'une forte contribution des acides très courts pouvait être le signe d'une MO d'origine animale et qu'à l'inverse les acides longs pouvaient indiquer une MO végétale. La très forte abondance des $C_{18:1}$ dans l'échantillon EF22-8, également déjà soulignée, peut elle aussi aller dans le sens d'une MO d'origine animale.Pour affiner ces quelques éléments de description, nous avons eu recours aux différents outils présentés (cf. Partie III.3.3.2) et discutés (cf. Partie IV.4.4.3) plus haut. L'application de ces ratios s'inscrit donc dans la démarche critique déjà adoptée pour le cas des structures expérimentales (cf. Partie IV.4.4.3) et de celles de Régismont-le-Haut (cf. Partie V.4.3.3).

#### *4.3.3.2. État et origine de la MO*

- *Carbon Preference Index (CPIcourt ; Figure VI.83)*

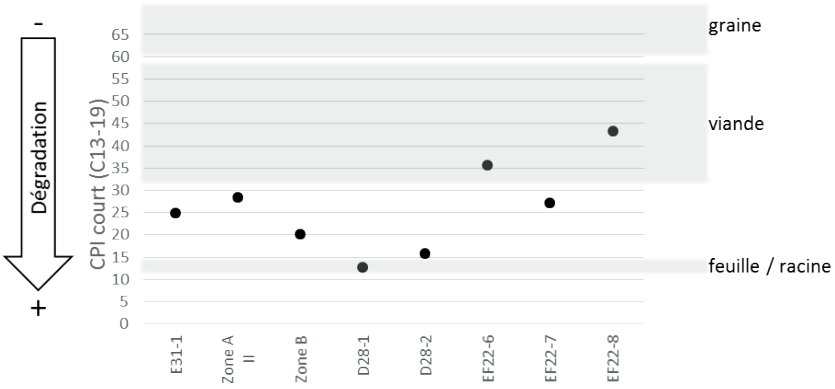



**Figure VI.83:** Carbon Preference Index des acides courts ($C_{13-19}$) des extraits lipidiques des Bossats. La flèche indique la tendance attendue pour la dégradation (Cooper et Bray, 1963) et les zones grisées les propositions d'attribution d'origine de Lucquin (2007) à partir de son corpus expérimental.

Le CPI permet d'estimer la dégradation des acides selon les principes et contraintes évoqués plus haut (cf. Partie III.3.3.2 et Partie IV.4.4.3). Les valeurs obtenues sont comprises entre 12.8 et 43.4, ce qui illustre donc des degrés de maturation variables. Les valeurs les plus basses, obtenues pour les deux échantillons de D28, correspondraient à une MO plus dégradée que dans les autres échantillons. La valeur élevée pour EF22-8 peut être mise en lien avec une MO peu dégradée. Toutefois comme nous l'avons déjà signalé, il semble délicat à partir de ces seules données de dire s'il s'agit d'une MO ancienne très bien préservée ou d'un apport de MO « fraîche » récente.

Par ailleurs, ces variations de valeur peuvent également indiquer des sources de MO différentes (Lucquin, 2007). Les valeurs les plus élevées (>30 pour Lucquin, 2007 ; >20 d'après notre revue de la littérature cf. Annexe C) comme celles des échantillons EF22-6 et 8 et éventuellement E31-1, Zone A II, Zone B et EF22-7, peuvent correspondre à une MO d'origine animale. À l'inverse les valeurs basses, comme celles de D28-1 et 2 peuvent être liées à une MO végétale. Pour les valeurs comprises entre 10 et 20, notre revue de la littérature et les résultats expérimentaux ont montré que des recouvrements entre une origine animale ou végétale étaient possibles.

- *Estimation du degré d'insaturation (Figure VI.84)*

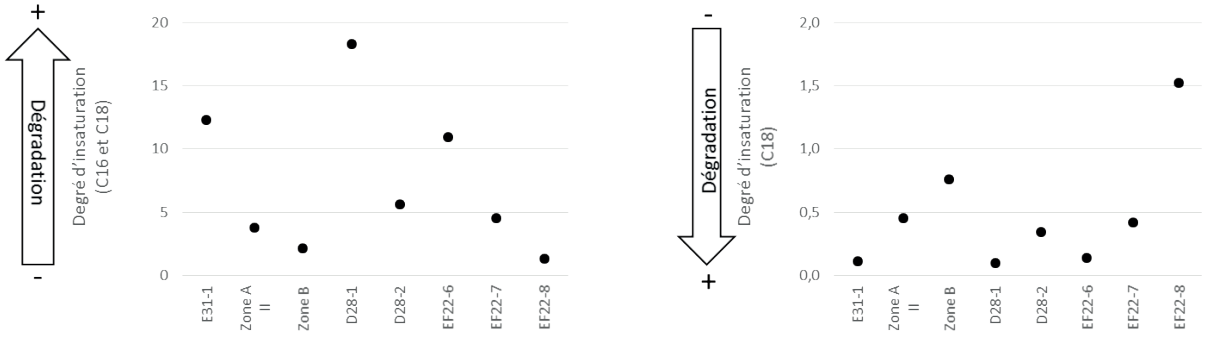



**Figure VI.84:** Estimations du degré d'insaturation en prenant en compte les acides $C_{16}$ et $C_{18}$ (à gauche) ou uniquement $C_{18}$ (à droite) des extraits lipidiques des Bossats. Les deux flèches illustrent les tendances attendues (Wiesenberg *et al.*, 2010 et 2015).

Le calcul du degré d'insaturation fournit des résultats indiquant une dégradation conséquente de tous les échantillons. Dans le cas du calcul avec $C_{16}$ et $C_{18}$, nous avions préalablement vu que même si les valeurs ne sont par très élevées, des altérations importantes ont pu affecter la MO (cf. Partie IV.4.4.3). Malgré tout, il semble que les échantillons EF31-1, EF22-6 et surtout D28-1 soient plus dégradés que les autres. Avec le calcul impliquant uniquement $C_{18}$, le constat d'une dégradation globalement importante peut être formulé puisque toutes les valeurs sont inférieures à 2. Les valeurs les plus basses semblent cependant indiquer une altération plus importante (E31-1, D28-1 et EF22-6 notamment).

- *Average Chain Length ($ACL_{FA}$; Figure VI.85)*

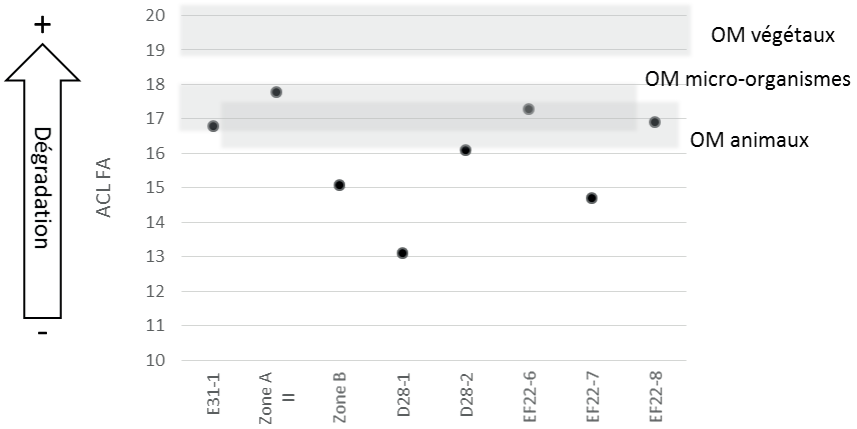



**Figure VI.85:** Average Chain Length des acides gras des extraits lipidiques des Bossats. La flèche indique la tendance attendue pour la dégradation (Wiesenberg *et al.*, 2009) et les zones grisées les propositions d'attribution d'origine (MO végétaux et micro-organismes : Wiesenberg *et al.*, 2010 et 2015 ; MO animaux : cf. Annexe C).

Les valeurs d'$ACL_{Fa}$ comprises entre 16 et 18 peuvent correspondre à des MO animales fraîches ou dégradées, mais aussi à des MO végétales dégradées comme l'a montré notre revue de la littérature. Selon Wiesenberg *et al.,* (2009, 2010 et 2015) il peut également s'agir de MO issue de micro-organismes. Pour les valeurs inférieures à 16, correspondant aux échantillons Zone B,

D28-1 et 2 et EF22-7 où la contribution des acides courts est marquée, les points de comparaison manquent (cf. Annexe C). Notons tout de même que dans nos expérimentations de telles valeurs ont été obtenues avec l'échantillon M2 2 (MO animale peu dégradée ; cf. Partie IV.4.4.3).

Concernant la dégradation, selon les principes de Wiesenberg *et al.,* (2009) les échantillons aux valeurs élevées seraient (E31-1, Zone A II, EF22-6 et 8) les plus dégradés tandis que les valeurs plus basses marqueraient une MO moins affectée (Zone B, D28-1 et 2, EF22-7). Notre revue de la littérature a cependant tempéré cette vision linéaire de l'impact de la dégradation sur l'$ACL_{FA}$ dont l'interprétation doit donc être prudente.

- *Index de saturation (SI ; Figure VI.86)*

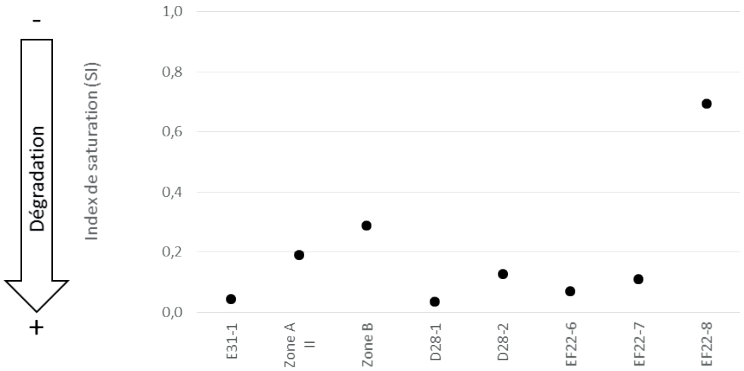



**Figure VI.86:** Index de saturation (SI) des acides gras des extraits lipidiques des Bossats. La flèche indique la tendance supposée pour la dégradation de la MO (disparition des acides insaturés).

Les valeurs calculées sont toutes inférieures à 1, ce qui indique des MO globalement dégradées. Malgré tout, l'échantillon EF22-8 (0.7) semble l'être moins que les autres du fait de sa forte teneur en $C_{18:1}$.

- *Critères d'Eerkens (2005 ; Figure VI.87 et Figure VI.88)*

À partir des quatre ratios proposés par Eerkens (2005), nous avons réalisé deux biplots des résultats des échantillons des Bossats (Figure VI.87 et Figure VI.88).

Pour le premier ($C_{16:1}/C_{18:1}$ vs $(C_{15:0+17:0})/C_{18:0}$) ; Figure VI.87), les valeurs calculées sont relativement groupées, mais paraissent difficilement interprétables hormis pour EF22-8 et éventuellement pour EF22-6 qui correspondraient à « mammifère terrestre». Les valeurs des autres échantillons les placent au croisement des zones attribuées à quatre catégories, rendant l'interprétation plus que délicate.

Concernant l'autre biplot ($C_{16:0}/C_{18:0}$ et $C_{12:0}/C_{14:0}$ ; Figure VI.88), la totalité des valeurs tombe dans l'ellipse « graines ». Les valeurs de $C_{16:0}/C_{18:0}$ sont toutes inférieures à 2 ce qui, selon Buonasera (Buonasera *et al.*, 2015), pourrait indiquer une contribution de mammifère terrestre. Toutefois, cette hypothèse est contredite par les valeurs de $C_{12:0}/C_{14:0}$, toutes supérieures à 0.15 et donc potentiellement liées à de la matière végétale (Buonasera *et al.*, 2015). Nos résultats expérimentaux et ceux tirés de la littérature ont également montré que l'altération thermique de MO d'origine animale et/ou végétale avait tendance à placer les échantillons concernés dans cette zone du graphique (cf. Partie IV.4.4.3).

En se basant uniquement sur ces résultats, il semble donc hasardeux de proposer une origine à la MO des échantillons des Bossats. Les difficultés à employer le modèle d'Eerkens pour des échantillons de sédiment issus de structure de combustion, impliquant ou non de la MO animale, ont déjà été soulignées (cf. Partie IV.4.4.3). Les résultats des Bossats illustrent une nouvelle fois les problèmes rencontrés dans des situations pour lesquelles ces critères n'ont pas été conçus et les contrôles expérimentaux font partiellement défaut.

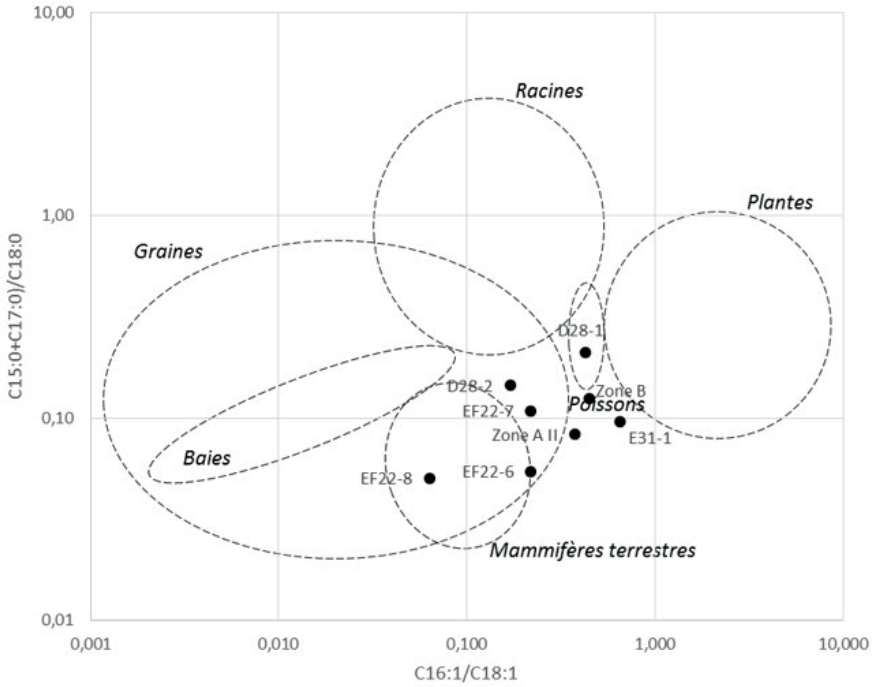



**Figure VI.87:** Biplot des ratios $C_{16:1}/C_{18:1}$ et $(C_{15:0+17:0})/C_{18:0}$ des extraits lipidiques des échantillons archéologiques des Bossats (ellipses d'après Eerkens, 2005).

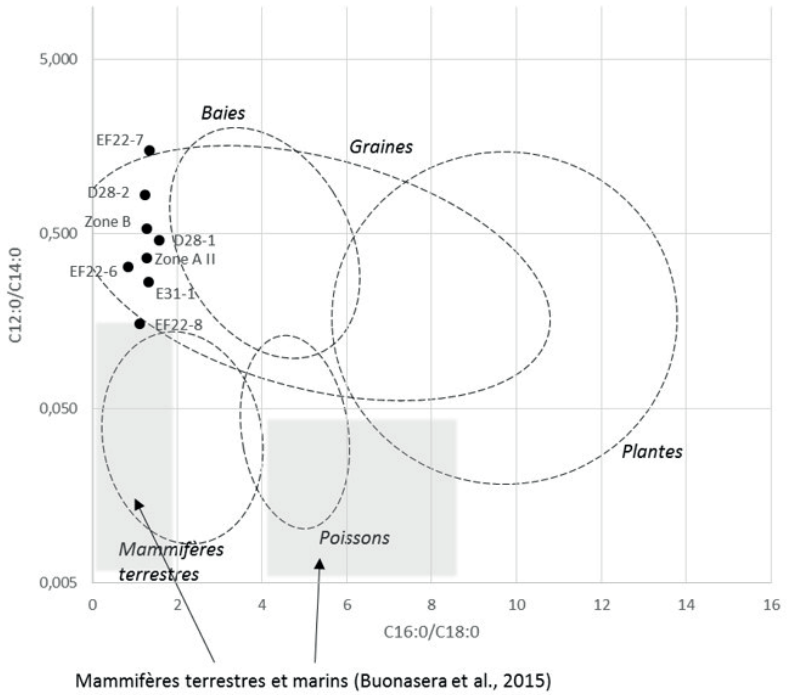



**Figure VI.88:** Biplot des ratios $C_{16:0}/C_{18:0}$ et $C_{12:0}/C_{14:0}$ des extraits lipidiques des échantillons archéologiques des Bossats (ellipses d'après Eerkens, 2005 et Buonasera *et al.,* 2015).

### 4.3.4. Bilan de l'approche quantitative

Au moyen des différents proxies que nous avions retenus, nous avons cherché à évaluer l'état de la MO présente dans les extraits lipidiques et essayer de déterminer son origine. Pour cela ce sont les acides gras et leur distribution qui ont été observés. Les résultats obtenus sont à considérer en fonction des remarques et critiques formulées dans les parties précédentes (cf. Partie IV.4.4.3 notamment).

#### 4.3.4.1. État de la MO

La synthèse des résultats obtenus à ce sujet est fournie dans le tableau ci-dessous (Tableau VI.21).

| | Contrôles | | Zone A | Zone B | D28 | | EF22 | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | E31-1 | EF22-8 | II | | 1 | 2 | 6 | 7 |
| *CPI court (C13-19)* | +/- | - | +/- | +/- | + | + | - | +/- |
| *Degré d'insaturation (C16 et C18)* | + | +/- | +/- | +/- | + | +/- | + | +/- |
| *Degré d'insaturation (C18)* | + | +/- | +/- | +/- | + | +/- | + | - |
| *$ACL_{FA}$* | +/- | +/- | +/- | - | - | +/- | +/- | - |
| *Index de saturation SI* | + | - | + | +/- | + | + | + | + |
| (-) peu dégradé ; (+/-) dégradation modérée ; (+) dégradation importante | | | | | | | | |

**Tableau VI.21:** Synthèse des résultats en termes de degré de dégradation des échantillons des Bossats.

Les résultats obtenus pour chaque échantillon sont relativement contrastés en fonction du proxy considéré. Les indications d'une dégradation modérée à importante de la MO sont malgré tout majoritaires. Dans le détail, la MO de l'échantillon EF22-8 semble la moins dégradée, notamment en raison d'un faible index de saturation et d'un CPIcourt relativement élevé. Pour l'autre contrôle, E31-1, les différents outils pris en compte indiquent une MO modérément à fortement dégradée. Cette situation se répète pour les échantillons des structures archéologiques, bien que des résultats contradictoires soient parfois observés. Par exemple dans le cas de D28-1, la plupart des proxies pointent une MO fortement dégradée alors qu'une valeur basse d'$ACL_{FA}$ semble indiquer l'inverse.

Bien qu'il soit donc délicat d'utiliser ces résultats pour comparer les échantillons les uns aux autres, la prise en compte du caractère plus ou moins fortement dégradé de la MO demeure essentielle pour l'interprétation de l'ensemble des résultats géochimiques. Même s'il est délicat de préciser à partir de ces seuls outils si cette dégradation est imputable aux processus taphonomiques et/ou à une altération initiale de la MO, l'existence de ce biais doit malgré tout être gardée à l'esprit. Il implique globalement une diminution des longueurs de chaînes des acides, et une diminution des acides insaturés, ce qui rend une interprétation directe de la distribution des acides (Figure VI.82), pour le moins aléatoire.

- *Origine de la MO*

| | Contrôles | | Zone A | Zone B | D28 | | EF22 | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | **E31-1** | **EF22-8** | **II** | | **1** | **2** | **6** | **7** |
| *CPI court (C13-19)* | | A | | | V | V | A | |
| *$ACL_{FA}$* | M/A | M/A | M/A | M/A | A ? | M/A | M/A | M/A |
| *Critères d'Eerkens C16:1/C18:1 et (C15:0+C17:0)/C18:0* | | A | | | | | A | |
| *Critères d'Eerkens C16:0/C18:0 et C12:0/C14:0* | | | | | | | | |
| *Attribution majoritaire* | M/A | A | M/A | M/A | ? | ? | A | M/A |
| (V) végétale ; (A) animale ; (M) micro-organisme | | | | | | | | |

**Tableau VI.22:** Synthèse des résultats en termes d'origine de la MO des échantillons des Bossats.

En ce qui concerne l'origine de la MO de chaque échantillon, les résultats indiquent qu'elle serait principalement animale (Tableau VI.22). Pour l'échantillon EF22-7 néanmoins, une origine végétale semble être à privilégier. Toutefois, nous avons vu lors de la présentation des résultats que dans de nombreux cas ces conclusions pouvaient être fortement discutées. Par ailleurs, la dégradation parfois importante qui affecte les échantillons doit sans doute directement influencer les résultats obtenus. En effet, certaines de ces approches ont été calibrées avec des MO fraîches ou peu dégradées, ce qui pose donc problème vis-à-vis de nos types d'échantillons. Une fois de plus, sans référence aux données qualitatives et au contexte archéologique il serait plus que délicat d'exploiter tels quels ces résultats.

## 4.4. Bulk MO (Py[TMAH]-CG-SM)

### *4.4.1. Résultats*

Les résultats obtenus en Py(TMAH)-CG-SM sont détaillés ci-dessous. Les numéros portés sur chaque figure renvoient aux composés n'appartenant pas aux séries de composés aliphatiques indiqués par des symboles (acides gras saturés et insaturés, alcanes, alcènes, etc.). Leur identification est précisée dans l'Annexe G (Tabl. Ann. G.1), où se trouve également un tableau (Tabl. Ann. G.4) synthétisant les composés détectés pour chaque échantillon. De nombreux pics en début de pyrochromatogramme (avant 25 min) sont issus du TMAH employé pour l'analyse, ce qui peut s'expliquer par un excès de ce produit par rapport aux composés organiques susceptibles de le faire réagir.

#### *4.4.1.1. E31-1(Figure VI.89)*

Les produits de la thermochemolyse de cet échantillon comprennent plusieurs séries de composés aliphatiques. Une série d'acides saturés pairs ($C_{14:0}$ à $C_{30:0}$) et une série d'alcools également pairs ($C_{20}$ à $C_{32}$) en sont les principaux contributeurs. Une série de doublets alcanes/alcènes ($C_{16}$ à $C_{22}$) est présente, mais la série d'alcanes se poursuit jusqu'à $C_{33}$ avec notamment des composés de chaînes impaires.

Les autres composés détectés correspondent à des dérivés benzéniques (n° 24, 49, 69 et 70) et à des HAP dérivés du naphtalène (n° 50, 65, 66, 74, 84 et 98), de l'azulène (n° 82 et 91), de l'indène (n° 29, 47, 48 et 51) et du phénanthrène (n° 90 et 116). Quelques composés hétérocycliques azotés ont également été identifiés (n° 39, 43, 71, 80 et 86) ainsi qu'un dérivé de sucre (n° 17).

#### *4.4.1.2. EF22-8 (Figure VI.90)*

Une série d'acides saturés pairs ($C_{16:0}$ à $C_{28:0}$) et une série d'alcools également pairs ($C_{22}$ à $C_{30}$) sont identifiées dans cet échantillon. Une série discontinue d'alcanes ($C_{21}$ à $C_{31}$) et une autre de doublets alcanes/alcènes ($C_{14}$ à $C_{24}$) sont également détectées.

Des dérivés benzéniques (n° 24, 49, 57, 59 et 69) et des HAP sont identifiés. Ces derniers correspondent en particulier à des dérivés du naphtalène (n° 65, 74, 76, 84, 93 et 98), de l'indène (n° 48 et 101), de l'azulène (n° 72, 82 et 91) et du phénanthrène (n° 87, 90 et 100).

Un composé aromatique et un hétérocyclique azotés (n° 67 et 80) ainsi qu'une amine (n° 43) sont identifiés, mais d'autres composés de ce type n'ont pu l'être (N).

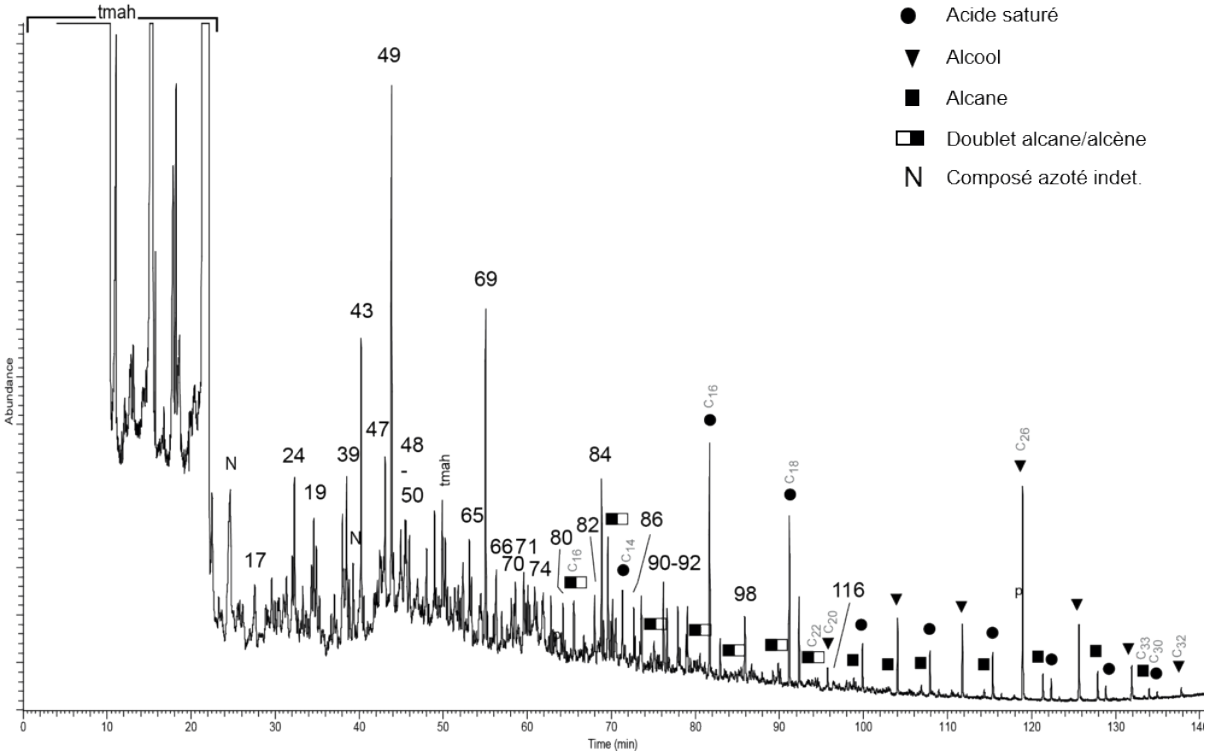



**Figure VI.89:** Pyrochromatogramme de l'échantillon E31-1 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

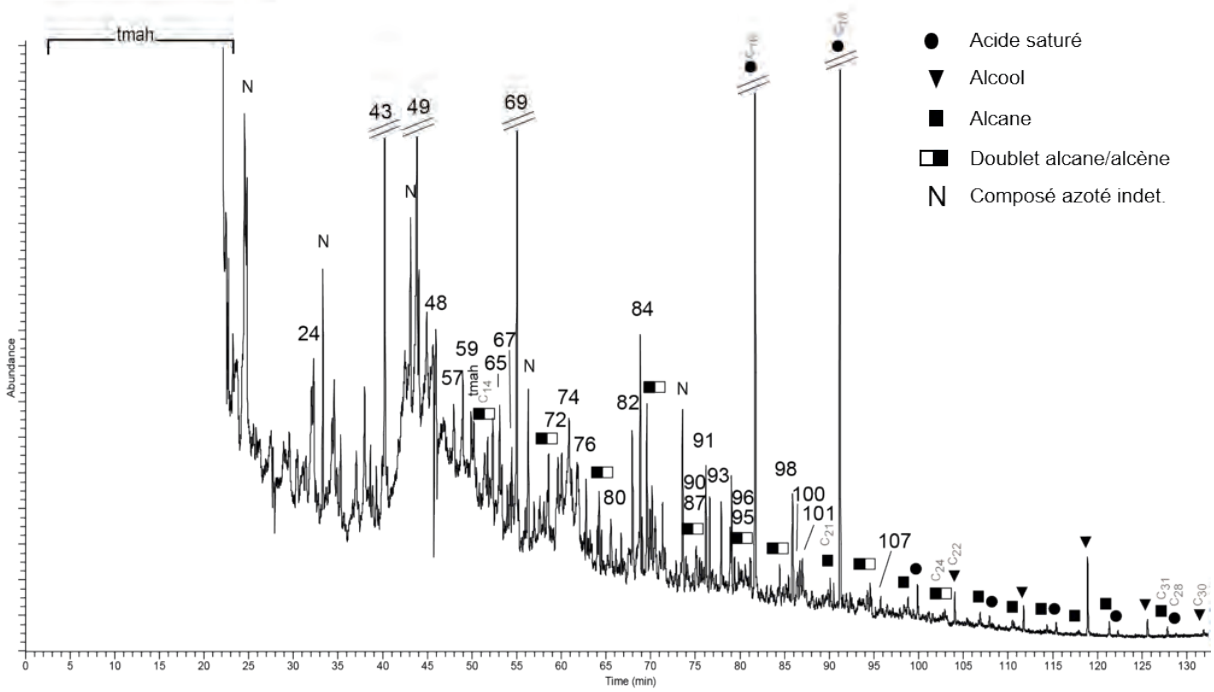



**Figure VI.90:** Pyrochromatogramme de l'échantillon EF22-8 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

#### *4.4.1.3. Zone A II (Figure VI.91)*

Des séries d'acides saturés notamment pairs ($C_{14:0}$ à $C_{30:0}$) et d'alcools également pairs ($C_{22}$ à $C_{30}$) sont détectées dans cet échantillon. Quelques alcanes ($C_{14}$ à $C_{33}$), des acides insaturés ($C_{18:1}$, $C_{20:1}$, $C_{22:1}$, $C_{24:1}$, et $C_{26:1}$,) et un alcène ($C_{16}$) sont également identifiés pour ce qui est des composés aliphatiques.

Parmi les composés aromatiques, des dérivés de la lignine (n° 83) et de l'acide benzoïque (n° 78) sont à signaler. Notons également la présence de deux sucres (n° 17 et 117). Des dérivés benzéniques (n° 23, 24, 49, 69 et 89) et de nombreux HAP sont également détectés. Il s'agit en particulier de dérivés du naphtalène (n° 26, 35, 50, 65, 66, 74, 76, 85, 92 et 98), de l'indène (n° 29 et 51), de l'anthracène (n° 88 et 95), de l'azulène (n° 82 et 91), du phénanthrène (n° 90) et du fluorène (n° 77).

Notons également la présence de composés hétérocycliques azotés dérivés du pyrrole, de la pyridine et de l'indole (n° 22, 41, 42, 58, 68, 71, 80 et 86). Plusieurs autres composés azotés ont été identifiés (n° 16, 39 et 43), mais de nombreux pics du même type demeurent non élucidés (N).

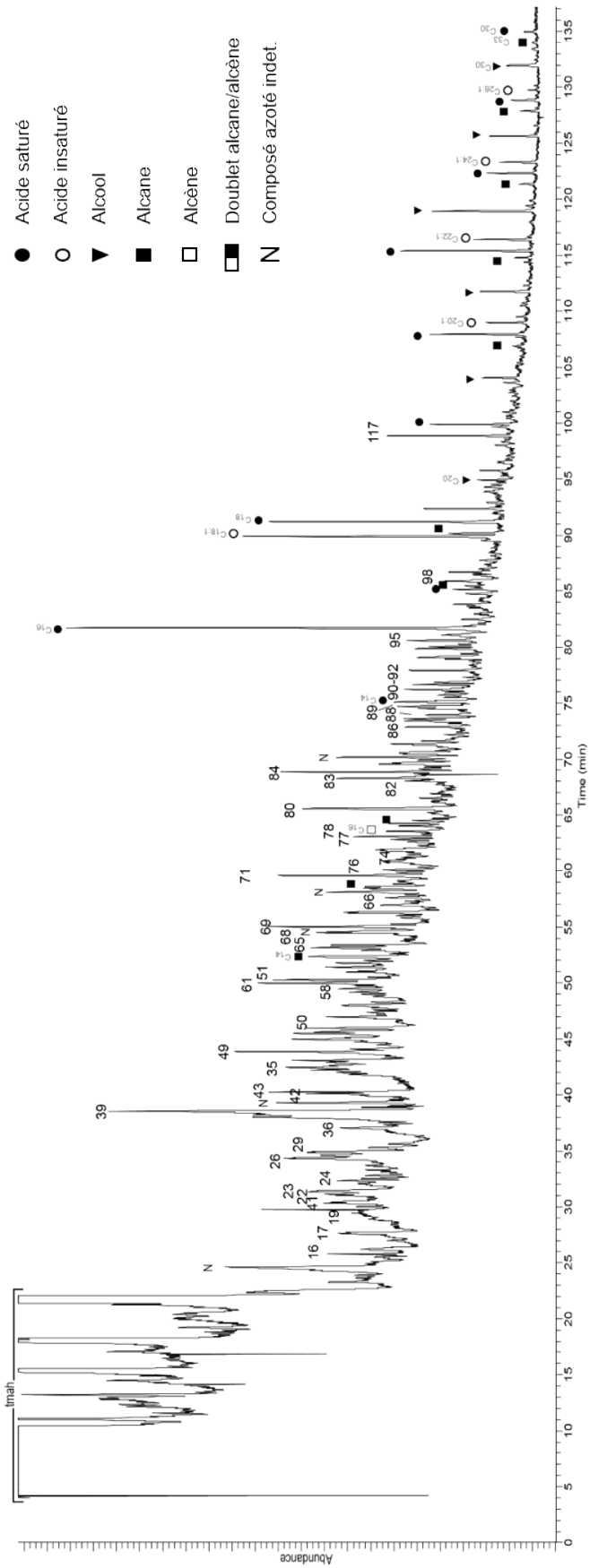



**Figure VI.91:** Pyrochromatogramme de l'échantillon Zone A II (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

#### 4.4.1.4. Zone B (Figure VI.92)

Les composés aliphatiques identifiés dans cet échantillon correspondent principalement à une série d'acides saturés pairs ($C_{14:0}$ à $C_{30:0}$) et une série d'alcools également pairs ($C_{22}$ à $C_{32}$). Deux acides insaturés ($C_{16:1}$ et $C_{18:1}$) et de rares alcanes sont également détectés.

Des dérivés de la lignine (n° 27, 61 et 83), des composés benzéniques (n° 49 et 69) et des HAP dérivés du naphtalène (n° 65, 92), de l'indène (n° 48), de l'anthracène (n° 88), de l'azulène (n° 91 et 99), du phénanthrène (n° 90) et du fluoranthène (n° 103) sont également nombreux. Un dérivé de sucre (n° 17) est également identifié.

Notons enfin la présence de composés hétérocycliques azotés comme des dérivés de l'indole (n° 58, 71, 80 et 86) et du pyrrole (n° 42). D'autres composés azotés sont identifiés (n° 16 et 43), mais de nombreux pics de ce type demeurent indéterminés (N).

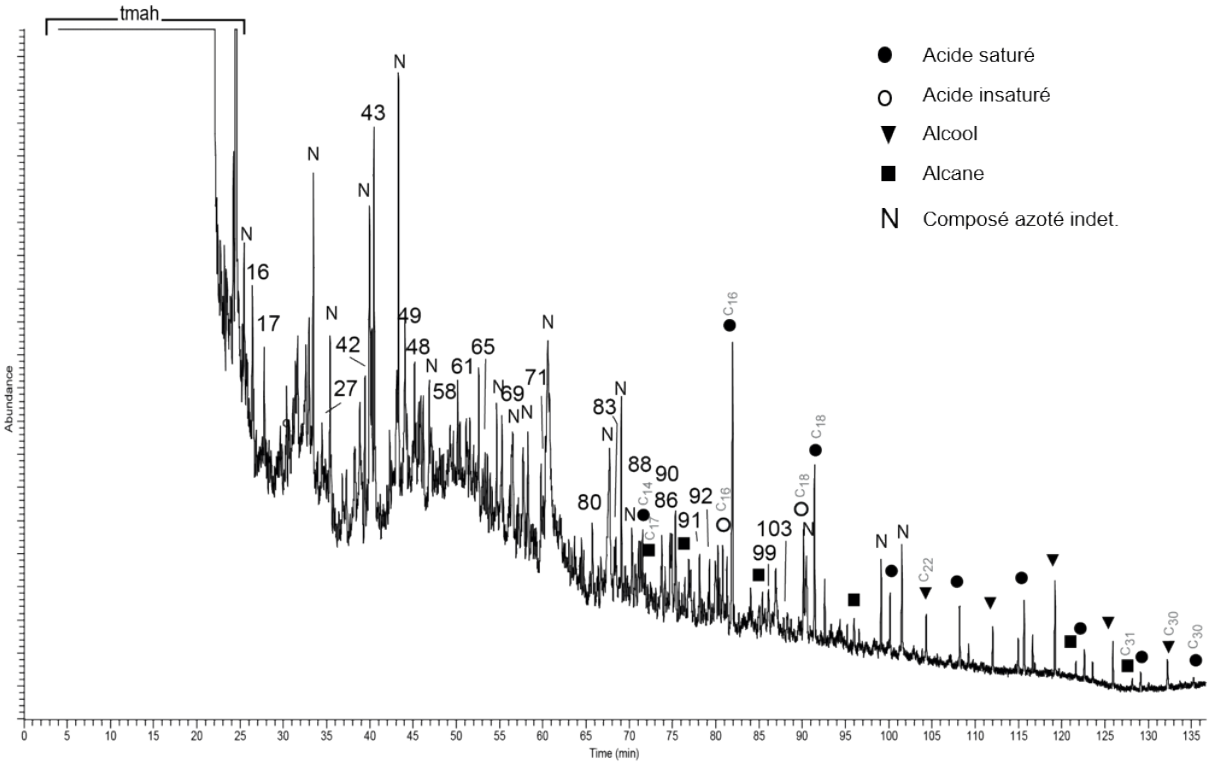



**Figure VI.92:** Pyrochromatogramme de l'échantillon Zone B (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

#### 4.4.1.5. D28-1 (Figure VI.93)

Les composés aliphatiques identifiés dans cet échantillon correspondent principalement à une série d'acides saturés pairs ($C_{16:0}$ à $C_{30:0}$) et à une série d'alcools également pairs ($C_{20}$ à $C_{30}$). Une série d'alcanes ($C_{16}$ à $C_{33}$) parfois doublés d'alcènes ($C_{16}$ à $C_{24}$) est également détectée.

Les composés aromatiques sont nombreux dans cet échantillon notamment sous la forme de dérivés benzéniques (n° 9, 24, 49 et 69) et de HAP. Ces derniers correspondent notamment à des dérivés du naphtalène (n° 36, 50, 65, 66, 74, 76, 84, 93 et 98), de l'indène (n° 29, 47 et 51), de

l'anthracène (n° 95), de l'azulène (n° 72, 82 et 91), du phénanthrène (n° 87, 90 et 100), du fluorène (n° 77) et du fluoranthène (n° 103). Un composé dérivé de la lignine est détecté (n° 61) ainsi qu'un dérivé de sucre (n° 17).

Des composés hétérocycliques azotés dérivés de l'indole (n° 58, 71 et 80) sont identifiés. Notons également la présence de composés aminés (n° 39, 43 et 45) et d'un acide pipérazine carboxylique (n° 32). Toutefois plusieurs pics correspondant probablement à d'autres composés azotés sont non élucidés (N).

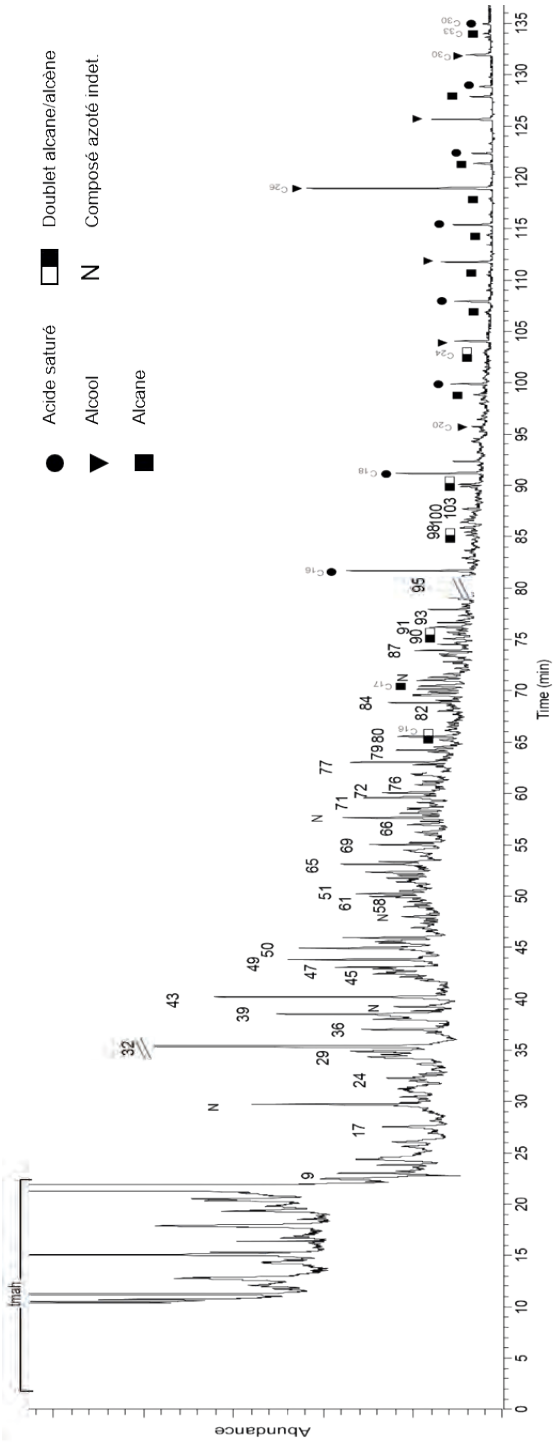



**Figure VI.93:** Pyrochromatogramme de l'échantillon D28-1 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

#### *4.4.1.6. D28-2 (Figure VI.94)*

Les composés aliphatiques identifiés correspondent principalement à une série d'acides saturés pairs ($C_{14:0}$ à $C_{28:0}$) et à une série d'alcools également pairs ($C_{20}$ à $C_{30}$). Une série discontinue d'alcanes ($C_{26}$ à $C_{31}$) et une autre de doublets alcanes/alcènes ($C_{14}$ à $C_{25}$) sont également détectées.

Les dérivés benzéniques (n° 24, 49 et 69) et des HAP sont nombreux. Ces derniers correspondent en particulier à des dérivés du naphtalène (n° 35, 50, 65, 74, 76, 84, 92 et 98), de l'indène (n° 51), de l'azulène (n° 72, 82 et 91), du phénanthrène (n° 90) et du fluorène (n° 77).

Un composé dérivé de la lignine est également détecté (n° 61). Notons également la présence de deux sucres (n° 17 et 117). Des composés hétérocycliques azotés dérivés de l'indole (n° 58, 71, 80 et 86), et du pyrrole (n° 19) sont également détectés ainsi deux amines (n° 16 et 43) et un aminophénol (n° 39). Plusieurs autres composés azotés demeurent cependant non identifiés (N).

#### *4.4.1.7. EF22-6 (Figure VI.95)*

Les composés aliphatiques identifiés dans cet échantillon correspondent notamment à une série de doublets alcanes/alcènes ($C_{13}$ à $C_{26}$) qui se poursuit avec des alcanes ($C_{27}$ à $C_{33}$) uniquement. Des séries d'acides saturés principalement pairs ($C_{14:0}$ à $C_{30:0}$), d'acides insaturés pairs ($C_{20:1}$ à $C_{26:1}$) et d'alcools pairs ($C_{22}$ à $C_{30}$) sont également détectées.

Un dérivé de la lignine est identifié (n° 61) ainsi qu'un sucre (n° 17). De nombreux HAP sont détectés. Ils correspondent en particulier à des dérivés du naphtalène (n° 35, 50, 64, 65, 74, 76 et 84), de l'azulène (n° 72 et 82), de l'indène (n° 51), du phénanthrène (n° 87, 96, 97, 100, 104 et 116), de l'anthracène (n° 95 et 102).

Des composés aromatiques azotés, notamment des dérivés de l'indole (n° 46, 58, 71 et 80). Notons également la présence d'un acide pipérazine carboxylique (n° 32), d'un aminophénol (n° 39), de dérivés du pyrrole (n° 42) et du pyridinone (n° 41) et d'une amine (n° 43). Cependant plusieurs pics correspondant à des composés sans doute azotés demeurent non élucidés.

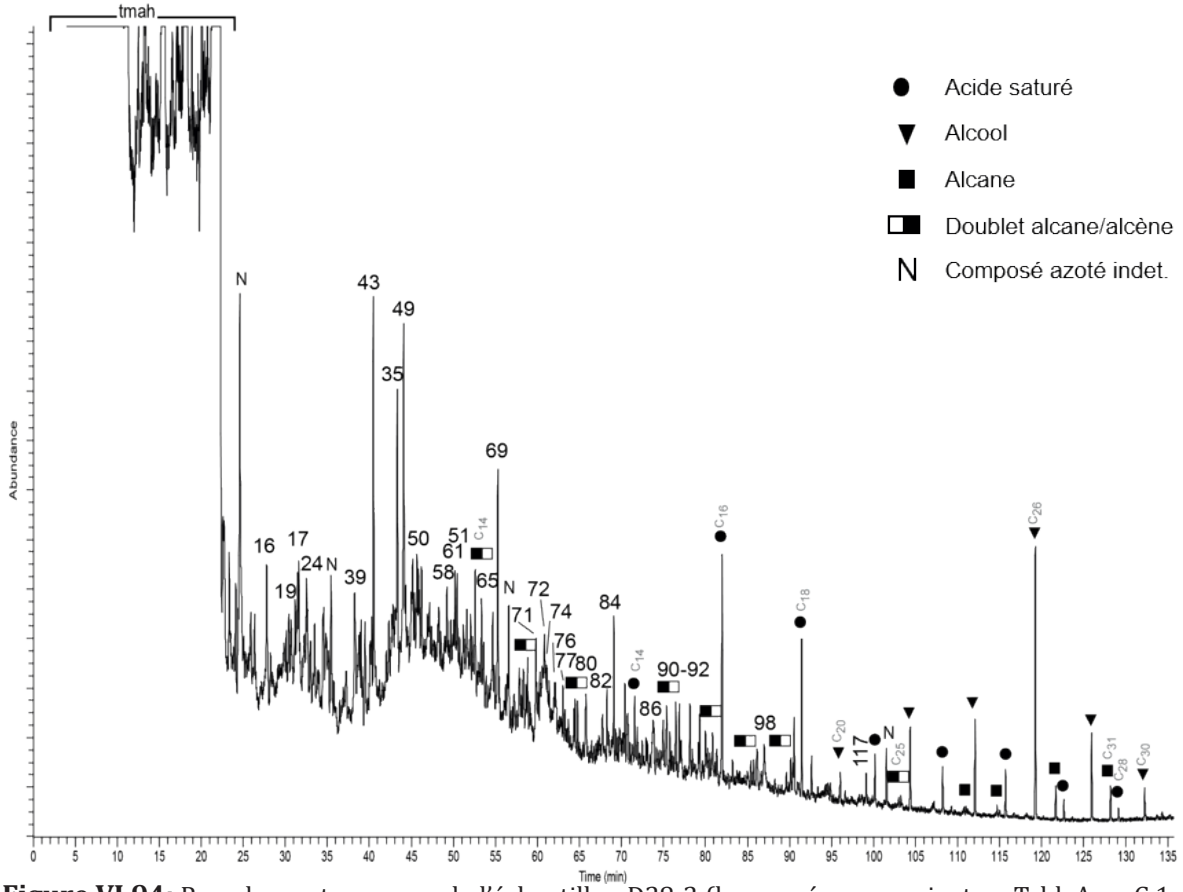



**Figure VI.94:** Pyrochromatogramme de l'échantillon D28-2 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

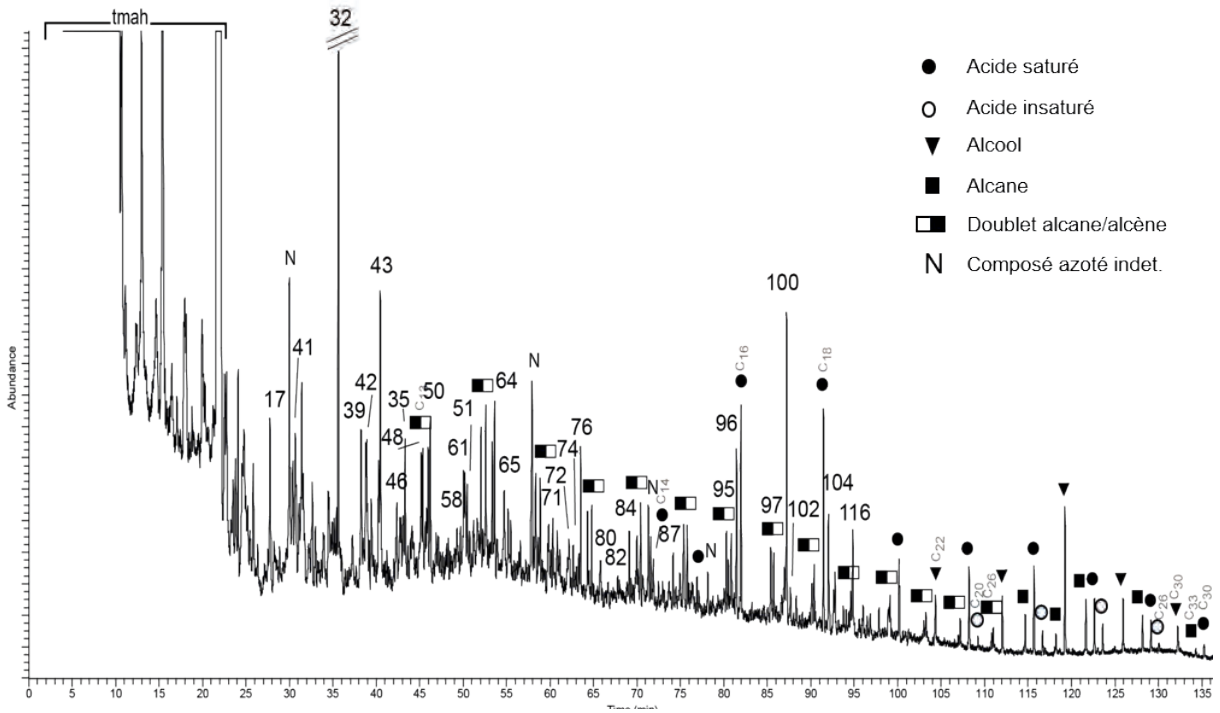



**Figure VI.95:** Pyrochromatogramme de l'échantillon EF22-6 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

#### 4.4.1.8. EF22-7(Figure VI.96)

Les composés aliphatiques identifiés dans cet échantillon correspondent notamment à une série discontinue de doublets alcanes/alcènes ($C_{12}$ à $C_{21}$) qui se poursuit avec des alcanes ($C_{23}$ à $C_{33}$) uniquement. Deux séries d'acides saturés principalement pairs ($C_{14:0}$ à $C_{26:0}$) et d'alcools pairs ($C_{20}$ à $C_{28}$) sont également détectées.

Un composé dérivé de la lignine est identifié (n° 61) ainsi que quelques dérivés benzéniques (n° 24, 49, 57 et 69) et un carbohydrate (n° 17). La plupart des composés aromatiques correspondent à des HAP, en particulier des dérivés du naphtalène (n° 64, 65, 74, 76, 84, 93, 98), du phénanthrène (n° 100, 104 et 106), de l'indène (n° 47, 48 et 51), de l'azulène (n° 72, 82 et 91) et de l'anthracène (n° 95).

Quelques composés azotés sont observés, notamment des dérivés de l'indole (n° 71 et 80) et deux amines (n° 16 et 43). Toutefois, plusieurs composés azotés demeurent non identifiés (N).

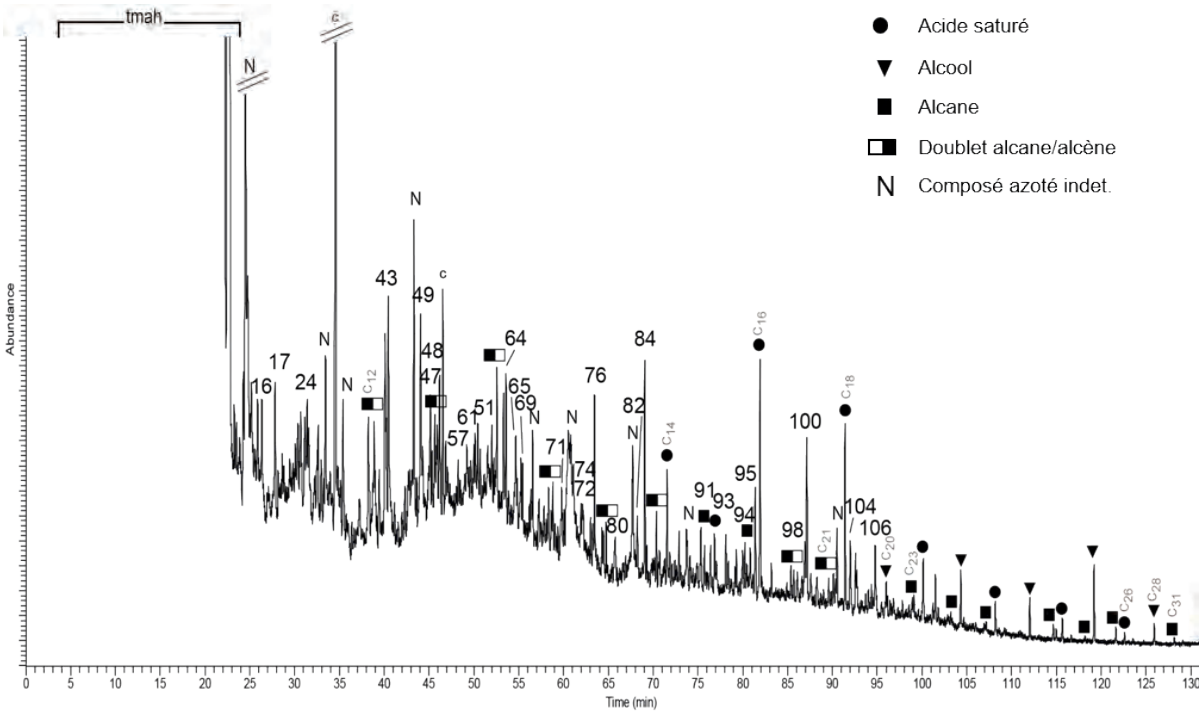



**Figure VI.96:** Pyrochromatogramme de l'échantillon EF22-7 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série).

### *4.4.2. Bilan*

#### *4.4.2.1. Bruit de fond naturel*

Les échantillons de contrôle E31-1 et EF22-8 ont livré un ensemble de composés relativement diversifié. Les principaux contributeurs de ces deux échantillons sont des séries de composés aliphatiques de chaînes longues. Les acides gras saturés de chaînes paires ($C_{14:0}$ à $C_{30:0}$) et les alcools également pairs ($C_{20}$ à $C_{32}$) sont dominants, mais la contribution des alcanes ($C_{14}$ à $C_{33}$) et des alcènes ($C_{14}$ à $C_{24}$) partiellement sous forme de doublets est également importante à noter. Signalons également qu'au-delà de $C_{24}$ ce sont les alcanes impairs qui sont les mieux représentés.

Des dérivés benzéniques sont également identifiés dans ces témoins. Il s'agit notamment de méthyl-benzènes (tétra-, penta- et hexaméthyles) ou de benzènes présentant des fonctions méthyle et éthyle. À ces composés s'ajoutent de nombreux HAP. Ils correspondent principalement à des dérivés méthylés, éthylés ou hydroxyle du naphtalène et de l'indène, mais des dérivés de l'azulène et du phénanthrène sont également détectés.

Enfin, la contribution de composés aromatiques azotés ne peut être négligée. Il s'agit de trois dérivés méthylés de l'indole et de deux composés aminés dans le cas de E31-1. Dans le cas de EF22-8 un dérivé de l'indole et un composé aminé ont été identifiés, mais plusieurs pics correspondant à des composés azotés n'ont pas été élucidés.

#### *4.4.2.2. Éléments non diagnostiques*

Les acides gras saturés courts ($C_{14:0}$ à $C_{18:0}$) dominés par $C_{18:0}$ et $C_{16:0}$ sont communs à l'ensemble des échantillons dont les contrôles. Leur présence peut refléter la contribution de plusieurs sources de MO, aussi bien végétale, animale que microbienne (Christie, 2014) et est donc peu diagnostique. Dans deux échantillons (Zone A II et EF22-6), des acides mono-insaturés de longues chaînes ($C_{20}$ à $C_{26}$) ont été identifiés. Ces composés sont relativement ubiquistes dans les MO animale et végétale, mais une étude plus détaillée de la position de l'insaturation permettrait peut-être de préciser leur origine (Chrisitie, 2014)

La présence d'un disaccharide (tréhalose) dans les échantillons Zone A II et D28-1 est également peu informative dans la mesure ou celui-ci peut provenir aussi bien de végétaux, de champignons ou de bactéries (Heron *et al.*, 2010)

#### *4.4.2.3. MO végétale*

Dans tous les échantillons, la présence de composés aliphatiques de longues chaînes reflète la contribution de MO d'origine végétale. Les acides saturés ($>C_{18}$), les alcools ($> C_{20}$) et les alcanes ($> C_{22}$) sont en effet communément admis comme marqueurs de ce type de MO (Evershed *et al.*, 1999 ; Poirier *et al.*, 2005 ; Christies, 2014 ; Spangenberg *et al.*, 2014).

Dans tous les échantillons, à l'exception des contrôles, la présence d'un méthoxy-benzène peut également signaler la contribution de MO végétale puisqu'il s'agit d'un composé fréquent dans les produits de lignine (Martín *et al.*, 1995 ; Del Rio *et al.*, 1998). Plus ponctuellement un dérivé du benzènediol (Zone B) complète ces marqueurs d'une MO d'origine végétale, dérivés de la lignine (Quénéa *et al.*, 2005).

#### 4.4.2.4. MO thermoaltérée

Des composés aromatiques (HAP et dérivés du benzène) ont été détectés en nombre variable dans tous les échantillons (n=10 à 26) y compris les contrôles (n=19 et 22 ; Tableau VI.23). Il s'agit de dérivés benzéniques qui sont globalement considérés comme de marqueurs de MO végétale thermoaltérée (*Black Carbon, BC* : Knicker *et al.*, 2005 ; Kaal *et al.*, 2008a et b, 2009 ; Alexis *et al.*, 2012 ; De La Rosa *et al.*, 2012). La présence de HAP, comme le naphtalène et ses dérivés ou l'indène et ses dérivés, illustre également la combustion de MO végétale. Ces composés sont par exemple abondants dans les particules émises dans les gaz de la combustion de bois (Simoneit *et al.*, 1993 et 2000 ; Oros et Simoneit, 2001 ; Schauer *et al.*, 2001 ; Rogge *et al.*, 1998).

À l'exception de l'échantillon Zone B, des séries de doublets alcanes/alcènes ($C_{14}$ à $C_{26}$) sont identifiées. Cette association est fréquemment attribuée au phénomène d'altération thermique (Almendros *et al.*, 1988 ; Nawar, 1989 ; Oudemans et Boon, 1991 ; Simoneit, 2002 ; Eckmeier et Wiesenberg, 2009 ; Wiesenberg *et al.*, 2009), mais il paraît délicat de préciser la source de ces composés aliphatiques.

La présence de ces différents composés dans tous les échantillons pose question quant à l'interprétation de leur origine. Bien qu'un lien avec la thermoaltération de MO végétale soit généralement envisageable, compte tenu de la méthode d'analyse il n'est pas impossible qu'une partie de ces composés soit issue de la pyrolyse de MO végétale « fraîche « (Kaal *et al.*, 2008b). La présence de ces composés dans les témoins est également problématique quelle que soit leur l'origine. En effet, soit de la MO thermoaltérée issue des structures archéologiques est présente dans ces échantillons, ce qui invalide leur statut de contrôle, soit il s'agit d'un effet de la méthode d'analyse et il est alors plus que complexe de distinguer les composés relevant d'une MO initialement fraîche de ceux réellement issus d'une MO thermoaltérée.

| | E31-1 | EF22-8 | Zone A II | Zone B | D28-1 | D28-2 | EF22-6 | EF22-7 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *Benzène deriv. (n)* | 4 | 5 | 5 | 2 | 4 | 3 | 0 | 4 |
| *HAP (n)* | 15 | 17 | 19 | 8 | 22 | 14 | 19 | 18 |
| ***Total (n)*** | ***19*** | ***22*** | ***24*** | ***10*** | ***26*** | ***17*** | ***19*** | ***22*** |

**Tableau VI.23:** Décompte des composés dérivés du benzène et des HAP identifiés dans les échantillons des Bossats (py(TMAH)-CG-SM).

#### 4.4.2.5. Composés azotés

Dans chaque échantillon des composés azotés ont été reconnus (Tableau VI.24). Il faut souligner que ceux-ci sont particulièrement nombreux dans les échantillons des foyers Zone B et E/F-22, même si la détermination de certains n'a pu être effectuée. Les composés identifiés correspondent notamment à des hétérocycles dérivés de l'indole, mais également à des dérivés de pyridinone, de pyrrolidinedione ou de pipéridine. Ce type de composés renvoie potentiellement à des réactions secondaires liées à la méthode d'analyse affectant des composés initialement linéaires (Derenne et Quénéa, 2015) par exemple des acides aminés (Gallois *et al.*, 2007 ; Kaal *et al.*, 2016). Bien que ces composés soient mentionnés dans le cadre particulier de la thermoaltération de MO d'origine animale (*e.g.* Rogge *et al.*, 1991 ; Schauer *et al.*, 1999 ; Cascarosa *et al.*, 2011), il semble plus prudent de considérer qu'ils dérivent ici probablement de MO riches en peptide/protéine sans pouvoir en préciser la source. En effet des études portant sur de la MO principalement issue de MO végétale thermolaltérée dans des sols ont également détecté les mêmes types de composés

(Olk *et al.*, 2002 ; Kaal *et al.*, 2008b ; De la Rosa *et al.*, 2012). Enfin, des composés azotés assez nombreux n'ont pu être identifiés, et pour d'autres (méthanamine et phénol, 3-(diméthylamino)- par exemple) aucune origine potentielle n'a pu être proposée.

| | E31-1 | EF22-8 | Zone A II | Zone B | D28-1 | D28-2 | EF22-6 | EF22-7 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *N hétéro. (n)* | 3 | 1 | 7 | 4 | 3 | 5 | 4 | 2 |
| *N arom. (n)* | 1 | 1 | 4 | 2 | 3 | 2 | 4 | 1 |
| *Amine (n)* | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| *N indét. (n)* | 2 | 5 | 4 | 14 | 4 | 3 | 4 | 9 |
| ***Total (n)*** | **7** | **8** | **16** | **21** | **11** | **11** | **13** | **13** |

**Tableau VI.24:** Décompte des composés azotés identifiés ou indéterminés (N indet.) dans les échantillons des Bossats (py(TMAH)-CG-SM).

Là encore, la reconnaissance de ces types de composés dans les échantillons de contrôle pose question. En effet, soit il s'agit de composés naturellement présents dans l'encaissant sédimentaire, soit il s'agit de composés liés à aux activités anthropiques et dans ce cas nos contrôles sont contaminés. Le fait que ces composés soient plus nombreux dans les échantillons provenant des structures peut permettre d'avancer l'hypothèse que, bien qu'étant présents dans l'encaissant, l'augmentation et la diversification de ces composés illustre malgré tout un apport important en MO riche en composés azotés. L'origine de ces composés peut alors possiblement être anthropique et liée à l'implication de MO animale, comme de la viande, dans le fonctionnement de structures de combustion comme l'ont montré les résultats expérimentaux (cf. Partie IV.4.4.2).

#### *4.4.2.6. Synthèse*

Les deux échantillons de contrôle (E31-1 et EF22-8) nous indiquent un bruit de fond relativement important. Celui-ci correspond notamment à des composés aliphatiques (acides saturés, alcools, alcanes) indiquant une source de MO d'origine végétale. De nombreux dérivés benzéniques, des HAP et des doublets alcanes/alcènes semblent indiquer qu'une partie de cette MO a subi une altération thermique. Toutefois, compte tenu de la méthode d'analyse, il n'est pas impossible que cette altération soit, en partie, un phénomène secondaire affectant de la MO «fraîche ». La présence de composés azotés, bien que relativement peu nombreux, indique que de la MO issue de protéine est présente. Il est cependant là aussi difficile de dire si la cyclisation de ces composés est authentique ou bien résulte de la méthode d'analyse.

En prenant en compte ce bruit de fond, les échantillons provenant des structures archéologiques livrent un signal finalement assez peu diversifié (Tableau VI.25). La présence de dérivés de la lignine, et parfois d'acide benzoïque, indique une contribution de MO issue de la dégradation de lignine. Les produits de l'altération thermique sont nombreux, mais il est difficile de dire s'il s'agit d'un signal lié à la méthode, au bruit de fond local ou à une véritable contribution liée aux activités anthropiques. D'un point de vue qualitatif, la plupart de ces composés sont en tout cas documentés dans les échantillons de contrôle.

Finalement, nous avons vu que les composés aromatiques azotés posaient le même type de question. La plupart d'entre eux semblent correspondre à des produits de l'altération thermique de composés protéiniques (acides aminés par exemple). Cependant, ils sont également présents dans les contrôles et, bien qu'ils soient plus nombreux dans les échantillons provenant des structures archéologiques, il est donc difficile de statuer sur leur origine anthropique ou non.

| | Contrôles | | Zone A | Zone B | D28 | | EF22 | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | E31-1 | EF22-8 | II | | 1 | 2 | 6 | 7 | |
| *Long chain aliph.* | x | x | x | x | x | x | x | x | **MO végétale** |
| *Cellulose dériv.* | x | x | x | x | x | x | x | x | |
| *Acides benzoïque et dériv.* | | | x | | | | | | |
| *Lignine dériv.* | | | x | x | x | | x | x | |
| *Benzène dériv.* | x | x | x | x | x | x | | x | **MO thermoaltérée (végétale ?)** |
| *HAP* | x | x | x | x | x | x | x | x | |
| *Doublets alcanes/alcènes* | x | x | x | | x | x | x | x | |
| *Composés azotés* | x | x | x | x | x | x | x | x | **MO animale thermoaltérée ?** |

**Tableau VI.25:** Synthèse des principaux marqueurs identifiés par Py(TMAH)-CG-SM dans les échantillons des Bossats.

### 4.5. Synthèse des analyses géochimiques

Les résultats obtenus à partir des échantillons des Bossats apportent des renseignements sur la MO qu'ils contiennent à la fois en termes qualitatifs et quantitatifs. La prise en compte du bruit de fond local est essentielle dans le cadre de l'interprétation de ces données. Les échantillons de contrôle, E31-1 et EF22-8 (même si la qualité de ce dernier est à discuter), ont en effet livré un contenu organique plus riche et diversifié que ce qui pouvait être attendu.

Du point de vue de la quantification de carbone organique par AE, les résultats des deux échantillons de contrôle indiquent cependant une faible teneur en carbone organique. C'est également le cas pour deux témoins supplémentaires (EF22-3 et Zone A-I). Les échantillons provenant des structures archéologiques ont des teneurs nettement plus élevées, même si pour certains l'incertitude liée à la méthode doit être prise en compte pour nuancer ce constat. Cette tendance va dans le sens d'un enrichissement en carbone organique en lien avec les activités anthropiques. La forte composante charbonneuse de la plupart des échantillons peut sans doute en grande partie en être la source, mais notons que dans le cas de l'échantillon EF22-7 (sédiments rubéfiés), relativement peu charbonneux, mais où des revêtements amorphes ont été observés, la teneur en carbone organique était également plus élevée que dans les contrôles.

L'analyse qualitative des extraits lipidiques (CG-SM) et de la MO totale (Py[TMAH]-CG-SM) a, elle aussi, porté sur des échantillons de contrôle et ceux provenant des structures archéologiques (Tableau VI.26).

| | Signature MO | Contrôles | | Zone A | Zone B | D28 | | EF22 | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | E31 1 | EF22-8 | II | | 1 | 2 | 6 | 7 |
| CG-SM | MO végétale | X | X | X | X | X | X | X | X |
| | MO végétale ligneuse | x | | x | x | x | x | x | x |
| | MO végétale thermoaltérée | | (x) | | | | | (x) | (x) |
| | MO animale | | (x) | (x) | (x) | | (x) | (x) | (x) |
| | MO animale thermoaltérée | | (x) | | (x) | | x | | (x) |
| | Composés azotés (MO animale thermoaltérée **?)** | | (x) | | (x) | | x | (x) | (x) |
| Py(TMAH)-CG-SM | MO végétale | X | X | X | X | X | X | X | X |
| | MO végétale ligneuse | | | x | x | x | | x | x |
| | MO végétale (?) thermoaltérée | X | X | X | X | X | X | X | X |
| | Composés azotés (MO animale thermoaltérée ?) | x | x | X | X | x | x | x | x |

(x) : signature faible (marqueurs rares et peu diversifiés)

x : signature modérée (marqueurs fréquents, mais peu diversifiés)

X : signature forte (marqueurs fréquents et diversifiés)

**Tableau VI.26:** Synthèse des signatures géochimiques de la MO pour les échantillons des Bossats.

Le bruit de fond naturel renseigné par les échantillons E31-1 et, avec certaines réserves, EF22-8 est relativement diversifié. Il inclut notamment une forte contribution de marqueurs de la présence de MO d'origine végétale. Il s'agit notamment de séries de composés aliphatiques, dont les membres les plus longs sont particulièrement diagnostiques à cet égard. Quelques composés indiquent plus particulièrement la présence de MO issue de matière ligneuse. D'autres composés, plus ubiquistes, suggèrent la contribution de MO issue de matières grasses, mais il est difficile d'être plus spécifique à leur sujet. En py(TMAH)-CG-SM, de nombreux composés indiquent de la MO thermoaltérée probablement d'origine végétale. Toutefois, du fait de la méthode d'analyse (pyrolyse) et de leur rareté en CG-SM, il est possible qu'une part d'entre eux correspondent à des composés formés durant l'analyse à partir de la MO végétale « fraîche » des échantillons. La

présence dans EF22-8 de quelques marqueurs de MO animale, altérée ou non, pose question quant au statut de contrôle de cet échantillon. À la vue de ces résultats, il faut convenir que la stratégie d'échantillonnage adoptée pour la structure E/F-22 n'était pas optimale pour exclure toutes possibilités de pollution du contrôle. Notons enfin que dans les deux échantillons, des composés azotés ont été détectés, en particulier par py(TMAH)-CG-SM.

En ce qui concerne l'échantillon Zone A II, le contenu organique est lui aussi dominé par des contributeurs associés à de la MO végétale dont certains pointent plus particulièrement vers des dérivés de la lignine. En pyrolyse, les composés aromatiques, notamment des HAP, sont nombreux et diversifiés ce qui pourrait indiquer une contribution significative de MO végétale thermoaltérée. Il faut cependant mettre cette observation en parallèle aux remarques faites à ce sujet pour les échantillons de contrôle. Hormis la présence d'un diacide, les indices clairs de MO d'origine animale sont absents. Il faut toutefois souligner la détection de nombreux composés azotés en pyrolyse ce qui pourrait indiquer une MO possiblement issue de produits riches en protéine.

Les résultats obtenus pour l'échantillon de la Zone B sont relativement proches, que ce soit en ce qui concerne la présence de MO végétale thermoaltérée ou non. La détection de totarol peut dans ce cadre indiquer qu'une partie de cette MO provient de conifères dans la mesure où il s'agit d'un marqueur fréquent de la famille des Cupressacées. Il faut ajouter que dans l'extrait lipidique la détection de quelques cétones et de quelques composés azotés donne plus de visibilité à une contribution de MO d'origine animale en partie thermoaltérée. Des composés aromatiques azotés sont également fréquemment observés en pyrolyse.

Concernant la structure D28, les deux échantillons livrent des résultats similaires en pyrolyse, mais contrastés en CG-SM. En effet, le contenu de l'extrait lipidique de D28-1 est très proche de celui du contrôle E31-1, et pointe essentiellement vers une MO d'origine végétale. Pour D28-2 cependant, et même si la MO végétale reste la principale source de MO, les marqueurs d'une présence de MO d'origine animale en partie thermoaltérée sont relativement nombreux. En pyrolyse, les résultats des deux échantillons indiquent la forte contribution de MO végétale, notamment thermoaltérée sous la forme de dérivés benzéniques et de HAP, et mettent en évidence la présence de composés azotés, notamment aromatiques qui pourrait indiquer la présence de MO animale thermoaltérée.

À propos du foyer E/F-22, les échantillons 6 et 7 livrent des résultats assez similaires que ce soit par CG-SM ou par py(TMAH)-CG-SM. La MO d'origine végétale est semble-t-il le principal contributeur des ces échantillons. L'identification de certains composés indique qu'une partie de cette MO est sans doute d'origine ligneuse et les résultats de la pyrolyse montrent qu'elle est également en partie thermoaltérée. Il faut également souligner que dans ces échantillons (mais également dans EF22-8), certains composés illustrent la présence de marqueurs qu'il est possible d'attribuer à une MO issue de conifère (acide dihydroabiétique, acide 7-oxodéhydroabiétique et retene). Les indices de MO animale sont relativement ténus, mais plusieurs groupes de composés indiquent malgré tout la contribution de MO animale thermoaltérée notamment dans l'échantillon EF22-7. La détection de différents composés azotés, en particulier par py(TMAH)-CG-SM, peut être interprétée dans le même sens.

Si l'on compare les résultats de cette analyse qualitative à ceux obtenus par l'analyse de la distribution des acides gras, les résultats sont sensiblement divergents. L'existence de différentes sources de MO illustrée par la diversité des composés identifiés ne ressort en effet que très peu de

l'utilisation des proxies que nous avons mis en œuvre. Dans la plupart des cas une origine animale était suggérée, ce qui semble loin d'être le cas si l'on considère l'ensemble des résultats de la CG-SM et de la py(TMAH)-CG-SM. À cet égard, il peut être proposé que ce soit justement la diversité des sources de la MO dans les échantillons considérés qui rend ces proxies difficilement utilisables dans ce contexte. Cependant, l'état de dégradation modéré à important de la MO qui était indiquée par les différents proxies trouve un écho dans la mise en évidence de composés, d'origine animale comme végétale, thermoaltérés.

# 5. Synthèse des résultats des Bossats

## 5.1. Rappel des principaux résultats

### *5.1.1. Observations de terrain (cf. Partie VI.2)*

La synthèse des informations récoltées sur le terrain a permis de définir les caractères macroscopiques et les cadres stratigraphiques propres à chaque structure. Concernant la relation entre les structures et le mobilier environnant, l'analyse livrée ici est préliminaire et ne concerne que la répartition spatiale du matériel osseux et des blocs calcaires de grande dimension. Les résultats de ces observations permettent de définir les problématiques de recherche spécifiques à chaque structure et servirent par la suite de cadre interprétatif aux autres résultats d'analyse.

À propos de la structure D28, les observations ont montré que son histoire interne était loin d'être aussi simple qu'on pouvait le supposer. En effet, plusieurs éléments indiquent que plusieurs étapes sont décelables dans son aménagement et son fonctionnement. La structure, notamment marquée par une concentration de résidus de combustion, est établie directement sur le substrat lœssique, alors que visiblement un certain nombre d'activités en lien avec le traitement d'os ont déjà eu lieu dans ce secteur. L'appareillage de blocs et dalles calcaires observé notamment au nord-est, visiblement postérieur à cette installation, de même que l'ajout d'un certain nombre de galets calcaires au sein de la structure appartiennent par exemple à cette étape préalable. Par la suite, la mise en place de la nappe de graves a scellé cet ensemble, qui, en l'état de nos observations et de l'analyse en cours du mobilier, semble correspondre à un premier stade d'occupation du locus. Un certain nombre de points restaient cependant à éclaircir, par exemple le caractère très discret des traces de rubéfaction du sédiment sous-jacent ou encore l'implication réelle des galets avec le fonctionnement d'une structure de combustion dont la nature primaire paraît incertaine.

Les analyses anthracologiques (en cours) indiquent que pour la structure D28, comme pour le reste du locus, le taxon dominant est le pin (*Pinus sylvestris/nigra*). Les premiers résultats de l'étude macroscopique des blocs et dalles calcaires montrent que ceux retrouvés dans le carré D28 sont fréquemment chauffés, mais que ce sont essentiellement les petits modules qui sont concernés. Par ailleurs, les roches chauffées sont largement dispersées sur tout le locus et, en attendant une étude de la fraction < à 7cm de ces matériaux, il est donc délicat de voir au niveau de la structure D28 une concentration particulièrement significative dans ce domaine. En ce qui concerne la répartition des esquilles d'os, des os et de leur caractère chauffé ou non, le $m^2$ D28 ne se distingue pas non plus particulièrement de ce qui observé dans le reste du pourtour du locus.

L'aire B/C/D-29/30 se décompose en cinq différents ensembles (Figure VI.97) : Zones A, B et C à l'ouest et Zones foyères a et b au cœur du locus. Les Zones A, B et C sont celles pour lesquelles les informations sont les plus nombreuses, en raison de la conduite des opérations de terrain[1], et

1 La fouille des Zones foyères a et b n'a été achevée qu'au terme de la campagne de terrain 2017 en raison de la très forte densité du mobilier dans ce secteur.

c'est sur elles que porte l'essentiel de la présente étude. Malgré tout, quelques points concernant les deux Zones foyères méritent d'être rappelés dans la mesure où leur prise en compte conditionne les réflexions autour de cet ensemble.

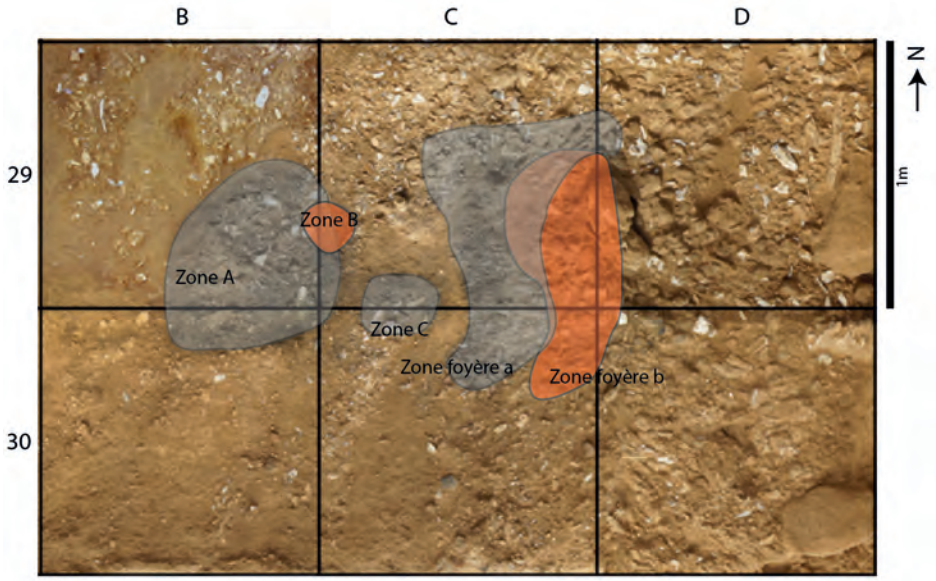



**Figure VI.97:** Locus 1 gravettien, aire B/C/D-29/30, organisation des différentes structures (cliché M. Hardy, Rapport ORM 2012, modifié)

La Zone foyère b correspond à une concentration de blocs et galets calcaires et gréseux emballés par des sédiments grisâtres d'aspect charbonneux et cendreux. Les roches présentent fréquemment des traces macroscopiques de thermoaltération dans cette zone. La Zone foyère a recouvre partiellement la b et elle s'en distingue par des sédiments nettement plus sombres car très riches en esquilles d'os brûlés et par la moindre présence de roches (chauffées ou non). Les observations conduites entre 2015 et 2017 ont montré que ces deux Zones foyères étaient implantées dans un espace où la nappe de graves paraît singulièrement moins dense que dans le reste du locus. Malgré tout, une fois le démontage des Zones foyères a et surtout b achevé, il est clairement apparu que celles-ci reposaient sur une forte concentration de mobilier lithique et osseux, en partie emballé dans la nappe de graves et en partie reposant directement sur le substrat lœssique. Les observations conduites sur le terrain semblent indiquer que ces deux zones correspondent à une structure de combustion primaire implantée au sein de la nappe de graves et ayant, *a priori*, fonctionné en relation avec la seconde phase d'occupation du locus. L'implication de roches et d'os dans son fonctionnement est très marquée, ce que confirment les analyses préliminaires de la dispersion de ces catégories d'artefacts. Malgré ces résultats prometteurs, une analyse plus détaillée de ces deux espaces doit encore être conduite, notamment en ce qui concerne leur organisation interne et leur positionnement au sein du locus et de son histoire.

Les Zones A, B et C ont été identifiées sur le terrain comme des concentrations de résidus de combustion et de mobilier thermoaltéré. La fouille de chacune d'entre elles a livré des résultats illustrant de forts contrastes entre elles. La Zone A correspond à une dépression où un abondant mobilier (brûlé ou non) se trouvait mêlé à un sédiment charbonneux. La fouille de cette structure a mis en évidence une importante variabilité dans son organisation interne, avec notamment l'identification d'un « alignement » de blocs apparemment brûlés et des mélanges de matériaux brûlés ou non (silex notamment). Sous ces matériaux fréquemment affectés pas la combustion, une concentration d'os fragmentés et non brûlés a été observée reposant directement sur l'encaissant

lœssique. La Zone B, quant à elle, a livré un remplissage nettement plus homogène. Dans une dépression qui semble à la fois traverser la nappe de graves et entamer l'encaissant lœssique, ces sédiments charbonneux très noirs ne livrent que peu de mobilier. La Zone C finalement correspond à une concentration de sédiments grisâtres mêlés à de nombreuses esquilles d'os et de silex brûlés.

Les informations à propos de l'évolution post-dépositionnelle de ces structures concernent principalement l'observation de trois phénomènes. D'une part, l'action de fouisseurs a été mise en évidence en de nombreux points du locus. Par le creusement et le comblement de leurs terriers, ceux-ci induisent des troncatures du niveau et des remobilisations de mobilier. La Zone C a en particulier été affectée par ce type de phénomènes. Il est maintenant également clair que, du fait de l'implantation sur la berge d'un paléo-chenal, la partie est du locus s'est fortement affaissée. Bien que les Zones A, B et C soient hors de l'emprise de ce phénomène, ce n'est pas le cas de la Zone foyère b et la structure D28. Dans un cas comme dans l'autre, la prise en compte de ce phénomène pour expliquer l'organisation et l'extension observée sera donc essentielle. Finalement, dans la partie ouest ce sont les activités agricoles récentes qui, bien qu'ayant permis la découverte du site, ont endommagé le locus. En ce qui concerne l'ouest de la Zone A et le centre de la Zone C, des traces claires de sillons de charrue montrent que des troncatures récentes sont venues modifier l'état de ces structures.

À propos du foyer E/F-22 du niveau intermédiaire du sondage 50, les informations relevées sur le terrain concernent presque exclusivement la structure en elle-même puisque ses abords se sont révélés totalement stériles. Bien que perturbée, il s'agit d'une sole de sédiments rubéfiés sur lesquels reposent des sédiments riches en os brûlés et en charbons de bois. Les observations conduites en plan et en coupe ont montré que les processus post-dépositionnels, en particulier des brassages et troncatures sans doute en lien avec la faune et les racines, étaient importants au niveau de ces différents ensembles. Il est en l'état difficile de préciser la morphologie initiale de cette structure qui ne présente apparemment pas de traces d'aménagement.

#### *5.1.2. Étude micromorphologique (cf. Partie VI.3)*

L'étude micromorphologique des structures sélectionnées (D28, Zones A, B et C et foyer E/F-22) a permis de compléter et de préciser ces premières constatations.

À propos de la structure D28, l'analyse micromorphologique a confirmé l'indigence des traces de thermoaltération du substrat encaissant. Ces sédiments sont bioturbés, et n'intègrent que de rares agrégats de sédiments rubéfiés. Les résidus de combustion observés sont principalement des charbons de bois, mais il faut également noter la présence d'os brûlés et de *chars* au sein de ces matériaux charbonneux. La couche de galets au sommet de la structure, telle que nous l'avons observée en lame mince, présente peu de traces de thermoaltération.

Compte tenu de l'organisation des faciès en micromorphologie, et de celle de la structure sur le terrain, deux hypothèses s'affrontent donc. Soit il s'agit bien d'un foyer, mais dont le fonctionnement n'a pas marqué le substrat (ce qui paraît surprenant compte tenu des rubéfactions marquées sous le foyer de la Zone B et le foyer E/F-22 sur même type de sédiments), soit nous sommes face à une structure secondaire dont l'aspect à la fouille était trompeur. Dans le premier cas, plusieurs propositions peuvent expliquer ces traces ténues d'altération du sédiment (température atteinte insuffisante, état humide du sédiment par exemple). La seconde hypothèse paraît cependant à la

fois plus économique et plus cohérente si l'on considère le peu de traces d'altération thermique des sédiments sous-jacents et des roches dans le secteur, mais aussi le fait que ce qui semblait être un appareillage de roches au nord est en fait postérieur au dépôt du matériel charbonneux.

En ce qui concerne la Zone A de l'aire B/C/D-29/30, les observations micromorphologiques indiquent que l'encaissant n'a pas subi de thermoaltération. Deux faciès enrichis en résidus de combustion sont distingués, le premier correspond notamment à des charbons de bois et d'os fortement altérés et bioturbés tandis que le second est moins charbonneux, mais intègre en plus des sédiments thermoaltérés. On ne saurait cependant voir dans ces matériaux thermoaltérés et ces résidus de combustion un véritable foyer en place. L'organisation et la nature des faciès semblent plutôt évoquer une vidange de foyer avec éventuellement deux phases de dépôt impliquant d'abord les résidus de combustion puis éventuellement un curage de la sole.

L'étude de la Zone B a permis de mettre en évidence la thermoaltération des sédiments encaissants de cette cuvette charbonneuse. Bien que les processus de bioturbation soient conséquents, ces matériaux thermoaltérés semblent en place et indiquent que nous sommes face à une véritable sole de foyer. Les dépôts charbonneux sus-jacents sont riches en microcharbons et en os brûlés, mais fortement brassés ce qui limite les perspectives d'interprétation en termes de rythme de fonctionnement. La reconnaissance de ce petit foyer en cuvette au niveau de Zone B implique donc de revoir nos modèles concernant l'organisation générale de B/C/D-29/30.

Le prélèvement issu de la Zone C a permis de montrer que les sédiments grisâtres observés sur le terrain correspondaient à des résidus de combustion brassés avec des sédiments lœssiques similaires à ceux de l'encaissant. Une importante composante calcitique est observée et pourrait correspondre à des matériaux cendreux recristallisés. Du fait de l'importante bioturbation observée au niveau du prélèvement, il est cependant difficile de statuer sur la nature de cette structure ou sur sa morphologique initiale. Les indices reconnus vont plutôt dans le sens d'une structure secondaire, mais il est délicat de dire s'il s'agit du résultat d'une action anthropique (vidange) ou bien de processus post-dépositionnels.

Finalement, le prélèvement issu du foyer E/F-22 a permis de démontrer le statut en place d'une bonne partie des sédiments rubéfiés observés à la fouille. Bien que bioturbés, ceux-ci correspondent à une véritable sole de foyer recouverte de résidus de combustion mêlant des charbons de bois et des microcharbons indéterminés. Notons que les os brûlés mentionnés dans l'étude anthracologique n'ont pas clairement été reconnus sur cet échantillon. L'étude micromorphologique a cependant mis en évidence des revêtements de la porosité par des MO amorphes et la présence de matériaux identiques redistribués dans la masse. Ce type de traits est inédit pour le site des Bossats, mais présente des similarités avec ce qui a été décrit à Régismont-le-Haut et les foyers expérimentaux.

La présence de nombreux traits biologiques et calcitiques est l'un des caractères récurrents des échantillons étudiés ici. Les premiers correspondent notamment à des processus de creusement et de comblement de chenaux principalement par la faune du sol. Si cette dernière est difficile à cerner dans son ensemble, il faut tout de même noter la présence de granules issus de vers de terre et de tests de gastéropode qui fournissent des indications sur quelques-uns de ses membres. L'action de racines est également marquée, spécialement par des traits calcitiques associés à la porosité (hyporevêtements et calcifications cytomorphiques notamment). Les traits calcitiques sont fréquents, comme on peut s'y attendre dans ce type de contexte sédimentaire, et illustrent

des circulations d'eau impliquant la dissolution et la précipitation de calcite. Ces traits semblent néanmoins plus marqués au niveau du locus gravettien et dans les structures de combustion. Il est proposé, à la suite d'autres travaux, que certains de ces traits (calcifications cytomorphiques notamment) puissent correspondre à des phénomènes de recristallisation de matériaux cendreux.

#### *5.1.3. Étude géochimique (cf. Partie VI.4)*

Une sélection d'échantillons (Zone A II, Zone B, D28-1 et 2, EF22-6 et7) a fait l'objet de différentes analyses géochimiques afin de préciser la nature de la MO qu'ils contiennent. Il a pour ce faire été tenté de prendre en compte le bruit de fond local à l'aide d'échantillons de contrôle (E31-1 et EF22-8). Cependant, il est apparu, à la fois dans les résultats de la CG-SM et de la py(TMAH)-CG-SM, que la qualité de ces deux contrôles était discutable. Ces deux échantillons ont été prélevés sous les niveaux archéologiques et, compte tenu des observations de terrain et en micromorphologie, il est probable que ceux-ci aient été contaminés par des phénomènes post-dépositionnels (*e.g.* bioturbation et /ou lessivage). En l'état, l'interprétation des résultats obtenus dans les structures archéologiques reste donc tributaire d'une meilleure caractérisation du bruit de fond local au moyen d'échantillons de contrôle plus sûrs.

La quantification du carbone organique par AE a montré que, même en prenant en compte l'incertitude liée à la méthode, les échantillons provenant des structures archéologiques livraient des teneurs (entre 0.8 et 4.6% Corg) nettement plus élevées que les contrôles (entre 0.2 et 0.5% Corg). Ce sont en particulier les sommets charbonneux des foyers E/F-22 (4.6% Corg) et Zone B (2.7% Corg) qui ont livré les teneurs les plus élevées.

Du point de vue du contenu lipidique, l'analyse qualitative a montré que, en dehors d'un potentiel bruit de fond correspondant à de la MO végétale, la signature de chaque prélèvement présentait des spécificités. Dans le cas de la Zone A, seules de rares traces de MO animale sont observées au côté du bruit de fond végétal. Pour le foyer Zone B, les marqueurs indiquant une contribution de MO animale, en partie thermoaltérée, sont plus nombreux et diversifiés. Il faut aussi noter l'identification d'un biomarqueur spécifique des conifères (totarol : Cupressacées ?). Au sein de D28 les deux échantillons analysés livrent des signaux très différents, illustrant la forte variabilité latérale du contenu géochimique. Pour D28-1, les résultats sont proches de ceux du contrôle et indiquent donc essentiellement la contribution de MO végétale. Pour D28-2 par contre, les indicateurs de la présence de MO animale en partie thermoaltérée sont fréquents aux côtés de ceux indiquant la contribution de MO végétale. Finalement pour ce qui est du foyer E/F-22, les deux échantillons analysés sont assez proches. Les principaux contributeurs correspondent à une MO d'origine végétale, en partie thermoaltérée, avec notamment des marqueurs liés aux conifères. Des indices de MO animale sont également présents, mais peu nombreux.

L'analyse par py(TMAH)-CG-SM de la MO totale confirme que la MO végétale domine dans ces échantillons. La présence de composés illustrant la thermoaltération de ce type de MO est récurrente, y compris dans les contrôles, ce qui pose question à propos à la fois de la stratégie d'échantillonnage de ces contrôles et de la possible formation de ces composés durant l'analyse (pyrolyse). La détection de composés azotés pose également question vis-à-vis des échantillons de contrôle et de la méthode d'analyse (TMAH). Malgré tout, il est proposé qu'une partie de ces composés puissent correspondre à la contribution de MO animale thermoaltérée car ces composés semblent plus fréquents dans les échantillons archéologiques.

Finalement, les acides gras détectés en CG-SM ont fait l'objet d'une analyse concernant leur distribution aux moyens de différents proxies. Les résultats de cette démarche ont globalement mis en évidence que la MO de tous les échantillons était relativement dégradée. Les outils visant à proposer une source pour ces composés ont livré des résultats peu probants, indiquant surtout une origine animale. Compte tenu des résultats de l'analyse qualitative, et des discussions de la partie expérimentale (cf. Partie IV.4.4), ces conclusions paraissent néanmoins devoir être sérieusement nuancées. Si les résultats concernant la dégradation de la MO semblent, moyennant le recoupement de plusieurs outils, pouvoir être globalement tenus pour valides, ce n'est pas le cas des résultats à propos de l'origine de MO qui, pour ce qui est des outils employés ici, paraissent peu fiables. Les résultats obtenus, et en particulier le croisement des données qualitatives avec l'analyse des distributions d'acides gras, illustrent eux aussi ces limites. Il est proposé que le mélange de plusieurs sources de MO complique justement l'application, en l'état, de ces proxies.

### 5.2. Croisement avec les résultats expérimentaux

Le recours aux résultats expérimentaux présentés plus haut (cf. Partie IV) pour discuter des structures des Bossats implique un certain nombre de précisions. Comme cela a été vu, ce référentiel expérimental a, en premier lieu, été conçu et réalisé afin d'alimenter les réflexions autour du cas de Régismont-le-Haut. Les problématiques explorées et structures échantillonnées sont donc orientées en ce sens. Malgré tout, plusieurs arguments semblent suffisants pour justifier la reprise, au moins d'une partie, de ces résultats pour discuter du cas des Bossats. Tout d'abord certaines des problématiques explorées (type de combustible, durée/intensité du fonctionnement, etc.) sont loin d'être spécifiques à Régismont-le-Haut, et sont en réalité partagées par la plupart des études portant sur les structures de combustion, y compris donc celles des Bossats. Par ailleurs, le type de sédiments sélectionné pour les expérimentations présente un certain nombre de caractères communs avec ceux des Bossats. Il s'agit de limons sableux relativement fins composés d'une part de limons carbonatés et d'autre part de sables (quartz). Bien que les mécanismes d'apport soient différents dans les deux cas, et que les sédiments des expérimentations soient légèrement plus argileux, des similarités existent également si l'on considère l'évolution et les traits pédologiques qui affectent ces sédiments. Une certaine équivalence peut être donc être envisagée à ce niveau. En prenant en compte ces éléments, plusieurs remarques peuvent donc être faites concernant les structures des Bossats.

En ce qui concerne l'altération des sédiments sous l'effet de la chaleur telle qu'elle a été observée dans les foyers Zone B et E/F-22, les températures atteintes ont principalement affecté la fraction fine limoneuse, plus ponctuellement des grains calcaires et n'affectent pas les grains de quartz. Les mêmes phénomènes ont été observés lors des expérimentations, quelles qu'aient été leur durée ou leur intensité, et semblent donc peu caractéristiques au-delà des indications en termes de température maximale atteinte. Même en prenant en compte les processus post-dépositionnels, la sole du foyer E/F-22 présente une épaisseur de 2 à 3 cm environ nettement plus importante que celle du foyer Zone B (moins de 1 cm). Les résultats expérimentaux ont montré que l'épaisseur de sédiments rubéfiés pouvait notamment être positivement corrélée à l'intensité maximale de fonctionnement. À partir de cela il semble raisonnable de proposer que le foyer E/F-22 a connu un (ou des) fonctionnement(s) nettement plus intense(s) que le foyer Zone B.

Les observations conduites sur les foyers expérimentaux impliquant l'utilisation d'os ont en particulier mis en évidence l'importance d'apport en MO amorphe sous la forme de revêtements de la porosité et d'imprégnation de la masse. Des traits de ce type ont également été observés dans le cas des sédiments au sommet de la sole du foyer E/F-22 et il est donc tentant de proposer que l'origine des ces traits puisse être la même. Les résultats de l'analyse anthracologique indiquent de plus la présence de nombreux os brûlés dans les sédiments couvrant cette sole.

Du point de vue de l'analyse géochimique, les parallèles sont sans doute plus délicats à mettre en place dans la mesure où les recherches expérimentales se sont concentrées sur des sédiments où l'incorporation de résidus de combustion (par ex. charbons de bois ou d'os) était limitée. Au contraire, une bonne part des échantillons provenant des Bossats sont extrêmement charbonneux, ce qui explique sans doute en partie la prédominance des composés associés à de la MO végétale et les teneurs importantes en $C_{org}$ qui ont été mesurées. Malgré tout, plusieurs éléments détectés dans les échantillons des Bossats rappellent les résultats expérimentaux. Les différents composés, ou groupes de composés, permettant de mettre en évidence l'altération thermique de MO végétale (par ex. dérivés benzéniques et HAP) ou de MO animale (par ex. cétones et lactones) dans le cadre de l'étude expérimentale se retrouvent dans les échantillons des Bossats. Le cas des composés azotés, qui ont notamment été observés dans les expérimentations impliquant de la viande, trouve lui aussi un écho dans les échantillons des Bossats. Bien que l'interprétation de ces composés dans les structures des Bossats doive encore rester prudente, notamment en raison d'une possible présence de certains d'entre eux dans le bruit de fond naturel, l'hypothèse qu'ils puissent en partie correspondre à des traces de MO animale thermoaltérée issue de matériaux protéiniques constitue un nouvel axe de réflexion à explorer.

Malgré ces points de discussions intéressants, il apparaît néanmoins que le référentiel construit ici présente plusieurs lacunes limitant son application au cas des Bossats. Pour ce qui est du locus gravettien notamment, la complexité des structures et notamment leur interaction avec des ensembles de matériels sous-jacents (os notamment) et la nappe de graves ne sont quasiment pas abordées. Par ailleurs, malgré la similarité des sédiments pris en compte, des points de comparaison issus des mêmes dépôts que ceux des Bossats seraient sans doute utiles[2].

### 5.3. Discussion

L'analyse conduite sur une sélection des structures de combustion des Bossats s'est effectuée à différentes échelles d'observation. La mise en perspective de ces différents registres d'information permet d'apporter un certain nombre de précisions en ce qui concerne le fonctionnement, l'utilisation et l'évolution post-dépositionnelle de ces structures, mais ouvre également de nouvelles pistes de réflexion. Du fait des structures considérées, c'est essentiellement le locus gravettien qui est concerné par cette discussion. Néanmoins, l'intégration du foyer E/F-22 du niveau intermédiaire du Sondage 50 livre également son lot d'informations et permet d'apporter un point de comparaison au sein du gisement des Bossats.

Cette étude porte finalement sur deux structures de combustion primaires (Zone B et E/F-22) et probablement trois structures secondaires (Zones A et C et structure D28). Cette distinction en elle-même n'allait pas de soi, et c'est notamment l'analyse du contexte archéologique couplée à

2 Dans cette optique, un programme d'expérimentations en milieu réaliste et en milieu contrôlé axé sur ces problématiques a été amorcé en 2017 avec G. Dumarçay.

l'analyse micromorphologique qui a permis d'obtenir le plus de réponses à ce sujet. Le cas de E/F-22 était certainement celui où le moins de doutes existaient sur le caractère *in situ* de ce foyer. Les observations de terrain montraient en effet la superposition dans un espace relativement localisé de sédiments rubéfiés et d'abondants résidus de combustion. Des perturbations relativement importantes étaient malgré tout suspectées du fait de l'observation de terriers et de la discontinuité de la sole par exemple. L'analyse micromorphologique a démontré que, malgré des processus taphonomiques conséquents (bioturbation notamment), les sédiments rubéfiés correspondent bien à une sole en place. Dans le cas de la Zone B, décrite comme une simple cuvette comblée de sédiments très charbonneux sur le terrain, l'analyse micromorphologique a révélé la présence de sédiment rubéfié et en place au fond de cette cuvette. Ce constat indique que la Zone B correspond en réalité à un petit foyer en cuvette installé dans la partie ouest du locus gravettien.

Finalement, dans le cas de la structure D28, les informations récoltées sont moins évidentes et le statut de « véritable » foyer de cette structure peut encore être discuté. La reprise des données de terrain portant sur l'organisation interne et des abords remettent en question la supposée organisation d'un petit foyer partiellement délimité, et souligne l'indigence des traces de matériaux thermoaltérés. En micromorphologie, malgré la mise en évidence de processus post-dépositionnels, ces traces ne sont guère plus nombreuses. Différents travaux se sont penchés sur cette question de l'absence évidente de traces de rubéfaction à la fois dans le registre archéologique et dans le domaine expérimental (*e.g.* Mentzer, 2014 et Stahlschmidt *et al.*, 2015). Canti et Linford (2000) suggèrent notamment que selon l'humidité du sédiment et/ou sa teneur en MO, la susceptibilité d'un substrat à être oxydé puisse fortement varier. Malgré tout, l'hypothèse la plus économique pour l'heure est que la structure D28 corresponde à une structure secondaire.

Pour ce qui est des Zones A et C, l'organisation et la composition de ces structures telles que définies sur le terrain et par l'étude micromorphologique correspondent à ce qui est attendu pour des dépôts secondaires. Dans le cas de la Zone A notamment, l'absence d'altération des sédiments et du mobilier sous-jacent associé à des sédiments charbonneux hétérogènes (présence d'artefacts brûlés ou non, présence d'agrégats de sédiments rubéfiés) sont les principaux arguments (*e.g.* Wattez, 1992 ; Miller *et al.*, 2010 ; Mentzer, 2014 ; Goldberg *et al.*, 2017) qui incitent à considérer cette dépression au sein de la nappe de grave comme une probable vidange de foyer. Les observations concernant la Zone C sont moins détaillées, en partie à cause d'altérations récentes de la structure, mais conduisent à la même conclusion.

La localisation des différentes structures de combustion du locus gravettien participe aux réflexions en cours sur une probable occupation en plusieurs phases. Les arguments archéologiques et stratigraphiques en faveur d'une distinction en deux phases, l'une antérieure à l'installation de la nappe de grave et l'autre postérieure, ont été rappelés lors de la présentation du site. Dans ce cadre, la structure D28 est contemporaine de la première phase d'occupation puisque celui-ci est comblé et recouvert par la nappe de graves et que les constituants de celles-ci ne semblent pas réellement affectés par la chaleur. À l'inverse, les zones A, B et C (ainsi que les Zones foyères a et b) sont installées aux dépens de la nappe de graves ce qui indiquerait un fonctionnement contemporain de la seconde phase d'occupation.

Bien qu'il faille attendre que la partie est du locus gravettien soit fouillée avant de pouvoir réellement tenter d'interpréter l'organisation générale de celui-ci, la nature et la répartition des structures étudiées ici ou en cours d'étude permettent déjà d'envisager l'existence de structures de

combustion relativement complexes impliquant, au moins pour certaines, des actions d'entretien et donc un fonctionnement polyphasé. L'aire B/C/D-29/30, qu'il faut sans doute maintenant séparer en deux entités, l'une centrée autour du foyer Zone B, et l'autre autour des Zones foyères a et b au centre du locus illustre particulièrement cet investissement en termes d'entretien avec l'identification de deux probables vidanges (Zones A et C). Du fait de leur proximité spatiale, l'hypothèse, à vérifier, que la zone A soit associée au foyer Zone B et que la zone C soit liée aux Zones foyères a et b est avancée. Dans le cas de la Zone B et de la Zone A, si l'on admet cette association, la proximité des deux ensembles pose question quant à l'intérêt d'une « vidange » au contact de la structure primaire. Plus qu'une véritable vidange (au sens *dumping*, c'est-à-dire un rejet relativement éloigné de la structure primaire) il faut peut-être y voir les traces immédiates des interventions dans la zone B lors de son entretien (vidange et curage sans déplacement lointain : *sweeping*- ou *raking-out*), mais aussi éventuellement durant son fonctionnement (déplacement de combustible, ventilation, etc.).

Concernant plus directement le fonctionnement de ces structures, les différentes échelles d'observation prises en compte ont chacune apporté des informations concernant notamment les combustibles mis en œuvre. Il faut à ce titre rappeler que l'analyse anthracologique en cours du gisement (Théry-Parisot, étude en cours) et l'analyse archéozoologique (Lacarrière, 2015) ont d'ores et déjà suggéré la probable utilisation d'os comme combustible aux côtés de bois végétal (principalement *Pinus* sp.). La reprise des données de terrain concernant les esquilles d'os brûlés a, à ce titre, montré que c'était essentiellement l'aire B/C/D-29/30 et ses abords qui concentraient ce type de vestiges. L'analyse micromorphologique conduite au sein des Zones A, B et C a confirmé la présence de ce type d'artefacts altérés à des degrés divers. Les observations conduites au sein de la structure D28 ont néanmoins montré que la présence d'os brûlés était loin d'être négligeable dans et sur cette structure. À l'inverse, les os brûlés dont la présence est soulignée par l'étude anthracologique des sédiments du foyer E/F-22 sont absents de la lame mince étudiée ici. Dans toutes les structures étudiées ici il faut rappeler la présence de charbons de bois plus ou moins dégradés et fragmentés. Cette altération apparemment importante conduit à la présence d'abondants microcharbons (de bois ou d'os ?) dont l'identification est plus que délicate. Les résultats des analyses géochimiques sont cohérents avec cette présence conjointe de combustible d'origine végétale et d'origine animale (ou en tout cas de la présence d'os au sein des structures). En effet, dans la totalité des échantillons, les signatures géochimiques observées indiquent la présence de MO végétale et animale en partie thermoaltérées. Certains composés correspondent de plus à des biomarqueurs de conifère (E/F-22) et peut-être plus spécifiquement de Cupressacées (Zone B). Malgré ces nombreux indices suggérant l'utilisation conjointe de plusieurs types de combustibles, seule une étude archéozoologique et taphonomique détaillée du matériel osseux (*e.g.* Costamagno *et al.,* 2009 et 2010) permettrait d'en dire plus sur l'emploi de l'os dans ces structures.

La prise en compte de la morphologie générale des structures et de leurs associations permet d'avancer quelques hypothèses concernant leur fonction. Les résultats des analyses micromorphologique et géochimique apportent aussi leurs lots d'informations dans ce domaine. Les foyers E/F-22 et Zone B semblent avoir été des structures relativement simples, sans appareillage perceptible. Le foyer de la Zone B est installé dans une dépression dont l'origine est indéterminée, ce qui pourrait être également le cas en D28, bien que l'affaissement du locus dans ce secteur rende complexe la perception de sa morphologie initiale. La Zone foyère b de l'aire

B/C/D-29/30, en cours d'étude, est caractérisée par la présence de nombreux galets calcaires et gréseux visiblement thermoaltérés. Cette diversité morphologique paraît traduire une importante variabilité qu'il est tentant d'expliquer par des différences fonctionnelles. Notons également l'importante contribution de composés azotés dans la totalité de ces structures ce qui, vis-à-vis des résultats expérimentaux, pourrait indiquer une implication dans le traitement thermique de matières carnées.

# Partie VII. Discussion et Conclusion

Les paragraphes suivants (Partie VII.1) reviennent sur ces différents faisceaux d'informations tels qu'ils ont notamment été définis au moyen du volet expérimental de ce travail et des travaux antérieurs. La réunion des résultats de la synthèse des travaux antérieurs et de ceux provenant de notre référentiel expérimental constitue la base de la démarche adoptée pour interpréter par la suite les structures archéologiques. L'accent est donc également mis sur les points forts et les limites de cette approche. Dans un second temps (Partie VII.2), les résultats obtenus pour les sites de Régismont-le-Haut et des Bossats sont mobilisés pour questionner la place des structures de combustion au sein de chacun d'entre eux comme vis-à-vis des autres sites connus pour l'Aurignacien et le Gravettien en France. Avant de conclure (Partie VII.4), un dernier ensemble de réflexions (Partie VII.3) porte sur les implications plus larges de ce travail concernant l'étude des structures de combustion préhistoriques et les perspectives ouvertes à ce sujet.

# 1. Intérêts et limites de la démarche adoptée

La démarche de ce travail repose sur le croisement des résultats d'analyses et d'observations effectuées à trois échelles : macroscopique sur le terrain, microscopique grâce à la micromorphologie et moléculaire à l'aide de différentes analyses géochimiques. L'interprétation de ces données pour les structures archéologiques est assistée par les informations obtenues selon les mêmes méthodes à partir de structures expérimentales. La discussion ci-dessous concerne à la fois les questions liées à l'acquisition des données, à l'interprétation et aux limites de cette approche.

## 1.1. La phase de terrain : une source essentielle d'informations ... et de questions.

L'acquisition des données sur le terrain est évidemment l'étape primordiale de la recherche archéologique. Comme n'importe quel type de vestiges et de traces, le cas des structures de combustion n'échappe pas à cette règle et c'est durant cette phase qu'une part déterminante des informations est récoltée et que les problématiques de recherche sont généralement formulées. Il paraît donc d'autant plus nécessaire d'insister sur certains aspects de cette étape.

- *Reconnaissance sur le terrain : tout ce qui brille...*

Les structures de combustion, et notamment les foyers, font partie des structures « évidentes » par excellence (Coudret *et al.*, 1989) et leur identification sur le terrain a une influence non négligeable sur l'organisation et le déroulement des opérations de fouille. D'une part, elles sont considérées, *a priori*, comme de potentiels pôles d'activité et la fouille de leurs abords est donc, souvent à juste titre, un objectif prioritaire. Malgré tout, il faut souligner ici que la reconnaissance de ces structures sur le terrain tient, au moins dans un premier temps, plus de l'observation empirique et de l'intuition que de la démonstration à proprement parler. S'il est vrai que dans de nombreux cas une observation macroscopique attentive peut permettre de reconnaître une structure de combustion primaire en place, de nombreux cas de structures moins explicites ou de structures se révélant au final différentes de ce qui avait été pressenti peuvent exister. Deux exemples issus des sites qui ont été traités ici, les cas du « foyer » XXVI de Régismont-le-Haut et de la Zone B des Bossats, sont à ce titre éclairants. La première structure, considérée *a priori* comme un foyer, n'a finalement livré que peu d'indices permettant d'attester de son statut de structure de combustion primaire. À l'inverse, la Zone B du locus gravettien des Bossats, initialement considérée comme une probable structure secondaire, s'est finalement révélée être un petit foyer en place. Au-delà de l'anecdote, c'est surtout la façon dont cette première caractérisation effectuée sur le terrain conditionne la suite des recherches dont il faut tenir compte. Qu'on le veuille ou non, les contraintes matérielles de l'archéologie, qu'elle soit programmée ou préventive, font que les structures considérées comme des « foyers » vont généralement bénéficier d'une fouille plus attentive et d'un enregistrement plus exhaustif qu'une simple « vidange ». La conséquence est que lorsque la poursuite des fouilles ou bien des analyses ultérieures viennent contredire ces premières attributions, il est généralement difficile de faire machine arrière et d'envisager une nouvelle phase d'acquisition de données.

Il serait cependant insoutenable de recommander la fouille extensive et le prélèvement systématique de chaque potentielle structure de combustion rencontrée sur le terrain. Néanmoins, quelques éléments, relevant du truisme en archéologie, peuvent permettre de limiter les risques inhérents à des pratiques de terrain nécessairement sélectives. Ceux-ci consistent principalement en 1/une approche objective des différents indices permettant de jauger la nature d'une structure et 2/une distinction claire de ce qui relève de la description et de ce qui tient déjà de l'interprétation.

Comme le suggère le titre de ces paragraphes, les critères de reconnaissance généralement retenus sur le terrain peuvent être trompeurs. Dans le cas d'un foyer on recherchera ainsi généralement des matériaux minéraux rougis ou noircis (sédiments, roches), associés à des restes de combustible (cendres, charbons) et parfois à d'autres artefacts eux aussi altérés par la chaleur (os brûlés, silex chauffés). Plusieurs travaux ont cependant argumenté sur le fait que des processus naturels étaient à même de produire des traces similaires, et que leur caractérisation à l'œil nu est loin d'être optimale (voir par exemple la revue de Goldberg *et al.*, 2017). C'est donc l'association de ces différents éléments entre eux ainsi qu'avec les autres traces d'activités anthropiques environnantes qui, une fois prise en compte et discutée, peut orienter la suite des recherches. Toute la difficulté vient du fait que, pour arriver à considérer ces différents aspects, la fouille de la structure doit généralement être déjà assez sérieusement engagée. Dans le cas de Régismont-le-Haut et des Bossats, l'organisation des campagnes de fouilles sur plusieurs années a permis à cet égard des allers-retours très profitables entre le terrain et les analyses en laboratoire.

- *Fouille et échantillonnage des structures de combustion : hâtons-nous lentement…*

Il faut donc rappeler la nécessité d'aborder la fouille des structures avec objectivité et en établissant un protocole de fouille assurant une distance suffisante entre l'enregistrement des données et les hypothèses interprétatives. Concernant l'aspect pratique, beaucoup a déjà été écrit (*e.g.* Muller, 2001 ; March et Soler Mayor, 2007) et le consensus qui semble établi sur une fouille en quarts opposés présente l'avantage de concilier les observations planimétriques et stratigraphiques et de produire une documentation primaire de plus en plus standardisée. Il semble cependant que ce soit sur les questions d'échantillonnage que le plus de variabilité voire d'imprécision méthodologique existent. La stratégie adoptée sur le terrain à cet égard va irrémédiablement contraindre les études ultérieures.

Deux principales difficultés sont rencontrées à ce sujet. D'une part, les échantillonnages doivent dans l'idéal être planifiés en amont de la fouille, ce qui est rarement envisageable dans la mesure où ce sont justement les résultats de celle-ci qui vont mettre en évidence le besoin ou non d'analyses complémentaires. Il en découle des jeux d'échantillon dont la robustesse et l'adéquation aux analyses envisagées sont très variables. Cette situation résulte en partie du plus vaste problème de l'intégration des « sciences archéologiques » à la pratique « classique » de l'archéologie, celui-ci étant dans bien des cas réductible à un problème de compréhension mutuelle entre « spécialiste » et « archéologue » (*e.g.* Nigra *et al.*, 2015). Dans la mesure où il paraît évident que les archéologues, généralement formés en sciences humaines, ne peuvent parfaitement maîtriser l'ensemble des méthodes analytiques susceptibles d'être employées et qu'à l'inverse les spécialistes, majoritairement formés aux sciences de la nature, ne peuvent pas complètement percevoir les enjeux palethnographiques où s'intègrent leurs contributions, seule une étroite concertation peut conduire à une recherche fructueuse. Rien de nouveau là encore, si

ce n'est que d'ajouter que cette interaction ne semble pouvoir être que difficilement optimale sans que d'une part le spécialiste ne participe pleinement à l'acquisition des échantillons sur le terrain, et que d'autre part les problématiques archéologiques ne soient clairement définies.

Dans cette étude, les structures de combustion archéologiques étudiées proviennent de deux sites fouillés dans le cadre d'opérations programmées sur plusieurs années. Cette situation permet d'envisager la question de l'exploration, du relevé et de l'échantillonnage sur un temps raisonnablement long. De fait, l'identification relativement aisée sur le terrain des structures de combustion a permis de rapidement les circonscrire, de fouiller leurs abords puis d'engager leur exploration en ayant défini une stratégie d'échantillonnage adaptée aux analyses envisagées (sédiments en vrac et orientés). Dans le cas du niveau gravettien des Bossats par exemple, l'exploration de la partie ouest du locus a débuté en 2009 et l'aire de combustion B/C/D-29/30 a été identifiée en 2010 et totalement circonscrite en 2012 tandis que la structure D28 a été clairement reconnue en 2012. L'avancée de la fouille des abords de ces structures a permis d'explorer la Zone A en 2012/2013, la Zone B en 2013/2014, la structure D28 en 2014/2015, la Zone C en 2015 et la zone centrale en 2016/2017. Cette longue durée, environ 8 mois au total, a permis pour chaque structure l'acquisition des données contextuelles détaillées par une fouille fine et de nombreux relevés ainsi que la prise d'échantillons dans chacune des structures. Même si, plus ou moins implicitement, les structures D28 et la zone centrale de B/C/D-29/30 ont été très vite considérées comme des « foyers » et les Zones A, B, C comme des « structures d'entretien », le traitement de chacune d'elles a suivi le même protocole, ceci permettant justement *a posteriori* de sérieusement remettre en cause ces premières évaluations.

Concernant l'échantillonnage en lui-même, quelques leçons peuvent être tirées de la démarche suivie dans ce travail et de ses limites. Les deux principales contraintes rencontrées concernent d'une part la relation entre les échantillons destinés à différentes méthodes d'analyse et d'autre part la prise en compte du bruit de fond « naturel » et des pollutions occasionnées par la fouille. Sur ce dernier point, les résultats des Bossats ont justement illustré les difficultés qui pouvaient être rencontrées dans ce domaine. Les échantillons de contrôle sont essentiels et doivent donc dans l'idéal être multiples et provenir si possible à la fois de l'emprise affectée par les opérations de fouille et de ses abords. En ce qui concerne le lien entre les différentes échelles d'observation, la diminution du volume des échantillons de sédiments en vrac destinés aux analyses géochimiques a permis d'améliorer significativement la corrélation avec les couches décrites sur le terrain puis les faciès définis à partir des lames minces. La quantité de sédiments nécessaire pour les différentes analyses effectuées ici, au final une dizaine de grammes avec une marge de sécurité permettant d'éventuels réplicats, est en effet nettement moindre que ce qui a pu être nécessaire pour différents travaux antérieurs du même type (*e.g.* March *et al.*, 2006 : 300g ; Hérisson, 2012 : 35-140g). À cet égard, la py(TMAH)-CG-SM paraît particulièrement intéressante en contexte archéologique, où la taille des échantillons disponibles peut être limitée, car la quantité de sédiments nécessaire pour l'analyse est extrêmement réduite (3-4mg).

- *Problématiques archéologiques concernant les foyers*

À partir des cas de Régismont-le-Haut et des Bossats, quelles sont les problématiques archéologiques qui ont été soulevées ? Bien que les deux contextes soient relativement éloignés à la fois dans le temps et l'espace et que la nature même des occupations considérées, telles qu'elles

nous sont parvenues, présente des différences, la mise en relation des données de terrain et les discussions autour des structures de combustion aboutissent finalement à trois registres de questionnement similaires.

- Le premier point concerne l'identification, ou la confirmation, du statut des traces observées sur le terrain. En d'autres termes : s'agit-il d'un foyer *in situ* ou d'une structure secondaire ? Il a été vu précédemment que durant les phases de terrain, de premiers éléments de réponse pouvaient être apportés à ce sujet, mais plusieurs exemples ont aussi montré que cette échelle d'analyse n'était pas toujours suffisante pour trancher, voire même, dans certains cas, qu'elle induisait des conclusions erronées.
- Le second registre d'interrogation concerne la reconstitution de la microhistoire de ces structures, et de sa mise en relation avec le fonctionnement des aires d'activités sur le site d'une façon générale. C'est dans ce domaine que les attentes sont à la fois les plus nombreuses, mais aussi que les résultats peuvent paraître les plus élusifs. La prise en considération des aspects techno-économiques et fonctionnels se rapportant aux structures de combustion, qu'il s'agisse de véritables foyers ou de structures secondaires, a pour objectif de mieux cerner les modes de fonctionnement et finalement d'aborder la question de la fonction et de l'utilisation du feu au sein des activités des groupes.
- Par ailleurs, une prise en compte poussée des processus taphonomiques paraît nécessaire pour évaluer la robustesse des interprétations proposées. Cette question est particulièrement prégnante dans le cas des sites de plein air où les phénomènes post-dépositionnels peuvent être considérables. Dans la mesure où les structures de combustion vont localement modifier les propriétés physiques, chimiques et pédologiques du terrain, l'évaluation de leur préservation doit être considérée comme une question à part entière au sein de l'étude plus générale portant sur la conservation du gisement dans son ensemble.

Ces différentes interrogations sont loin d'être spécifiques au cas des sites de plein air des débuts du Paléolithique supérieur européen. Plusieurs synthèses récentes les ont d'ailleurs également explicitées dans d'autres contextes (*e.g.* Aldeias, 2017 ; Goldberg *et al.*, 2017 ; Mentzer, 2017) et elles sont déjà assez clairement exprimées dans des travaux plus anciens (*e.g.* Taborin, 1982 et 1989 ; Coudret *et al.*, 1989). Même si la tendance des dernières décennies a consisté en une intégration de plus en plus fréquente de méthodes détaillées issues des sciences naturelles ou des matériaux, la relative stabilité des problématiques illustre bien la pertinence, mais aussi la difficulté, des questions posées.

### 1.2. Analyse multiscalaire : contribution à l'écriture de la microhistoire des structures

En fonction de ces différentes questions, il est alors apparu comme primordial de privilégier les démarches permettant une forte contextualisation de données obtenues. À cet égard, tout l'intérêt de la micromorphologie a déjà à plusieurs reprises été souligné (*e.g.* Courty, 2012 ; Goldberg et Berna, 2010 ; Mentzer, 2014 ; Goldberg *et al.*, 2017) et notamment sa capacité à créer une interface entre les observations de terrain et des analyses plus détaillées qu'il s'agisse de l'anthracologie, de spectrométrie infrarouge, d'observations au MEB ou comme ici de géochimie organique. Cela ne doit cependant pas masquer l'intérêt propre de cette méthode par exemple en ce qui concerne l'analyse microstratigraphique, l'altération des matériaux anthropiques ou naturels et la prise en compte des processus post-dépositionnels.

Du point de vue des résultats tirés des différentes approches employées, c'est certainement le croisement des données de terrain avec celles de la micromorphologie qui apporte le plus d'informations en ce qui concerne la reconstitution de la microhistoire des structures de combustion. Néanmoins, l'intérêt de l'approche géochimique, par exemple en ce qui concerne la question des combustibles ne doit pas être négligé. Plus largement, à chacune des échelles d'observation de ce travail, la prise en compte des phénomènes post-dépositionnels a été à la fois déterminante et constitue un axe privilégié pour de futurs développements.

- *Implantation et aménagement*

Dans le cas de structures paléolithiques, l'essentiel des aménagements actuellement reconnus consiste en l'utilisation de dépressions, naturelles ou creusées, et en l'emploi de roches en périphérie ou à l'intérieur des structures. Hormis dans quelques cas exceptionnels, comme les foyers à sole d'argile de Klisoura Cave (Karkanas *et al.*, 2004), et malgré l'éventail de possibilités illustré par le registre ethnographique (*e.g.* Olive et Taborin, 1989 ; Frere-Sautot, 2003 ; Mallol et Henry, 2017), les indices permettant d'illustrer des formes plus complexes demeurent, en l'état, cantonnés aux phases finales de la Préhistoire.

Cela étant, les recherches de terrain et les analyses micromorphologiques entreprises dans ce travail se sont donc attachées à reconnaître les traces de ces potentiels aménagements. La mise en évidence de creusements, et éventuellement la détermination de leur origine, reposent sur le recoupement de plusieurs faisceaux d'indices, allant de la distribution des artefacts et des témoins de combustion à la caractérisation de la microstructure des sédiments en passant par une lecture stratigraphique. Le cas des sites pris en compte ici, notamment celui de Régismont-le-Haut, illustre néanmoins la difficulté de la reconnaissance de critères sédimentaires/micromorphologiques pertinents pour identifier de tels creusements au sein d'un encaissant relativement homogène et comblés par des matériaux et des processus identiques. Les meilleurs indices permettant de percevoir ces variations de topographie restent donc la répartition des vestiges anthropiques relevée sur le terrain (artefacts et témoins de combustion notamment). Pour le cas du site des Bossats, une difficulté supplémentaire vient du fait de l'affaissement post-dépositionnel des sédiments supportant une partie du locus et ayant modifié la géométrie initiale des dépôts.

La question de l'aménagement des foyers à l'aide de pierres a été abordée de façon relativement sommaire dans ce travail pour plusieurs raisons. Dans le cas du site de Régismont-le-Haut, cette pratique semble pour le moins marginale puisqu'elle ne se manifeste, et de façon sommaire, que pour de rares structures de combustion (le foyer XII en particulier). Cette situation contraste fortement avec celle du locus gravettien des Bossats qui est justement caractérisée dans son ensemble par l'importance des aménagements rocheux. La question de l'implication de ces roches dans les structures de combustion a été discutée en termes de délimitation (cas de D28 par exemple) et d'utilisation au sein des structures (cf. *infra*).

- *La question du combustible*

Les travaux conduits durant les dernières décennies ont contribué à élargir la palette des combustibles potentiellement employés au Paléolithique (*e.g.* Théry-Parisot, 2002). L'usage de l'os a notamment fait l'objet de nombreux travaux expérimentaux (voir Aldeias, 2017 et les références qui s'y trouvent) éclairant les modalités de cette pratique. Dans les deux sites étudiés

ici la présence d'abondants restes osseux brûlés au sein ou à proximité des foyers a donc justifié l'attention portée à cette question. Des éléments de réponse peuvent être obtenus à chacune des échelles d'observation, considérées dans ce travail.

Les premiers indices reconnus sur le terrain sont à la fois directs et indirects. Il s'agit bien entendu dans un premier temps des traces matérielles des combustibles : charbons de bois ou d'os et cendres notamment. En fonction de l'état de préservation de ces restes, une première approche macroscopique permet d'orienter les réflexions (proportion et répartition des différents types de témoins par exemple ; cf. Partie VI.2.1.4). Néanmoins, c'est seulement au moyen d'études anthracologiques et archéozoologiques approfondies, intégrant en particulier une perspective taphonomique, que des résultats étayés peuvent être acquis (*e.g.* Théry-Parisot *et al.*, 2010a). Les résultats expérimentaux obtenus dans ce travail ont néanmoins confirmé et approfondi les remarques de Sellami (Rapport RGT 2006) et de Hérisson (2012 et Hérison *et al.*, 2013) à propos de traces macroscopiques de l'usage de l'os comme combustible dominant. Que ce soit en plan (sous la forme d'écoulements latéraux) ou en coupe (sous la forme d'imprégnations noircies), la graisse s'échappant des os va produire des traces distinctes de celles issues de foyers ayant fonctionné avec du bois, où c'est alors la rubéfaction du sédiment qui demeure le principal changement observé.

À l'échelle microscopique également il est possible d'observer les différents témoins de combustible, mais cette fois-ci en place au sein de leur emballage sédimentaire. Cette observation *in situ* va notamment faciliter la détermination de la nature et de l'organisation des éléments les plus petits et les plus fragiles comme les matériaux cendreux par exemple (*e.g.* Wattez, 1992 ; Goldberg *et al.*, 2009 et 2012 ; Mentzer, 2014). Cette approche peut néanmoins être limitée en fonction du degré d'intensité de la combustion et des processus post-dépositionnels qui vont conduire à une détérioration plus ou moins poussée de ces résidus. Toujours à partir des résultats expérimentaux obtenus ici, il a été possible de préciser les caractères différenciant les sédiments provenant de foyers où le bois et/ou l'os ont été utilisés comme combustibles. À cette échelle aussi c'est en particulier l'observation d'imprégnation de MO amorphe plus ou moins brunifiée et carbonisée qui permet de reconnaître l'implication de l'os tandis que, dans le cas du bois, c'est essentiellement l'altération des constituants minéraux qui est relevée.

Finalement, à l'échelle moléculaire plusieurs pistes permettent également de documenter les types de combustibles mis en œuvre. Différents travaux, en archéologie (e.g. March *et al.*, 2006), en contexte expérimental (*e.g.* March *et al.*, 2014) ou dans le domaine de l'effet du feu sur des sols forestiers (*e.g.* Knicker, 2011), ont mis en évidence les variations qualitatives et quantitatives qui peuvent affecter la MO contenue dans des sédiments exposés au feu. Parallèlement, le développement de la notion de biomarqueurs et son application en contexte archéologique ont illustré la possibilité de reconnaître des apports de MO anthropiques au sein des structures de combustion, notamment en lien avec les combustibles employés (*e.g.* March *et al.*, 2014). Les recherches expérimentales conduites ici ont dans ce domaine confirmé l'intérêt de cette approche en mettant en évidence des variations (ou l'absence de variation) de la quantité de carbone organique dans les sédiments des soles de foyer en fonction du type de combustibles employé. Par ailleurs, d'un point de vue moléculaire, des signatures distinctes ont également été déterminées en fonction du ou des types de combustibles mis en œuvre.

- *Le fonctionnement et l'entretien*

Les interrogations à propos du fonctionnement des structures de combustion, à commencer naturellement par les foyers eux-mêmes, ont concerné des aspects diversifiés, mais néanmoins interdépendants : températures atteintes, durée et nombre de fonctionnements en particulier. Ces notions permettent d'aborder les rythmes et l'intensité d'utilisation et sont à relier à la question de l'entretien des structures, car celui-ci va fortement conditionner leur reconnaissance. En effet, une bonne part des informations dans ce domaine résident dans les résidus de combustion et leur organisation, or ce sont eux qui sont les plus impactés par les interventions anthropiques (mais aussi par les processus post-dépositionnnels).

Une part importante des travaux antérieurs s'est intéressée à la reconnaissance de paléothermomètres (sédiment, roche, os, etc.) et à l'établissement de corpus de référence (voir par exemple Aldeias *et al.*, 2016a et Reidsma *et al.*, 2016 et les références qui s'y trouvent). Ces différents travaux ont permis de définir des clefs de lecture macroscopiques et microscopiques permettant d'évaluer les températures atteintes par différents types de matériaux (*e.g.* Wattez, 1992 ; Tiffagom, 1998 ; Hanson et Cain, 2007 ; Dumarçay *et al.*, 2008).

Les observations de terrain et micromorphologiques menées dans ce travail, et notamment dans son volet expérimental, se sont concentrées sur les témoins sédimentaires et leur altération sous l'effet de la chaleur. Les sédiments considérés, des limons argilocarbonatés mêlés à des sables de quartz fins et de plus rares éléments calcaires, ont constitué le substrat de différents réplicats de foyers installés à plat sur le sol nu et ayant fonctionné durant des laps de temps plus ou moins longs et un nombre de fois variable. Le principal groupe d'altérations thermiques reconnues se rapporte à l'oxydation de la fraction fine argilocarbonatée (rubéfaction) et plus rarement à celle de certains constituants calcaires. Ces constatations sont en accord avec les différents travaux existants concernant ce type de sédiments et ce genre d'expérimentations (*e.g.* Aldeias *et al.*, 2016a). La question d'une potentielle relation entre la durée et/ou le nombre d'utilisations avec l'épaisseur des sédiments ainsi rubéfiés a été particulièrement discutée afin de voir s'il était possible d'en tirer des tendances applicables en contexte archéologique. Il est apparu que l'influence de l'intensité est déterminante à ce propos, alors que ce facteur paraît difficile à estimer en contexte archéologique, même en prenant en compte le degré d'altération de différents types de matériaux ou artefacts, ce qui rend ce type d'approche *a priori* peu fructueuse dans le cadre considéré ici.

Les analyses géochimiques des expérimentations n'apportent pas plus d'informations à ce sujet, notamment en raison de la sélection des échantillons qui a favorisé la variabilité des modes de fonctionnement et des types de combustibles plutôt que la question des rythmes. D'autres approches pourraient certainement permettre de progresser sur cette question, et notamment les méthodes impliquant des analyses du magnétisme des sédiments (*e.g.* Brodard, 2013), mais, en l'état, cette question ne trouve donc pas ici de réponse claire à l'échelle macro- ou même microscopique. Il faut cependant préciser que dans des contextes où les résidus de combustible et leur organisation sont mieux préservés, les observations micromorphologiques peuvent permettre de discuter plus efficacement cette question des rythmes d'utilisation (*e.g.* Wattez, 1992 ; Rigaud *et al.*, 1995 ; Macphail *et al.*, 2000 ; Meignen *et al.*, 2007 ; Fernández-Peris *et al.*, 2012 ; Shahack-Gross *et al.*, 2014). D'autres registres de renseignements, plus indirects sans doute, peuvent également être interrogés dans cette optique. Il s'agit par exemple de la prise en compte

du mobilier associé et des traces d'éventuelles opérations d'entretien ou de réaménagement. Des éléments de réponse sur ces derniers points peuvent être obtenus par la micromorphologie (*e.g.* Miller *et al.*, 2010 ; Mallol *et al.*, 2013b) et plus largement par la prise en compte des observations planimétriques et (micro)stratigraphiques. Les réflexions basées sur le mobilier et sa distribution doivent quant à elles s'intégrer dans une démarche plus large à l'échelle de tout le gisement et supposent un travail collectif.

- *Évolution post-dépositionnelle*

La question de la prise en compte des processus pouvant venir affecter les structures de combustion après leur fonctionnement revêt une importance capitale dans la mesure où, qu'ils soient le fait d'agents anthropiques ou naturels, ils peuvent fortement en modifier la perception. Dès les années 1980 (au moins) la notion d'état « d'abandon » a été introduite pour discuter de la valeur informative des structures telles que mises au jour par l'archéologie vis-à-vis de leur état initial/fonctionnel (Coudret *et al.*, 1989). Ce sont alors notamment les transformations liées à des utilisations plus ou moins longues qui ont été considérées, mais également de potentielles interventions humaines pour les modifier/entretenir, mettre fin à leur fonctionnement ou lors de l'abandon du site. L'implication progressive de la géoarchéologie dans l'étude des gisements préhistoriques, et notamment de la micromorphologie, a conduit parallèlement à accorder une place de plus en plus importante à la taphonomie de ces structures (voir par exemple Mentzer, 2014 et Théry-Parisot *et al.*, 2010a et les références qui s'y trouvent).

À partir de données de terrain, de nombreuses informations peuvent être extraites de la lecture planimétrique et stratigraphique des témoins sédimentaires ou des artefacts et vont permettre d'orienter des analyses plus détaillées. La micromorphologie tient à cet égard une place importante afin de déterminer la nature et l'origine des processus à l'œuvre. Les processus naturels intervenant dans l'évolution des dépôts sont notamment au cœur de ces recherches qui font une place importante aux mécanismes sédimentaires, pédologiques et biologiques. Les processus anthropiques ne sont cependant pas négligés, même si les cadres interprétatifs demeurent moins développés dans cette démarche issue des sciences du sol. Malgré tout, différents travaux expérimentaux (*e.g.* Miller *et al.*, 2010 ; Mallol *et al.*, 2013b) ou ethnographiques (*e.g.* Mallol *et al.*, 2007 ; Friesem, 2016 ; Mallol et Mentzer, 2017) ont contribué dernièrement à rattraper ce retard. Différentes études ont plus particulièrement cherché à voir dans quelle mesure des sédiments affectés par la combustion allaient évoluer dans le temps. Il s'agit cependant en majorité de travaux en contexte de feux de forêt (*e.g.* Wells *et al.*, 1979 ; DeBano, 2000 ; Certini, 2005) et où la micromorphologie est peu utilisée. À notre connaissance, seul le travail de Courty (2012) s'est directement intéressé à cette question dans des conditions proches d'un contexte archéologique de plein air. Finalement, de nombreux travaux se sont intéressés à la préservation dans différents contextes des résidus de combustion tels que les charbons et les cendres (voir Aldeias, 2017 et les références qui s'y trouvent). Quant à l'échelle moléculaire, la prise en compte de l'évolution dans le temps des signatures géochimiques contraint fortement la possibilité de les retrouver et de les interpréter correctement (March *et al.*, 2014). Bien que les lipides et les composés pyrogéniques soient réputés pour être relativement stables (*e.g.* Eglinton *et al.*, 1991), différents travaux ont malgré tout mis en évidence leur dégradation dans les sols (*e.g.* Knicker, 2011).

Les structures expérimentales réalisées dans ce travail n'ont pour le moment pas fait l'objet d'une analyse détaillée à ce propos[1] ; elles permettent donc seulement de proposer quelques pistes de réflexion. De façon générale, les transformations subies par les sédiments et les sols sous l'effet d'un feu sont supposées favoriser les processus érosifs sur le court terme en augmentant leur hydrophobicité, en réduisant leur teneur en MO et en déstabilisant leur structure (Certini, 2005 ; Shakesbi, 2011). Parallèlement, et sur un temps plus long, la concentration de résidus de combustion carbonés en surface va conduire à une augmentation de la fertilité des sols (Santín et Doerr, 2016). Les résidus de combustion vont localement modifier les propriétés physico-chimiques du sol ce qui peut induire une activité plus marquée des végétaux, de la faune du sol et des micro-organismes qu'il contient.

Dans les deux sites étudiés ici, les différentes structures de combustion considérées à l'échelle macro- et surtout microscopique présentent en effet de nombreux indices de bioturbation. Il est cependant possible qu'un biais existe à ce niveau dans la mesure où ces types de processus sont plus faciles à identifier dans un milieu hétérogène comme un foyer (différences colorimétriques des sédiments, constituants variés) que dans les ensembles de sédiments plus homogènes qui forment l'emballage des deux gisements. En ce qui concerne les parties aériennes des structures de combustion formées des résidus de combustion, ces phénomènes paraissent néanmoins plus marqués. Nous avons vu que, pour les structures à plat de Régismont-le-Haut, celles-ci avaient en grande partie disparu, possiblement en raison de l'action du vent et/ou de ruissellements. Par ailleurs, dans le cas des structures en creux où ces résidus étaient sans doute mieux protégés, des processus d'ordre bio-pédologique (Bertran *et al.*, 2017) sont constatés avec notamment de nombreux traits liés à la dissolution/précipitation de calcite, au développement de réseaux racinaires et à la mésofaune du sol.

À l'échelle moléculaire, les signatures qui ont été définies à partir des structures expérimentales sont tributaires de la préservation ou non de leurs éléments constitutifs. Du fait de leurs natures variées, les composés pris en compte ici sont susceptibles de connaître des phénomènes de conservations différentielles. Leur structure détermine notamment leur récalcitrante respective qui va, pour partie, déterminer leur préservation ou non à plus moins long terme (*e.g.* Cranwell, 1981). Cependant, d'autres paramètres dépendant du milieu (protection physique ou physico-chimique, activité bactérienne par exemple ; *e.g.* Lutzow *et al.*, 2006 et Knicker *et al.*, 2013) vont également jouer un rôle central. Bien qu'il soit, en l'absence de travaux spécifiques, difficile d'évaluer précisément ces biais pour les deux sites considérés dans cette étude, l'existence de ceux-ci doit malgré tout être gardée à l'esprit lors de l'interprétation des résultats obtenus. Ceci étant, la détection de composés pyrogéniques comparables à ceux formant ces signatures expérimentales dans les échantillons des deux gisements illustre bien leur conservation sur le temps long et valide donc leur application en contexte archéologique.

1 Celles-ci ont cependant été laissées à l'air libre après leur échantillonnage en 2012-2014 et évoluent depuis. Il est prévu de prochainement les fouiller et prélever à nouveau pour constater les effets des processus post-dépositionnel au bout de plusieurs années.

### 1.3. Fonction des foyers : attentes, éléments de réponse et interrogations.

La question de la nature des activités conduites en lien avec les foyers est sans doute celle pour laquelle les éléments de réponse sont les moins nombreux, ou tout du moins les moins précis. Les propriétés et les avantages du feu sont communément admis et listés dans la plupart des travaux : lumière, chauffage, cuisson, transformation de matière, etc., mais il faut reconnaître que les cas où ce stade de la fonction hypothétique est dépassé sont relativement peu nombreux. Cet état de fait paraît résulter de la combinaison de trois principaux écueils qu'il est utile de rappeler.

D'une part, les activités conduites à l'aide du feu ne laissent pas toutes des traces aisément reconnaissables en contexte archéologique. Le registre ethnographique apporte à ce propos une large gamme des possibles, mais il faut admettre que la nature des témoins à notre disposition et leur enregistrement archéologique ne peut pas permettre de prendre en compte la plupart d'entre eux. Par ailleurs, la nature même des foyers contraint fortement les recherches concernant leur utilisation. Ce sont en effet à la fois des structures qui détruisent une part importante de leurs propres témoins, qui sont susceptibles d'être fortement transformées par l'action de l'homme et qui de plus peuvent être sujettes à des phénomènes post-dépositionnels conséquents. Finalement, ce sont des structures archéologiques qui se trouvent à l'interface de multiples systèmes techniques au sein des activités conduites sur un même site. Leur interprétation fonctionnelle ne peut donc s'envisager sans « *intégrer l'ensemble des témoins de combustion dans le réseau de relations qui unit tous les témoins d'activités présents sur un sol d'occupation* » (Olive et Taborin, 1989 : p. 5). Sans être réellement un obstacle, ce dernier point implique donc une pluralité des approches et une démarche nécessairement pluridisciplinaire et collective pour espérer obtenir des résultats profitables.

Cela étant, la recherche de la fonction d'un foyer demeure une question légitime et plusieurs éléments de réponse ont été apportés à ce propos dans le cadre de cette étude. Là aussi, la combinaison des différentes échelles d'analyse, et le croisement de leurs données s'avèrent précieux.

- *Les indices directs de différentes utilisations*

Les recherches conduites ici, notamment à l'aide de l'expérimentation, ont concerné en premier lieu la question de la reconnaissance de l'implication des matières organiques animales. Celle-ci s'est faite dans un premier temps grâce à la micromorphologie, mais ce sont surtout les analyses géochimiques qui ont permis d'en dire plus sur leurs natures.

L'usage d'os a été principalement considéré dans l'optique d'un emploi comme combustible principal ou mélangé avec du bois. Les différents marqueurs de cette pratique, à toutes les échelles d'analyse, peuvent cependant largement recouvrir d'autres comportements impliquant de l'os comme l'élimination de déchets alimentaires. Il faut reconnaître qu'à cet égard l'approche mise en œuvre ici n'est pas suffisamment détaillée, et que le recours à une analyse archéozoologique approfondie (*e.g.* Costamagno *et al.*, 2009) paraît nécessaire pour clairement différencier ces pratiques. La formation de *fat-derived chars,* qui peuvent notamment être reconnus par la micromorphologie, est par exemple un phénomène ubiquiste dès lors que suffisamment de graisse animale est impliquée dans le fonctionnement ou l'utilisation d'un foyer. Leur seule identification n'est donc définitivement pas un critère suffisant pour déterminer une fonction spécifique (Mallol *et al.*, 2013b) et doit être confrontée à d'autres registres d'information.

Par ailleurs, il a été constaté que les résultats géochimiques obtenus pour les expérimentations de foyers impliquant l'usage d'os comme combustible ou destinés la cuisson de viande présentaient d'importants recouvrements. Cela concerne notamment les marqueurs moléculaires issus de l'altération thermique des graisses animales qui sont présentes à la fois dans les os et dans la viande. À partir de ces seuls indices il apparaît difficile d'aller au-delà la mise en évidence d'une contribution de MO d'origine animale et thermoaltérée. Toutefois, la détection de composés azotés au sein de l'expérimentation impliquant de la viande semble constituer une véritable spécificité de l'utilisation de ce foyer pour de la cuisson. Bien que ces résultats demandent à être étoffés, et que l'étude de ce type de composés en contexte archéologique soit pour le moment peu répandue[2], la détection de composés similaires dans certains des échantillons archéologiques des sites de Régismont-le-Haut et des Bossats paraît prometteuse à cet égard. La perspective de pouvoir identifier par ce moyen des structures de combustion, au moins en partie, destinées au traitement des matières carnées (cuisson, mais également fumage ou séchage pour le stockage) demande donc, compte tenu de ses implications en termes d'interprétation palethnographique, à faire l'objet d'investigations plus approfondies.

- *Le foyer dans son contexte*

La proposition d'interprétations fonctionnelles passe donc nécessairement par un croisement des données provenant directement de l'étude des structures de combustion avec celles issues d'autres enquêtes. L'importance des résultats obtenus grâce à l'archéozoologie sur la question de l'usage de l'os a par exemple été rappelée, mais d'autres champs de l'archéologie préhistorique sont à même de fournir des renseignements plus ou moins directs sur l'utilisation effective du feu et de ses structures dans différents registres d'activités. Le traitement thermique des roches siliceuses (*e.g.* Delagnes *et al.*, 2016), ou d'oxydes métalliques (*e.g.* Salomon *et al.*, 2015) et la préparation d'adhésifs à partir de végétaux (*e.g.* Grünberg, 2002) sont par exemple des domaines où des liaisons avec les structures de combustion peuvent être établis. De fréquents travaux ont également concerné l'étude des roches chauffées. Celles-ci peuvent à la fois être liées à l'architecture et au fonctionnement des foyers, mais leur étude détaillée peut également mettre en évidence leur fonction comme source indirecte de chaleur ou comme support en particulier dans le cadre d'activités culinaires (*e.g.* Lucquin, 2007). Ces quelques cas illustrent les possibilités d'une paléo-pyrotechnologie dont les traces, bien que peu fréquemment reconnues, participent à l'enrichissement du champ fonctionnel des foyers paléolithiques.

Plus largement, l'analyse spatiale des gisements va également fournir de nombreux renseignements concernant les associations entre mobilier et structures. C'est notamment sur des critères de densité et de diversité du mobilier associé que l'attribution du statut de foyer, « domestique » ou « spécialisé » par exemple, va être proposée en prenant également en compte l'organisation générale du gisement. De nombreux exemples de cette démarche sont par exemple fournis par les sites magdaléniens du Bassin parisien (*e.g.* Julien, 1984 ; Olive, 1989 ; Bodu *et al.*, 2006 ; Julien et Karlin, 2014). C'est notamment ce qui a été fait ici à partir du site de Régismont-le-Haut dont les dimensions, l'organisation et l'avancement de la fouille permettent ce type d'approches.

2 Voir néanmoins la récente publication de Wang *et al.*, 2017 à ce propos.

### 1.4. Les limites de l'approche expérimentale

Dans cette étude, et plus largement dans les autres travaux concernant les structures de combustion préhistoriques (Aldeias, 2017), le recours aux résultats obtenus *via* l'expérimentation tient une place déterminante. L'importante littérature existant à ce propos illustre à la fois le potentiel de cette démarche, mais met également en lumière les difficultés rencontrées. Les points positifs ayant déjà été discutés et illustrés précédemment (cf. *supra*), ce sont principalement les limites qui sont abordées ici.

- *Les multiples inconnues d'une équation complexe*

Une première difficulté est inhérente au sujet d'étude lui-même : les structures liées au feu sont des ensembles complexes. Ce travail a notamment illustré les interactions existant entre les paramètres sédimentaires, physico-chimiques et environnementaux auxquelles s'ajoutent en contexte archéologique les facteurs humains et temporels. Face à ces multiples dimensions, les approches expérimentales ont généralement cherché à limiter le nombre de variables prises en compte afin de mieux les maîtriser.

Le parti pris dans ce travail a par exemple été de limiter la variable de la nature du substrat en ne considérant qu'un seul type de sédiments encaissants et de se concentrer sur deux types de combustibles et pour l'un d'eux selon plusieurs rythmes de fonctionnement. À l'inverse, d'autres travaux se sont intéressés à plusieurs types de sédiments (*e.g.* Aldeias *et al.*, 2016a), à des sédiments à différents taux d'humidité (*e.g.* Campbell *et al.*, 1995) ou bien à plusieurs de ces aspects à la fois (*e.g.* Fenn *et al.*, 1979). À partir de ce seul élément qu'est le substrat, les variables qu'il est possible de considérer sont donc déjà extrêmement nombreuses : nature des matériaux, granulométrie, compaction, hygrométrie, etc. Si l'on ajoute à cela une vision plus dynamique de ce qu'est réellement l'horizon superficiel d'un sol, les paramètres à prendre en compte connaissent une nouvelle augmentation : présence d'un couvert végétal, teneur en MO, porosité, possibilité d'un sol gelé, etc. Ces quelques exemples à propos des sédiments encaissants illustrent toute la difficulté, mais aussi les opportunités, des recherches expérimentales dans ce domaine.

La prise en compte du facteur humain, c'est-à-dire des choix et des interventions dans le fonctionnement et l'utilisation des structures qui sont, *in fine,* le but principal des recherches sur les structures archéologiques, est elle aussi un axe pour lequel le recours à l'expérimentation tente d'apporter des clefs de lecture (*e.g.* Mallol *et al.*, 2013b). Il faut cependant reconnaître qu'à ce propos les résultats sont nettement plus inégaux et difficiles à exploiter. La conception de ces expérimentations, notamment le choix des variables, est généralement très dépendante des hypothèses archéologiques testées ce qui rend les résultats de ces travaux spécifiques à un cas d'étude en particulier. Bien que fructueuses, ces démarches demandent encore à être plus formalisées afin que leurs résultats gagnent en applicabilité (Aldeias, 2017). Dans ce domaine, les expérimentations réalisées ici ont, pour leur part, cherché à limiter les interventions humaines, pour se focaliser, dans un premier temps, sur les processus « naturels ». Ce préalable était rendu nécessaire par les incertitudes concernant la caractérisation de ces derniers. Malgré tout, il a été vu que l'influence du facteur humain était perceptible, par exemple dans les variations observées en termes de vitesse de combustion en lien avec le rythme d'approvisionnement en combustible, ce qui montre bien les limites, et les pistes ouvertes, par les travaux en milieu « réaliste ».

Finalement, l'un des aspects les plus délicats à intégrer dans ces démarches expérimentales est sans doute la dimension temporelle. Bien que les questions taphonomiques aient fait l'objet de différentes recherches (*e.g.* Théry-Parisot *et al.*, 2010a), l'évolution post-dépositionnelle des structures de combustion n'a fait l'objet que de très peu de travaux expérimentaux conséquents (*e.g.* Courty, 2012 ; March *et al.*, 2014). La prise en considération de l'influence sur le temps long des facteurs environnementaux reste donc largement empirique, car basée directement sur des études de cas archéologiques. Les difficultés à établir des protocoles expérimentaux courant sur plusieurs années et à assurer le suivi de multiples variables doivent sans doute conduire à envisager la simulation en laboratoire d'une part de ces travaux, qu'il s'agisse par exemple de mieux prendre en considération les processus érosifs et climatiques affectant des sédiments thermoaltérés (*e.g.* Bodí *et al.*, 2012) ou bien de caractériser l'évolution dans le temps des signatures géochimiques (*e.g.* Malainey, 2007).

- *Représentativité des expérimentations effectuées*

On peut légitimement se demander dans quelle mesure les résultats obtenus sont représentatifs de processus qui dépassent leur cadre d'application initial (en l'occurrence Régismont-le-Haut) et peuvent servir de base à des raisonnements analogiques avec d'autres contextes archéologiques. Malgré les réserves qui ont été exprimées plus haut concernant l'importance des facteurs anthropiques et taphonomiques, l'essentiel des phénomènes observés se rapporte à des processus physico-chimiques (*e.g.* oxydation des sédiments, altération thermique des composés organiques) pour lesquels les principes d'une approche actualiste s'appliquent parfaitement.

Les résultats expérimentaux qui ont été obtenus ici sont issus d'un programme ayant été conçu et réalisé dans un premier temps pour apporter des éléments de réflexion à l'étude site de Régismont-le-Haut. Les variables choisies (type de sédiments et de combustibles par exemple) et le déroulement des expérimentations (type de structures par exemple) sont donc étroitement liés aux questions posées par les travaux menés sur ce site. L'applicabilité du référentiel ainsi construit y est donc logiquement la plus importante. Néanmoins, dans la mesure où une bonne part de ces variables et de ces questionnements pouvaient être transposés au cas du site des Bossats, il a été tenté d'appliquer ce référentiel à ce nouveau contexte. Les résultats obtenus ce faisant ont alors mis en évidence les apports, mais également les lacunes, de ce référentiel en ce qui concerne notamment la lecture des traces d'altération thermique des constituants minéraux, mais aussi pour l'interprétation des composés organiques détectés.

## 2. Apports à l'étude des sites de Régismont-le-Haut et des Bossats

La démarche discutée plus haut a donc été suivie pour l'étude d'une sélection de structures provenant de deux sites paléolithiques. Dans un cas comme dans l'autre, les résultats obtenus s'intègrent dans l'étude collective de ces deux gisements. Il faut néanmoins garder à l'esprit que la fouille et l'exploitation des données de chacun d'entre eux sont toujours en cours et que certaines conclusions doivent être tenues pour préliminaires.

### 2.1. Les structures de Régismont-le-Haut

Les fouilles récentes et anciennes du site de Régismont-le-Haut ont livré à ce jour une trentaine de structures de combustion qui participent à la définition de ce qui semble être un seul épisode d'occupation organisé dans deux locus complémentaires (Figure VII.1). Face à la diversité des activités documentées sur le site et à leur organisation en de multiples espaces tantôt spécialisés, tantôt polyfonctionnels, le nombre et la diversité morphologique des structures de combustion nous interrogent sur leur statut dans ce cadre où l'organisation des espaces et des activités paraît fortement réfléchie. En d'autres termes, est-il possible de voir également au niveau de ces structures des formes de fonctionnement ou d'utilisation particulières illustrant une certaine forme de spécialisation ou au contraire s'agit-il de structures intrinsèquement polyfonctionnelles ?

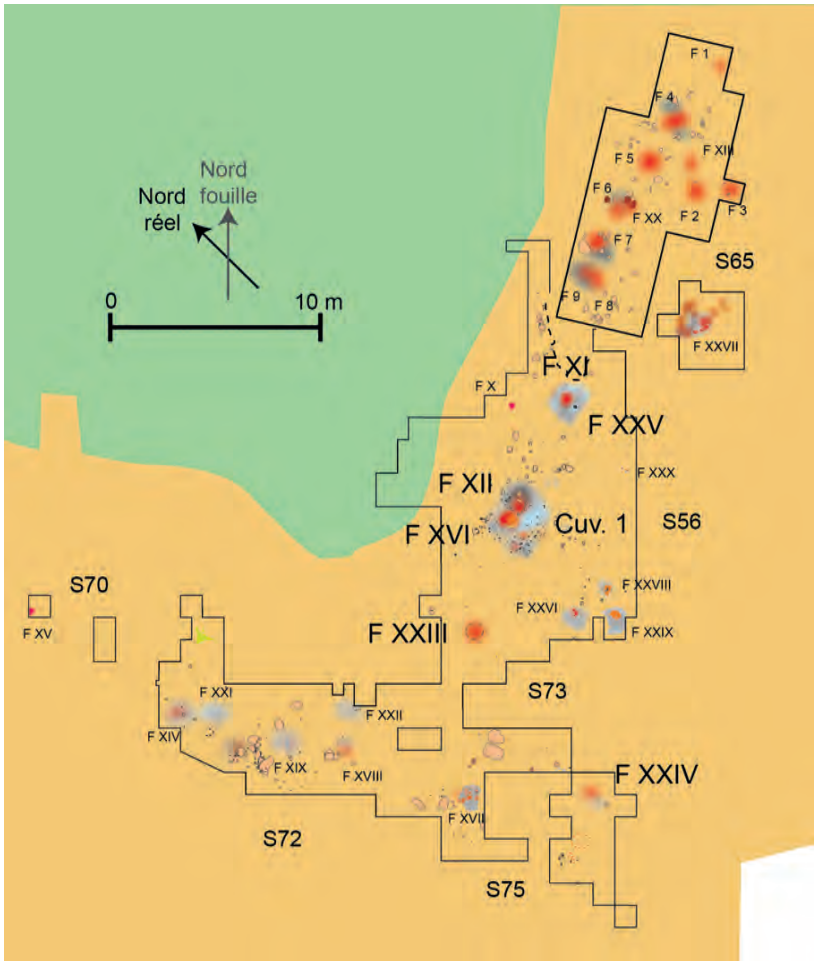



**Figure VII.1:** Plan global du site de Régismont-le-Haut et de ses structures de combustion (d'après Rapport RGT 2016, modifié).

Les résultats obtenus pour Régismont-le-Haut ont permis de distinguer deux types principaux de structures de combustion primaires, c'est-à-dire de foyers. Ceux-ci se distinguent à toutes les échelles de notre analyse et semblent par ailleurs s'intégrer dans des schémas fonctionnels différents si l'on considère leur place dans le site et le mobilier qui leur est associé. Parallèlement, un exemple de structure de combustion secondaire a été étudié, qui illustre les actions d'entretien qui ont pu être entreprises sur les structures primaires. Finalement, le cas du site de Régismont-le-Haut apporte un nouvel éclairage sur la complexité des structures de combustion au début du Paléolithique supérieur.

- *Des foyers à faciès rubéfiés dominants*

Un premier ensemble de structures (3 reconnues de façon certaine : foyers X, XXIII et XXIV ; peut-être 3 de plus dans la fouille ancienne : foyers 1, 3 et 5 ; 5 potentielles dans les fouilles récentes : foyers XV, XVII, XXI, XXII et XXX) regroupe des structures présentant les caractères suivants :

- Sur le terrain : une rubéfaction très marquée et un mobilier environnant peu abondant.
- En micromorphologie : une oxydation de la fraction fine des sédiments, peu de traces de matériaux organiques et de résidus de combustion, des phénomènes de bioturbation peu marqués.
- D'un point de vue géochimique : de la MO végétale, y compris thermoaltérée et pouvant correspondre à l'utilisation d'un combustible ligneux.

Les différents indices observés sur le terrain permettent de considérer ces structures comme étant relativement simples, installées à plat (F. X et F XXIV) ou dans une dépression (F. XXIII), sans trace d'aménagement supplémentaire. Le fonctionnement de ces foyers semble relativement peu intense dans la mesure où les épaisseurs de sédiment sont relativement limitées (5 à 15 mm). Les faciès sédimentaires sont surtout caractérisés par une rubéfaction de la fraction fine, ce qui est également le cas des foyers expérimentaux ayant fonctionné avec du bois. Ces différents éléments incitent donc à proposer que ces structures aient majoritairement fonctionné avec un combustible ligneux. Il faut d'ailleurs noter que des charbons de bois ont été observés à la surface du foyer XXIII et en périphérie du foyer XXIV. À l'échelle microscopique néanmoins, la présence de quelques fragments d'os est à noter au niveau de la sole du foyer XXIII.

Les processus post-dépositionnels sont relativement peu marqués au niveau de ces structures. Leurs parties aériennes, comprenant les restes de combustible, ont cependant quasiment disparu. La morphologie en cuvette du foyer XXIII a pu favoriser la préservation de quelques-uns de ces témoins, mais dans les cas de F. X et XXIV ils semblent avoir été lessivés et/ou éolisés. Malgré tout, les soles de sédiments rubéfiés de ces foyers semblent peu perturbées, sans doute en raison d'un enfouissement relativement rapide et d'une faible attractivité pour la faune et la flore en lien avec la disparition des résidus de combustion carbonés. Les traits liés à la bioturbation sont en effet relativement peu marqués au niveau de ces structures, sauf pour le foyer XXIII où justement certains de ces résidus étaient encore présents.

Finalement si l'on cherche à appréhender la question de la fonction de ces structures, les indices directs sont peu nombreux. Les analyses conduites sur le foyer XXIV ont montré que les composés retrouvés au sein de celui-ci se rapportaient essentiellement à de la MO végétale malgré quelques

indices de MO animale. Cette MO végétale semble correspondre à la fois au bruit de fond local et à une faible contribution de résidus de combustion. Les témoins archéologiques environnant ces structures sont également peu nombreux et peu diversifiés. Il s'agit pour le foyer X de quelques pièces lithiques et de colorants épars, des restes du débitage d'un bloc de silex à proximité du foyer XXIII et de rares traces de colorant autour du foyer XXIV. S'il est possible de proposer que le foyer XXIII corresponde à une structure dédiée à une activité spécifique et relativement circonscrite dans le temps (une opération de débitage), le cas des deux autres est plus énigmatique. Faut-il y voir des structures périphériques dont la(les) fonction(s) nous échappe(nt) totalement ou n'a(ont) laissé aucune trace archéologique ? Ou bien, au contraire, faut-il voir dans la quasi-absence de matériel en périphérie de ces structures l'indice d'une place déterminante au sein d'un espace domestique structuré et entretenu?

- *Des foyers à faciès organiques*

Un second ensemble rassemble des structures à la fois plus variées et plus complexes. Quatre ont fait l'objet d'études détaillées (foyers XI, XII, XVI et XIX) et plusieurs autres, issues de fouilles anciennes (foyers 4, 6 et 7-8-9 ) ou en cours de fouille ou d'étude (foyers XIV, XVIII, XXVII, XXVIII et XXX), présentent de nombreuses similitudes. Les principaux caractères qui distinguent ces structures sont les suivants :

- Sur le terrain : des sédiments bruns associés à des sédiments rubéfiés dans leur localisation au cœur des principales concentrations de mobilier.
- En micromorphologie : des sédiments enrichis en résidus de combustion et altérés thermiquement, des imprégnations de MO amorphe et une bioturbation marquée.
- D'un point de vue géochimique : de la MO végétale et animale, en partie thermoaltérée.

Ces structures semblent avoir été fréquemment installées dans des dépressions, bien que leur morphologie initiale soit difficilement perceptible en raison de processus post-dépositionnels souvent importants. Il faut également noter que c'est autour de deux d'entre elles (F XII et XVI) que l'essentiel des roches apparemment chauffées du site a été retrouvé. Les faciès sédimentaires qui composent ces structures consistent en des ensembles de sédiments dont la fraction fine est oxydée (faciès rubéfiés) et d'autres où s'ajoute une part importante de MO sous forme de résidus de combustion (faciès noirâtres) ou bien amorphe et imprégnée (faciès bruns). Ces différents faciès sont associés verticalement et/ou latéralement, mais ont généralement été fortement bioturbés ce qui complique leur lecture et explique leur apparente discontinuité sur le terrain. L'identification de faciès rubéfiés en place confirme le statut de foyer pour ces structures et l'observation de faciès riches en matériaux organiques, auxquels s'ajoute la présence d'os brûlés visibles sur le terrain et en lame mince, indique l'implication d'os dans le fonctionnement et/ou l'utilisation de ces structures. Rappelons que la formation de faciès sombres enrichis en MO a également été observée expérimentalement lorsque de l'os était utilisé comme combustible. Finalement, les analyses géochimiques conduites sur les foyers XII et XVI indiquent la présence conjointe de MO d'origines végétale et animale. À la vue de ces éléments, il est donc proposé que ces structures correspondent à des foyers ayant, au moins en partie, impliqué l'usage d'os comme combustible. C'est également dans les échantillons du foyer XII que les composés azotés ont été détectés en plus grand nombre ce qui, compte tenu des résultats expérimentaux, suggère le possible traitement de viande dans cette structure.

Que ce soit sur le terrain ou au travers de l'étude micromorphologique, l'importance des processus taphonomiques ayant affecté ces foyers est flagrante. Ils correspondent principalement à des phénomènes de bioturbation imputables au développement de systèmes racinaires et à l'activité de la faune du sol. L'action de ces deux agents a conduit à un brassage important des faciès organiques, à des déplacements de sédiments et à des troncatures des relations verticales et latérales. Notons que les faciès bruns, les plus fortement brassés, intègrent généralement des sédiments oxydés, des sédiments imprégnés de MO et des résidus de combustion sous la forme de fragments d'os et de charbons, de particules charbonneuses et de potentielles cristallisations issues de cendres. Il semble donc que ces faciès correspondent à la reprise de plusieurs ensembles, dont une partie des restes de combustible. Ces processus taphonomiques sont concentrés dans ces structures ce qui complique leur lecture sur le terrain, bien que localement des zones moins perturbées soient discernables.

En ce qui concerne l'utilisation de ces différents foyers, une première interrogation porte sur la signification des vestiges osseux : s'agit-il d'une pratique d'élimination des déchets osseux ou bien de leur usage comme combustible ? En l'absence d'une étude archéozoologique approfondie, paraissant inenvisageable compte tenu de la mauvaise préservation de restes osseux, il est difficile de se prononcer. Notons tout de même que l'importance des faciès bruns dans ces foyers semble aller dans le sens d'un apport significatif en MO animale plus facilement explicable par une utilisation massive d'os en guise de combustible que par une élimination ponctuelle des restes alimentaires. Les résultats de l'analyse géochimique du foyer XII, en l'occurrence la présence de composés azotés, suggèrent que de la viande a également pu être traitée à l'aide de cette structure (cuisson ou séchage par exemple). La présence de pierres à proximité peut suggérer l'existence d'aménagements ayant facilité cette utilisation en servant de supports de cuisson ou comme calage à un autre dispositif aujourd'hui disparu.

Si l'on considère les abords de ces différentes structures, deux tendances se dessinent. D'une part, deux groupes de foyers (XI-XXV et XII-XVI) concentrent la majorité des témoins rencontrés à ce jour sur la portion du site explorée lors des fouilles récentes. Les vestiges y sont à la fois les plus nombreux, mais également les plus diversifiés. Les abords de ces foyers semblent donc avoir été des espaces dévolus à des registres d'activité variés et utilisés sur un laps de temps assez long compte tenu de la superposition de plusieurs aires d'activité. Les foyers semblent y avoir joué un rôle structurant, et ce de façon pérenne puisque très peu d'objets se retrouvent immédiatement sur ces structures indiquant une certaine forme de respect de leur « délimitation ». Il faut noter que c'est également autour des foyers XII et XVI que les indices les plus clairs d'entretien, comme la cuvette 1 décrite plus loin, et possiblement de réaménagement ont été identifiés, étayant cet usage sur un temps relativement long. Ces différents éléments vont donc dans le sens d'espaces polyfonctionnels qui se rapprochent de ce qui est généralement interprété comme relevant de l'espace « domestique ».

D'un autre côté, plusieurs foyers présentent des caractères similaires (XIV, XVIII et XIX notamment), mais sont associés à des assemblages de mobilier moins conséquents. Bien qu'également diversifiées, les activités que ces objets illustrent sont malgré tout plus limitées. Elles correspondent notamment à des phases primaires de boucherie ou de transformation des matières colorantes. Il est cependant délicat de parler ici d'espaces spécialisés dans une activité en particulier, l'impression est plutôt que les foyers en question ont polarisé quelques activités complémentaires. Il est difficile de dire s'il s'agit d'activités strictement synchrones (par exemple

autour du traitement complet d'une carcasse de bison, dès lors qu'ils sont tous les trois localisés dans le locus 2) ou s'inscrivant dans un déroulement plus espacé (boucherie, puis traitement des peaux/os, puis réfection des armes de chasse par exemple). Quoi qu'il en soit, les espaces constitués autour de ces foyers paraissent donc eux aussi polyfonctionnels, mais semblent visiblement s'orienter vers un segment plus restreint des multiples activités réalisées sur le site.

- *Des structures annexes et d'entretien ?*

Quelques structures observées sur le terrain, et pour certaines étudiées plus en détails ici s'éloignent de ces deux ensembles. Un premier cas concerne la cuvette 1, située immédiatement au sud du foyer XII. Celle-ci est caractérisée par un comblement incluant des résidus de combustion, mais aucune trace d'altération thermique *in situ*. Différents faisceaux d'indices poussent à considérer cette dépression et son comblement comme une structure secondaire ayant probablement été impliquée dans l'entretien d'un premier état du foyer XII. Plus généralement, les abords sud de l'ensemble formé par les foyers XII et XVI ont livré de nombreux témoins de combustion (sédiments charbonneux, charbons de bois, os brûlés, sédiments rubéfiés) en position secondaire. Bien que la topographie locale ne permette pas d'écarter la possibilité que la répartition d'une partie de ces matériaux soit d'origine post-dépositionnelle, il semble malgré tout que ce secteur constitue un axe privilégié d'intervention sur les deux foyers, comme en attestent par exemple les roches brûlées retrouvées dans cette direction.

Finalement, à proximité du foyer XI, le foyer XXV est implanté dans une dépression d'environ 25cm de diamètre. Alors qu'elle n'avait pas été interprétée comme un foyer à partir d'une observation macroscopique, la lecture micromorphologique de cette structure a montré qu'elle correspond bien à un foyer en place et présente l'un des exemples les mieux préservés de témoins cendreux et d'imprégnation organique. Du fait de ses petites dimensions et de sa proximité avec le foyer XI, il est proposé qu'il puisse s'agir d'une structure annexe, utilisée conjointement à ce dernier. Cela étant, il faut reconnaître que les arguments sont plutôt minces. En effet, les éléments permettant de discuter d'une éventuelle relation stratigraphique avec le foyer XI manquent et les liaisons à l'aide du mobilier sont elles aussi peu éclairantes. D'un point de vue méthodologique, il paraît intéressant de noter que le caractère « périphérique » ou « secondaire » attribué *a priori* sur le terrain à certaines de ces structures, comme la cuvette où se trouve le foyer XXV, a pu occasionner des biais documentaires qui limitent la discussion à leur propos. Il s'agit en l'occurrence de l'absence de véritables coupes stratigraphiques exploitables dans ce secteur.

- *Régismont-le-Haut dans le cadre de l'Aurignacien*

Dans un précèdent travail (Lejay, 2012), un inventaire avait été dressé de la vingtaine de sites aurignaciens en France ayant livré des traces claires de structure de combustion et pour lesquels quelques éléments de description sont disponibles. Malgré plusieurs opérations récentes, notamment du fait de recherches préventives (voir Anderson *et al.*, QI et les références qui s'y trouvent), ainsi que de la réévaluation de certains sites « classiques » de Dordogne (White *et al.*, 2017), peu d'éléments nouveaux sont venus modifier ce panorama (Figure VII.2).

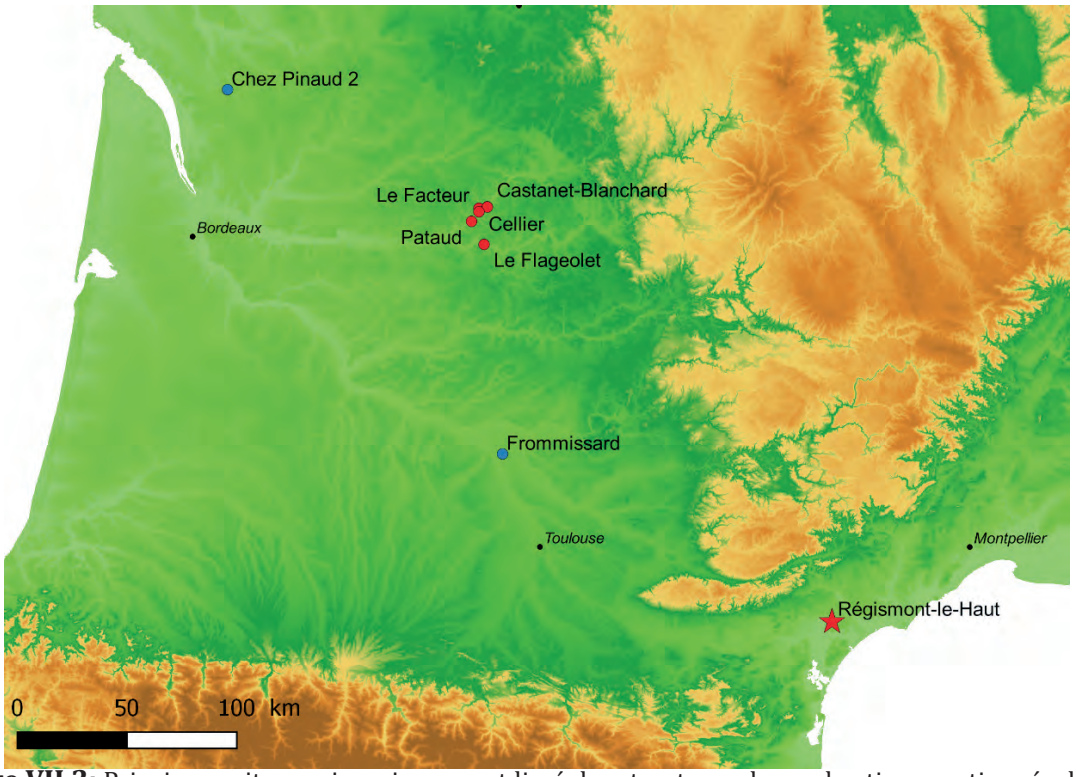



**Figure VII.2:** Principaux sites aurignaciens ayant livré des structures de combustion mentionnés dans le texte. Points bleus : sites de plein air ; points rouges : sites en grotte ou abri.

Les exemples les plus nombreux proviennent des fouilles de l'Abri Pataud (Les Eyzies-en-Tayac, Dordogne ; Movius, 1966 et 1977) durant lesquelles ces structures ont fait, compte tenu de l'époque, l'objet d'une attention particulière et de descriptions détaillées. Des analyses conduites plus récemment se sont notamment intéressées à la question de la gestion des combustibles dans ces structures (Théry-Parisot, 2002 ; Marquer *et al.*, 2010). Malgré des variations dimensionnelles (de plus d'1 m à une cinquantaine de cm de diamètre ; Figure VII.3), toutes ces structures de combustion sont implantées dans des dépressions et ne sont visiblement pas appareillées. La présence de pierres chauffées en leurs seins est fréquente pour les niveaux récents (couches 7-8 ; Figure VII.3A et B), mais rare pour les niveaux anciens (couches 11, 12 et 14 ; Figure VII.3C).

En plus d'une utilisation régulière de l'os comme combustible, la réalisation de structures complexes, associant plusieurs foyers dans un espace restreint, est également à souligner. La revue critique conduite par White *et al.* (2017) sur d'autres gisements contemporains en Dordogne (Abris Castanet, Blanchard, Cellier et La Souquette) souligne la récurrence sur ces gisements datant de l'Aurignacien ancien de ces structures de combustion complexes implantées dans des dépressions creusées à même le substrat et où l'os semble avoir été un combustible essentiel (Figure VII.4). À cet égard, il est donc difficile de ne pas voir une certaine similitude avec ce qui est observé à Régismont-le-Haut au niveau des foyers XII-XVI notamment.

En ce qui concerne à présent les sites plein air, bien qu'ils aient rarement livré de traces de structures de combustion aussi bien préservées et nombreuses qu'à Régismont-le-Haut, les indices existant sur les sites de Chez Pinaud 2 (Airvault *et al.*, 2003) et de Frommissard (Montech, Tarn-et-Garonne ; M. Jarry, com. pers.) illustrent l'existence dans ce contexte de structures circulaires (env. 70cm de diamètre) visiblement creusées et livrant un abondant remplissage d'os brûlés, mais étant dépourvues de toutes traces d'utilisation de roches.

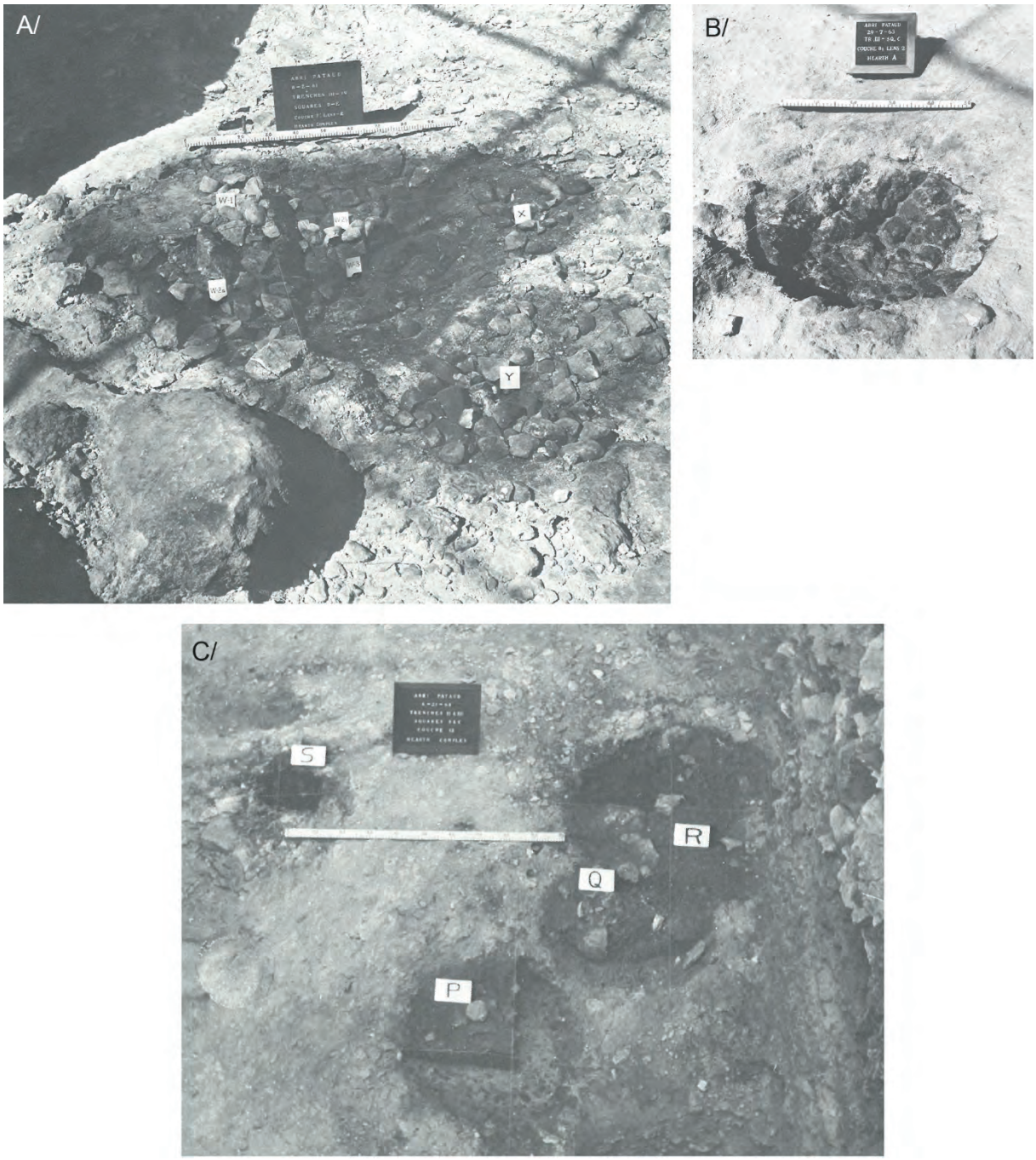



**Figure VII.3:** Différentes structures de l'Abri Pataud découvertes par H. Movius (d'après Movius, 1977 ; modifié). A/ Couche 7, foyers X, Y et Z installés dans trois cuvettes et comblés de sédiments charbonneux et de galets chauffés (l'échelle mesure 1 m). B/ Couche 8, foyer A installé dans une cuvette et comblé de sédiments charbonneux (peut-être des os brûlés), de dalles calcaires et de galets chauffés (l'échelle mesure 50 cm). C / Couche 12, foyers P, Q, R et S installés dans quatre cuvettes et comblés de sédiments charbonneux (y compris os brûlés pour Q et R) et de quelques dalles calcaires et de galets chauffés (l'échelle mesure 1 m).

**Figure VII.4:** Abri Castanet, vue des structures de combustion 216-217-218 installées dans des dépressions aménagées dans le *bed-rock* de l'abri (d'après White *et al.*, 2017 ; modifié ; l'échelle mesure 20 cm). La structure 217 (au centre) correspond à la structure de combustion primaire tandis que les structures 216 (à droite) et 218 (à gauche) correspondraient à des structures secondaires liées à l'entretien et/ou au fonctionnement ce foyer. La structure 216 est à cet égard particulièrement riche en os brûlés (voir White *et al.*, 2017 : pp. S293-S295 pour une description plus détaillée).

Avec toute la prudence qu'imposent les incertitudes concernant la datation du site de Régismont-le-Haut, les différentes observations conduites permettent de nuancer ce panorama. Premièrement, la question de l'utilisation de l'os comme combustible fait à Régismont-le-Haut, comme ailleurs, peu de doute. Néanmoins, elle ne paraît pas être aussi systématique que le laisse penser l'exemple de Pataud, et plusieurs structures semblent avoir fonctionné uniquement, ou principalement, avec du bois. Il faut noter que cette gestion différentielle des types de combustibles s'accorde relativement bien avec les différents types « fonctionnels » de foyers qui ont été reconnus. Les foyers de petite dimension et apparemment utilisés de façon peu intense semblent avoir fonctionné avec du bois tandis que les foyers de plus grande dimension, plus complexes et/ou utilisés de façon plus soutenue ont impliqué une part d'os comme combustible. On rappellera qu'une des qualités de l'os utilisé comme combustible est justement de sensiblement augmenter la durée de fonctionnement d'un foyer (*e.g.* Théry-Parisot, 2002).

Ces derniers types de foyers, notamment le cas de l'ensemble formé par les foyers XII, XVI et leurs abords, ne sont pas sans évoquer le type des « foyers multiples en cuvette » de Movius et rappelé par White et collaborateurs. Que ce soit en Dordogne ou à Régismont-le-Haut, les Aurignaciens ont pris soin d'installer ces foyers multiples et à os dans des dépressions. Sans pouvoir totalement expliquer la récurrence de cette pratique, on notera deux aspects des expérimentations sur ce type de structures qui peuvent suggérer des éléments de réflexion. Il a été vu que pour obtenir un combustible osseux relativement « efficace » et un fonctionnement optimal d'un foyer alimenté avec ce matériau, de nombreuses interventions (fracturation, déplacement du combustible, etc.) étaient nécessaires. Par ailleurs, nos travaux, comme d'autres (*e.g.* Hérisson, 2012), ont montré que l'usage d'os pouvait induire d'importants écoulements superficiels de fluides graisseux en périphérie des foyers lorsqu'ils étaient installés à plat. Cela étant, il est possible que la multiplication des structures de combustion primaires dans un espace restreint ait pu permettre une meilleure

gestion de chacune d'entre elles en ajustant par exemple le ratio d'os utilisé en fonction de la fonction recherchée. Par ailleurs, l'installation dans une dépression a pu permettre de limiter la dispersion de graisse sur la surface densément occupée et utilisée autour de ces structures.

Malgré tout, il semble évident qu'en l'état de la documentation la série de structures de combustion de Régismont-le-Haut, et plus largement le site en général, trouvent de meilleurs points de comparaison avec des sites de la fin du Pléistocène. Les parallèles les plus aisés, et qui ont d'ailleurs été fréquemment mobilisés dans cette étude, sont bien entendu les sites magdaléniens du Bassin parisien (*e.g.* Pincevent et Étiolles) ou bien de Suisse (*e.g.* Monruz et Champréveyres). Bien que l'usage d'os comme combustible semble y être une tendance moins lourde, la diversité morphologique des structures et la complémentarité fonctionnelle des espaces qui y transparaissent ne sont pas sans rappeler celles de Régismont-le-Haut. Un point paraît cependant fortement différencier les structures magdaléniennes de celles de l'Aurignacien français et en particulier celles de Régismont : la présence ou non d'appareillage pierreux. En effet, bien que cet élément d'aménagement ne soit pas systématique au Magdalénien, il est malgré tout très fréquent notamment pour les foyers considérés comme « domestiques ». À l'inverse, durant l'Aurignacien ce type de dispositifs paraît peu répandu ou en tout cas nettement moins élaboré. L'essentiel des roches impliquées dans le fonctionnement des structures de combustion se limite à des galets chauffés retrouvés dans des foyers (Abri Pataud, couches 7-8 ou Abri du Facteur, couche 19 par exemple ; Movius, 1966 et 1977 ; Delporte, 1968) ou bien à quelques blocs chauffés en périphérie des foyers (comme à Régismont-le-Haut et peut-être au Flageolet I). Bien que le site de Régismont-le-Haut livre des traces flagrantes d'aménagements anthropiques impliquant l'apport de blocs calcaires (au niveau du secteur 72 notamment), il semble que la délimitation des structures de combustion par les mêmes moyens n'ait pas été un objectif majeur sur ce site comme plus largement pour les autres gisements de l'Aurignacien en France.

- *Limites de l'étude et perspectives de recherche*

L'étude proposée pour le site de Régismont-le-Haut est tributaire de l'état actuel de la documentation qui repose à la fois sur les données tirées des travaux antérieurs, anciens comme récents, et des résultats attendus des opérations à venir. De plus, l'échantillon étudié en détails ici a vocation à servir de base à une interprétation plus générale du site, mais, comme tout échantillon, sa représentativité peut être discutée.

Pour l'heure, ce sont les secteurs 56 et 73 qui sont les plus complètement explorés et les mieux documentés en ce qui concerne les structures de combustion. Les travaux antérieurs (Sellami *in* Rapport RGT 2006 ; Lejay, 2012) et le présent travail ont en effet analysé 6 (X, XI, XII, XVI, XXIII et XXV) des 10 principales structures de combustion de cet ensemble. Les travaux concernant les secteurs 70, 72 et 75 sont, en ce qui concerne les structures de combustion, moins étoffés puisque seulement 2 (XIX et XXIV) des 8 structures identifiées pour le moment ont fait l'objet d'une analyse dépassant le stade du terrain. Finalement, le secteur des fouilles anciennes (S65) et les structures qui en sont issues demeurent difficiles à mobiliser du fait des lacunes de la documentation les concernant. Un nouveau foyer (XXVII) découvert entre cet espace et le secteur 56 pourrait permettre, une fois sa fouille achevée, d'apporter de nouveaux éléments de discussion. Globalement, les opérations de terrain à venir vont consister en particulier à finir d'explorer la jonction entre les deux paléochenaux qui abritent le site et les secteurs 70, 72 et 75. Les structures de combustion provenant de ces espaces ont pour certaines seulement été délimitées (*e.g.* XV,

XVII, XXI, XXII) et, avec celles ayant déjà été en partie explorées (*e.g.* XIV, XVIII) ou potentiellement encore inconnues, vont contribuer dans les années prochaines à sensiblement augmenter la taille du corpus disponible pour études. À cela s'ajouteront les apports des structures dont la fouille ou l'analyse ont déjà été entamées (XXVI à XXX).

Finalement, sur un corpus exploitable d'une vingtaine de structures de combustion, ce sont donc 8 qui ont fait l'objet d'analyses micromorphologiques et/ou géochimiques. Ce corpus couvre néanmoins les deux principaux espaces du site et inclut des représentants des principaux groupes de foyers tels qu'il était possible de les définir à partir des observations de terrain. Compte tenu des contraintes liées au déroulement des opérations, étalées sur maintenant 17 ans, qui ont notamment conditionné les possibilités d'échantillonnage, il est donc considéré que les résultats obtenus ici sont suffisamment représentatifs.

Les travaux à venir permettront sans aucun doute de remettre en question une partie de ceux-ci, mais il s'agit là d'une perspective qui, en plus d'être inévitable, est souhaitable. Par exemple, un important travail reste notamment à accomplir en ce qui concerne l'analyse des structures dites « à faciès organiques » dont plusieurs exemplaires sont encore peu explorés dans le secteur 72. Les réflexions développées ici, notamment en ce qui concerne la meilleure prise en compte dès les opérations de terrain de leur dimension horizontale et des biais taphonomiques, permettront sans doute une approche plus directe que ce qui a été fait pour les foyers XII et XII par exemple. Les résultats présentés ici ont, de façon schématique, permis d'établir une dichotomie entre deux grandes « catégories » de foyers pour le site de Régismont-le-Haut. Il faut à ce propos rappeler que la situation est nettement moins binaire depuis la mise en évidence en 2014 du foyer XXVII, se présentant sous la forme d'une large et profonde cuvette dont le comblement semble remarquablement bien préservé, et pour lequel aucun équivalent n'a été observé ailleurs sur le site.

Une catégorie de témoins de combustion a pour le moment été passablement négligée : les roches chauffées. Bien que leur nombre semble relativement restreint, leur analyse spatiale et fonctionnelle doit encore être entreprise, en parallèle à l'étude de l'ensemble des blocs et dalles calcaires ayant visiblement été mis en œuvre sur le site, afin de préciser les remarques formulées précédemment sur la question du manque d'appareillement des foyers. Plus largement, la question de la fonction des différents foyers de Régismont-le-Haut implique une approche globale, et donc collective, du site et de ses différentes catégories de vestige. Les différentes synthèses qui ont été proposées (Bon et Mensan, 2007 ; Pradeau *et al.*, 2014 ; Anderson *et al.*, sous presse ; Bon *et al.*, sous presse) illustrent cette démarche dont les orientations et les conclusions sont alimentées et renouvelées par la mise en relation de nombreuses études individuelles. À cet égard les travaux en cours de L. Anderson sur l'analyse des industries lithiques et de leur organisation spatiale, ou ceux de M. J. Gabucio Vilarrasa sur la répartition du mobilier osseux fourniront sans aucun doute de nouveaux éléments de réflexion.

Finalement, le cas de Régismont-le-Haut dans son ensemble pose question quant à son statut au sein de la documentation archéologique concernant l'Aurignacien français. Bien que des comparaisons synchroniques soient possibles avec des sites couverts du nord de l'Aquitaine et des Pyrénées et que les sites de plein air du Magdalénien du Bassin parisien ouvrent des perspectives diachroniques, Régismont-le-Haut fait figure d'exception à la fois par son étendue et sa préservation vis-à-vis des autres gisements de plein air datant de l'Aurignacien. De ce point de

vue, il demeure donc, en l'état, délicat de discerner ce qui relève des spécificités propres à ce site de ce qui participe à des tendances plus larges d'une « tradition » aurignacienne d'organisation des habitats de plein air.

### 2.2. Les structures des Bossats

Aux Bossats, c'est en premier lieu l'organisation du locus gravettien qui est au cœur des interrogations. Celui-ci regroupe en effet sur un espace relativement restreint (une cinquantaine de $m^2$) les témoins d'activités nombreuses et diversifiées (Figure VII.5). Au sein de ce locus, les différentes structures de combustion identifiées nous interrogent à la fois sur leurs statuts et leurs fonctions, mais aussi plus largement sur leur rôle potentiel dans la structuration de l'espace et des activités.

L'étude entreprise ici a notamment permis de mettre en évidence la diversité des structures émaillant la zone actuellement connue du locus gravettien. La prise en compte d'une structure provenant d'un niveau plus ancien a permis d'élargir ce cadre de réflexion. La densité des traces d'occupation pour le locus gravettien constitue un véritable défi en ce qui concerne l'interprétation et les structures de combustion n'échappent pas à ce constat. Une difficulté supplémentaire les affecte puisque dans certains cas, la détermination d'un statut primaire n'a pu être que proposée. Les résultats obtenus sont rappelés puis discutés en perspective avec ceux existant pour les sites contemporains.

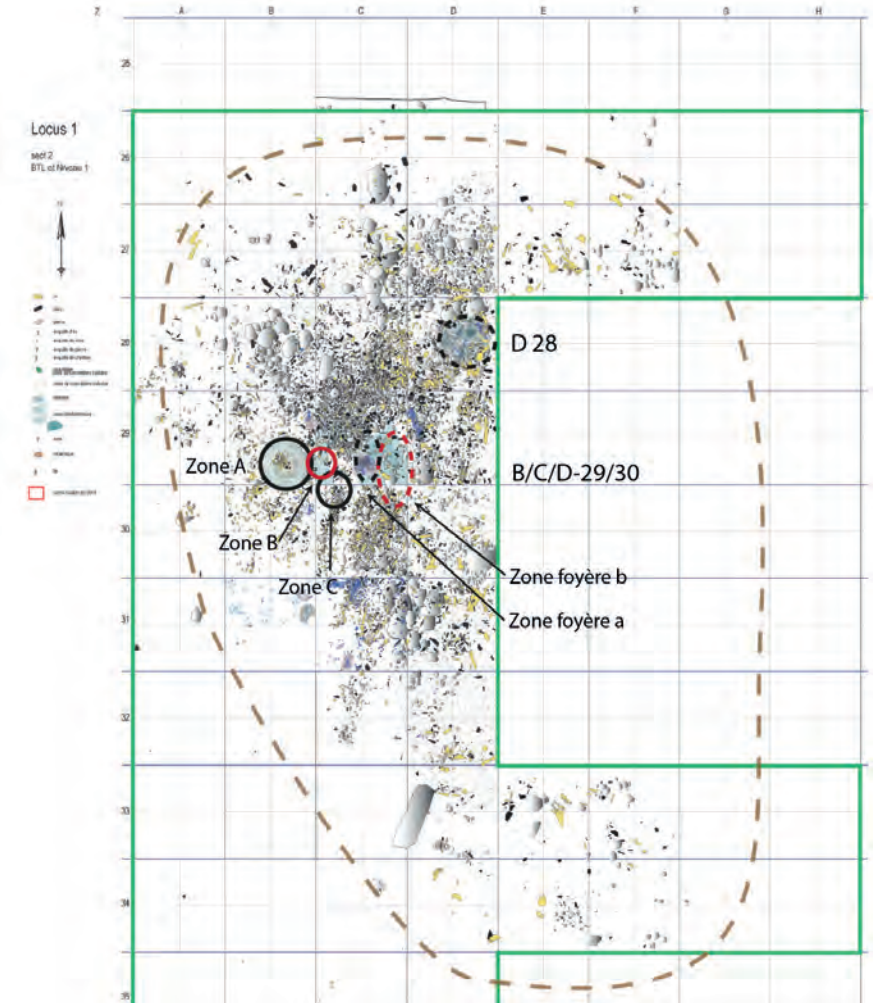



**Figure VII.5:** Plan général du locus gravettien des Bossats et localisation des structures de combustion (d'après Rapport ORM 2016, modifié).

- *Les foyers « avérés »*

Pour deux structures étudiées ici, il a été possible de confirmer (E/F-22) ou de démontrer (Zone B) leur nature de foyer. Dans les deux cas, ce sont les traces d'altération thermique des sédiments (rubéfaction causée par une oxydation de certains constituants minéraux) associés à des résidus de combustible qui les matérialisent. Dans le cas de la Zone B, seule l'étude micromorphologique a permis de mettre en évidence l'oxydation des sédiments sous-jacents.

Le foyer Zone B est installé dans une petite dépression circulaire qui recoupe à la fois la nappe de grave et entame les sédiments sous-jacents ce qui soutient son origine anthropique. Le fond de cette cuvette est rubéfié sur moins d'un centimètre, ce qui compte tenu des résultats expérimentaux indique un ou des fonctionnement(s) peu intense(s). Les résidus de combustible comblant la cuvette sont fortement brassés, ce qui limite fortement les réflexions en termes de rythme de fonctionnement. Ces résidus se rapportent à la fois à des charbons de bois et à des os brûlés et les résultats des analyses géochimiques indiquent un enrichissement notable en Corg. La MO de cette structure est principalement d'origine végétale, même si une contribution animale est également observée. Dans le cas du foyer E/F-22, l'altération des sédiments sous-jacents paraît plus développée, ce qui va dans le sens d'un, ou de plusieurs, fonctionnements plus intenses. Les résidus de combustion sont là aussi fortement brassés ce qui limite les observations en termes de rythme de fonctionnement. Les combustibles mis en œuvre sont notamment connus au travers des charbons de bois, souvent dégradés et fragmentés, et l'analyse anthracologique a également mis en évidence la présence d'os brûlés. Notons la présence dans la sole de ce foyer d'imprégnations et de revêtements organiques amorphes similaires à ceux observés dans les expérimentations impliquant l'usage d'os comme combustible. La teneur en carbone organique de cette sole est également élevée, ce qui rappelle également les résultats expérimentaux des foyers à os. Les analyses moléculaires ont mis en évidence une contribution importante de MO végétale, en partie thermoaltérée, aux côtés d'indices de MO animale également pour partie thermolaltérée.

Pour ces deux foyers, les observations micromorphologiques ont permis de préciser les indices de transformations post-dépositionnelles remarqués sur le terrain. Ceux-ci correspondent pour une large part à de la bioturbation sous l'action de la flore et de la faune du sol. Les déplacements de matériaux et les brassages occasionnés occultent en partie l'organisation initiale de ces deux structures, en partie en ce qui concerne les combustibles. Par ailleurs les traits en lien avec la calcite sont fréquents notamment au niveau de la porosité, ce qui dénote à la fois des phénomènes d'écoulement d'eau et une importante activité racinaire. Cela étant, dans un cas comme dans l'autre, ces processus ont dû rapidement être interrompus par le recouvrement sédimentaire, permettant finalement une préservation satisfaisante sur le temps long.

La fonction de ces deux foyers peut être abordée au moyen de différents registres d'information. Pour ce qui est de E/F-22, les données contextuelles sont absentes et seule la présence d'os brûlés suggère un lien lointain avec les activités de prédation. Malgré tout, les résultats géochimiques ont mis en évidence dans cette structure une importante contribution de composés azotés, ce qui d'un point de vue expérimental était spécifique à la cuisson de viande. Le foyer Zone B est quant à lui intégré au sein du locus gravettien, apparemment dans une phase postérieure à la mise en place de la nappe de grave. Le mobilier environnant est à la fois abondant et diversifié ce qui contribue à considérer cet espace comme polyfonctionnel et vraisemblablement « domestique ». Les résultats géochimiques indiquent là aussi une contribution de composés azotés pouvant indiquer une

utilisation pour de la cuisson de viande. Le foyer en lui-même est de petite dimension et s'intègre dans une structure plus vaste, l'aire de combustion B/C/D-29/30. De nombreuses questions se posent donc quant à la relation entre ce foyer, les Zones foyères a et b ainsi que les structures secondaires Zone A et C. Du fait de sa situation en périphérie du locus et de sa petite dimension il est tentant de considérer ce foyer comme un satellite ou une annexe de ce qui semble être un foyer principal correspondant aux Zones foyères a et surtout b. Cette hypothèse demande néanmoins à être confrontée à une analyse plus dynamique de l'organisation de cette aire, notamment au travers des remontages de mobilier.

- *Un foyer très « incertain »*

L'étude du cas de la structure D28 se révèle moins fructueuse, ou en tout cas l'interprétation de résultats obtenus est plus équivoque. Rappelons que si l'aspect général de la structure sur le terrain orientait dans un premier temps l'interprétation vers un foyer en place, les analyses détaillées conduites ici ont montré que ce statut de structure primaire méritait d'être discuté.

Sur le terrain en effet, la structure se présentait comme une concentration de sédiments d'aspect cendreux/charbonneux en partie délimitée par des blocs calcaires pouvant correspondre à un foyer appareillé. La fouille de la structure a mis en évidence un dépôt de sédiments charbonneux reposant sur l'encaissant et recouvert par la nappe de grave. Il est apparu que les pierres situées au nord venaient recouvrir ces résidus de combustion et ne les délimitaient pas réellement. Il est également apparu que ni les sédiments sous-jacents ni le mobilier environnant (os et roches calcaires notamment) ne présentaient de traces significatives d'altération thermique (en tout cas pas plus qu'ailleurs sur le locus). L'étude micromorphologique a montré que les rares indices d'altération du substrat correspondaient à des matériaux remobilisés et que les galets et graviers présents au-dessus de la structure n'étaient pas ou très peu oxydés. Malgré tout, un faciès très riche en charbons de bois et comportant des os brûlés est effectivement présent et relativement bien délimité entre l'encaissant et la nappe de grave.

Nous ne reviendrons pas plus en détails sur les différentes interprétations qu'il est possible de proposer pour expliquer la formation de cette structure, à savoir soit un foyer en place dont les indices formels sont très ténus, soit une structure secondaire, mais quelques éléments d'ordre fonctionnels peuvent néanmoins être rappelés ici. Les résidus de combustion observés mélangent à la fois du combustible ligneux et des éléments osseux, ce qui suggère un foyer ayant fonctionné avec un mélange de combustible ou bien un foyer à bois dans lequel de l'os a été brûlé. La présence de *chars* et les résultats des analyses géochimiques confirment l'implication de MO d'origine animale dans cette structure.

D'un point de vue taphonomique, les processus bio-pédologiques sont bien marqués et ont induit une transformation des dépôts, notamment par bioturbation. Malgré tout, ces phénomènes semblent moins marqués que par exemple pour les faciès observés à la surface de la nappe de grave. Il est vraisemblable que celle-ci ait en partie favorisé la préservation de la structure D28 en venant la recouvrir.

- *Des structures de combustion secondaires*

Deux structures étudiées ici, les Zones A et C, présentent des caractères qui permettent de les interpréter comme des structures de combustion secondaires et probablement comme des structures de rejet liées à l'entretien de foyer(s).

Celles-ci se manifestent toutes les deux sous la forme de concentrations hétérogènes de résidus de combustion mêlés à des artefacts variés et n'étant visiblement pas systématiquement thermoaltérés. Il semble s'agir au moins pour la Zone A d'une dépression installée aux dépens de la nappe de grave et aucune trace d'altération thermique des sédiments encaissants n'a été reconnue. Le remplissage de la Zone A, tel qu'observé sur les lames minces, semble correspondre à deux ensembles se distinguant par d'abondants résidus de combustion à la base et la présence de sédiments oxydés au sommet. Cette organisation suggère les opérations d'entretien d'un foyer impliquant dans un premier temps une vidange de résidus de combustible puis un curage plus prononcé entamant les sédiments rubéfiés de la sole. Dans le cas de la Zone C, les interprétations sont plus incertaines, notamment en raison de la troncature récente d'une partie de la structure. Bien qu'il s'agisse clairement d'une structure secondaire, il est difficile de dire si les résidus de combustion qu'elle contient sont directement issus d'une action anthropique (*e.g.* vidange) ou bien de la remobilisation des témoins de combustion des foyers proches (Zone B et/ou Zones foyères a et b).

- *Une aire de combustion formée de plusieurs structures*

À propos du locus gravettien, une partie importante des discussions concerne l'organisation et le fonctionnement de l'aire regroupant les structures identifiées dans les $m^2$ B/C/D-29/90. À partir des informations obtenues à différentes échelles d'analyse, et en gardant à l'esprit le caractère préliminaire des remarques portant sur les Zones foyères a et b, plusieurs éléments d'interprétation peuvent être proposés.

Il ne fait maintenant plus de doutes que la mise en place de cet ensemble de structures intervient alors que le locus gravettien a déjà été aménagé par l'apport de la nappe de grave. En effet, les deux Zones foyères reposent en partie dessus et les dépressions des Zones A et B viennent la recouper. Cette aire de combustion comporte un petit foyer (Zone B) et un autre plus vaste qui se caractérise par une zone riche en combustible osseux (Zone foyère a) et une forte concentration de roches chauffées (Zone foyère b). Il est pour le moment délicat de dire si le, ou les, fonctionnement(s) des ces deux structures sont strictement synchrones ou non. Du fait de leur nature et de leur disposition il est néanmoins tentant d'imaginer une complémentarité fonctionnelle entre celles-ci. À proximité, la Zone A, et peut-être la Zone C, semblent refléter des opérations d'entretien qui ont pu être conduites sur ces foyers. Dans le cas de la Zone A, la superposition de résidus de combustion uniquement dans un premier temps puis du même genre de matériaux mêlés à des sédiments rubéfiés pourrait illustrer la succession d'une vidange et d'un curage plus prononcé.

Du point de vue de la fonction de cet ensemble, les indices directs sont pour le moment peu nombreux. Il a néanmoins été vu que dans le cas du foyer Zone B, la présence de composés azotés pouvait suggérer des activités liées au traitement de la viande. Dans le cas de la Zone foyère b, la présence de nombreuses pierres avec des traces de chauffe suggère que celles-ci ont pu servir de calorifère et/ou de support durant le fonctionnement de la structure. Du fait de l'abondance et de

la diversité du matériel archéologique en périphérie de ces structures, il est difficile d'échapper à l'impression d'un espace polyfonctionnel. Malgré tout, une étude approfondie de l'organisation dans le temps et l'espace de ces activités doit encore être conduite pour objectiver cette proposition.

- *Les structures du locus gravettien vis-à-vis des sites contemporains*

En l'état de la documentation, les sites gravettiens français de plein air fournissant matière à discussion sur le thème des structures de combustion sont peu nombreux et, comme pour l'Aurignacien, c'est notamment des sites couverts du Sud-Ouest que vient l'essentiel des informations (Figure VII.6). Cela étant, il faut souligner que du fait d'une documentation très inégale, les points suivants sont bien les éléments d'une discussion ouverte et non pas le résultat d'une réflexion synthétique.

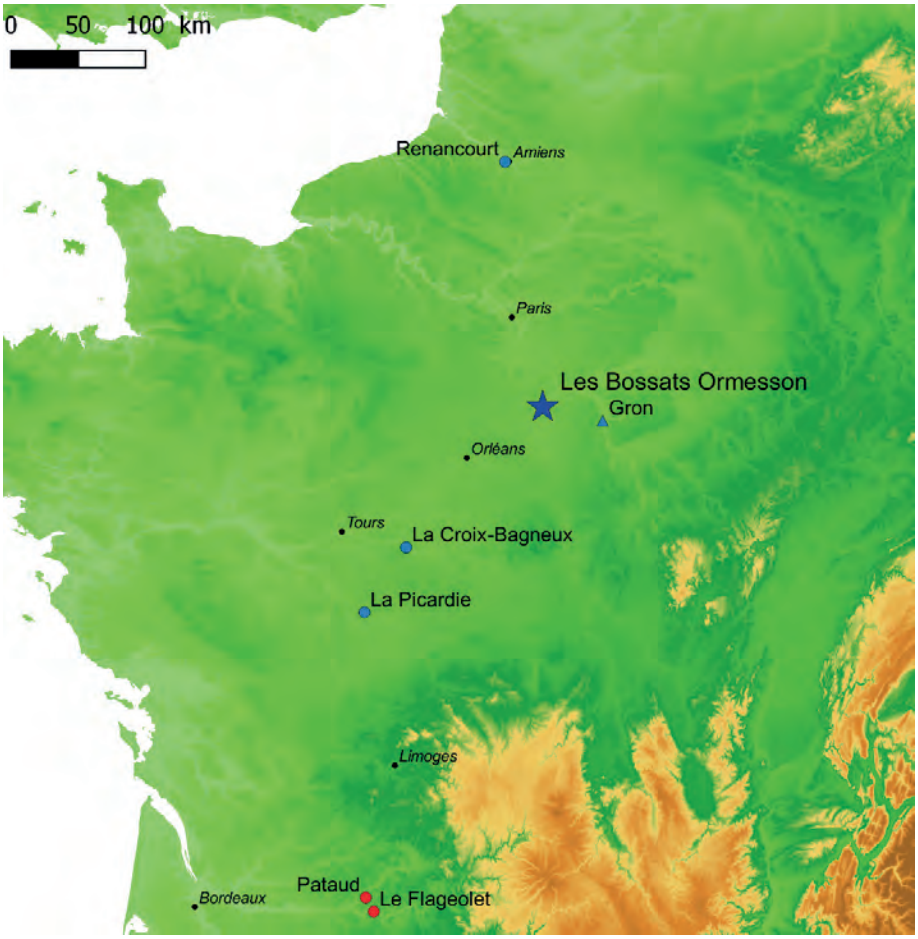



**Figure VII.6:** Principaux sites gravettiens mentionnés dans le texte et ayant livré des structures de combustion. Points bleus : sites de plein air ; points rouges : sites en grotte ou abri. Le triangle bleu indique le site de plein air attribué à l'Aurignacien du Chemin-de-L'Évangile 3 à Gron qui est mentionné plus loin.

Du point de vue des combustibles mis en œuvre durant le Gravettien, le site de Pataud (Movius, 1966 ; Marquer *et al.*, 2010) a permis d'appuyer l'hypothèse d'une utilisation très fréquente de l'os dans ce but. Le site des Bossats, sous réserve de l'étude détaillée en cours du matériel osseux, va dans le sens de cette proposition, du fait de l'importance numérique de ces restes brûlés dans toutes les structures de combustion. Ceux-ci sont accompagnés de charbons de bois, ce qui est cohérent avec le modèle communément admis d'une utilisation conjointe de ces deux sources de combustible. Les propositions de Théry-Parisot (2002) en termes d'intérêt fonctionnel (allongement de la durée de fonctionnement notamment) peuvent être avancées pour justifier cette pratique. La simple

élimination des déchets de boucherie/cuisine, bien que ponctuellement envisageable, paraît peu satisfaisante vu la forte fragmentation préalable nécessaire à la combustion poussée de l'os. Cette hypothèse « hygiéniste » paraît par ailleurs peu cohérente vu la masse d'os non brûlés retrouvés par ailleurs sur l'ensemble du locus des Bossats.

À propos de l'aménagement des structures, les foyers décrits montrent une large gamme des possibles. Quelques exemples de Pataud (couches III-V : Movius, 1966 et 1977) ou de Flageolet I (Couches V et VI : Bombail, 1989) suggèrent l'existence des foyers (plats ?) partiellement cerclés de pierres, mais le plus souvent l'installation dans une dépression de taille variable paraît suffire à délimiter ces structures (Figure VII.7). La présence de pierres au sein de ces structures, ainsi que l'occurrence sur les sites de roches présentant de traces de chauffe paraissent quant à elles relativement courantes. Elles sont bien attestées dans les sites abrités du Périgord comme Pataud et le Flageolet I, mais aussi sur des sites plein air comme Les Treilles (Bazile *et al.*, 2001), La Croix-Bagneux (locus 11 : Kildea, 2008) ou à Renancourt 1 (Paris *et al.*, 2017). Dans ce cadre, les structures de combustion des Bossats ne font donc pas particulièrement figure d'exception, même si l'interprétation de ces roches reste pour le moins hypothétique.

L'existence de structures de combustion complexes, telles que l'aire de combustion des $m^2$ B/C/D-29/30, paraît quant à elle nettement moins documentée. Les situations décrites à Pataud (couche V, lens J-1 en particulier : Figure VII.7A) semblent correspondre à des cas comparables, mais, compte tenu des informations disponibles (Movius, 1966 et 1977) il est difficile d'en dire plus. Par certains aspects, l'association dans un espace relativement restreint de plusieurs structures primaires et secondaires n'est pas sans rappeler ce qui a été discuté plus haut à propos de l'Aurignacien et du cas de Régismont-le-Haut.

Finalement, ces pistes de réflexion, dont les sujets dépassent le simple cadre du Gravettien, se heurtent à une documentation hétérogène et difficilement exploitable. Les structures reconnues sur le site des Bossats apportent de nouveaux éléments de discussion, mais il est pour le moment délicat d'en faire une lecture critique. Les quelques sites de plein air découverts ou fouillés récemment dans le nord de la France (La Picardie, La Croix-Bagneux et Renancourt 1 par exemple) n'ont pas permis de pallier cette lacune, et les comparaisons avec les contextes de référence du Sud-Ouest sont sommaires. Il est une fois de plus tentant de se tourner vers les gisements magdaléniens, du Bassin parisien ou d'ailleurs, mais là aussi la pertinence des rapprochements est très discutable vu les écarts chronologique et contextuel.

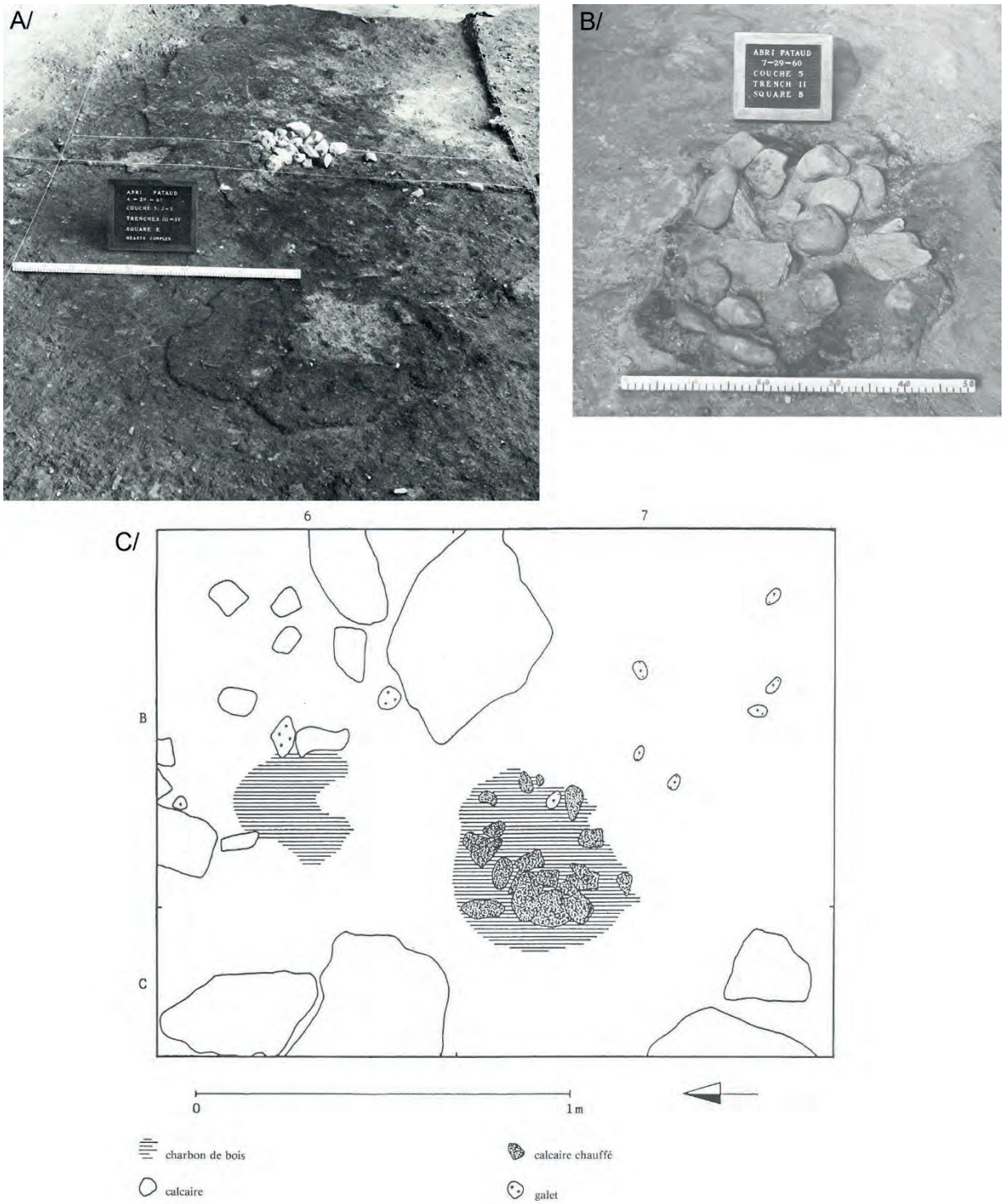



**Figure VII.7:** Différentes structures de l'Abri Pataud découvertes par H. Movius (d'après Movius, 1977 ; modifié) et de l'Abri du Flageolet I découvertes par J.-P. Rigaud (d'après Bombail, 1989 ; modifié). À/ Abri Pataud, Couche 5, lens J-1 : vaste structure (3.5x1.2m) décrite comme un foyer sur laquelle repose une petite pile de galets dont certains sont chauffés (l'échelle mesure 1 m). B/ Abri Pataud, Couche 5, lens W : petit foyer en cuvette comprenant de nombreux galets chauffés (l'échelle mesure 50 cm). C/ Abri du Flageolet I, Couche V : foyer B7 « clairement délimité » (*sic.*) par des blocs calcaires.

- *Quid du niveau intermédiaire du sondage 50 ?*

La structure E/F-22 est tout aussi délicate à mettre en perspective en dehors du cadre du gisement des Bossats. L'intervalle chronologique indiqué par les datations $^{14}C$ (entre 34 et 31 Ka cal.BP) oriente vers un contexte Gravettien ancien (plus ancien que le Locus) ou Aurignacien récent. Si l'on privilégie la première possibilité, cette structure peut donc être intégrée aux réflexions précédentes. Si, au contraire, c'est la seconde attribution qui est retenue, quelques remarques méritent d'être faites à propos des sites et des structures de combustion connus dans le secteur pour cette époque.

Les gisements attribués à l'Aurignacien dans le Bassin parisien se regroupent en deux principaux ensembles au nord des Yvelines et au nord de l'Yonne (Bodu et al, 2013a). Une part importante de ces sites correspond néanmoins à des découvertes de surface ou à des sites ayant connu d'importantes perturbations. Les autres gisements connus dans un secteur plus large (La Croix-Bagneux, Arcy-sur-Cure ou les sites de Belgique par exemple ; voir Bodu *et al.*, 2013b et les références qui s'y trouvent) comportent des témoins de combustion, mais sont difficilement mobilisables dans une optique comparative. À notre connaissance seul le site du Chemin-de-l'Evangile 3 (Gron, Yonne ; Connet *et al.*, 2004 ; Figure VII.6), sous réserve qu'il soit bien aurignacien, a livré des structures de combustion relativement bien préservées. Au nombre de trois, ces foyers se présentent sous la forme de petites (env. 30 cm) aires circulaires de sédiments rubéfiés associés à des os brûlés.

Dans l'attente de la poursuite de l'exploration du niveau intermédiaire du sondage 50 et de nouvelles découvertes contemporaines dans le Bassin parisien, le cas du foyer E/F-22 reste donc pour le moment relativement singulier. Si l'attribution à l'Aurignacien se confirme, certains des éléments de réflexion et exemples abordés autour du cas du site de Régismont-le-Haut peuvent, en ne perdant pas de vue l'écart géographique, également s'appliquer à ce foyer des Bossats.

- *Limites de l'étude et perspectives de recherche*

L'étude des structures de combustion du niveau gravettien, et plus largement de celles de l'ensemble des Bossats, est par bien des aspects encore partielle. D'une part, le gisement est encore en cours de fouille, et ce, souhaitons-le, pour encore longtemps. Si la fin de l'exploration du niveau gravettien peut s'envisager d'ici quelques années, les surfaces à explorer pour les autres niveaux archéologiques actuellement reconnus sont considérables. De ce fait, malgré les intéressantes perspectives d'une approche diachronique, encore beaucoup de travail, de terrain et d'étude, reste à conduire.

Concernant le locus gravettien, les résultats présentés ici s'appuient sur une documentation encore incomplète. Outre la partie est du locus qui n'a pas encore été explorée, une partie importante de l'analyse a été conduite alors que les Zones foyères a et b étaient encore en cours de fouille. Celle-ci s'étant achevée en 2017, l'analyse détaillée de celle-ci va maintenant pouvoir être engagée et viendra sans doute considérablement étoffer les conclusions de ce travail. Plusieurs axes d'étude, en plus de ceux développés en détails ici, vont à terme permettre de mieux comprendre le fonctionnement et l'utilisation de structures de combustion. D'une part, une série d'expérimentations a été amorcée en 2017 afin de notamment mieux cerner les traces de thermoaltération des sédiments lœssiques des Bossats. Un autre volet expérimental est également en préparation avec l'aide de G. Dumarçay afin de mieux caractériser la chauffe des différents types de roches sédimentaires rencontrés sur le locus gravettien (et solutréen). Ce travail sur

les roches chauffées doit permettre d'affiner les recherches, également en cours, sur l'abondant matériel archéologique de cette nature (analyses techno-economique et spatiale notamment). Un autre volet d'étude a également été engagé depuis peu (J. Martin, master en cours) sur les esquilles d'os brûlés et devrait également permettre d'en dire plus sur la question de l'utilisation de cette ressource comme combustible.

Les résultats obtenus et à venir aux Bossats s'intègrent dans un paysage archéologique en cours de renouvellement depuis l'impulsion du PCR «*Paléolithique supérieur ancien au centre et sud du Bassin parisien (1999- 2005) « Des systèmes techniques aux comportements »* (voir Bodu *et al.*, 2013 pour une synthèse) et également des travaux préventifs (*e.g.* Canal Seine-Nord Europe). Malgré tout, le panorama reste peu étoffé en ce qui concerne les structures de combustion, et les démarches comparatives sont nécessairement limitées. La documentation publiée est souvent peu éclairante, mais il y a fort à parier qu'un examen approfondi sur la littérature « grise » (rapports d'opération et documents de fouille par exemple) permettrait de considérablement élargir le champ des réflexions. Au-delà de cette démarche centrée sur la France principalement, il faut rappeler une nouvelle fois que, à propos du Gravettien comme de l'Aurignacien, un pan conséquent des données pour le reste de l'Europe (Centrale et Orientale, mais aussi péninsule Ibérique par exemple) est très peu mobilisé ici. L'ancienneté de ces travaux et/ou la langue de publication expliquent globalement ce constat, mais ne peuvent pas indéfiniment le justifier.

# 3. Réflexions pour l'étude des structures de combustion préhistoriques

Les deux études de cas présentées dans ce travail ont été l'occasion de dresser un bilan des approches qui sont actuellement mises en œuvre pour aborder les structures de combustion paléolithiques. À travers cette synthèse, et au moyen de l'expérience tirée des choix méthodologiques développés ici, il semble possible de tirer quelques conclusions ou, en tout cas, de débattre des problématiques actuelles et des pistes de recherche qui concernent l'étude des structures de combustion préhistoriques en général.

## 3.1. Considérations sur les usages du feu au début du Paléolithique supérieur

- *No bones about it, implication d'os dans les foyers*

Le potentiel de l'usage des ossements en guise de combustible est admis depuis déjà assez longtemps (*e.g.* Perlès, 1977), mais les recherches des deux dernières décennies ont considérablement renouvelé les connaissances sur le sujet. Diverses démarches expérimentales et la mise au point de méthodes d'analyses qualitatives et quantitatives ont permis à la fois de mieux cerner les propriétés de ce matériau et la reconnaissance de son usage, mais aussi de remettre en cause les motivations de cette utilisation (*e.g.* Théry-Parisot, 2002 ; Costamagno *et al.*, 2009). L'explication qui a dominé pendant longtemps reposait principalement sur les difficultés d'un approvisionnement régulier en bois et donc sur une utilisation opportuniste de l'os pour pallier d'éventuels déficits. Les données actuelles indiquent au contraire que l'utilisation de l'os implique une gestion et une préparation importantes, plus conformes aux comportements de groupes de chasseurs-collecteurs nomades, et s'intègre dans une véritable économie des combustibles où les propriétés spécifiques de l'os ont été exploitées en connaissance de cause.

Les travaux expérimentaux conduits ici ont permis de proposer de nouveaux critères distinctifs, aux niveaux sédimentaire et géochimique, permettant de documenter cet usage. Malgré tout, des travaux complémentaires, archéozoologiques notamment, demeurent nécessaires pour clairement différencier une véritable utilisation comme combustible d'une pratique culinaire ou d'élimination des déchets. Du point de vue archéologique, sur les deux sites étudiés cette utilisation des os comme combustible semble maintenant bien étayée. Dans le cas de Régismont-le-Haut, le nombre et la diversité des structures de combustion permettent même de suggérer une gestion différenciée des combustibles. Plus largement, les discussions concernant l'ensemble des sites aurignaciens et gravettiens de France illustrent un usage de l'os à cet effet qui, sans être systématique, paraît faire partie d'un bagage technique commun depuis, au moins, les débuts de l'Aurignacien.

- *Morphologie des foyers au début du Paléolithique supérieur*

Après plus d'un siècle et demi de recherche sur la Préhistoire, les exemples ne manquent pas pour illustrer la diversité des formes qu'ont pu revêtir les structures de combustion. Le vocabulaire qui les concerne a commencé à se fixer, en France, à partir des années 1970 sous l'impulsion de A. Leroi-Gourhan et de ses collègues (Leroi-Gourhan, 1973). L'un des objectifs de ce travail était

de distinguer la part descriptive de l'analyse de ce qui relève de l'interprétation à proprement parler. À terme, on aurait pu s'attendre à observer des recoupements entre des morphologies et des fonctions particulières. Il faut reconnaître que, près de 50 ans plus tard, ce n'est toujours pas le cas. Cela s'explique principalement, car, d'une part, la description des structures concernées n'est pas toujours aussi systématique qu'on pourrait l'espérer, et aussi, ou surtout, car l'analyse fonctionnelle demeure imprécise.

En ce qui concerne l'aménagement des structures, ce travail s'est intéressé aux cas de l'Aurignacien et du Gravettien principalement en France. Bien qu'un travail d'inventaire plus approfondi mériterait certainement d'être conduit, l'impression qui se dégage du corpus consulté est celle d'un relativement faible investissement dans ce domaine. La délimitation des foyers, lorsqu'elle est matérialisée, consiste généralement en un simple creusement. La mise en place d'une ceinture de pierres paraît peu fréquente et souvent discutable. Il faut dire à cet égard que les attentes vis-à-vis de ce qui est connu plus tard à la fin du Paléolithique influencent sans doute les observations. Sur les deux sites étudiés ici, un remarquable polymorphisme existe entre des structures de dimensions variables, installées à plat ou dans des dépressions. À Régismont-le-Haut, les délimitations à l'aide de pierres semblent absentes, mais aux Bossats la question se pose différemment en raison de la présence de la nappe de grave supportant une partie de l'occupation gravettienne. Les foyers installés dans des dépressions creusées au sein de celle-ci étaient, de fait, délimités, mais il serait sans doute impropre de les comparer à des structures véritablement appareillées.

### 3.2. Remarques et perspectives à propos de l'étude et l'interprétation des structures de combustion

- *Une entreprise toujours difficile…*

La question de l'usage, ou plutôt des usages, du feu demeure certainement à la fois le principal enjeu et le domaine le plus inconsistant de l'étude de ses témoins. Les dernières décennies ont vu à la fois se multiplier les études de cas, se développer les outils et augmenter les référentiels. Les résultats peuvent cependant paraître décevants dans la mesure où les conclusions à cet égard dépassent rarement le stade de proposition. Pour adapter une citation d'A. Leroi-Gourhan à propos de Pincevent (Leroi-Gourhan et Brézillon, 1972 p. 257) : « *peut-être pourra-t-on nous reprocher d'avoir laissé des hypothèses en sous-emploi et d'avoir mobilisé un appareil dispendieux en temps et en matériel pour déclarer que les paléolithiques* [savaient faire du feu et s'en servaient probablement pour se chauffer, s'éclairer et cuire leur nourriture] ».

Il est vrai que l'étude des structures de combustion se heurte, à l'heure actuelle, à de nombreuses incertitudes, et il faut admettre que les différentes approches pour l'heure mises œuvre ne répondent que très imparfaitement aux problématiques archéologiques qui les ont engendrées. Il a cependant été vu plus haut les résultats qui pouvaient être obtenus au moyen de la méthodologie suivie dans ce travail. Les quelques lignes qui suivent tentent de présenter quelques-unes des pistes qui semblent prometteuses pour tenter d'approfondir les conclusions de ce travail.

- *Méthodes d'analyse : de la nécessité de jongler entre les résolutions et les méthodes*

Comme tout vestige archéologique, les témoins de combustion, qu'ils soient minéraux ou organiques et visibles à l'œil nu ou non, ne peuvent pleinement s'interpréter sans contexte. La tendance récente à une meilleure articulation des différentes méthodes et échelles d'analyse, par exemple à l'aide d'une démarche microcontextuelle, est donc parfaitement fondée. La diversité des matériaux et des processus impliqués dans les structures de combustion induit une multiplication des études spécialisées. Les résultats ainsi obtenus ne prennent tout leur sens que lorsqu'ils sont mis en perspective et cela n'est possible que si un cadre commun est défini. En ce sens, les observations de terrain et micromorphologiques sont tout à fait déterminantes.

Les données qu'il est possible d'obtenir au moyen des méthodes existantes sont extrêmement variées et concernent des domaines interdépendants comme le fonctionnement, l'utilisation ou la taphonomie. La difficulté réside donc dans les choix à faire concernant les méthodes à adopter. Dans ce travail, cette sélection a été guidée par les observations de terrain et les analyses micromorphologiques dont les résultats ont souligné la nécessité de prendre en compte la question de la MO préservée dans les sédiments. En retour, les résultats des analyses géochimiques ont permis d'affiner la liste des critères diagnostiques aux échelles macro- et microscopiques. Cette démarche, et les analyses qui y ont été employées ne représentent cependant pas l'alpha et l'oméga d'une méthode généralisable pour l'étude de toutes les structures de combustion de la Préhistoire. En fonction du contexte et des problématiques qui se présentent, l'application de nombreuses autres méthodes (*e.g.* spectrométrie infrarouge, magnétisme, isotopie ; cf. Partie II.2.2) a également fait ses preuves. Plus qu'une méthodologie standardisée, l'étude des structures de combustion nécessite une « boîte à outils » adaptable en fonction de la situation, mais dont les résultats peuvent être contextualisés quelle que soit l'échelle d'observation.

- *Référentiels expérimentaux : apports et pistes de recherche*

Dans ce travail, comme dans les nombreux autres travaux mentionnés, le recours aux démarches expérimentales s'est révélé déterminant pour affiner les critères interprétatifs, quelle que soit la méthode d'analyse. L'établissement de référentiels de plus en plus diversifiés, précis et accessibles sur les différentes facettes des structures de combustion constitue sans doute l'un des apports majeurs de la dernière décennie (voir Aldeias, 2017 et les références qui s'y trouvent). L'acquisition de données objectives sur les possibilités en termes de fonctionnement et d'utilisation est par exemple un domaine ayant permis de réduire un effet « boy-scout » (Taborin, 1989 : p77 : « […] *cette espèce de familiarité que chacun croit posséder avec le feu. »*) qui a sans doute contribué à limiter l'intérêt porté à ces vestiges, ou en tout cas à sous-estimer leur complexité et leur potentiel informatif.

Cela étant, ces résultats ne sont ni parfaits ni exhaustifs, et il semble plutôt que chaque étude, y compris le présent travail, ouvre de nouvelles pistes de recherche. Les paramètres pouvant être pris en compte sont en effet extrêmement nombreux, tout comme les orientations méthodologiques. Une tendance de plus en plus marquée consiste en la mise en œuvre d'expérimentations en milieu contrôlé avec un nombre limité de variables afin de mieux contrôler la répétabilité et la représentativité des résultats, ce qui est certainement une bonne chose. Malgré tout, cela ne doit pas masquer l'importance de deux facteurs qui sont nettement plus délicats à cerner d'un point de vue expérimental : les dimensions humaine et taphonomique. C'est, à notre avis, sur ces deux

points que les travaux ont pour le moment été à la fois les moins nombreux et parfois les moins rigoureux. Il y a donc là matière à développer des corpus de référence plus conséquents sur les différentes possibilités fonctionnelles et leurs marqueurs ainsi que des modèles concernant l'évolution post-dépositionnelle des structures de combustion.

- *Ethnoarchéologie du feu : une documentation sous exploitée ?*

Il faut cependant admettre que les approches expérimentales ne peuvent suffire pour prendre en compte ces aspects anthropologiques et taphonomiques. Or, c'est justement face à ce genre de situations que l'archéologie a recours à la documentation ethnographique pour élargir les perspectives. Sans tomber dans le travers de raisonnements analogiques simplistes, il y a là au moins deux domaines dans lesquels une multiplication des travaux serait souhaitable.

En premier lieu, la démarche ethnoarchéologique « classique », qu'elle ait porté sur des sources textuelles ou sur des populations actuelles, a déjà permis d'apporter de nombreux (l'essentiel ?) modèles interprétatifs autour de l'utilisation des foyers préhistoriques et de leurs abords. Les travaux de L. Binford font par exemple référence à cet égard depuis les années 1970. Malgré quelques études où la question du feu a été traitée en détails et démontrant l'intérêt de cette démarche (*e.g.* Olive et Taborin, 1989 ; Mallol *et al.*, 2007 ; Vaté et Beyries, 2007), cette importante source de réflexion semble nettement moins exploitée que dans d'autres domaines de l'archéologie préhistorique comme les productions matérielles ou l'organisation économique (*e.g.* Yellen, 1977 ; Binford, 1978 ; Roux, 2007).

Par ailleurs, le développement des approches géo-ethnoarchéologiques, c'est-à-dire l'étude selon les méthodes de la géoarchéologie de cas actuels ou subactuels dans une perspective d'application des résultats au registre archéologique (voir Friesem, 2016 et Mallol et Henry, 2017 pour des revues de la question), apparaît comme un outil pertinent sur deux aspects des structures de combustion. Ces recherches permettent en premier lieu de prendre en compte directement la variable anthropique en ce qui concerne le fonctionnement et l'utilisation de ces structures et surtout la caractérisation de leurs marqueurs dans le registre sédimentaire. De plus, la prise en compte de l'évolution post-dépositionnelle à court ou moyen terme, et là encore la définition de critères diagnostiques trouve sur ce terrain une abondante source d'informations. Quelques études récentes concernant directement le cas des structures de combustion ont permis de montrer tout l'intérêt de ces travaux (Shahack-Goss *et al.*, 2004 ; Mallol *et al.*, 2007 ; Gur-Arieh *et al.*, 2013 ; Friesem *et al.*, 2017), notamment dans quelles mesures ils sont complémentaires des démarches expérimentales.

- *État de la documentation : dépasser l'effet « étude de cas »*

Pour finir, l'étude des structures de combustion comme celle de n'importe quels vestiges archéologiques ne peut prendre pleinement sens que lorsqu'elle est mise en perspective sur les plans synchronique et diachronique. Or, il a été vu que, pour ce qui concerne les débuts du Paléolithique supérieur en France, les points de comparaison sont pour le moins inconsistants. Une part importante des recherches récentes sur les structures de combustion, et ayant fourni des résultats comparables à ceux de cette étude, s'est en effet prioritairement penchée sur le Paléolithique moyen européen, le *Middle Stone Age* africain et la fin du Paléolithique supérieur. Malgré les possibilités de réflexion que cela ouvre sur un temps long, il est donc délicat pour l'instant de décrire finement les évolutions que connaît, ou non, la pyrotechnologie durant le Paléolithique

supérieur. Les quelques pistes abordées dans ce travail, concernant la gestion des combustibles ou l'aménagement des structures, illustrent pourtant un registre d'activités complexes et diversifiée qui, au même titre que les autres témoins archéologiques, mérite désormais d'être intégré aux raisonnements visant à une reconstitution palethnologique des habitats et plus largement des comportements humains, voire à la détection de véritables signatures culturelles.

Pour aller plus loin dans ce domaine, une prise en compte plus systématique et approfondie des structures paraît donc nécessaire afin d'étoffer le corpus de comparaison. Cela peut passer par une réévaluation extensive des données issues de travaux anciens. Néanmoins, seules des structures issues de fouilles récentes peuvent fournir les données de base nécessaires à des études poussées permettant de progresser sur les questions de fonctionnement et d'utilisation. Si les méthodes de fouille permettant d'aborder ces structures sont désormais partagées par un grand nombre d'archéologues et régulièrement mises en œuvre, il faut désormais poursuivre un travail de « banalisation » des méthodes d'analyses plus détaillées nécessaires pour dépasser une simple description morphologique et stratigraphique. Les exemples fournis dans ce travail à propos de la micromorphologie et de la géochimie organique montrent, une nouvelle fois, que dans une démarche concertée entre « archéologues » et « spécialistes » les exigences de ces techniques sont parfaitement acceptables et réalistes dans le cadre d'une opération archéologique.

## 4. Conclusion générale

La problématique définie au début de ce travail s'articulait autour de deux principaux axes interdépendants. L'un se rapportait aux questions posées par les structures de combustion dans leurs contextes archéologiques respectifs et l'autre s'intéressait directement aux aspects méthodologiques de l'étude de ces vestiges. Pour répondre à ces différentes questions, l'analyse s'est finalement organisée en deux temps.

Tout d'abord une évaluation des différentes méthodes d'étude a été entreprise, en prenant notamment en compte leur application en contexte expérimental. Au terme de cette synthèse, et en fonction des problématiques archéologiques, il a été choisi de favoriser une démarche privilégiant une analyse multiscalaire. Dans ce cadre, les données de terrain (échelle macroscopique), les résultats micromorphologiques (échelles meso-et microscopiques) et de l'analyse géochimique (échelle moléculaire) ont été traités conjointement ce qui a permis à ces différents registres d'information de s'éclairer les uns les autres. Simultanément, l'établissement d'un corpus de références expérimentales a été l'occasion de tester cette approche en plus d'enrichir le cadre interprétatif des différentes méthodes.

En se basant sur ces résultats expérimentaux et cette démarche, l'étude des structures des sites de Régismont-le-Haut et des Bossats a été entreprise. Dans un cas comme dans l'autre, les interrogations concernaient globalement la prise en compte de la dimension taphonomique, les modalités de fonctionnement des structures et leurs utilisations. Le croisement des données de terrain et de la micromorphologie a été particulièrement efficace pour définir les processus post-dépositionnels, bio-pédologiques en particulier, et ainsi mieux encadrer les interprétations. Sur le plan du fonctionnement, le croisement de toutes les échelles d'analyse a permis notamment de discuter de la question des combustibles, en particulier de la place de l'os. Cependant, et malgré les travaux expérimentaux, de nombreuses incertitudes demeurent en ce qui concerne la reconnaissance des rythmes d'utilisation. Dans le domaine de l'utilisation des foyers, les indices directs sont également ténus, malgré une piste prometteuse qui se dégage autour de la mise en évidence de l'implication de viande. À cet égard les données micromorphologiques et surtout géochimiques ont été les plus précieuses. La confrontation avec le reste des indices archéologiques permet toutefois de faire quelques propositions sur la place des foyers au sein d'espaces aux fonctions différenciées.

Que ce soit sur le volet archéologique ou sur celui de la méthodologie, les résultats obtenus et les réflexions qui en émergent incitent à reconsidérer la perception des structures de combustion et plus largement la question de la pyrotechnologie pour les débuts du Paléolithique supérieur. S'il fait peu de doute que le feu tient, au moins dès cette période, une place déterminante dans l'organisation des espaces et est une composante partagée du bagage technique des populations, la complexité et la variabilité qui se dégagent de l'étude détaillée de ses traces archéologiques doivent nous interroger sur leur signification en termes techniques, économiques et sociaux. Cela étant, cette perspective est pour le moment limitée par un corpus encore peu étoffé, et il faut donc souhaiter que celui-ci s'élargisse dans les années à venir. C'est une fois que ce sera chose faite, au

moyen de méthodologies diverses justifiées par le polymorphisme des témoins de combustion, qu'une réflexion fructueuse pourra s'engager sur les évolutions et les variations d'une technologie déterminante dans la (pré)histoire de l'Homme.

# Références bibliographiques

# 1. Rapports d'opération de Régismont-le-Haut (Rapports RGT)


**Rapport RGT 2000**
Bon F. dir. (2000) - *Régismont-le-Haut (Poilhes, Hérault). Campagne de sondages sur un habitat de plein air aurignacien*, Rapport d'opération de fouille programmée, SRA Languedoc-Roussillon, 46 p.

**Rapport RGT 2001**
Bon F., Sellami F. et Mensan R. (2001) - *Régismont-le-Haut (Poilhes, Hérault). Campagne de fouilles sur un habitat de plein air aurignacien*, Rapport d'opération de fouille programmée, SRA Languedoc-Roussillon, 32 p.

**Rapport RGT 2002**
Bon F., Sellami F. et Mensan R. (2002) - *Régismont-le-Haut (Poilhes, Hérault). Campagne de fouilles sur un habitat de plein air aurignacien*, Rapport d'opération de fouille programmée, SRA Languedoc-Roussillon, 39 p.

**Rapport RGT 2003**
Bon F., Sellami F., Mensan R. dir. (2003) - *Régismont-le-Haut (Poilhes, Hérault). Campagne de fouilles sur un habitat de plein air aurignacien*, Rapport intermediaire d'opération de fouille programmée, SRA Languedoc-Roussillon, 46 p.

**Rapport RGT 2004**
Bon F., Mensan R. dir. (2004) - *Régismont-le-Haut (Poilhes, Hérault). Campagne de fouilles sur un habitat de plein air aurignacien*, Rapport d'opération de fouille programmée, SRA Languedoc-Roussillon, 50 p.

**Rapport RGT 2005**
Bon F. et Mensan R. dir. (2005) - *Régismont-le-Haut (Poilhes, Hérault). Campagne de fouilles sur un habitat de plein air aurignacien*, Rapport intermediaire d'opération de fouille programmée, SRA Languedoc-Roussillon, 49 p.

**Rapport RGT 2006**
Bon F. et Mensan R. dir. (2006) - *Régismont-le-Haut (Poilhes, Hérault). Campagne de fouilles sur un habitat de plein air aurignacien*, Rapport intermediaire d'opération de fouille programmée, SRA Languedoc-Roussillon, 68 p.

**Rapport RGT 2008**
Bon F. et Mensan R. dir. (2008) - *Régismont-le-Haut (Poilhes, Hérault). Campagne de fouilles sur un habitat de plein air aurignacien*, Rapport triennal d'opération de fouille programmée, SRA Languedoc-Roussillon, 50 p.

**Rapport RGT 2009**
Bon F. et Mensan R. dir. (2009) - *Régismont-le-Haut (Poilhes, Hérault). Campagne de fouilles sur un habitat de plein air aurignacien*, Rapport intermediaire d'opération de fouille programmée, SRA Languedoc-Roussillon, 50 p.

**Rapport RGT 2010**
Bon F. et Mensan R. dir. (2010) - *Régismont-le-Haut (Poilhes, Hérault). Campagne de fouilles sur un habitat de plein air aurignacien*, Rapport intermediaire d'opération de fouille programmée, SRA Languedoc-Roussillon, 41 p.

**Rapport RGT 2011**
Bon F. et Mensan R. dir. (2011) - *Régismont-le-Haut (Poilhes, Hérault). Campagne de fouilles sur un habitat de plein air aurignacien*, Rapport triennal d'opération de fouille programmée, SRA Languedoc-Roussillon, 67 p.

**Rapport RGT 2012**
Bon F. et Mensan R. dir. (2012) - *Régismont-le-Haut (Poilhes, Hérault). Campagne de fouilles sur un habitat de plein air aurignacien*, Rapport intermediaire d'opération de fouille programmée, SRA Languedoc-Roussillon, 41 p.

**Rapport RGT 2013**
Bon F. et Mensan R. dir. (2013) - *Régismont-le-Haut (Poilhes, Hérault). Campagne de fouilles sur un habitat de plein air aurignacien*, Rapport intermediaire d'opération de fouille programmée, SRA Languedoc-Roussillon, 43 p.

**Rapport RGT 2014**
Bon F. et Mensan R. dir. (2014) - *Régismont-le-Haut (Poilhes, Hérault). Campagne de fouilles sur un habitat de plein air aurignacien*, Rapport triennal d'opération de fouille programmée, SRA Languedoc-Roussillon, 51 p.

**Rapport RGT 2015**
Bon F. et Mensan R. dir. (2015) - *Régismont-le-Haut (Poilhes, Hérault). Campagne de fouilles sur un habitat de plein air aurignacien*, Rapport intermediaire d'opération de fouille programmée, SRA Languedoc-Roussillon-Midi-Pyrénées, 63 p.

**Rapport RGT 2016**
Bon F. et Mensan R. dir. (2016) - *Régismont-le-Haut (Poilhes, Hérault). Campagne de fouilles sur un habitat de plein air aurignacien*, Rapport intermediaire d'opération de fouille programmée, SRA Languedoc-Roussillon-Midi-Pyrénées, 23p.

## 2. Rapports d'opération des Bossats à Ormesson (Rapports ORM)


**Rapport ORM 2007**

Bodu P. dir. (2007) - *Un gisement gravettien au lieu-dit les Bossats, commune d'Ormesson, région de Nemours (Seine-et-Marne)*, Rapport de prospection pédestre, SRA 'Île-de-France, 35 p.

**Rapport ORM 2009**

Bodu P. dir. (2009) - *Le gisement du Gravettien et du Paléolithique moyen des « Bossats », Ormesson (Seine-et-Marne)*, Rapport de fouille programmée, SRA Ile-de-France, 170 p.

**Rapport ORM 2010**

Bodu P. dir. (2010) - *Le gisement du Gravettien et du Paléolithique moyen des « Bossats », Ormesson (Seine-et-Marne)*, Rapport intermédiaire de fouille programmée, SRA Ile-de-France, 213 p.

**Rapport ORM 2011**

Bodu P. dir. (2011) - *Le gisement du Gravettien et du Paléolithique moyen des « Bossats », Ormesson (Seine-et-Marne)*, Rapport intermédiaire de fouille programmée, SRA Ile-de-France, 172 p.

**Rapport ORM 2012**

Bodu P. dir. (2012) - *Le gisement du Paléolithique moyen et du Paléolithique supérieur des Bossats, Ormesson (Seine-et-Marne)*, Document de synthèse de fouille programmée, SRA ile-de-France, 316 p.

**Rapport ORM 2013**

Bodu P. dir. (2013) - *Le gisement du Paléolithique moyen et du Paléolithique supérieur des Bossats, Ormesson (Seine-et-Marne)*, Rapport intermédiaire de fouille programmée, SRA Ile-de-France, 354 p.

**Rapport ORM 2014**

Bodu P. dir. (2014) - *Le gisement du Paléolithique moyen et du Paléolithique supérieur des Bossats, Ormesson (Seine-et-Marne)*, Rapport intermédiaire de fouille programmée, SRA Ile-de-France, 474 p.

**Rapport ORM 2015**

Bodu P. dir. (2015) - *Le gisement du Paléolithique moyen et du Paléolithique supérieur des Bossats, Ormesson (Seine-et-Marne)*, Document de synthèse de fouille programmée, SRA ile-de-France, 460 p.

**Rapport ORM 2016**

Bodu P. dir. (2016) - *Le gisement du Paléolithique moyen et du Paléolithique supérieur des Bossats Ormesson (Seine-et-Marne)*, Rapport de première année de triennale (autorisation triannuelle 2016-2018), SRA Ile-de-France, 527 p.

# 3. Autres références

## A

**D'Acy, 1885**
D'Acy E. (1885) - De la pseudo-taille des silex de Thenay, *Bulletins de la Société d'anthropologie de Paris*, IIIe série : 173-184.

**Adams *et al.*, 1984**
Adams A., MacKenzie W. et Guilford C. (1984) - *Atlas of sedimentary rocks under the microscope*, Longman Scientific & Technical, Harlow, UK, 104 p.

**AFES, 2008**
AFES. (2008) - *Référentiel Pédologique*, Ed. Quae, Versailles, France, 405 p.

**Airvaux et Bouchet, 2001**
Airvaux J. et Bouchet J.-M. (2001) - Le site Gravettien de plein air de Saint-Julien, commune de Bois (Charente-Maritime), *Préhistoire du Sud-Ouest*, 8 : 121-148.

**Airvaux *et al.*, 2003**
Airvaux J., Berthet A.-L. et Castel J.-C. (2003) - Le gisement aurignacien de Chez-Pinaud 2, à Jonzac, Charente-Maritime, *Préhistoire du Sud-Ouest*, 10 : 25-75.

**Albrecht et Verrecchia, 2013**
Albrecht R. et Verrecchia E. P. (2013) - Associations matières organiques/matières minérales., *in* : Baize D., Duval O. et Richard G. (dir.), *Les sols et leurs structures. Observations à différentes échelles*, Ed. Quae, Versailles, p. 175-185.

**Aldeias, 2012**
Aldeias V. (2012) - *The Application Of Geoarchaeological And Micromorphological Perspectives To Issues Of Hominin Behavior In The Late Pleistocene*, PhD dissertation, University of Pennsylvania, 244 p.

**Aldeias, 2017**
Aldeias V. (2017) - Experimental approaches to archaeological fire features and their behavioral relevance, *Current Anthropology*, 58, suppl. 16 : S191-205. DOI: 10.1086/691210

**Aldeias *et al.*, 2012**
Aldeias V., Goldberg P., Sandgathe D. M., Berna F., Dibble H. L., McPherron S. P., Turq A. et Rezek Z. (2012) - Evidence for Neandertal use of fire at Roc de Marsal (France), *Journal of Archaeological Science*, 39, 7 : 2414-2423. DOI: 10.1016/j.jas.2012.01.039

**Aldeias *et al.*, 2016a**
Aldeias V., Dibble H. L., Sandgathe D. M., Goldberg P. et McPherron S. J. P. (2016) - How heat alters underlying deposits and implications for archaeological fire features: A controlled experiment, *Journal of Archaeological Science*, 67 : 64-79. DOI: 10.1016/j.jas.2016.01.016

**Aldeias *et al.*, 2016b**
Aldeias V., Gur-Arieh S., Maria R., Monteiro P. et Cura P. (2016) - Shell we cook it? An experimental approach to the microarchaeological record of shellfish roasting, *Archaeological and Anthropological Sciences*, : Online. DOI: 10.1007/s12520-016-0413-1

**Alexis *et al.*, 2012**
Alexis M., Rasse D. P., Knicker H., Anquetil C. et Rumpel C. (2012) - Evolution of soil organic matter after prescribed fire: A 20-year chronosequence, *Geoderma*, 189-190 : 98-107. DOI: 10.1016/j.geoderma.2012.05.003

**Almendros *et al.*, 1988**
Almendros G., Martín F. et González-Vila F. J. (1988) - Effects of fire on humic and lipid fractions in a Dystric Xerochrept in Spain, *Geoderma*, 42, 2 : 115-127. DOI: 10.1016/0016-7061(88)90028-6

**Alperson-Afil et Goren-Inbar, 2010**
Alperson-Afil N. et Goren-Inbar N. (2010) - *The Acheulian Site of Gesher Benot Ya ' aqov Volume II. Ancient Flames and Controlled Use of Fire*, Spinger Science, Dordrecht, Heidelberg, London, New York, 120 p.

**Anderson *et al.*, sous presse**
Anderson L. E., Lejay M., Brugal J.-P., Costamagno S., Heckel C., Ingreja de Araujo M., Pradeau J.-. V., Salomon H., Sellami F., Barshay-Szmidt C., Mensan R. et Bon F. (sous presse) - Insights into Aurignacian daily life and camp organization : the open-air site of Régismont-le-Haut, *Quaternary International*.

**Antoine *et al.*, 2003**
Antoine P., Catt J., Lautridou J. P. et Sommé J. (2003) - The loess and coversands of northern France and southern England, *Journal of Quaternary Science*, 18, 3-4 : 309-318. DOI: 10.1002/jqs.750

**Arpin *et al.*, 2002**
Arpin T. L., Mallol C. et Goldberg P. (2002) - Short contribution: A new method of analyzing and documenting micromorphological thin sections using flatbed scanners: Applications in geoarchaeological studies, *Geoarchaeology*, 17, 3 : 305-313. DOI: 10.1002/gea.10014

**Audouze, 1987**
Audouze F. (1987) - Des modèles et des faits : les modèles de A. Leroi-Gourhan et de L. Binford confrontés aux résultats récents, *Bulletin de la Société préhistorique française*, 84, 10-12 : 343-352. DOI: 10.3406/bspf.1987.9848

**Azemard *et al.*, 2013**
Azemard C., de Lumley H., Khatib S., Saos T., Lebeau D., Aychet N. et Lucas-Lamouroux C. (2013) - Étude des matières organiques du sol d'occupation acheuléen de l'unité archéostratigraphique UA 27 de la grotte du Lazaret, *L'Anthropologie*, 117, 4 : 367-412. DOI: 10.1016/j.anthro.2013.08.002

## B

**Baffier et Girard, 2013**
Baffier D. et Girard M. (2013) - L'art pariétal Gravettien du Nord de la France, *in* : Otte M. (dir.), *Les Gravettiens*, Ed. Errance, Paris, p. 215-234.

**Bar-yosef et Zilhão, 2006**
Bar-yosef O. et Zilhão J. (2006) - *Towards a definition of the Aurignacian,* Proceedings of the Symposium held in Lisbon, Portugal, June 25-30, 2002, Trabalhos de Arqueologia n°45, 377 p.

**Barnard *et al.*, 2007**
Barnard H., Ambrose S. H., Beehr D. E., Forster M. D., Lanehart R. E., Malainey M. E., Parr R. E., Rider M., Solazzo C. et Yohe R. M. (2007) - Mixed results of seven methods for organic residue analysis applied to one vessel with the residue of a known foodstuff, *Journal of Archaeological Science*, 34, 1 : 28-37. DOI: 10.1016/j.jas.2006.03.010

**Baykara *et al.*, 2015**
Baykara İ., Mentzer S. M., Stiner M. C., Asmerom Y., Güleç E. S. et Kuhn S. L. (2015) - The Middle Paleolithic occupations of Üçağızlı II Cave (Hatay, Turkey): Geoarcheological and archeological perspectives, *Journal of Archaeological Science: Reports*, 4 : 409-426. DOI: 10.1016/j.jasrep.2015.09.022

**Bazile, 2007**
Bazile F. (2007) - Le Gravettien de la France méditerranéenne, *PALEO*, 19, 19 : 73–88.

**Bazile *et al.*, 1989**
Bazile F., Guillerault P., Monnet C. et Onoratini G. (1989) - Nouvelles approches des foyers paléolithiques: l'exemple de Fontgrasse (Vers-Pont-du-Gard, Gard), *in* : Olive M. et Taborin Y. (dir.), *Nature et fonction des foyers préhistoriques, Nemours, 1987*, A. P. R. A. I. F., Nemours, France, p. 11-18.

**Bazile *et al.*, 2001**
Bazile F., Boccaccio G. et Monnet-Bazile C. (2001) - La Treille (Manduel, Gard) : un nouveau gisement gravettien en Languedoc rhodanien, *Bulletin de la Société préhistorique française*, 98, 3 : 545-549. DOI: 10.3406/bspf.2001.12540

**Becze-Deák *et al.*, 1997**
Becze-Deák J., Langohr R. et Verrecchia E. P. (1997) - Small scale secondary CaCO3 accumulations in selected sections of the European loess belt. Morphological forms and potential for paleoenvironmental, *Geoderma*, 76 : 221-252.

**Beeching et Moulin, 1981**
Beeching A. et Moulin B. (1981) - Les structures de combustion des niveaux supérieurs de la Baume de Ronze (Ardèche). Première approche, *Bulletin de la Société préhistorique française*, 78, 10 : 411-431. DOI: 10.3406/bspf.1981.5291

**Belitz *et al.*, 2009**
Belitz H.-D., Grosch W. et Schieberle P. (2009) - *Food Chemistry*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Germany, 4th ed., 1114 p.

**Bellomo, 1993**
Bellomo R. (1993) - A methodological approach for identifying archaeological evidence of fire resulting from human activities, *Journal of Archaeological Science*, 20 : 525-553. DOI: 10.1006/jasc.1993.1033

**Ben Hassen-Trabelsi *et al.*, 2014**
Ben Hassen-Trabelsi A., Kraiem T., Naoui S. et Belayouni H. (2014) - Pyrolysis of waste animal fats in a fixed-bed reactor: production and characterization of bio-oil and bio-char., *Waste Management*, 34, 1 : 210-8. DOI: 10.1016/j.wasman.2013.09.019

**Bennett, 1999**
Bennett J. L. (1999) - Thermal Alteration of Buried Bone, *Journal of Archaeological Science*, 26, 1 : 1-8. DOI: 10.1006/jasc.1998.0283

**Bentsen, 2012**
Bentsen S. E. (2012) - Size matters: Preliminary results from an experimental approach to interpret Middle Stone Age hearths, *Quaternary International*, 270 : 95-102. DOI: 10.1016/j.quaint.2011.09.002

**Bentsen, 2013**
Bentsen S. E. (2013) - Controlling the heat: An experimental approach to Middle Stone Age pyrotechnology, *South African Archaeological Bulletin*, 68 : 137-145.

**Bentsen, 2014**
Bentsen S. E. (2014) - *By the Campfire: Pyrotechnology and Middle Stone Age Hearths at Sibudu Cave*, PhD dissertation, University of Witwatersrand, Johannesburg, 235 p.

**Berger *et al.*, 1982**
Berger G., Freytet P., Guernet C. et Peybernes B. (1982) - *Notice explicative - Cartes géologique de la France 1/50000, 1039, Béziers.*, BRGM, Orléans.

**Berna et Goldberg, 2008**
Berna F. et Goldberg P. (2008) - Assessing Paleolithic pyrotechnology and associated hominin behavior in Israel, *Israel Journal of Earth Sciences*, 56, 2 : 107-121. DOI: 10.1560/ijes.56.2-4.107

**Berna *et al.*, 2007**
Berna F., Behar A., Shahack-Gross R., Berg J., Boaretto E., Gilboa A., Sharon I., Shalev S., Shilstein S., Yahalom-Mack N., Zorn J. R. et Weiner S. (2007) - Sediments exposed to high temperatures: reconstructing pyrotechnological processes in Late Bronze and Iron Age Strata at Tel Dor (Israel), *Journal of Archaeological Science*, 34, 3 : 358-373. DOI: 10.1016/j.jas.2006.05.011

**Berna *et al.*, 2012**
Berna F., Goldberg P., Horwitz L. K., Brink J., Holt S., Bamford M. et Chazan M. (2012) - Microstratigraphic evidence of in situ fire in the Acheulean strata of Wonderwerk Cave, Northern Cape province, South Africa., *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 109, 20 : E1215-20. DOI: 10.1073/pnas.1117620109

**Berruti *et al.*, 2012**
Berruti F. M., Ferrante L., Briens C. L. et Berruti F. (2012) - Pyrolysis of cohesive meat and bone meal in a bubbling fluidized bed with an intermittent solid slug feeder, *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 94 : 153-162. DOI: 10.1016/j.jaap.2011.12.003

**Berstan *et al.*, 2004**
Berstan R., Dudd S. N., Copley M. S., Morgan E. D., Quye A. et Evershed R. P. (2004) - Characterisation of « bog butter » using a combination of molecular and isotopic techniques, *Analyst*, 129, 3 : 270-275. DOI: 10.1039/b313436a

**Bertran *et al.*, 2017**
Bertran P., Bordes J.-G., Todisco D. et Vallin L. (2017) - Géoarchéologie et taphonomie des vestiges archéologiques : impact des processus naturels sur les assemblages et méthodes d'analyses, *in* : Brugal J.-P. (dir.), *TaphonomieS*, Editions des Archives Contemporaines, Collection Sciences Archéologiques, Paris, p. 125-166.

**Binford, 1978a**
Binford L. R. (1978) - *Nunamiut Ethnoarchaeology*, Academic Press, New York, 509 p.

**Binford, 1978b**
Binford L. R. (1978) - Dimensional Analysis of Behavior and Site Structure : Learning from an Eskimo Hunting Stand, *Society for American Archaeology*, 43, 3 : 330-361.

**Binford, 1983**
Binford L. R. (1983) - *In Pursuit of the Past, Decoding the Archaeological Record*, Thames & Hudson, London, 256 p.

**Binford, 2001**
Binford L. R. (2001) - *Constructing frames of reference and analytical method for archaeological theory building using hunter-gatherer and environmental data sets*, University of California Press, Berkeley, 563 p.

**Blockley *et al.*, 2012**
Blockley S. P. E., Lane C. S., Hardiman M., Rasmussen S. O., Seierstad I. K., Steffensen J. P., Svensson A., Lotter A. F., Turney C. S. M. et Bronk Ramsey C. (2012) - Synchronisation of palaeoenvironmental records over the last 60,000 years, and an extended INTIMATE 1 event stratigraphy to 48,000 b2k, *Quaternary Science Reviews*, 36 : 2-10. DOI: 10.1016/j.quascirev.2011.09.017

**Bodí et al., 2012**
Bodí M. B., Doerr S. H., Cerdà A. et Mataix-Solera J. (2012) - Hydrological effects of a layer of vegetation ash on underlying wettable and water repellent soil, *Geoderma*, 191 : 14-23. DOI: 10.1016/j.geoderma.2012.01.006

**Bodu *et al.*, 2006**
Bodu P., Julien M., Valentin B. et Debout G. dir. (2006) - Un dernier hiver à Pincevent: les Magdaléniens du niveau IVO (Pincevent, La Grande Paroisse, Seine-et-Marne), *Gallia préhistoire*, 48 : 1-180. DOI: 10.3406/galip.2006.2426

**Bodu *et al.*, 2011**
Bodu P., Bignon O. et Dumarçay G. (2011) - Le gisement des Bossats à Ormesson, région de Nemours (Seine-et-Marne) : un site gravettien à faune dans le Bassin parisien, *in* : Goutas N., Klaric L., Pesesse D. et Guillermin P. (dir.), *À la recherche des identités gravettiennes : actualités, questionnements et perspectives. Actes de la table ronde d'Aix-en -Provence, 6-8 octobre 2008*, Mémoire LII de la Société préhistorique française, Paris, p. 259-272.

**Bodu *et al.*, 2013a**
Bodu P., Bon F., Teyssandier N. et Paris C. (2013) - L'Aurignacien et les faciès à pièces carénées entre Yonne et Yvelines, *in* : Bodu P., Chehmana L., Klaric L., Mevel L., Soriano S. et Teyssandier N. (dir.), *Le Paléolithique supérieur ancien de l'Europe du Nord-Ouest: réflexions et synthèses à partir d'un projet collectif de recherche sur le centre et le sud du Bassin parisien*, Mémoire LVI de la Société préhistorique française, p. 37-60.

**Bodu *et al.*, 2013b**
Bodu P., Chemanha L., Klaric L., Mevel L., Soriano S. et Teyssandier N. (2013) - *Le Paléolithique supérieur ancien de l'Europe du nord-est. Réfléxions et synthèses à partir d'un projet collectif de recherche sur le centre et le sud du Bassin parisien. Actes du colloque de Sens (15-18 avril 2009)*, Mémoire LVI de la Société préhistorique française, 516 p.

**Bodu *et al.*, 2014a**
Bodu P., Dumarçay G., Naton H.-G., Ballinger M. et Théry-Parisot I. (2014) - Un nouveau gisement solutréen en Ile-de-France, le site des Bossats à Ormesson (Seine-et-Marne), *Bulletin de la Société préhistorique Française*, 111, 2 : 225-254.

**Bodu *et al.*, 2014b**
Bodu P., Salomon H., Leroyer M., Naton H.-G., Lacarrière J. et Dessoles M. (2014) - An open-air site from the recent Middle Palaeolithic in the Paris Basin (France): Les Bossats at Ormesson (Seine-et-Marne), *Quaternary International*, 331 : 39-59. DOI: 10.1016/j.quaint.2013.10.029

**Bodu *et al.*, 2017**
Bodu P., Salomon H., Baillet M., Ballinger M., Lacarrière J., Naton H.-G. et Théry-Parisot I. (2017) - Un gisement châtelperronien de plein-air dans le Bassin parisien: Les Bossats à Ormesson (Seine-et-Marne), *Gallia préhistoire*, 57 : 3-64.

**Bodu *et al.*, sous presse**
Bodu P., Baillet M., Ballinger M., Dumarçay G., Goutas N., Julien M.-A., Lacarrière J., Legrand-Pineau A., Lejay M., Leroyer M., Lucas C., Moine O., Naton H.-G., Peschaux C., Salomon H., Stoetzel E., Suire J., Théry-Parisot I., Touzé O., Aliese F., Bocquentin F., Gueret C. et Valentin F. (sous presse) - Le gisement paléolithique multistratifié des Bossats à Ormesson (Seine-et-Marne) : Palethnographie ou pâle ethnographie ? Une synthèse des huit premières années de fouille (2009-2016), *in* : Bodu P., Montoya C. et Paris C. (dir.), *Actes du 28e congrès préhistorique de France, Session n°2 « Palethnologie du Paléolithique supérieur ancien: où en sommes nous ? », Amiens, 30 mai - 4 juin 2016*, Société préhistorique française.

**Bodu *et al.*, in prep.**
Bodu P., Montoya C. et Paris C. (in prep.) - *Palethnologie du Paléolithique supérieur ancien: où en sommes nous ?*, Actes du 28e Congrès Préhistorique de France, Session n°2, Amiens, 30 mai – 4 juin 2016, Société préhistorique française.

**Bombail, 1989**
Bombail C. (1989) - Les structures de combustion de trois niveaux du Périgordien supérieur de l'Abri du Flageolet I, Bézenac, Dordogne, *in* : Olive M. et Taborin Y. (dir.), *Nature et fonction des foyers préhistoriques, Nemours, 1987*, A. P. R. A. I. F., Nemours, France, p. 147-154.

**Bon, 2000**
Bon F. (2000) - *La question de l'unité technique et économique de l'Aurignacien: réfléxions sur la variabilité des industries lithiques à partir de l'étude comparée de trois sites des Pyrénées françaises (la Tuto de Camalhot, Régismont-le-Haut et Brassempouy)*, Thèse de Doctorat, Paris I Panthéon-Sorbonne, 425 p.

**Bon, 2002**
Bon F. (2002) - *L'Aurignacien entre Mer et Océan. Réflexion sur l'unité des phases anciennes de l'Aurignacien dans le sud de la France*, Mémoire XXIX de la Société préhistorique française, 253 p.

**Bon, 2009**
Bon F. (2009) – *Préhistoire, la fabrique de l'homme*, Editions du Seuil, Paris, France, 339 p.

**Bon, 2010**
Bon F. (2010) - Les aurignaciens et l'émergence du Paléolithique supérieur, *in* : Clottes J. (dir.), *La France préhistorique, un essai d'histoire*, Gallimard, Paris, p. 116-141.

**Bon et Mensan, 2007**
Bon F. et Mensan R. dir.(2007) - Le site de plein air de Régismont-le-Haut : une halte aurignacienne dans les plaines du Languedoc, *in* : *Qui est l'Aurignacien ?*, Colloque d'Aurignac, 20-21 septembre 2003, Éditions Musée-forum Aurignac, Cahier 3, p. 53-71.

**Bon *et al.*, sous presse**
Bon F., Mensan R., Anderson L. E., Lejay M., Alexis M., Barshay-Szmidt C., Brugal J.-P., Costamagno S., Gabucio J., Heckel C., Igreja M., Pradeau J., Quénéa K., Salomon H., Sellami F., Szmidt C., Théry-Parisot I. (sous presse) - Régismont-le-Haut, fenêtre ouverte sur l'organisation d'un campement résidentiel aurignacien, *in* : Bodu P., Montoya C. et Paris C. (dir.), *Actes du 28e congrès préhistorique de France, Session n°2 « Palethnologie du Paléolithique supérieur ancien: où en sommes nous ? », Amiens, 30 mai - 4 juin 2016*, Société préhistorique française.

**Bordes, 1968**
Bordes F. (1968) - Emplacements des tentes du périgordien supérieur évolué à Corbiac (près Bergerac), Dordogne, *Quartär*, 19 : 251-262.

**Bourgeois, 1868**
Bourgeois L. (1867) - Etude sur les silex travaillés trouvés dans les dépôts tertiaires de la Commune de Thenay, près Pontlevoy (Loir-et-Cher), *in* : *Congrès international d'Anthropologie et d'Archéologie pré-historiques, Compte rendu de la 2eme session, Paris, 1867,* Ed. Reinwald, Paris, p. 67-75.

**Braadbaart *et al.*, 2012**
Braadbaart F., Poole I., Huisman H. D. J. et van Os B. (2012) - Fuel, Fire and Heat: an experimental approach to highlight the potential of studying ash and char remains from archaeological contexts, *Journal of Archaeological Science*, 39, 4 : 836-847. DOI: 10.1016/j.jas.2011.10.009

**Bravard, 2009**
Bravard J.-P. (2009) - *La géologie. Les sciences de la Terre appliquées à l'archéologie*, Ed. Errance, Paris, France, 238 p.

**Breuil, 1931**
Breuil H. (1931) - Le feu et l'industrie lithique et osseuse à Choukoutien, *Bulletin of the Geological Society of China*, XI, 2 : 147-154.

**Brewer, 1964**
Brewer R. (1964) - *Fabric and Mineral Analysis of Soils*, Wiley, New York, 470 p.

**Briz Godino *et al.*, 2011**
Briz Godino I., Álvarez M., Balbo A., Zurro D., Madella M., Villagrán X. et French C. (2011) - Towards high-resolution shell midden archaeology: Experimental and ethnoarchaeology in Tierra del Fuego (Argentina), *Quaternary International*, 239, 1-2 : 125-134. DOI: 10.1016/j.quaint.2011.04.017

**Broca, 1870**
Broca P. (1870) - L'art de faire le feu, *Bulletins de la Société d'anthropologie de Paris*, 5 : 77-86.

**Brodard, 2013**
Brodard A. (2013) - *Caractérisation thermique de structures de combustion par les effets de la chauffe sur les minéraux : thermoluminescence et propriétés magnétiques de foyers de la grotte des Fraux (Dordogne).*, Thèse de Doctorat, Université Michel Montaigne - Bordeaux III, 481 p.

**Brodard *et al.*, 2012**
Brodard A., Guibert P., Leveque F., Mathe V., Carozza L. et Burens A. (2012) - Thermal characterization of ancient hearths from the cave of Les Fraux (Dordogne, France) by thermoluminescence and magnetic susceptibility measurements, *Quaternary Geochronology*, 10 : 353-358. DOI: doi 10.1016/j.quageo.2012.04.013

**Brodard *et al.*, 2015**
Brodard A., Lacanette-Puyo D., Guibert P., Lévêque F., Burens A. et Carozza L. (2015) - A new process of reconstructing archaeological fires from their impact on sediment: a coupled experimental and numerical approach based on the case study of hearths from the cave of Les Fraux (Dordogne, France), *Archaeological and Anthropological Sciences*, online 21 DOI: 10.1007/s12520-015-0250-7

**Brown et Brown, 2011**
Brown T. et Brown K. (2011) - *Biomolecular Archaeology : An Introduction*, Wiley-Blackwell, Chichester, UK, 312 p.

**Bullock *et al.*, 1985**
Bullock P., Fedoroff N., Jongerius A., Stoops G., Tursina T. et Babel U. (1985) - *Handbook for soil thin section description*, Waine Research Publications, Wolverhampton, 152 p.

**Buonasera, 2005**
Buonasera T. (2005) - Fatty acid analysis of prehistoric burned rocks: a case study from central California, *Journal of Archaeological Science*, 32, 6 : 957-965. DOI: 10.1016/j.jas.2005.01.012

**Buonasera *et al.*, 2015**
Buonasera T., Tremayne A. H., Darwent C. M., Eerkens J. W. et Mason O. K. (2015) - Lipid biomarkers and compound specific δ13C analysis indicate early development of a dual-economic system for the Arctic Small Tool tradition in northern Alaska, *Journal of Archaeological Science*, 61 : 129-138. DOI: 10.1016/j.jas.2015.05.011

## C

**Cabanes *et al.*, 2010**
Cabanes D., Mallol C., Expósito I. et Baena J. (2010) - Phytolith evidence for hearths and beds in the late Mousterian occupations of Esquilleu cave (Cantabria, Spain), *Journal of Archaeological Science*, 37, 11 : 2947-2957. DOI: 10.1016/j.jas.2010.07.010

**Cailleux, 1954**
Cailleux A. (1954) - Limites dimensionnelles des noms des fractions granulometriques, *Bulletin de la Société géologique française*, 4 : 643-646.

**Campbell *et al.*, 1995**
Campbell G. S., Jungbauer J. D., Bristow K. L. et Hungerford R. D. (1995) - Soil-Temperature and Water-Content Beneath a Surface Fire, *Soil Science*, 159, 6 : 363-374. DOI: 10.1097/00010694-199506000-00001

**Canti et Linford, 2000**
Canti M. G. et Linford N. (2000) - The effects of fire on archaeological soils and sediments : temperature and colour relationships, *Proceedings of the Prehistoric Society*, 66 : 385-396. DOI: doi:10.1017/s0079497x00001869

**Canti et Piearce, 2003**
Canti M. G. et Piearce T. G. (2003) - Morphology and dynamics of calcium carbonate granules produced by different earthworm species, *Pedobiologia*, 47, 5-6 : 511-521. DOI: 10.1078/0031-4056-00221

**Carrancho et Villalaín, 2011**
Carrancho Á. et Villalaín J. J. (2011) - Different mechanisms of magnetisation recorded in experimental fires: Archaeomagnetic implications, *Earth and Planetary Science Letters*, 312, 1-2 : 176-187. DOI: 10.1016/j.epsl.2011.10.006

**Cascarosa *et al.*, 2011**
Cascarosa E., Fonts I., Mesa J. M., Sánchez J. L. et Arauzo J. (2011) - Characterization of the liquid and solid products obtained from the oxidative pyrolysis of meat and bone meal in a pilot-scale fluidised bed plant, *Fuel Processing Technology*, 92, 10 : 1954-1962. DOI: 10.1016/j.fuproc.2011.05.015

**Certini, 2005**
Certini G. (2005) - Effects of fire on properties of forest soils: a review, *Oecologia*, 143, 1 : 1-10. DOI: 10.1007/s00442-004-1788-8

**Chaala et Roy, 2003**
Chaala A. et Roy C. (2003) - Recycling of meat and bone meal animal feed by vacuum pyrolysis, *Environmental Science & Technology*, 37, 19 : 4517-4522. DOI: 10.1021/es026346m

**Challinor, 2001**
Challinor J. M. (2001) - Review: The development and applications of thermally assisted hydrolysis and methylation reactions, *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 61, 1-2 : 3-34. DOI: 10.1016/s0165-2370(01)00146-2

**Chefetz *et al.*, 2000**
Chefetz B., Chen Y., Clapp C. E. et Hatcher P. G. (2000) - Characterization of Organic Matter in Soils by Thermochemolysis Using Tetramethylammonium Hydroxide (TMAH), *Soil Science Society of America Journal*, 64 : 583. DOI: 10.2136/sssaj2000.642583x

**Cheynier, 1957**
Cheynier A. (1957) - Les Gros-Monts à Nemours (Seine-et-Marne)., *in* : *XVe Congrès Préhistorique de France, Poitiers-Angoulême, 15-22 juillet 1956*, Société préhistorique française, p. 344-365.

**Cheynier, 1962**
Cheynier A. (1962) - *Le Cirque de la Patrie à Nemours (Seine-et-Marne)*, Mémoires de la Société préhistorique française, Tome VI, 195 p.

**Choy *et al.*, 2016**
Choy K., Potter B. A., McKinney H. J., Reuther J. D., Wang S. W. et Wooller M. J. (2016) - Chemical profiling of ancient hearths reveals recurrent salmon use in Ice Age Beringia, *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 113, 35 : 201606219. DOI: 10.1073/pnas.1606219113

**Christie, 2014**
Christie W. W. (2014) - *Lipid Essentials - Structures, Occurrence, Basic Biochemistry and Function*, AOCS Lipid Library, The LipidWeb, En ligne, Consulté en 2014 , Site déplacé et mis à jour en 2017. URL : http://www.lipidhome.co.uk/lipids/lipids.html

**Cliquet *et al.*, 1989**
Cliquet D., Dumont J.-L., Dupont J.-P., Fosse G., Jouis M., Lanoë B., Manté C., Morel J., Quillard J., Thiébault S. et Vilgrain G. (1989) - Approches d'une étude comparative des matières organiques de foyers préhistoriques et de foyers expérimentaux, *in* : Olive M. et Taborin Y. (dir.), *Nature et fonction des foyers préhistoriques, Nemours, 1987*, A. P. R. A. I. F., Nemours, France, p. 29-36.

**Clottes, 2010**
Clottes J. (2010) - *La France préhistorique, un essai d'histoire*, Gallimard, Paris, 576 p.

**Conard, 2009**
Conard N. J. (2009) - A female figurine from the basal Aurignacian of Hohle Fels Cave in southwestern Germany, *Nature*, 459, 7244 : 248-252. DOI: 10.1038/nature07995

**Conard et Bolus, 2003**
Conard N. J. et Bolus M. (2003) - Radiocarbon dating the appearance of modern humans and timing of cultural innovations in Europe: New results and new challenges, *Journal of Human Evolution*, 44, 3 : 331-371. DOI: 10.1016/s0047-2484(02)00202-6

**Connet *et al.*, 1992**
Connet N., Krier V., Lhomme V. et Bodu P. (1992) - Le gisement Gravettien de Chamvres (Yonne) : premiers résultats, *Revue archéologique de l'Est*, 43, 2 : 207-223.

**Connet *et al.*, 2004**
Connet N., Lhomme V., Chaussé C. et Bemilli C. (2004) - Le Chemin de l'Evangile 3 à Gron (Yonne) : unne occupation du Paléolithique supérieur ancien dans la vallée de l'Yonne, *Bulletin de la Société préhistorique française*, 101, 1 : 27-44.

**Cooper et Bray, 1963**
Cooper J. et Bray E. (1963) - A postulated role of fatty acids in petroleum formation, *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 27 : 1113-1127.

**Costa *et al.*, 2016**
Costa M. S., Rego A., Ramos V., Afonso T. B., Freitas S., Preto M., Lopes V., Vasconcelos V., Magalhães C. et Leão P. N. (2016) - The conifer biomarkers dehydroabietic and abietic acids are widespread in Cyanobacteria, *Scientific Reports*, 6, November 2015 : 23436. DOI: 10.1038/srep23436

**Costamagno *et al.*, 2009**
Costamagno S., Théry-Parisot I., Castel J.-C. et Brugal J.-P. (2009) - Combustible ou non? Analyse multifactorielle et modèles explicatifs sur des ossements brûlés paléolithiques, *in* : Théry-Parisot I., Costamagno S. et Henry A. (dir.), *Gestion des combustibles au Paléolithique et au Mésolithique / Fuel Management during the Palaeolithic and Mesolithic Periods: nouveaux outils, nouvelles interprétations / New tools, new interpretations, Proceedings of the XV World Congress UISPP (Lisbon)*, BAR International Series 1914, Oxford : Archaeopress, p. 47-60.

**Costamagno *et al.*, 2010**
Costamagno S., Théry-parisot I., Kuntz D., Bon F. et Mensan R. (2010) - Impact taphonomique d'une combustion prolongée sur des ossements utilisés comme combustible, *P@lethnologie*, 2 : 173-187.

**Couchoud, 2003**
Couchoud I. (2003) - Processus géologiques de formation du site moustérien du Roc de Marsal (Dordogne, France), *PALEO*, 15 : 51-68.

**Coudret et al., 1989**
Coudret P., Larrière M. et Valentin B. (1989) - Comparer les foyers : une entreprise difficile, *in* : Olive M. et Taborin Y. (dir.), *Nature et fonction des foyers préhistoriques, Nemours, 1987*, A. P. R. A. I. F., Nemours, France, p. 37-45.

**Courty, 1982**
Courty M. A. (1982) - *Etude géologique de sites archéologiques holocènes. Définition des processus sédimentaires et post-sédimentaires ; caractérisation de l'impact anthropique. Essai de méthodologie*, Thèse de 3e cycle, Université de Bordeaux 1, 314 p.

**Courty, 1983**
Courty M. A. (1983) - Interprétation des aires de combustion par la micromorphologie, *Bulletin de la Société préhistorique française*, 80, 6 : 169-171.

**Courty, 1984**
Courty M. A. (1984) - II . - Etude micromorphologique d'un échantillon de l'ensemble 7- 4 (Aurignacien) de Puyjarrigue 2 (Brive , Corrèze), *Revue archéologique du Centre de la France*, 23, 1 : 32-35.

**Courty, 2001**
Courty M. A. (2001) - Microfacies analysis assisting archaeological stratigraphy, *in* : Goldberg P., Holliday V. T. et Ferring C. R. (dir.), *Earth Sciences and Archaeology*, Kluwer Academic Publishers, New York, p. 205-239.

**Courty, 2012**
Courty M. A. (2012) - Transformation pédologique des produits de combustion : approche expérimentale, *Etude et Gestion des Sols*, 19, 1 : 41-50.

**Courty et Fedoroff, 2002**
Courty M. A. et Fedoroff N. (2002) - Micromorphologie des sols et sédiments archéologiques, *in :* Miskovsky J.-C. (dir.), *Géologie de la Préhistoire*, Géopré, Paris, p. 511-554.

**Courty *et al.*, 1989**
Courty M. A., Goldberg P. et Macphail R. I. (1989) - *Soils and micromorphology in archaeology*, Cambridge University Press, 344 p.

**Craig *et al.*, 2012**
Craig O. E., Allen R. B., Thompson A., Stevens R. E., Steele V. J. et Heron C. (2012) - Distinguishing wild ruminant lipids by gas chromatography/combustion/isotope ratio mass spectrometry, *Rapid communications in mass spectrometry : RCM*, 26, 19 : 2359-64. DOI: 10.1002/rcm.6349

**Cranwell, 1981**
Cranwell P. A. (1981) - Diagenesis of free and bound lipids in terrestrial detritus deposited in a lacustrine sediment, *Organic Geochemistry*, 3, 3 : 79-89. DOI: 10.1016/0146-6380(81)90002-4

**Cuvelier *et al.*, 2004**
Cuvelier C., Cabaraux J. F., Dufrasne I., Hornick J. L. et Istasse L. (2004) - Acides gras: Nomenclature et sources alimentaires, *Annales de Medecine Veterinaire*, 148, 3 : 133-140.

## D

**Dalrymple, 1958**
Dalrymple J. (1958) - The application of soil micromorphology to fossil soils and other deposits from archaeological sites, *Journal of Soil Science*, 9, 2 : 199-210.

**Darboux et Algayer, 2013**
Darboux F. et Algayer B. (2013) - Croutes de battance, ruissellement et érosion hydrique, *in* : Baize D., Duval O. et Richard G. (dir.), *Les sols et leurs structures. Observations à différentes échelles*, Ed. Quae, Versailles, p. 141-153.

**David et Kramer, 2001**
David N. et Kramer C. (2001) - *Ethnoarchaeology in action*, Cambridge world archaeology, Cambridge University Press, New York, 476 p.

**Deb-Choudhury *et al.*, 2014**
Deb-Choudhury S., Haines S., Harland D., Clerens S., Van Koten C. et Dyer J. (2014) - Effect of cooking on meat proteins: Mapping hydrothermal protein modification as a potential indicator of bioavailability, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 62, 32 : 8187-8196. DOI: 10.1021/jf502668w

**DeBano, 2000**
DeBano L. . (2000) - The role of fire and soil heating on water repellency in wildland environments: a review, *Journal of Hydrology*, 231-232 : 195-206. DOI: 10.1016/s0022-1694(00)00194-3

**DeBano *et al.*, 1998**
DeBano L. F., Neary D. G. et Ffolliott P. F. (1998) - *Fire's effects on ecosystems*, J. Wiley, New York, 333 p.

**Delagnes *et al.*, 2016**
Delagnes A., Schmidt P., Douze K., Wurz S., Bellot-Gurlet L., Conard N. J., Nickel K. G., Van Niekerk K. L. et Henshilwood C. S. (2016) - Early evidence for the extensive heat treatment of silcrete in the Howiesons Poort at Klipdrift Shelter (Layer PBD, 65 ka), South Africa, *PLoS ONE*, 11, 10 DOI: 10.1371/journal.pone.0163874

**De la Rosa *et al.*, 2012**
De la Rosa J. M., Faria S. R., Varela M. E., Knicker H., González-Vila F. J., González-Pérez J. A. et Keizer J. (2012) - Characterization of wildfire effects on soil organic matter using analytical pyrolysis, *Geoderma*, 191 : 24-30. DOI: 10.1016/j.geoderma.2012.01.032

**Delhon, 2010**
Delhon C. (2010) - Phytolithes et taphonomie, apport de l'expérimentation à la quantification des phytolithes dans les cendres de bois, *P@lethnologie*, 2 : 97-107.

**Delporte, 1968**
Delporte H. (1968) - I. Étude générale, industrie et statuette, *Gallia préhistoire*, 11, 1 : 1-112. DOI: 10.3406/galip.1968.1307

**Del Rio *et al.*, 1998**
Del Rio J. C., McKinney D. E., Knicker H., Nanny M. A., Minard R. D. et Hatcher P. G. (1998) - Structural characterization of bio- and geo-macromolecules by off-line thermochemolysis with tetramethylammonium hydroxide, *Journal of Chromatography A*, 823, 1-2 : 433-448. DOI: 10.1016/s0021-9673(98)00268-4

**Denizot, 1970**
Denizot G. (1970) - *Notice explicative - Cartes géologique de la France 1/50000, XXIV-17, Fontainebleau*, BRGM, Orléans.

**Derenne et Quénéa, 2015**
Derenne S. et Quénéa K. (2015) - Analytical pyrolysis as a tool to probe soil organic matter, *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 111, december 2014 : 108-120. DOI: 10.1016/j.jaap.2014.12.001

**Dibble *et al.*, 2017**
Dibble H. L., Abodolahzadeh A., Aldeias V., Goldberg P., McPherron S. P. et Sandgathe D. M. (2017) - How Did Hominins Adapt to Ice Age Europe without Fire?, *Current Anthropology*, 58, suppl. 16 : S278-S287. DOI: 10.1086/692628

**Digan *et al.*, 2008**
Digan M., Rué M. et Floss H. (2008) - Le Gravettien entre Saône et Loire : bilan et apports récents, *PALEO*, 20 : 59-72.

**Djindjian, 2013**
Djindjian F. (2013) - Les structures d'habitat du Gravettien en Europe, *in* : Otte M. (dir.), *Les Gravettiens*, Ed. Errance, Paris, p. 163-189.

**Dubois, 2011**
Dubois S. (2011) - *Emergence et développement de l'archéologie préhistorique en Midi toulousain entre XIXe et XXe siècle*, Thèse de Doctorat, Université de Toulouse 2-Le Mirail, 336 p.

**Dudd *et al.*, 1998**
Dudd S. N., Regert M. et Evershed R. P. (1998) - Assessing microbial lipid contributions during laboratory degradations of fats and oils and pure triacylglycerols absorbed in ceramic potsherds, *Organic Geochemistry*, 29, 5-7 : 1345-1354. DOI: 10.1016/s0146-6380(98)00093-x

**Dudd *et al.*, 1999**
Dudd S. N., Evershed R. P. et Gibson A. M. (1999) - Evidence for Varying Patterns of Exploitation of Animal Products in Different Prehistoric Pottery Traditions Based on Lipids Preserved in Surface and Absorbed Residues, *Journal of Archaeological Science*, 26, 12 : 1473-1482. DOI: 10.1006/jasc.1998.0434

**Dumarçay *et al.*, 2008**
Dumarçay G., Lucquin A. et March R. J. (2008) - Cooking and firing on heated sandstone: an experimental approach by SEM, *in* : Longo L. et Skakun N (dir.), *Prehistoric technology 40 years later : functional studies and the Russian legacy*, Proceedings of the International Congress Verona (Italy) 20-23 April 2005, BAR Intenational Series 1783, p. 345-354.

**Dunham, 1962**
Dunham R. J. (1962) - Classification of carbonate rocks according to depositional texture., *in* : Ham W. E. (dir.), *Classification of carbonate rocks - A Symposium*, American Association of Petroleum Geologists Memoir, p. 108-121.

**Durand *et al.*, 2010**
Durand N., Curtis Monger H. et Canti M. G. (2010) - Calcium Carbonate Features, *in* : Stoops G., Marcelino V. et Mees F. (dir.), *Interpretation of Micromorphological Features of Soils and Regoliths*, Elsevier Science, p. 149-194.

## E

**Eckmeier et Wiesenberg, 2009**
Eckmeier E. et Wiesenberg G. L. B. (2009) - Short-chain n-alkanes (C16-20) in ancient soil are useful molecular markers for prehistoric biomass burning, *Journal of Archaeological Science*, 36, 7 : 1590-1596. DOI: 10.1016/j.jas.2009.03.021

**Eerkens, 2005**
Eerkens J. W. (2005) - GC–MS Analysis and Fatty Acid Ratios of Archaeological Potsherds from the Western Great Basin of North America, *Archaeometry*, 47, 1 : 83-102.

**Eerkens, 2007**
Eerkens J. W. (2007) - Organic residue analysis and the decomposition of fatty acids in ancient potsherds, *in* : Barnard H. et Eerkens J. W. (dir.), *Theory and Practice of Archaeological Residue Analysis*, BAR Intenational Series 1650, p. 90-98.

**Eglinton et Calvin, 1967**
Eglinton G. et Calvin M. (1967) - Chemical fossils, *Scientific American*, 216, 1 : 32-43.

**Eglinton *et al.*, 1962**
Eglinton G., Gonzalez A. G., Hamilton R. J. et Raphael R. A. (1962) - Hydrocarbon Constituents of the Wax Coatings of Plant Leaves : a Taxonomic Survey, *Phytochemistry*, 1 : 89-102.

**Eglinton *et al.*, 1991**
Eglinton G., Logan G. A., Ambler R. P., Boon J. J. et Perizonius W. R. K. (1991) - Molecular Preservation [and Discussion], *Philosophical transactions of the Royal Society of London. Series B, Biological sciences*, 333 : 315-328. DOI: 10.1098/rstb.1991.0081

**Evershed, 1993**
Evershed R. P. (1993) - Biomolecular archaeology and lipids., *World archaeology*, 25, 1 : 74-93. DOI: 10.1080/00438243.1993.9980229

**Evershed, 2008**
Evershed R. P. (2008) - Organic Residue Analysis in Archaeology: the Archaeological Biomarker Revolution, *Archaeometry*, 50, 6 : 895-924. DOI: 10.1111/j.1475-4754.2008.00446.x

**Evershed et Tuross, 1996**
Evershed R. P. et Tuross N. (1996) - Proteinaceous material from potsherds and associated soils, *Journal of Archaeological Science*, : 429-436.

**Evershed *et al.*, 1995**
Evershed R. P., Stott A. W., Raven A., Dudd S. N., Charters S. et Leyden A. (1995) - Formation of long-chain ketones in ancient pottery vessels by pyrolysis of acyl lipids, *Tetrahedron Letters*, 36, 48 : 8875-8878. DOI: 10.1016/0040-4039(95)01844-8

**Evershed *et al.*, 1999**
Evershed R. P., Dudd S. N., Charters S., Mottram H., Stott A. W., Raven A., Bergen P. F. Van, Bland H. A., Jones M. et Bada J. (1999) - Lipids as Carriers of Anthropogenic Signals from Prehistory [and Discussion], *Philosophical transactions: Biological sciences*, 354, 1379 : 19-31.

**Evershed *et al.*, 2001**
Evershed R. P., Dudd S. N., Lockheart M. J. et Jim S. (2001) - Lipids in archaeology, *in* : Brothwell D. R. et Pollard A. M. (dir.), *Handbook of Archaeological Sciences*, Wiley, Chichester, UK, p. 331-349.

**Evershed *et al.*, 2002**
Evershed R. P., Dudd S. N., Copley M. S., Berstan R., Stott A. W., Mottram H., Buckley S. A. et Crossman Z. (2002) - Chemistry of Archaeological Animal Fats, *Accounts of Chemical Research*, 35, 8 : 660-668. DOI: 10.1021/ar000200f

## F

**Fedoroff, 1986**
Fedoroff N. (1986) - Un plaidoyer en faveur de la paléopédologie, *Bulletin de l'Association française pour l'étude du Quaternaire*, 23, 3 : 195-204. DOI: 10.3406/quate.1986.1815

**Fenn *et al.*, 1976**
Fenn D. B., Jay Gogue G. et Burge R. E. (1976) - Effects of campfire on soil properties, *Ecological services bulletin*, 5 : 1-16.

**Fernández *et al.*, 2013**
Fernández J., Vergès J. M. et Allué E. (2013) - Estudio de los procesos postdeposicionales en hogares. Una propuesta experimental en fuegos simples al aire libre y en abrigo, *Quadern de Prehistória Catalana*, 21 : 39-63.

**Fernández Peris *et al.*, 2005**
Fernández Peris J., Soler Mayor B., Sanchis Serra A., Verdasco Cebrian C. et Blasco R. (2005) - Proyecto experimental para el estudio de los restos de combustion de la Cova del Bolomor (la Valldigna, Valencia), *in* : Ramos Sainz M. L., Gonzalez Urquijo J. E. et Baena Preysler J. (dir.), *Arqueologia experimental de la península iberica*, p. 183-201.

**Fernández Peris *et al.*, 2012**
Fernández Peris J., González V. B., Blasco R., Cuartero F., Fluck H., Sañudo P. et Verdasco C. (2012) - The earliest evidence of hearths in Southern Europe: The case of Bolomor Cave (Valencia, Spain), *Quaternary International*, 247, 1 : 267-277. DOI: 10.1016/j.quaint.2010.10.014

**Ferrier *et al.*, 2014**
Ferrier C., Debard É., Kervazo B., Brodard A., Guibert P., Baffier D., Feruglio V. et Gély B. (2014) - Les parois chauffées de la grotte Chauvet-Pont d'Arc (Ardèche, France): caractérisation et chronologie, *PALEO*, 25 : 59-78.

**Fiorentino et D'Oronzo, 2010**
Fiorentino G. et D'Oronzo C. (2010) - Une approche archéobotanique et expérimentale pour identifier des épisodes de feu successifs dans des structures foyères sur le Sanctuaire d'Apollon à Hierapolis (Turquie), *P@lethnologie*, 2 : 59-68.

**Fitzpatrick, 1984**
Fitzpatrick E. A. (1984) - *Micromorphology of Soils*, Chapman and Hall, London, 433 p.

**Floss *et al.*, 2013**
Floss H., Dutkiewicz E., Frick J. et Hoyer C. (2013) - Le paléolithique supérieur ancien de Bourgogne du sud, *in* : Bodu P., Chemanha L., Klaric L., Mevel L., Soriano S. et Teyssandier N. (dir.), *Le Paléolithique supérieur ancien de l'Europe du Nord-Ouest: réflexions et synthèses à partir d'un projet collectif de recherche sur le centre et le sud du Bassin parisien*, Mémoire LVI de la Société préhistorique française, p. 331-350.

**Foucher *et al.*, 2000**
Foucher P., Wattez J., Gebhardt A. et Musch J. (2000) - Les structures de combustion mésolithiques de la Pierre Saint-Louis (Geay, Charente-Maritime), *PALEO*, 12 : 165-200. DOI: 10.3406/pal.2000.1601

**Frere-Sautot, 2003**
Frere-Sautot M.-C. dir. (2003) - *Le Feu domestique et ses structures au Néolithique et aux Ages des Métaux*, Actes du colloque de Bourg-en-Bresse et Beaune, 7 et 8 octobre 2000, Monique Mergoil, Montagnac, p. 560.

**Friesem *et al.*, 2014**
Friesem D. E., Zaidner Y. et Shahack-Gross R. (2014) - Formation processes and combustion features at the lower layers of the middle palaeolithic open-air site of Nesher Ramla, Israel, *Quaternary International*, 331 : 128-138. DOI: 10.1016/j.quaint.2013.03.023

**Friesem, 2016**
Friesem D. E. (2016) - Geo-ethnoarchaeology in action, *Journal of Archaeological Science*, 70 : 145-157. DOI: 10.1016/j.jas.2016.05.004

**Friesem *et al.*, 2017**
Friesem D. E., Lavi N., Madella M., Boaretto E., Ajithparsad P. et French C. (2017) - The formation of fire residues associated with hunter-gatherers in humid tropical environments: A geo-ethnoarchaeological perspective, *Quaternary Science Reviews*, 171 : 85-99. DOI: 10.1016/j.quascirev.2017.07.002

## G

**Gallay, 2011**
Gallay A. (2011) - *Pour une ethnoarchéologie théorique, mérites et limites de l'analogie ethnographique*, Collection des Hespérides, Éd. Errance, Paris, 388 p.

**Gallois *et al.*, 2007**
Gallois N., Templier J. et Derenne S. (2007) - Pyrolysis-gas chromatography-mass spectrometry of the 20 protein amino acids in the presence of TMAH, *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 80, 1 : 216-230. DOI: 10.1016/j.jaap.2007.02.010

**Gallois *et al.*, 2010**
Gallois N., Templier J. et Derenne S. (2010) - Limitations in interpreting TMAH thermochemolysis of natural organic matter via consideration of glycine and alanine derivatives, *Organic Geochemistry*, 41, 12 : 1338-1340. DOI: 10.1016/j.orggeochem.2010.05.018

**Garton *et al.*, 1971**
Garton G. A., Duncan W. R. H. et Mcewan E. H. (1971) - Composition of Adipose Tissue Triglycerides of Elk (Cervus-Canadensis), Caribou (Rangifer-Tarandus-Groenlandicus), Moose (Alces-Alces), and White Tailed Deer (Odocoileus-Virginianus), *Canadian Journal of Zoology*, 49, 8 : 1159-1162.

**Gascó, 1985**
Gascó J. (1985) - *Les installations du quotidien: structures domestiques en Languedoc du Mésolithique a l'âge du Bronze d'après l'étude des abris de Font-Juvénal et du Roc-de-Dourgne dans l'Aude*, Documents d'archéologie française n° 1, Ed. de la Maison des Sciences de l'Homme, Paris, 140 p.

**Gascó, 2002**
Gascó J. (2002) - Structures de combustion et préparation des végétaux de la Préhistoire récente et de la Protohistoire en France méditerranéenne, *Civilisations*, 49, 2002, En ligne, consulté le 4 janvier 2011, URL: http://journals.openedition.org/civilisations/1810

**Gascó, 2003**
Gascó J. (2003) - Contribution pour une proposition de vocabulaire des structures de combustion, *in* : Frere-Sautot M.-C. (dir.), *Le Feu domestique et ses structures au Néolithique et aux Ages des Métaux*, *Actes du colloque de Bourg-en-Bresse et Beaune, 7 et 8 octobre 2000*, Monique Mergoil, Montagnac, p. 109-112.

**Gascó et Muller-Pelletier, 2007**
Gascó J. et Muller-Pelletier C. (2007) - L'étude des foyers de la Préhistoire : historique, modalités, variantes et perspectives nouvelles, *in* : Évin J. (dir.), *Un siècle de construction du discours scientifique en Préhistoire, Actes du 26e Congrès Préhistorique de France, Avignon, 21-25 sept. 2004*, Société préhistorique française, p. 323-339.

**Gerbe, 2010**
Gerbe M. (2010) - L'action des agents atmosphériques (weathering) sur des ossements brûlés: approche expérimentale, *P@lethnologie*, 2 : 189-201.

**Gibson, 1968**
Gibson D. T. (1968) - Microbial Degradation of Aromatic Compounds, *Science*, 161, 3846 : 1093-1097.

**Gimeno-García *et al.*, 2004**
Gimeno-García E., Andreu V. et Rubio J. . (2004) - Spatial patterns of soil temperatures during experimental fires, *Geoderma*, 118, 1-2 : 17-38. DOI: 10.1016/s0016-7061(03)00167-8

**Glaser *et al.*, 1998**
Glaser B., Haumaier L., Guggenberger G. et Zech W. (1998) - Black carbon in soils: The use of benzenecarboxylic acids as specific markers, *Organic Geochemistry*, 29, 4 : 811-819. DOI: 10.1016/s0146-6380(98)00194-6

**Gobat et Le Bayon, 2013**
Gobat J.-M. et Le Bayon C. (2013) - Structures des sols et êtres vivants, *in* : Baize D., Duval O. et Richard G. (dir.), *Les sols et leurs structures. Observations à différentes échelles*, Ed. Quae, Versailles, p. 39-62.

**Goldberg, 1979**
Goldberg P. (1979) - Micromorphology of Pech-de-l' Azé II Sediments, *Journal of Archaeological Science*, 6 : 17-47.

**Goldberg, 1980**
Goldberg P. (1980) - Micromorphology in Archaeology and Prehistory, *Paléorient*, 6, 1 : 159-164. DOI: 10.3406/paleo.1980.4265

**Goldberg et Aldeias, 2016**
Goldberg P. et Aldeias V. (2016) - Why does (archaeological) micromorphology have such little traction in (geo)archaeology?, *Archaeological and Anthropological Sciences*, Online. DOI: 10.1007/s12520-016-0353-9

**Goldberg et Berna, 2010**
Goldberg P. et Berna F. (2010) - Micromorphology and context, *Quaternary International*, 214, 1-2 : 56-62. DOI: 10.1016/j.quaint.2009.10.023

**Goldberg et Macphail, 2006**
Goldberg P. et Macphail R. I. (2006) - *Practical and Theoritical Geoarchaeology*, Wiley-Blackwell, 479 p.

**Goldberg *et al.*, 2009**
Goldberg P., Miller C. E., Schiegl S., Ligouis B., Berna F., Conard N. J. et Wadley L. (2009) - Bedding, hearths, and site maintenance in the Middle Stone Age of Sibudu Cave, KwaZulu-Natal, South Africa, *Archaeological and Anthropological Sciences*, 1, 2 : 95-122. DOI: 10.1007/s12520-009-0008-1

**Goldberg *et al.*, 2012**
Goldberg P., Dibble H., Berna F., Sandgathe D. M., McPherron S. J. P. et Turq A. (2012) - New evidence on Neandertal use of fire: Examples from Roc de Marsal and Pech de l'Azé IV, *Quaternary International*, 247 : 325-340. DOI: 10.1016/j.quaint.2010.11.015

**Goldberg *et al.*, 2017**
Goldberg P., Miller C. E. et Mentzer S. M. (2017) - Recognizing Fire in the Paleolithic Archaeological Record, *Current Anthropology*, 58, suppl. 16 : S175-S190. DOI: 10.1086/692729

**González-Pérez *et al.*, 2004**
González-Pérez J. A., González-Vila F. J., Almendros G. et Knicker H. (2004) - The effect of fire on soil organic matter-a review, *Environment International*, 30, 6 : 855-70. DOI: 10.1016/j.envint.2004.02.003

**Goutas, 2004**
Goutas N. (2004) - *Caractérisation et évolution du Gravettien en France par l'approche techno-économique des industries en matières dures animales : étude de six gisements du sud-ouest*, Thèse de Doctorat, Paris I Panthéon-Sorbonne, 680 p.

**Goutas, 2013**
Goutas N. (2013) - Nouvelles données sur l'industrie osseuse des grottes du Renne et du Trilobite à Arcy-sur-Cure (Yonne, France): vers l'identification de nouveaux marqueurs techniques et culturels du Gravettien moyen à burins du Raysse, *in* : Bodu P., Chehmana L., Klaric L., Mevel L., Soriano S. et Teyssandier N. (dir.), *Le Paléolithique supérieur ancien de l'Europe du Nord-Ouest: réflexions et synthèses à partir d'un projet collectif de recherche sur le centre et le sud du Bassin parisien*, Mémoire LVI de la Société préhistorique française, p. 89-116.

**Grenacher et Guerin, 1994**
Grenacher S. et Guerin P. M. (1994) - Inadvertent introduction of squalene, cholesterol, and other skin products into a sample, *Journal of Chemical Ecology*, 20, 11 : 3017-3025. DOI: 10.1007/bf02098406

**Grosjean et Logan, 2007**
Grosjean E. et Logan G. A. (2007) - Incorporation of organic contaminants into geochemical samples and an assessment of potential sources: Examples from Geoscience Australia marine survey S282, *Organic Geochemistry*, 38, 6 : 853-869. DOI: 10.1016/j.orggeochem.2006.12.013

**Grünberg, 2002**
Grünberg J. M. (2002) - Middle Palaeolithic birch-bark pitch, *Antiquity,* 76 : 15-16.

**Guilloré, 1980**
Guilloré P. (1980) - Méthode de fabrication mécanique et en série des lames minces de sol., *Document INA P-G*, : 22 p.

**Gur-Arieh *et al.*, 2013**
Gur-Arieh S., Mintz E., Boaretto E. et Shahack-Gross R. (2013) - An ethnoarchaeological study of cooking installations in rural Uzbekistan: development of a new method for identification of fuel sources, *Journal of Archaeological Science*, 40, 12 : 4331-4347. DOI: 10.1016/j.jas.2013.06.001

## H

**Hanson et Cain, 2007**
Hanson M. et Cain C. R. (2007) - Examining histology to identify burned bone, *Journal of Archaeological Science*, 34, 11 : 1902-1913. DOI: 10.1016/j.jas.2007.01.009

**Harris *et al.*, 2001**
Harris D., Horwáth W. R. et van Kessel C. (2001) - Acid fumigation of soils to remove carbonates prior to total organic carbon or carbon-13 isotopic analysis, *Soil Science Society of America Journal*, 65, 6 : 1853. DOI: 10.2136/sssaj2001.1853

**Harwood et Russell, 1984**
Harwood J. L. et Russell N. J. (1984) - *Lipids in plants and microbes*, Allen & Unwin, London, UK, 169 p.

**Henry et Théry-Parisot, 2014**
Henry A. et Théry-Parisot I. (2014) - From Evenk campfires to prehistoric hearths: charcoal analysis as a tool for identifying the use of rotten wood as fuel, *Journal of Archaeological Science*, 52 : 321-336. DOI: 10.1016/j.jas.2014.09.005

**Hérisson, 2012**
Hérisson D. (2012) - *Etude des comportements des premiers Nénadertaliens du Nord de la France. Les occupations saaliennes des gisements de Biache-Saint-Vaast et de Therdonne*, Thèse de Doctorat, Université Lille III, 540 p.

**Hérisson *et al.*, 2013**
Hérisson D., Locht J. L., Auguste P. et Tuffreau A. (2013) - Néandertal et le feu au Paléolithique moyen ancien. Tour d'horizon des traces de son utilisation dans le Nord de la France, L'*Anthropologie*, 117, 5 : 541-578. DOI: 10.1016/j.anthro.2013.10.002

**Heron et Evershed, 1993**
Heron C. et Evershed R. P. (1993) - The Analysis of Organic Residues and the Study of Pottery Use, *Archaeological Method and Theory*, 5 : 247-284.

**Heron *et al.*, 1991**
Heron C., Evershed R. P. et Goad L. J. (1991) - Effects of migration of soil lipids on organic residues associated with buried potsherds, *Journal of Archaeological Science*, 18, 6 : 641-659. DOI: 10.1016/0305-4403(91)90027-m

**Heron *et al.*, 2010**
Heron C., Nilsen G., Stern B., Craig O. et Nordby C. (2010) - Application of lipid biomarker analysis to evaluate the function of 'slab-lined pits' in Arctic Norway, *Journal of Archaeological Science*, 37, 9 : 2188-2197. DOI: 10.1016/j.jas.2010.03.016

**Hinguant et Monnier, 2013**
Hinguant S. et Monnier J.-L. (2013) - Le Paléolithique supérieur ancien dans le massif armoricain: un état de la question, *in* : Bodu P., Chemanha L., Klaric L., Mevel L., Soriano S. et Teyssandier N. (dir.), *Le Paléolithique supérieur ancien de l'Europe du Nord-Ouest: réflexions et synthèses à partir d'un projet collectif de recherche sur le centre et le sud du Bassin parisien*, Mémoire LVI de la Société préhistorique française, p. 229-230.

**Huang et Meinschein, 1976**
Huang W.-Y. et Meinschein W. G. (1976) - Sterols as source indicators of organic materials in sediments, *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 40, 3 : 323-330. DOI: 10.1016/0016-7037(76)90210-6

**Huisman *et al.*, 2012**
Huisman D. J., Braadbaart F., van Wijk I. M. et van Os B. J. H. (2012) - Ashes to ashes, charcoal to dust: micromorphological evidence for ash-induced disintegration of charcoal in Early Neolithic (LBK) soil features in Elsloo (The Netherlands), *Journal of Archaeological Science*, 39, 4 : 994-1004. DOI: 10.1016/j.jas.2011.11.019

## J

**Jaillard *et al.*, 1991**
Jaillard B., Guyon A. et Maurin A. F. (1991) - Structure and Composition of Calcified Roots, and Their Identification in Calcareous Soils, *Geoderma*, 50, 3 : 197-210. DOI: 10.1016/0016-7061(91)90034-q

**Julien, 1984**
Julien M. (1984) - L'usage du feu a Pincevent, *in* : Berke H., Hahn J. et Kind C.-J. (dir.), *Jungpalaolithische Siedlungsstrukturen in Europa/Upper Palaeolithic Settlement Patterns in Europe/Structures d'Habitat du Paleolithique Superieur en Europe*, Urgeshishtliche Materialhefte 6, p. 161-180.

**Julien et Karlin, 2014**
Julien M. et Karlin C. dir. (2014) - *Un automne à Pincevent - Le campement magdalénien du niveau IV20*, Société préhistorique française, Mémoire 57, Paris, 639 p.

**Julien *et al.*, 1987**
Julien M., Karlin C. et Bodu P. (1987) - Pincevent : où en est le modèle théorique aujourd'hui ?, *Bulletin de la Société préhistorique française*, 84, 10 : 335-342. DOI: 10.3406/bspf.1987.9847

## K

**Kaal *et al.*, 2008a**
Kaal J., Martínez Cortizas A., Eckmeier E., Costa Casais M., Santos Estévez M. et Criado Boado F. (2008) - Holocene fire history of black colluvial soils revealed by pyrolysis-GC/MS: a case study from Campo Lameiro (NW Spain), *Journal of Archaeological Science*, 35, 8 : 2133-2143. DOI: 10.1016/j.jas.2008.01.013

**Kaal *et al.*, 2008b**
Kaal J., Brodowski S., Baldock J. a., Nierop K. G. J. et Cortizas A. M. (2008) - Characterisation of aged black carbon using pyrolysis-GC/MS, thermally assisted hydrolysis and methylation (THM), direct and cross-polarisation 13C nuclear magnetic resonance (DP/CP NMR) and the benzenepolycarboxylic acid (BPCA) method, *Organic Geochemistry*, 39, 10 : 1415-1426. DOI: 10.1016/j.orggeochem.2008.06.011

**Kaal *et al.*, 2009**
Kaal J., Martínez Cortizas A. et Nierop K. G. J. (2009) - Characterisation of aged charcoal using a coil probe pyrolysis-GC/MS method optimised for black carbon, *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 85, 1-2 : 408-416. DOI: 10.1016/j.jaap.2008.11.007

**Kaal *et al.*, 2016**
Kaal J., López-Costas O. et Martínez Cortizas A. (2016) - Diagenetic effects on pyrolysis fingerprints of extracted collagen in archaeological human bones from NW Spain, as determined by pyrolysis-GC-MS, *Journal of Archaeological Science*, 65 : 1-10. DOI: 10.1016/j.jas.2015.11.001

**Kanthilatha *et al.*, 2014**
Kanthilatha N., Boyd W., Dowell A., Mann A., Chang N., Wohlmuth H. et Parr J. (2014) - Identification of preserved fatty acids in archaeological floor sediments from prehistoric sites at Ban Non Wat and Nong Hua Raet in northeast Thailand using gas chromatography, *Journal of Archaeological Science*, 46 : 353-362. DOI: 10.1016/j.jas.2014.03.033

**Karkanas, 2010**
Karkanas P. (2010) - Geology, stratigraphy and site formation processes in the Upper Paleolithic and later sequence in Klissoura Cave 1, *Eurasian Prehistory*, 7, 2 : 15-36.

**Karkanas *et al.*, 2004**
Karkanas P., Koumouzelis M., Kozlowski J. K., Sitlivy V., Sobczyk K., Berna F. et Weiner S. (2004) - The earliest evidence for clay hearths: Aurignacian features in Klisoura Cave 1, southern Greece, *Antiquity*, 78, 301 : 513-525. DOI: 10.1017/s0003598x00113195

**Karkanas *et al.*, 2007**
Karkanas P., Shahack-Gross R., Ayalon A., Bar-Matthews M., Barkai R., Frumkin A., Gopher A. et Stiner M. C. (2007) - Evidence for habitual use of fire at the end of the Lower Paleolithic: Site-formation processes at Qesem Cave, Israel, *Journal of Human Evolution*, 53, 2 : 197-212. DOI: 10.1016/j.jhevol.2007.04.002

**Karkanas *et al.*, 2015**
Karkanas P., Brown K. S., Fisher E. C., Jacobs Z. et Marean C. W. (2015) - Interpreting human behavior from depositional rates and combustion features through the study of sedimentary microfacies at site Pinnacle Point 5-6, South Africa, *Journal of Human Evolution*, 2015 DOI: 10.1016/j.jhevol.2015.04.006

**Kedrowski *et al.*, 2009**
Kedrowski B. L., Crass B. a., Behm J. a., Luetke J. C., Nichols a. L., Moreck a. M. et Holmes C. E. (2009) - GC/MS Analysis of Fatty Acids From Ancient Hearth Residues At the Swan Point Archaeological Site, *Archaeometry*, 51, 1 : 110-122. DOI: 10.1111/j.1475-4754.2008.00384.x

**Kelly, 1995**
Kelly R. L. (1995) - *The foraging spectrum, diversity in hunter-gatherer lifeways*, Smithsonian Institution Press, Washington, 446 p.

**Kemp, 1995**
Kemp R. A. (1995) - Distribution and genesis of calcitic pedofeatures within a rapidly aggrading loess-paleosol sequence in China, *Geoderma*, 65, 3-4 : 303-316. DOI: 10.1016/0016-7061(94)00038-c

**Kildea, 2007**
Kildea F. (2007) - Occupations multiples sur un site de plein-air, *Archéopages*, 18 : 66-67.

**Kildea, 2008**
Kildea F. (2008) - *Un site paléolithique à occupations multiples dans la vallée du Cher (La Croix de Bagneux à Mareuil-sur-Cher, Loir-et-Cher)*, INRAP, Rapport final d'opération de fouille archéologique, 643 p.

**Kildea et Guiot, 2014**
Kildea F. et Guiot T. (2014) - Mareuil-sur-Cher , « La Croix de Bagneux » : les campements du Paléolithique supérieur et du Mésolithique, *in :* Zodaro-Rio E. (dir.), *Atlas Archéologique de Touraine*, Supplément à la Revue Archéologique du Centre de la France, 53, FERACF, Tours, 2014, En ligne. URL : http://a2t.univ-tours.fr/

**Klaric, 2003**
Klaric L. (2003) - *L'unité technique des industries à burins du Raysse dans leur contexte diachronique. Réflexions sur la diversité culturelle au Gravettien à partir des données de la Picardie, d'Arcy-sur-Cure, de Brassempouy et du Cirque de la Patrie*, Thèse de Doctorat, Université de Paris I – Panthéon- Sorbonne, 426 p.

**Klaric, 2010**
Klaric L. (2010) - Le Gravettien, *in* : Clottes J. (dir.), *La France préhistorique, un essai d'histoire*, Gallimard, p. 142-169.

**Klaric, 2013**
Klaric L. (2013) - Faciès lithiques et chronologie du Gravettien du sud du Bassin parisien et de sa marge sud-occidentale, *in* : Bodu P., Chemanha L., Klaric L., Mevel L., Soriano S. et Teyssandier N. (dir.), *Le Paléolithique supérieur ancien de l'Europe du Nord-Ouest: réflexions et synthèses à partir d'un projet collectif de recherche sur le centre et le sud du Bassin parisien*, Mémoire LVI de la Société préhistorique française, p. 61-87.

**Knicker, 2011**
Knicker H. (2011) - Pyrogenic organic matter in soil: Its origin and occurrence, its chemistry and survival in soil environments, *Quaternary International*, 243, 2 : 251-263. DOI: 10.1016/j.quaint.2011.02.037

**Knicker *et al.*, 2005**
Knicker H., González-Vila F. J., Polvillo O., González-Pérez J. A. et Almendros G. (2005) - Fire-induced transformation of C- and N-forms in different organic soil fractions from a Dystric Cambisol under a Mediterranean pine forest (Pinus pinaster), *Soil Biology and Biochemistry*, 37, 4 : 701-718. DOI: 10.1016/j.soilbio.2004.09.008

**Knicker *et al.*, 2013**
Knicker H., Hilscher A., De la Rosa J. M., González-Pérez J. A. et González-Vila F. J. (2013) - Modification of biomarkers in pyrogenic organic matter during the initial phase of charcoal biodegradation in soils, *Geoderma*, 197-198, April 2013 : 43-50. DOI: 10.1016/j.geoderma.2012.12.021

**Kooistra et Pulleman, 2010**
Kooistra M. J. et Pulleman M. M. (2010) - Features related to faunal activity, *in* : Stoops G., Marcelino V. et Mees F. (dir.), *Interpretation of Micromorphological Features of Soils and Regoliths*, Elsevier Science, p. 397-418.

**Kot, 2012**
Kot M. (2012) - *Aurignacian clay hearths from Klissoura Cave 1 : an experimental approach*, BAR Intenational Series 2331, Oxford, 65 p.

**Kubiëna, 1938**
Kubiëna W. L. (1938) - *Micropedology*, Collegiate Press, Ames, Iowa, USA, 243 p.

**Kubiëna, 1970**
Kubiëna W. L. (1970) - *Micromorphological features of soil geography*, Rutgers University Press, New Brunswick, USA, 255 p.

## L

**Lacarrière, 2015**
Lacarrière J. (2015) - *Les ressources cynégétiques au Gravettien en France. Acquisition et modalités d'exploitation des animaux durant la phase d'instabilité climatique précédant le dernier maximum glaciaire*, Thèse de Doctorat, Université Toulouse - Jean Jaurès, 442 p.

**Lacarrière *et al.*, 2015**
Lacarrière J., Bodu P., Julien M.-A., Dumarçay G., Goutas N., Lejay M., Peschaux C., Naton H.-G., Théry-Parisot I. et Vasiliu L. (2015) - Les Bossats (Ormesson, Paris basin, France): A new early Gravettian bison processing camp, *Quaternary International*, 359-360 : 520-534. DOI: 10.1016/j.quaint.2014.11.011

**Laloy, 1981**
Laloy J. (1981) - *Recherche d'une méthode pour l'exploitation des temoins de combustion préhistorique*, Cahier du Centre de Recherches Préhistoriques, 7, 166 p.

**Laplace, 2006**
Laplace G. (2006) - Régismont-le-Haut. Typologie analytique et structurale, *in* : Laplace, G., Barandiaran, I., Saenz de Buruaga, A. et Altuna, J., *Les aurignaciens pyrénéen des Abeilles et méditerranéen de Régismont le Haut*, SAMRA, p. 65-110.

**Le Lay, 1997**
Le Lay C. (1997) - *Fabrication des lames minces de sol*, Fiche de protocole INRA Orléans, Unité de Science du sol, 3 p.

**Lebon *et al.*, 2010**
Lebon M., Reiche I., Bahain J.-J., Chadefaux C., Moigne A.-M., Fröhlich F., Sémah F., Schwarcz H. P. et Falguères C. (2010) - New parameters for the characterization of diagenetic alterations and heat-induced changes of fossil bone mineral using Fourier transform infrared spectrometry, *Journal of Archaeological Science*, 37, 9 : 2265-2276. DOI: 10.1016/j.jas.2010.03.024

**Lechesne, 2013**
Lechesne P. (2013) - *Fonctions des burins de l'occupation gravettienne du site les Bossats à Ormesson (Seine-et-Marne).*, Mémoire de Master I « Histoire de l'Art et Archéologie ». Université de Paris I, 96 p.

**Leinweber *et al.*, 2013**
Leinweber P., Kruse J., Baum C., Arcand M., Knight J. D., Farrell R., Eckhardt K. U., Kiersch K. et Jandl G. (2013) - Advances in Understanding Organic Nitrogen Chemistry in Soils Using State-of-the-art Analytical Techniques, *Adavance in Agronomy,* 119: 83-151. DOI: 10.1016/B978-0-12-407247-3.00002-0

**Lejay, 2012**
Lejay M. (2012) - *Fonctionnement et fossilisation des foyers préhistoriques : étude micromorphologique des foyers du site aurignacien de Régismont-le-Haut (Poilhes, Hérault)*, Mémoire de Master 2, Université de Toulouse II-Le Mirail, 97 p.

**Lejay *et al.*, 2016**
Lejay M., Alexis M., Quénéa K., Sellami F. et Bon F. (2016) - Organic signatures of fireplaces : experimental references for archaeological interpretations, *Organic Geochemistry*, 99 : 67-77. DOI: 10.1016/j.orggeochem.2016.06.002

**Lemarteleur, 1934**
Lemarteleur E. (1934) - L' Enéolithique dans la Marne. Découverte d' un foyer de l' Age du Bronze à Damery (Marne), *Bulletin de la Société préhistorique française*, 31, 6 : 283-289.

**Leroi-Gourhan, 1950**
Leroi-Gourhan A. (1950) - *Les Fouilles préhistoriques : technique et méthodes*, A. et J. Picard, Paris, 92 p.

**Leroi-Gourhan, 1961**
Leroi-Gourhan A. (1961) - Les fouilles d'Arcy-sur-Cure (Yonne), *Gallia préhistoire*, 4 : 3-16.

**Leroi-Gourhan, 1963**
Leroi-Gourhan A. (1963) - Sur les méthodes de fouilles, *in* : Courbin P. (dir.), *Etudes archéologiques, recueil de travaux*, S.E.V.P.E.N., Paris, p. 49-57.

**Leroi-Gourhan, 1973**
Leroi-Gourhan A. (1973) - *Séminaire sur les structures d'habitat. Témoins de combustion*, Collège de France, Ethnologie Préhistorique, 43 p.

**Leroi-Gourhan et Brézillon, 1966**
Leroi-Gourhan A. et Brézillon M. (1966) - L'habitation magdalénienne n° 1 de Pincevent près Monterau (Seine-et-Marne), *Gallia préhistoire*, 9, 2 : 263-385. DOI: 10.3406/galip.1966.1264

**Leroi-Gourhan et Brézillon, 1972**
Leroi-Gourhan A. et Brézillon M. (1972) - *Fouilles de Pincevent. Essai d'analyse ethnographique d'un habitat magdalénien (section 36). I - Texte*, CNRS, VIIe supplément à Gallia Préhistoire, Paris, (réédition 1983), 331 p.

**Leroi-Gourhan et Leroi-Gourhan, 1964**
Leroi-Gourhan A. et Leroi-Gourhan A. (1964) - Chronologie des grottes d'Arcy-sur-Cure (Yonne), *Gallia préhistoire*, : 1-64. DOI : 10.3406/galip.1964.1238

**Liedgren et Östlund, 2011**
Liedgren L. G. et Östlund L. (2011) - Heat, smoke and fuel consumption in a high mountain stállo-hut, northern Sweden - Experimental burning of fresh birch wood during winter, *Journal of Archaeological Science*, 38, 4 : 903-912. DOI: 10.1016/j.jas.2010.11.020

**Liedgren et al., 2017**
Liedgren L., Hörnberg G., Magnusson T. et Östlund L. (2017) - Heat impact and soil colors beneath hearths in northern Sweden, *Journal of Archaeological Science*, 79 : 62-72. DOI: 10.1016/j.jas.2017.01.012

**Loisy *et al.*, 1999**
Loisy C., Verrecchia E. P. et Dufour P. (1999) - Microbial origin for pedogenic micrite associated with a carbonate paleosol (Champagne, France), *Sedimentary Geology*, 126, 1-4 : 193-204. DOI: 10.1016/s0037-0738(99)00040-8

**Loy, 1994**
Loy T. (1994) - Residue Analysis of Artifacts and Burned Rock from the Mustang Branch and Barton Sites (41HY209 and 41HY202), *in* : Ricklis R. A. et Collins M. B. (dir.), *Archaic and Late Prehistoric Human Ecology in the Middle Onion Creek Valley, Hays County, Texas. Volume 2: Topical Studies*, p. 607-627.

**Lucquin, 2007**
Lucquin A. (2007) - *Étude physico-chimique des méthodes de cuisson pré et protohistoriques*, Thèse de Doctorat, Université de Rennes 1, 422 p.

**Lucquin et March, 2003**
Lucquin A. et March R. J. (2003) - Méthodes de cuisson pré et proto historique : le cas du bouilli, une approche expérimentale, *in* : Frere-Sautot M.-C. (dir.), *Le Feu domestique et ses structures au Néolithique et aux Ages des Métaux*, *Actes du colloque de Bourg-en-Bresse et Beaune, 7 et 8 octobre 2000*, Monique Mergoil, Montagnac, p. 127-143.

**Lugassi *et al.*, 2009**
Lugassi R., Ben-Dor E. et Eshel G. (2009) - Heat-induced soil mineralogical changes, as monitored by reflectance spectral information, *in* : *Proceeding of the 6th EARSEL (European Association of Remote Sensing Laboratories) Workshop, 16-13 march 2009, Tel-Aviv,* Online. URL: http://www.earsel6th.tau.ac.il/~earsel6/CD/PDF/earsel-PROCEEDINGS/3085%20Lugassi.pdf

**Lugassi *et al.*, 2010**
Lugassi R., Ben-Dor E. et Eshel G. (2010) - A spectral-based method for reconstructing spatial distributions of soil surface temperature during simulated fire events, *Remote Sensing of Environment*, 114, 2 : 322-331. DOI: 10.1016/j.rse.2009.09.015

**Lützow *et al.*, 2006**
Lützow M. V., Kögel-Knabner I., Ekschmitt K., Matzner E., Guggenberger G., Marschner B. et Flessa H. (2006) - Stabilization of organic matter in temperate soils: Mechanisms and their relevance under different soil conditions - A review, *European Journal of Soil Science*, 57, 4 : 426-445. DOI: 10.1111/j.1365-2389.2006.00809.x

## M

**MacKenzie et Guilford, 1980**
MacKenzie W. et Guilford C. (1980) - *Atlas of Rock-Forming Minerals in thin section*, Prentice Hall, UK, 104 p.

**Macphail et Goldberg, 2010**
Macphail R. I. et Goldberg P. (2010) - Archaeological Materials, *in* : Stoops G., Marcelino V. et Mees F. (dir.), *Interpretation of Micromorphological Features of Soils and Regoliths*, Elsevier Science, 589-622 p.

**Macphail *et al.*, 2000**
Macphail R. I., Goldberg P. et Linderholm J. (2000) - Geoarchaeological investigations of sediments from Gorham and Vanguard Caves , Gibraltar : microstratigraphical (soil micromorphological and chemical) signatures, *in* : Stringer C. B., Barton R. N. E. et Finlayson J. C. (dir.), *Neanderthal on the Edge : 150th anniversary conference of the Forbes' Quarry discovery, Gibraltar,* Oxbow Books, p. 183-200.

**Makou *et al.*, 2009**
Makou M. C., Thompson L. G., Montluçon D. B. et Eglinton T. I. (2009) - High-sensitivity measurement of diverse vascular plant-derived biomarkers in high-altitude ice cores, *Geophysical Research Letters*, 36, 13 : 1-6. DOI: 10.1029/2009gl037643

**Malainey, 1997**
Malainey M. E. (1997) - *The Reconstruction and Testing of Subsistence and Settlement Strategies for the Palins, Parkland and Southern Boreal Forest*, PhD Dissertation, University of Manitoba, Winnipeg, Canada, 344 p.

**Malainey, 2007**
Malainey M. E. (2007) - Fatty acid analysis of archaeological residues: procedures and possibilities, *in* : Barnard H. et Eerkens J. W. (dir.), *Theory and Practice of Archaeological Residue Analysis*, BAR Intenational Series 1650, p. 77-89.

**Malainey, 2011**
Malainey M. E. (2011) - *A Consumer's Guide to Archaeological Science*, Manuals in Archaeological Method, Theory and Technique, Springer New York, USA, 603 p.

**Malainey *et al.*, 1999a**
Malainey M. E., Przybylski R. et Sherriff B. L. (1999) - The effects of thermal and oxidative degradation on the fatty acid composition of food plants and animals of Western Canada: implications for the identification of archaeological vessels residus, *Journal of Archaeological Science*, 26 : 95-103.

**Malainey *et al.*, 1999b**
Malainey M. E., Przybylski R. et Sherriff B. L. (1999) - The Fatty Acid Composition of Native Food Plants and Animals of Western Canada, *Journal of Archaeological Science*, 26 : 83-94. DOI: 10.1006/jasc.1998.0305

**Mallol et Henry, 2017**
Mallol C. et Henry A. (2017) - Ethnoarchaeology of Paleolithic Fire: Methodological Considerations, *Current Anthropology*, 58, suppl. 16 : S217-S229. DOI: 10.1086/691422

**Mallol *et al.*, 2007**
Mallol C., Marlowe F. W., Wood B. M. et Porter C. C. (2007) - Earth, wind, and fire: ethnoarchaeological signals of Hadza fires, *Journal of Archaeological Science*, 34, 12 : 2035-2052. DOI: 10.1016/j.jas.2007.02.002

**Mallol *et al.*, 2013a**
Mallol C., Hernández C. M., Cabanes D., Machado J., Sistiaga Gutiérrez A., Pérez L. et Galván B. (2013) - Human actions performed on simple combustion structures: An experimental approach to the study of Middle Palaeolithic fire, *Quaternary International*, 315 : 3-15. DOI: 10.1016/j.quaint.2013.04.009

**Mallol *et al.*, 2013b**
Mallol C., Hernández C. M., Cabanes D., Sistiaga Gutiérrez A., Machado J., Rodríguez Á., Pérez L. et Galván B. (2013) - The black layer of Middle Palaeolithic combustion structures. Interpretation and archaeostratigraphic implications, *Journal of Archaeological Science*, 40, 5 : 2515-2537. DOI: 10.1016/j.jas.2012.09.017

**March, 1995**
March R. J. (1995) - *Méthodes physiques et chimiques appliquées à l'étude des structures de combustion préhistoriques. L'approche par la chimie organique*, Unpublished PhD dissertation, Université Paris 1, France, 580 p.

**March, 1999**
March R. J. (1999) - Chimie organique appliquée à l'étude des structures de combustion du site de Tunel I (Terre de Feu, Argentine), *Revue d'Archéométrie*, 23 : 127-156.

**March, 2013**
March R. J. (2013) - Searching for the Functions of Fire Structures in Eynan (Mallaha) and their Formation Processes: a Geochemical Approach, *in* : Bar-Yosef O. et Valla F. (dir.), *Natufian Foragers in the Levant. Terminal Pleistocene Social Changes in Western Asia*, International Monographs in Prehistory 19, Ann-Arbor, p. 139-145.

**March et Ferreri, 1989**
March R. J. et Ferreri J.-C. (1989) - Sobre el estudio de estructuras de combustion arqueologicas mediante replicaciones y modelos numericos, *in* : Olive M. et Taborin Y. (dir.), *Nature et fonction des foyers préhistoriques, Nemours, 1987*, A. P. R. A. I. F., Nemours, France, p. 59-68.

**March et Soler Mayor, 2007**
March R. J. et Soler Mayor B. (2007) - Recomendaciones para la correcta excavacion de una estructura de combustion, *in* : Domingo I., Burke H. et Smith C. (dir.), *Manual de campo del arqueologo*, Ariel Prehistoria, p. 273-277.

**March et Wünsch, 2003**
March R. J. et Wünsch G. (2003) - Loupes et lentilles obscures, à propos de la fonction des structures de combustion, *in* : Frere-Sautot M.-C. (dir.), *Le Feu domestique et ses structures au Néolithique et aux Ages des Métaux*, *Actes du colloque de Bourg-en-Bresse et Beaune, 7 et 8 octobre 2000*, Monique Mergoil, Montagnac, p. 311-318.

**March *et al.*, 1989**
March R. J., Baldessari A., Ferreri J.-C., Grande A., Gros E.-G., Morello O. et Rodano R. (1989) - Étude des structures de combustion archéologiques d'Argentine, *Bulletin de la Société préhistorique française*, 86, 10 : 384-392. DOI: 10.3406/bspf.1989.9896

**March *et al.*, 1993**
March R. J., Ferreri J. C. et Guez C. (1993) - Etude des foyers préhistoriques des gisements magdaléniens du bassin parisien. L'approche experimentale, *in* : *Actes des journées d'archéologie d'Ile de France, Mémoires du groupement archéologique de seine-et-marne, 1*, p. 87-95.

**March *et al.*, 2006**
March R. J., Dumarçay G., Lucquin A. et Joly D. (2006) - Les activités liées à l'utilisation du feu, *Gallia préhistoire*, 48, 1 : 89-108. DOI: 10.3406/galip.2006.2439

**March *et al.*, 2008**
March R. J., Dorta Perez R., Sistiaga Gutiérrez A., Galvan Santos B. et Hernadez Gomez C. M. (2008) - Tras el fuego de los neandertales. Química orgánica aplicada al estudio de las estructuras de combustión del yacimiento musteriense de El Salt (Alcoy, Alicante), *in* : Rovira Lllorens S., Garci-Heras M., Gener Moret M. et Montero Ruiz I. (dir.), *ACTAS, VII Congreso Ibérico de Arqueometría. Madrid, 8-10 de octubre 2007*, p. 28-41.

**March *et al.*, 2014**
March R. J., Lucquin A., Joly D., Ferreri J. C. et Muhieddine M. (2014) - Processes of Formation and Alteration of Archaeological Fire Structures: Complexity Viewed in the Light of Experimental Approaches, *Journal of Archaeological Method and Theory*, 21, 1, Online : 1-45. DOI: 10.1007/s10816-012-9134-7

**Marchbanks, 1989**
Marchbanks M. L. (1989) - *Lipid Analysis in Archaeology: An Initial Study of Ceramics and Subsistence at the George C. Davis Site*, Unpublished Master's thesis, University of Texas, Austin, 356 p.

**Marquer *et al.*, 2010**
Marquer L., Otto T., Nespoulet R. et Chiotti L. (2010) - A new approach to study the fuel used in hearths by hunter-gatherers at the Upper Palaeolithic site of Abri Pataud (Dordogne, France), *Journal of Archaeological Science*, 37, 11 : 2735-2746. DOI: 10.1016/j.jas.2010.06.009

**Martín *et al.*, 1995**
Martín F., Del Río J. C., González-Vila F. J. et Verdejo T. (1995) - Thermally assisted hydrolysis and alkylation of lignins in the presence of tetra-alkylammonium hydroxides, *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 35, 1 : 1-13. DOI: 10.1016/0165-2370(95)00892-i

**Mathis *et al.*, 2014**
Mathis F., Bodu P., Dubreuil O. et 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 : 275-279. DOI: 10.1016/j.nimb.2013.11.028

**Maurin, 2006**
Maurin G. (2006) - Régismont-le-Haut. Découverte et fouille, *in* : Laplace, G., Barandiaran, I., Saenz de Buruaga, A. et Altuna, J., *Les aurignaciens pyrénéen des Abeilles et méditerranéen de Régismont le Haut*, SAMRA, p. 63-64.

**Maurin et Ambert, 1979**
Maurin G. et Ambert P. (1979) - Une structure aurignacienne à Régismont-le-Haut, *Les Amis de Nissan-les-Ensérune*, 40 : 6-9.

**Mazow *et al.*, 2014**
Mazow L., Grieve S. et Kennedy A. (2014) - Contamination in Organic Residue Analysis A Cautionary Tale, *Journal of Eastern Mediterranean Archaeology and Heritage Studies*, 2, 2 : 90-109. DOI: 10.1353/ema.2014.0009

**Meignen *et al.*, 2000**
Meignen L., Bar-yosef O., Goldberg P. et Weiner S. (2000) - Le feu au paléolithique moyen : recherches sur les structures de combustion et le statut des foyers. l'exemple du Proche-Orient, *Paléorient*, 26, 2 : 9-22. DOI: 10.3406/paleo.2000.4706

**Meignen *et al.*, 2007**
Meignen L., Goldberg P. et Bar-Yosef O. (2007) - The Hearths at Kebara Cave and Their Role in Site Formation Processes, *in* : Bar-yosef O. et Meignen L. (dir.), *Kebara Cave, Mt. Carmel, Israel, Part 1: the Middle and Upper Paleolithic Archaeology*, American School of Prehistoric Research Bulletins (Book 49), Peabody Museum Press, Cambridge, USA, p. 91-122.

**Ménard, 2007**
Ménard C. (2007) - *Etude des vestiges lithiques associés au foyer 11 du site aurignacien de plein air de Régismont-le-Haut (Poilhes, Hérault). Approche économique et fonctionnelle.*, Mémoire de Master 2, Université Toulouse 2 Le Mirail, 119 p.

**Meng *et al.*, 1969**
Meng M., West G. et Irving L. (1969) - Fatty Acid Composition of Caribou Bone Marrow, *Comp. Biochem. Physiol.*, 30 : 187-191.

**Mentzer, 2009**
Mentzer S. M. (2009) - Bone as a fuel source: the effects of initial fragment size distribution, *in* : Théry-Parisot I., Costamagno S. et Henry A. (dir.), *Gestion des combustibles au Paléolithique et au Mésolithique / Fuel Management during the Palaeolithic and Mesolithic Periods: nouveaux outils, nouvelles interprétations / New tools, new interpretations, Proceedings of the XV World Congress UISPP (Lisbon)*, BAR Intenational Series 1914, Oxford : Archaeopress, p. 4-9.

**Mentzer, 2011**
Mentzer S. M. (2011) - *Macro- and Micro-Scale Geoarchaeology of Ucagizli Caves I and II, Hatay, Turkey*, PhD Dissertation, University of Arizona, 707 p.

**Mentzer, 2014**
Mentzer S. M. (2014) - Microarchaeological Approaches to the Identification and Interpretation of Combustion Features in Prehistoric Archaeological Sites, *Journal of Archaeological Method and Theory*, 21, 3 : 616-668. DOI: 10.1007/s10816-012-9163-2

**Mentzer, 2017**
Mentzer S. M. (2017) - Hearths and combustion features, *in* : Gilbert A.S. (dir.), *Encyclopedia of Geoarchaeology*, Springer Netherland, p. 411-424.

**Mentzer *et al.*, 2015**
Mentzer S. M., Romano D. G. et Voyatzis M. E. (2015) - Micromorphological contributions to the study of ritual behavior at the ash altar to Zeus on Mt. Lykaion, Greece, *Archaeological and Anthropological Sciences*, 2015 : 1-23. DOI: 10.1007/s12520-014-0219-y

**Mevel, 2013**
Mevel L. (2013) - Les débuts du Paléolithique supérieur dabns le centre et le sud du Bassin parisien: nouveaux acquis, nouvelles problématiques et nouveaux terrains, *in* : Bodu P., Chehmana L., Klaric L., Mevel L., Soriano S. et Teyssandier N. (dir.), *Le Paléolithique supérieur ancien de l'Europe du Nord-Ouest: réflexions et synthèses à partir d'un projet collectif de recherche sur le centre et le sud du Bassin parisien*, Mémoire LVI de la Société préhistorique française, p. 173-196.

**Michel, 2010**
Michel A. (2010) - *L'Aurignacien récent (post-ancien) dans le Sud-Ouest de la France : variabilité des productions lithiques. Révision taphonomique et techno-économique des sites de Caminade-Est, abri Pataud, Roc-de-Combe, Le Flageolet I, La Ferrassie et Combemenue*, Thèse de Doctorat, Université Bordeaux 1, 608 p.

**Miller et Sievers, 2012**
Miller C. E. et Sievers C. (2012) - An experimental micromorphological investigation of bedding construction in the Middle Stone Age of Sibudu, South Africa, *Journal of Archaeological Science*, 39, 10 : 3039-3051. DOI: 10.1016/j.jas.2012.02.007

**Miller *et al.*, 2010**
Miller C. E., Conard N. J., Goldberg P. et Berna F. (2010) - Dumping, sweeping and trampling: experimental micromorphological analysis of anthropogenically modified combustion features, *P@lethnologie*, 2 : 25-37.

**Miller *et al.*, 2013**
Miller C. E., Goldberg P. et Berna F. (2013) - Geoarchaeological investigations at Diepkloof Rock Shelter, Western Cape, South Africa, *Journal of Archaeological Science*, DOI: 10.1016/j.jas.2013.02.014.this

**Mills, 1966**
Mills J. (1966) - The gas-chromatographic examination of paint media; Part I. Fatty acid composition and identification of dried oil film, *Studies in Conservation*, 11, 2 : 92–106.

**Mills et White, 1987**
Mills J. S. et White R. (1987) - *The Organic Chemistry of Museum Objects*, Butterworth's, London & Boston, 165 p.

**Mirabaud, 2007**
Mirabaud S. (2007) - *Développements méthodologiques en spectrométrie de masse pour l'analyse des composés organiques amorphes archéologiques Etude du site néolithique de Clairvaux XIV (Jura, France)*, Thèse de Doctorat, Université de Lille, 556 p.

**Morgan *et al.*, 1984**
Morgan E. D., Titus L., Small R. J. et Edwards C. (1984) - Gas chromatographic analysis of fatty material from a Thule midden, *Archaeometry*, 26, 1 : 43-48. DOI: 10.1111/j.1475-4754.1984.tb00316.x

**de Mortillet, 1883**
de Mortillet G. (1883) - *Le préhistorique, antiquité de l'homme*, Reinwald, Paris, 691 p.

**Movius, 1966**
Movius H. L. J. (1966) - The Hearths of the Upper Perigordian and Aurignacian Horizons at the Abri Pataud, Les Eyzies (Dordogne) and their possible significance., *American Anthropologist*, 68, 2 : 296-325.

**Movius, 1977**
Movius H. L. J. dir. (1977) - *Excavation of the Abri Pataud Les Eyzies (Dordogne), Stratigraphy*, Peabody Museum of Archaeology and Ethnology, Harvard University, Bulletin n°31, Cambridge, 167 p.

**Mücher *et al.*, 2010**
Mücher H., van Steijn H. et Kwaad F. (2010) - Colluvial and Mass Wasting Deposits, *in* : Stoops G., Marcelino V. et Mees F. (dir.), *Interpretation of Micromorphological Features of Soils and Regoliths*, Elsevier Science, p. 37-48.

**Muller, 2001**
Muller C. (2001) - *Les structures de combustion du Néolithique moyen du seud de la France: du terrain à l'interpretation*, Mémoire de DEA, Université de Toulouse 2-Le Mirail et EHESS, 129 p.

**Muller-Pelletier, 2006**
Muller-Pelletier C. (2006) - Les structures de combustion chasséennes de l'ensemble C2c de la doline de Roucadour : micro-histoires, fonctionnements et analyse spatiale, *in* : Gascò J., Leyge F. et Gruat P. (dir.), *Hommes et passé des Causses. Hommage à Georges Costantini : actes du colloque de Millau, 16-18 juin 2005*, AEP, Toulouse, p. 223-252.

**Muller-Pelletier et Pelletier, 2010**
Muller-Pelletier C. et Pelletier D. (2010) - Les structures de combustion à pierres chauffées du Néolithique moyen du Site 1 des Acilloux (Cournon-d'Auvergne, Puy-de-Dôme), *in* : Beeching A., Thirault E. et Vital J. (dir.), *Economie et société à la fin de la Préhistoire, Actualité de la recherche. 7e Rencontres méridionales de Préhistoire récente, Nov. 2006, Bron, France.*, Documents d'Archéologie en Rhône-Alpes et en Auvergne, ALPARA- Maison de l'Orient et de la Méditerranée, p. 305-315.

**Murad et Wagner, 1998**
Murad E. et Wagner U. (1998) - Clays and clay minerals : The firing process, *Hyperfine Interactions*, 117 : 337-356. DOI: 10.1023/a:1012683008035

## N

**Nawar, 1969**
Nawar W. W. (1969) - Thermal decomposition of lipids – a review, *J. Agric. Food Chem.*, 17, 1 : 18–21.

**Nawar, 1989**
Nawar W. W. (1989) - Thermal decomposition of lipids. An Overview, *in* : Parliment T., McGorrin R.J.,et Ho C.-T. (dir.), *Thermal generation of aromas*, ACS Symposium Series 409, Washington DC, USA, p. 94-104.

**Nieuwenhuyse *et al.*, 2015**
Nieuwenhuyse O. P., Roffet-Salque M. M. M. M., Evershed R. P., Akkermans P. M. M. G. M. G. et Russell A. (2015) - Tracing pottery use and the emergence of secondary product exploitation through lipid residue analysis at Late Neolithic Tell Sabi Abyad (Syria), *Journal of Archaeological Science*, 64 : 54-66. DOI: 10.1016/j.jas.2015.10.002

**Nigra *et al.*, 2015**
Nigra B. T., Faull K. F. et Barnard H. (2015) - Analytical Chemistry in Archaeological Research, *Analytical Chemistry*, 87, 1 : 3-18. DOI: 10.1021/ac5029616

**Nolte *et al.*, 1999**
Nolte C. G., Schauer J. J., Cass G. R. et Simoneit B. R. T. (1999) - Highly polar organic compounds present in meat smoke, *Environmental Science and Technology*, 33, 19 : 3313-3316. DOI: 10.1021/es990122v

## O

**Olive, 1989**
Olive M. (1989) - Étiolles : quels foyers pour quels usages ?, *in* : Olive M. et Taborin Y. (dir.), *Nature et fonction des foyers préhistoriques, Nemours, 1987*, A. P. R. A. I. F., Nemours, France, p. 197-207.

**Olive, 1997**
Olive M. (1997) - Foyer domestique ou foyer annexe . Les modes d'occupation de l'espace des Magdaléniens d'Étiolles, *Gallia préhistoire*, 39 : 85-107. DOI : 10.3406/galip.1997.2150

**Olive et Taborin, 1989**
Olive M. et Taborin Y. dir. (1989) - *Nature et fonction des foyers préhistoriquess.* Actes du Colloque Internationnal de Nemours, 12-13-14 mai 1987, A. P. R. A. I. F., Nemours, 334 p.

**Olk *et al.*, 2002**
Olk D. C., Dancel M. C., Moscoso E., Jimenez R. R. et Dayrit F. M. (2002) - Accumulation of Lignin Residues in Organic Matter Fractions of Lowland Rice Soils :, *Soil Science*, 167, 9 : 590-606. DOI: 10.1097/01.ss.0000031728.12196.de

**Orliac et Wattez, 1989**
Orliac C. et Wattez J. (1989) - Un four polynésien et son interprétation archéologique, *in* : Olive M. et Taborin Y. (dir.), *Nature et fonction des foyers préhistoriques, Nemours, 1987*, A. P. R. A. I. F., Nemours, France, p. 69-76.

**Oros et Simoneit, 2001**
Oros D. R. et Simoneit B. R. T. (2001) - Identification and emission factors of molecular tracers in organic aerosols from biomass burning Part 1. Temperate climate conifers, *Applied Geochemistry*, 16 : 1513-1544.

**Oros *et al.*, 1999**
Oros D. R., Standley L. J., Chen X. et Simoneit B. R. T. (1999) - Epicuticular wax compositions of predominant conifers of western North America, *Zeitschrift fur Naturforschung - Section C Journal of Biosciences*, 54, 1-2 : 17-24.

**Ortiz Nieto-Marquez et Baena Preysler, 2015**
Ortiz Nieto-Marquez I. et Baena Preysler J. (2015) - Experiments around the fire. Discovering human and natural processes in middle Paleolithic hearths, *Anthropologie*, LIII, 3 : 501-518.

**Östlund *et al.*, 2013**
Östlund L., Liedgren L. et Josefsson T. (2013) - Surviving the winter in northern forests: An experimental study of fuelwood consumption and living space in a Sami tent hut, *Arctic, Antarctic, and Alpine Research*, 45, 3 : 372-382. DOI: 10.1657/1938-4246-45.3.372

**Otte, 2010**
Otte M. (2010) - *Les Aurignaciens*, Éd. Errance, Paris, 299 p.

**Otte, 2013**
Otte M. (2013) - *Les Gravettiens*, Éd. Errance, Paris , 351 p.

**Otto et Simoneit, 2001**
Otto A. et Simoneit B. R. T. (2001) - Chemosystematics and diagenesis of terpenoids in fossil conifer species and sediment from the Eocene Zeitz formation, Saxony, Germany, *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 65, 20 : 3505-3527. DOI: 10.1016/s0016-7037(01)00693-7

**Otto et Wilde, 2001**
Otto A. et Wilde V. (2001) - Sesqui- , Di- , and Triterpenoids as Chemosystematic Markers in Extant Conifers : A Review, *Botanical Review*, 67, 2 : 141-238. URL : http://www.jstor.org/stable/4354389

**Oudemans et Boon, 1991**
Oudemans T. F. M. et Boon J. J. (1991) - Molecular archaeology: Analysis of charred (food) remains from prehistoric pottery by pyrolysis—gas chromatography/mass spectrometry, *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 20, September 2015 : 197-227. DOI: 10.1016/0165-2370(91)80073-h

**Outram, 2008**
Outram A. K. (2008) - Introduction to experimental archaeology, *World Archaeology*, 40, 1 : 1-6. DOI: 10.1080/00438240801889456

## P

**Pagliai et Stoops, 2010**
Pagliai M. et Stoops G. (2010) - Physical and Biological Surface Crusts and Seals, *in* : Stoops G., Marcelino V. et Mees F. (dir.), *Interpretation of Micromorphological Features of Soils and Regoliths*, Elsevier Science, p. 419-440.

**Pagoulatos, 1992**
Pagoulatos P. (1992) - The Re-Use of Thermally Altered Stone, *North American Archaeologist*, 13, 2 : 115-129. DOI: 10.2190/buh5-3bvn-up4k-j91g

**Paris *et al.*, 2017**
Paris C., Deneuve É., Fagnart J., Coudret P., Antoine P., Peschaux C., Lacarrière J., Coutard S. et Moine O. (2017) - Premières observations sur le gisement gravettien à statuettes féminines d'Amiens-Renancourt 1 (Somme), *Bulletin de la Société préhistorique française*, 114, 3 : 423-444.

**Patrick *et al.*, 1985**
Patrick M., de Koning A. J. et Smith A. B. (1985) - Gas liquid chromatographic analysis of fatty acids in food residues from ceramics found in the southwestsern cape, South Africa., *Archaeometry*, 27, 2 : 231-236. DOI: 10.1111/j.1475-4754.1985.tb00366.x

**Pepe *et al.*, 1989**
Pepe C., Dizabo P., Scribe P., Dagaut J., Fillaux J. et Saliot A. (1989) - Les marqueurs biogéochimiques : application à l'archéologie, *Revue d'Archéométrie*, 13 : 1-12.

**Peresani *et al.*, 2011**
Peresani M., Chrzavzez J., Danti A., De March M., Duches R., Gurioli F., Muratori S., Romandini M., Trombino L. et Tagliacozzo A. (2011) - Fire-places, frequentations and the environmental setting of the final Mousterian at Grotta di Fumane: A report from the 2006-2008 research, *Quartär*, 58 : 131-151.

**Pérez *et al.*, 2017**
Pérez L., Sanchis A., Hernández C. M., Galván B., Sala R. et Mallol C. (2017) - Hearths and bones: An experimental study to explore temporality in archaeological contexts based on taphonomical changes in burnt bones, *Journal of Archaeological Science: Reports*, 11 : 287-309. DOI: http://dx.doi.org/10.1016/j.jasrep.2016.11.036

**Perlès, 1977**
Perlès C. (1977) - *Préhistoire du feu*, Masson, Paris, 174 p.

**Pesesse, 2013**
Pesesse D. (2013) - *Les premières sociétés gravettiennes : analyse comparée de systèmes techniques lithiques*, CTHS, Paris, 285 p.

**Peters *et al.*, 2005**
Peters K. E., Walters C. C. et Moldowan J. M. (2005) - *The Biomarker Guide, Volume I. Biomarkers and Isotopes in the Environment and Human Historyi, 2nd Edition,* Cambridge University Press, UK, 488 p.

**Phillips et Croteau, 1999**
Phillips M. A. et Croteau R. B. (1999) - Resin-based defenses in conifers, *Trends in Plant Science*, 4, 5 : 184-190. DOI: 10.1016/s1360-1385(99)01401-6

**Phillips *et al.*, 1987**
Phillips P. A., Vaquer J. et Coularou J. (1987) - Contribution à l'étude des cuvettes de combustion à remplissage de pierres chauffées, *in :* Guilaine J., Courtin J., Roudil J.-L. et Vernet J.-L. (dir.) *Premiers communautés paysannes en Méditerranée occidentale, Actes du Colloque Internationl du C.N.R.S., Montpellier, 26-29 avril 1983*, 1987, CNRS Editions, En ligne. URL: http://books.openedition.org/editionscnrs/1194

**Poirier *et al.*, 2005**
Poirier N., Sohi S. P., Gaunt J. L., Mahieu N., Randall E. W., Powlson D. S. et Evershed R. P. (2005) - The chemical composition of measurable soil organic matter pools, *Organic Geochemistry*, 36, 8 : 1174-1189. DOI: 10.1016/j.orggeochem.2005.03.005

**Pollard *et al.*, 2007**
Pollard A. M., Batt C. M., Stern B. et Young S. M. M. (2007) - *Analytical Chemistry in Archaeology*, Cambridge University Press, Cambridge, 404 p.

**Polo-Díaz *et al.*, 2016**
Polo-Díaz A., Benito-Calvo A., Martínez-Moreno J. et Mora R. (2016) - Formation processes and stratigraphic integrity of the Middle-to- Upper Palaeolithic sequence at Cova Gran de Santa Linya ( Southeastern Prepyrenees of Lleida , Iberian Peninsula ), *Quaternary International*, 417 : 1-23. DOI: 10.1016/j.quaint.2015.10.113

**Pradeau *et al.*, 2014**
Pradeau J., Salomon H., Bon F., Mensan R., Lejay M. et Regert M. (2014) - Les matières colorantes sur le site aurignacien de plein air de Régismont-le-Haut ( Poilhes , Hérault ) Acquisition , transformations et utilisations, *Bulletin de la Société préhistorique française*, 111, 4 : 631-658.

**Pradel, 1947**
Pradel L. (1947) - Foyer du gisement moustérien typique à influences paléolithiques supérieures de Fontmaure (Vienne), *Bulletin de la Société préhistorique française*, 44, 1-2 : 28-30.

## Q

**de Quatrefages, 1884**
de Quatrefages A. (1884) - *Hommes fossiles et hommes sauvages : études d'anthropologie*, Baillière, Paris, 690 p.

**Quénéa *et al.*, 2004**
Quénéa K., Derenne S., Largeau C., Rumpel C. et Mariotti A. (2004) - Variation in lipid relative abundance and composition among different particle size fractions of a forest soil, *Organic Geochemistry*, 35, 11-12 : 1355-1370. DOI: 10.1016/j.orggeochem.2004.03.010

**Quénéa *et al.*, 2005**
Quénéa K., Derenne S., Largeau C., Rumpel C. et Mariotti A. (2005) - Spectroscopic and pyrolytic features and abundance of the macromolecular refractory fraction in a sandy acid forest soil (Landes de Gascogne, France), *Organic Geochemistry*, 36, 3 : 349-362. DOI: 10.1016/j.orggeochem.2004.10.005

**Quénéa *et al.*, 2012**
Quénéa K., Mathieu J. et Derenne S. (2012) - Soil lipids from accelerated solvent extraction: Influence of temperature and solvent on extract composition, *Organic Geochemistry*, 44 : 45-52. DOI: 10.1016/j.orggeochem.2011.11.009

**Quigg *et al.*, 2001**
Quigg J. M., Malainey M. E., Przybylski R. et Monks G. (2001) - No bones about it: Using lipid analysis of burned rock and groundstone residues to examine Late Archaic subsistence practices in south Texas, *Plains Anthropologist*, 46, 177 : 283-303.

## R

**Rasmussen *et al.*, 2014**
Rasmussen S. O., Bigler M., Blunier T., Buchardt S. L., Clausen H. B., Cvijanovic I., Johnsen S. J., Fischer H., Gkinis V., Guillevic M., Hoek W. Z., Lowe J. J., Pedro J., Popp T., Seierstad I. K., Steffensen J. P., Svensson A. M., Vallelonga P., Vinther B. M., Wheatley J. J. et Winstrup M. (2014) - A stratigraphic framework for robust naming and correlation of abupt climatic changes during the last glacial period based on three synchronized Greenland ice core records, *Quaternary Science Reviews*, 106 : 14-28. DOI: 10.1016/j.quascirev.2014.09.007

**Raven *et al.*, 1997**
Raven A., Van Bergen P. F., Stott A. W., Dudd S. N. et Evershed R. P. (1997) - Formation of long-chain ketones in archaeological pottery vessels by pyrolysis of acyl lipids, *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 40-41 : 267-285. DOI: 10.1016/0040-4039(95)01844-8

**Regert, 2011**
Regert M. (2011) - Analytical Strategies for Discriminating Archeological Fatty Substances from Animal Origin, *Mass spectrometry reviews*, 30 : 177-220. DOI: 10.1002/mas.20271

**Regert *et al.*, 2006**
Regert M., Alexandre V., Thomas N. et Lattuati-Derieux A. (2006) - Molecular characterisation of birch bark tar by headspace solid-phase microextraction gas chromatography-mass spectrometry: a new way for identifying archaeological glues, *Journal of chromatography. A*, 1101, 1-2 : 245-253. DOI: 10.1016/j.chroma.2005.09.070

**Reiche *et al.*, 2012**
Reiche I., Lebon M., Bellot-gurlet L. et Zazzo A. (2012) - Potentiel informatif des ossements chauffés en contexte archéologique : imagerie chimique, moléculaire et cristallographique à micro-échelle et analyses isotopiques (OsIRIs), *in* : *Actes du colloque Sciences des matériaux du patrimoine culturel, Paris, Institut national d'histoire de l'art, 20 et 21 novembre 2012*, Ministère de la Culture et de la Communication, p. 12-17.

**Reidsma *et al.*, 2016**
Reidsma F. H., van Hoesel A., van Os B. J. H., Megens L. et Braadbaart F. (2016) - Charred bone: Physical and chemical changes during laboratory simulated heating under reducing conditions and its relevance for the study of fire use in archaeology, *Journal of Archaeological Science: Reports*, 10 : 282-292. DOI: 10.1016/j.jasrep.2016.10.001

**Reimer *et al.*, 2013**
Reimer P. J., Bard E., Bayliss A., Beck J. W., Blackwell P. G. et Ramsey C. B. (2013) - IntCal13 and Marine13 Radiocarbon Age Calibration Curves 0–50,000 Years cal BP, *Radiocarbon*, 55, 4 : 1869-1887. DOI: 10.2458/azu_js_rc.55.16947

**Reynolds, 1999**
Reynolds P. (1999) - The nature of experiment in achaeology, *in* : Harding A. F. (dir.), *Experiment and Design, Archaeological studies in honour of John Coles*, Oxbow Books, Oxford, p. 156-162.

**Richter et Howard, 2000**
Richter H. et Howard J. (2000) - Formation of polycyclic aromatic hydrocarbons and their growth to soot - a review of chemical reaction pathways, *Progress in Energy and Combustion Science*, 26, 4-6 : 565-608 p. DOI: 10.1016/S0360-1285(00)00009-5

**Rigaud, 1969**
Rigaud J.-P. (1969) - Note préliminaire sur la stratigraphie du gisement du « Flageolet -1- » (Commune de Bézenac), Dordogne, *Bulletin de la Société préhistorique française*, 66, 3 : 73-75.

**Rigaud *et al.*, 1995**
Rigaud J.-P., Simek J. F. et Gé T. (1995) - Mousterian fires from Grotte XVI (Dordogne, France), *Antiquity*, 69, April : 902-912.

**Ringrose-Voase, 1996**
Ringrose-Voase A. J. (1996) - Measurement of soil macropore geometry by image analysis of sections through impregnated soil, *Plant and Soil*, 183, 1 : 27-47. DOI: 10.1007/bf02185563

**Roebroeks et Villa, 2011**
Roebroeks W. et Villa P. (2011) - On the earliest evidence for habitual use of fire in Europe., *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 108, 13 : 5209-5214. DOI: 10.1073/pnas.1018116108

**Rogge *et al.*, 1991**
Rogge W. F., Hildemann L. M., Mazurek M. a, Cass G. R. et Simoneit B. R. T. (1991) - Sources of Fine Organic Aerosol .1. Charbroilers and Meat Cooking Operations, *Environmental Science & Technology*, 25, 6 : 1112-1125. DOI: 10.1021/es00018a015

**Rogge *et al.*, 1998**
Rogge W. F., Hildemann L. M., Mazurek M. A., Cass G. R. et Simoneit B. R. T. (1998) - Sources of fine organic aerosol: 9. Pine, oak, and synthetic log combustion in residential fireplaces, *Environ. Sci. Technol.*, 32, 1 : 13-22. DOI: 10.1021/es960930b

**Rono *et al.*, 2017**
Rono N., Kibet J., Okanga F. I. et Limo S. O. (2017) - Molecular Products and Particulate Characterization of Emissions from High Temperature Cooking of Goat Meat, *Eurasian Journal of Analytical Chemistry*, 12, 2 : 45-59. DOI: 10.12973/ejac.2017.00153a

**Rontani et Aubert, 2008**
Rontani J.-F. et Aubert C. (2008) - Hydrogen and trimethylsilyl transfers during EI mass spectral fragmentation of hydroxycarboxylic and oxocarboxylic acid trimethylsilyl derivatives., *Journal of the American Society for Mass Spectrometry*, 19, 1 : 66-75. DOI: 10.1016/j.jasms.2007.10.014

**Rottländer, 1983**
Rottländer R. C. A. (1983) - Investigations chimiques sur les graisses en archéologie, *Les nouvelles de l'archéologie*, 11, 38-42.

**Rottländer, 1989**
Rottländer R. C. A. (1989) - Chemische Untersuchungen an Sedimenten der Höhle Geissenklösterle Bei Blaubeuren, *Fundberichte Aus Baden-Württemberg*, 14 : 23-32.

**Rouessac et Rouessac, 2004**
Rouessac F. et Rouessac A. (2004) - *Analyse Chimique. Méthodes et techniques instrumentales modernes*, 6e Edition, Dunod, Paris, 462 p.

**Roussel, 2005**
Roussel B. (2005) - *La production du feu par percussion de la pierre. Préhistoire, ethnographie, expérimentation*, Préhistoires 11, Monique Mergoil, Montagnac, 286 p.

**Roux, 2007**
Roux V. (2007) - Ethnoarchaeology: A Non Historical Science of Reference Necessary for Interpreting the Past, *Journal of Archaeological Method and Theory*, 14, 2 : 153-178. DOI: 10.1007/s10816-007-9030-8

## S

**Sacchi, 1986**
Sacchi D. (1986) - *Le Paléolithique Supérieur du Languedoc occidental et du Roussillon*, XXIe supplément à Gallia Préhistoire, 284 p.

**Saiz-Jimenez et De Leeuw, 1986**
Saiz-Jimenez C. et De Leeuw J. W. (1986) - Chemical characterization of soil organic matter fractions by analytical pyrolysis-gas chromatography-mass spectrometry, *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 9, 2 : 99-119. DOI: 10.1016/0165-2370(86)85002-1

**Salomon *et al.*, 2015**
Salomon H., Vignaud C., Lahlil S. et Menguy N. (2015) - Solutrean and Magdalenian ferruginous rocks heat-treatment : accidental and / or deliberate action ?, *Journal of Archaeological Science*, 55 : 100-112. DOI: 10.1016/j.jas.2014.12.024

**Sanchez Goñi et Harrison, 2010**
Sanchez Goñi M. F. et Harrison S. P. (2010) - Millennial-scale climate variability and vegetation changes during the Last Glacial: Concepts and terminology, *Quaternary Science Reviews*, 29, 21-22 : 2823-2827. DOI: 10.1016/j.quascirev.2009.11.014

**Sandgathe, 2017**
Sandgathe D. M. (2017) - Identifying and Describing Pattern and Process in the Evolution of Hominin Use of Fire, *Current Anthropology*, 58, suppl. 16 : S360-S370. DOI: 10.1086/691459

**Sandgathe et Berna, 2017**
Sandgathe D. M. et Berna F. (2017) - Fire and the Genus Homo : An Introduction to Supplement 16, *Current Anthropology*, 58, suppl. 16 : S165-S174. DOI: 10.1086/691424

**Sandgathe *et al.*, 2011**
Sandgathe D. M., Dibble H. L., Goldberg P., Mcpherron S. P. et Hodgkins J. (2011) - On the Role of Fire in Neandertal Adaptations in Western Europe: Evidence from Pech de l'Azé IV and Roc de Marsal, France, *PaleoAnthropology*, : 216-242. DOI: 10.4207/pa.2011.art54

**Santín et Doerr, 2016**
Santín C. et Doerr S. H. (2016) - Fire effects on soils: the human dimension, *Philosophical Transactions of the Royal Society B: Biological Sciences*, 371, 1696 : 20150171. DOI: 10.1098/rstb.2015.0171

**Schauer *et al.*, 1999**
Schauer J. J., Kleeman M. J., Cass G. R. et Simoneit B. R. T. (1999) - Measurement of emissions from air pollution sources. 1. C1 through C29 organic compounds from meat charbroiling, *Environmental Science and Technology*, 33, 10 : 1566-1577. DOI: 10.1021/es980076j

**Schauer *et al.*, 2001**
Schauer J. J., Kleeman M. J., Cass G. R. et Simoneit B. R. T. (2001) - Measurement of emissions from air pollution sources. 3. C1-C29 organic compounds from fireplace combustion of wood, *Environmental Science and Technology*, 35, 9 : 1716-1728. DOI: 10.1021/es001331e

**Schellekens *et al.*, 2013**
Schellekens J., Barberá G. G. et Buurman P. (2013) - Potential vegetation markers – analytical pyrolysis of modern plant species representative of Neolithic SE Spain, *Journal of Archaeological Science*, 40, 1 : 365-379. DOI: 10.1016/j.jas.2012.08.036

**Schiegl *et al.*, 1996**
Schiegl S., Goldberg P., Bar-Yosef O. et 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 : 763-781. DOI: 10.1006/jasc.1996.0071

**Schiegl *et al.*, 2003**
Schiegl S., Goldberg P., Pfretzschner H.-U. U. et Conard N. J. (2003) - Paleolithic burnt bone horizons from the Swabian Jura: Distinguishing between in situ fireplaces and dumping areas, *Geoarchaeology*, 18, 5 : 541-565. DOI: 10.1002/gea.10080

**Schmider, 1971**
Schmider B. (1971) - *Les industries du Paléolithique Supérieur en Ile-de-France*, 6e supplément à Gallia préhistoire, Ed. du CNRS, 243 p.

**Schmider, 1986**
Schmider B. (1986) - À propos de la datation par le C14 du gisement de la Pente-des-Brosses à Montigny-sur-Loing, *Bulletin de la Société préhistorique française*, 83, 3 : 163-164.

**Schwertmann, 1993**
Schwertmann U. (1993) - Relations Between Iron Oxides, Soil Color, and Soil Formation, *in* : Bigham J. M. et Ciolkosz E. J. (dir.), *Soil Color : a Symposium of the Soil Science Society of America (divisions S-5 and S-9), San Antonio, Texas, 21-26 Oct. 1990*, SSSA, Madison, Wisconsin, USA, p. 51-69.

**Sellami et Marchand, 2009**
Sellami F. et Marchand G. (2009) - De la dynamique sédimentaire à la stratigraphie observée, *in* : Marchand G. (dir.), *Des feux dans la vallée. Les habitats du Mésolithique et du Néolithique de L'essart à Poitiers*, Presses Universitaires de Rennes, p. 33-46.

**Sergant *et al.*, 2006**
Sergant J., Crombé P. et Perdaen Y. (2006) - The « invisible » hearths: A contribution to the discernment of Mesolithic non-structured surface hearths, *Journal of Archaeological Science*, 33, 7 : 999-1007. DOI: 10.1016/j.jas.2005.11.011

**Shadkami et Helleur, 2010**
Shadkami F. et Helleur R. (2010) - Recent applications in analytical thermochemolysis, *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 89, 1 : 2-16. DOI: 10.1016/j.jaap.2010.05.007

**Shahack-Gross et Ayalon, 2013**
Shahack-Gross R. et Ayalon A. (2013) - Stable carbon and oxygen isotopic compositions of wood ash: An experimental study with archaeological implications, *Journal of Archaeobotanical Science*, 40, 1 : 570-578. DOI: 10.1016/j.jas.2012.06.036

**Shahack-Gross *et al.*, 1997**
Shahack-Gross R., Bar-Yosef O. et Weiner S. (1997) - Black-coloured bones in Hayonim Cave, Israel: differentiating between burning and oxide staining., *Journal of Archaeological Science*, 24 : 439-446. DOI: 10.1006/jasc.1996.0128

**Shahack-Gross *et al.*, 2004**
Shahack-Gross R., Marshall F., Ryan K. et Weiner S. (2004) - Reconstruction of spatial organization in abandoned Maasai settlements: Implications for site structure in the Pastoral Neolithic of East Africa, *Journal of Archaeological Science*, 31, 10 : 1395-1411. DOI: 10.1016/j.jas.2004.03.003

**Shahack-Gross *et al.*, 2014**
Shahack-Gross R., Berna F., Karkanas P., Lemorini C., Gopher A. et Barkai R. (2014) - Evidence for the repeated use of a central hearth at Middle Pleistocene (300ky ago) Qesem Cave, Israel, *Journal of Archaeological Science*, 44, 1 : 12-21. DOI: 10.1016/j.jas.2013.11.015

**Shakesby, 2011**
Shakesby R. A. (2011) - Post-wildfire soil erosion in the Mediterranean: Review and future research directions, *Earth-Science Reviews*, 105, 3-4 : 71-100. DOI: 10.1016/j.earscirev.2011.01.001

**Sharma *et al.*, 2004**
Sharma R. K., Chan W. G., Wang J., Waymack B. E., Wooten J. B., Seeman J. I. et Hajaligol M. R. (2004) - On the role of peptides in the pyrolysis of amino acids, *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 72, 1 : 153-163. DOI: 10.1016/j.jaap.2004.03.009

**Silverstein *et al.*, 2005**
Silverstein R., Webster F. et Kiemle D. (2005) - *Spectrometric Identification of Organic Compunds*, 7th edition, John Wiley & Sons, 512 p.

**Simoneit, 2002**
Simoneit B. R. T. (2002) - Biomass burning - A review of organic tracers for smoke from incomplete combustion, *Applied Geochemistry*, 17 : 129-162. DOI: 10.1016/s0883-2927(01)00061-0

**Simoneit, 2005**
Simoneit B. R. T. (2005) - A review of current applications of mass spectrometry for biomarker/molecular tracer elucidation, *Mass spectrometry reviews*, 24, 5 : 719-765. DOI: 10.1002/mas.20036

**Simoneit *et al.*, 1993**
Simoneit B. R. T., Rogge W. F., Mazurek M. A., Standley L. J., Hildemann L. M. et Cass G. R. (1993) - Lignin pyrolysis products, lignans, and resin acids as specific tracers of plant classes in emissions from biomass combustion, *Environmental Science and Technology*, 27, 12 : 2533-2541. DOI: 10.1021/es00048a034

**Simoneit *et al.*, 2000**
Simoneit B. R. T., Rogge W. F., Lang Q. et Ja R. (2000) - Molecular characterization of smoke from camp fire burning of pine wood (Pinus elliottii), *Chemosphere - Global Change Science*, 2 : 107-122. DOI: 10.1016/S1465-9972(99)00048-3

**Simpson *et al.*, 2003**
Simpson I. A., Vésteinsson O., Adderley W. P. et McGovern T. H. (2003) - Fuel resource utilisation in landscapes of settlement, *Journal of Archaeological Science*, 30, 11 : 1401-1420. DOI: 10.1016/s0305-4403(03)00035-9

**Sistiaga Gutiérrez *et al.*, 2010**
Sistiaga Gutiérrez A., March R. J., Hernadez Gomez C. M. et Galvan Santos B. (2010) - Aproximancion desde la quimica organica al estudio de los hogares del yacimiento del Paleolítico medio de El Salt (Alicante, España ), *Recerques del Museu d'Alcoi*, 20 : 47-70.

**Skibo, 1992**
Skibo J. M. (1992) - *Pottery Function : A Use-Alteration Perspective*, Spinger Science, New York, 206 p.

**Smolderen, 2016**
Smolderen A. (2016) - *Cinquante nuances de noir. Problèmes de diagnostic en archéologie du feu: études de cas du Bassin Mosan au MIS 3*, Thèse de Doctorat, Université de Liège, 420 p.

**Soler Mayor, 2003** a
Soler Mayor B. (2003) - L'experimentation et les roches chauffées, *in* : Frere-Sautot M.-C. (dir.), *Le Feu domestique et ses structures au Néolithique et aux Ages des Métaux*, *Actes du colloque de Bourg-en-Bresse et Beaune, 7 et 8 octobre 2000*, Monique Mergoil, Montagnac, p. 245-256.

**Soler Mayor, 2003** b
Soler Mayor B. (2003) - *Estudio de las estructuras de combustion préhistoricas : una propuesta experimental. Cova Negra (Xativa, Valencia), Ratlla del Bubo (Crevillent, Alicante) y Marolles-sur-Seine (Bassin Parisien, Francia)*, Servicio de Investigation Prehistorica, Serie de Trabajos Varios num 102, Diputacion Provincial de Valencia, Valencia, 163 p.

**Sordoillet, 2009**
Sordoillet D. (2009) - *Géoarchéologie de sites préhistoriques : Le Gardon (Ain), Montou (Pyrénées-Orientales) et Saint-Alban (Isère)*, Documents d'archéologie française, 103, 188 p.

**Sorensen *et al.*, 2014**
Sorensen A., Roebroeks W. et van Gijn A. (2014) - Fire production in the deep past? The expedient strike-a-light model, *Journal of Archaeological Science*, 42, 1 : 476-486. DOI: 10.1016/j.jas.2013.11.032

**Soriano, 2013**
Soriano S. (2013) - L'impact des facteurs taphonomiques sur la connaissance du Paléolithique supérieur ancien du Bassin parisien, *in* : Bodu P., Chehmana L., Klaric L., Mevel L., Soriano S. et Teyssandier N. (dir.), *Le Paléolithique supérieur ancien de l'Europe du Nord-Ouest: réflexions et synthèses à partir d'un projet collectif de recherche sur le centre et le sud du Bassin parisien*, Mémoire LVI de la Société préhistorique française, p. 21-36.

**Spangenberg *et al.*, 2006**
Spangenberg J. E., Jacomet S. et Schibler J. (2006) - Chemical analyses of organic residues in archaeological pottery from Arbon Bleiche 3, Switzerland - Evidence for dairying in the late Neolithic, *Journal of Archaeological Science*, 33, 1 : 1-13. DOI: 10.1016/j.jas.2005.05.013

**Spangenberg *et al.*, 2014**
Spangenberg J. E., Ferrer M., Jacomet S., Bleicher N. et Schibler J. (2014) - Molecular and isotopic characterization of lipids staining bone and antler tools in the Late Neolithic settlement, Zurich Opera Parking, Switzerland, *Organic Geochemistry*, 69 : 11-25. DOI: 10.1016/j.orggeochem.2014.01.015

**Sparkman, 2011**
Sparkman D. O. (2011) - *Gaz chromatography ans mass spectrometry: a practical guide*, 2nd Edition, Academic Press, 632 p.

**Stahlschmidt *et al.*, 2015**
Stahlschmidt M. C., Miller C. E., Ligouis B., Hambach U., Goldberg P., Berna F., Richter D., Urban B., Serangeli J. et Conard N. J. (2015) - On the evidence for human use and control of fire at Schöningen., *Journal of human evolution*, 2015 : 1-21. DOI: 10.1016/j.jhevol.2015.04.004

**Steele, 2013**
Steele V. (2013) - Organic residues in archaeology: The highs and lows of recent research, *in* : Armitage R.A. et Burton J.H. (dir.), *Archaeological chemistry VIII*, ACS Symposium Series 1147, Washington DC, USA, p. 89-108.

**Steele *et al.*, 2010**
Steele V. J., Stern B. et Stott A. W. (2010) - Olive oil or lard?: distinguishing plant oils from animal fats in the archeological record of the eastern Mediterranean using gas chromatography/combustion/isotope ratio mass spectrometry., *Rapid communications in mass spectrometry : RCM*, 24, 23 : 3478-84. DOI: 10.1002/rcm.4790

**Stiner *et al.*, 1995**
Stiner M., Kuhn S., Weiner S. et Bar-yosef O. (1995) - Differential burning, recrystallization, and fragmentation of archaeological bone, *Journal of Archaeological Science*, 22 : 223-237. DOI: 10.1006/jasc.1995.0024

**Stolt et Lindbo, 2010**
Stolt M. H. et Lindbo D. L. (2010) - Soil Organic Matter, *in* : Stoops G., Marcelino V. et Mees F. (dir.), *Interpretation of Micromorphological Features of Soils and Regoliths*, Elsevier Science, p. 369-396.

**Stoops, 1986**
Stoops G. (1986) - Multilingual translation of the terminology used in the" Handbook for Soil Thin Section Description, *Pedologie*, 36 : 705-716.

**Stoops, 2003**
Stoops G. (2003) - *Guidelines for analysis and description of soil an regolith thin sections*, Soil Science Society of America, 184 p.

**Stoops *et al.*, 2010**
Stoops G., Marcelino V. et Mees F. (2010) - *Interpretation of Micromorphological Features of Soils and Regoliths*, Elsevier Science, 752 p.

## T

**Taborin, 1982**
Taborin Y. (1982) - Les foyers d'Etiolles comparés à ceux des principaux sites du Bassin parisien, *in* : Combier J. (dir.), *Les habitats du Paléolithique supérieur, Actes du colloque internationnal en hommage au Professeur André Leroi-Gourhan, Roanne-Villerest, 22-24 juin 1982*, DRAC Rhône-alpes, p. 103-105.

**Taborin, 1989**
Taborin Y. (1989) - Le foyer document et concept, *in* : Olive M. et Taborin Y. (dir.), *Nature et fonction des foyers préhistoriques, Nemours, 1987*, A. P. R. A. I. F., Nemours, France,

**Takatori *et al.*, 1986**
Takatori T., Ishiguro N., Tarao H. et Matsumiya H. (1986) - Microbial production of hydroxy and oxo fatty acids by several microoganisms as a model of adipocere formation, *Forensic Science International*, 32 : 5-11.

**Tartar *et al.*, 2006**
Tartar E., Teyssandier N., Bon F. et Liolios D. (2006) - Equipement de chasse, équipement domestique : une distinction efficace ? Réflexion sur la notion d'investissement technique dans les industries aurignaciennes, *in :* Astruc L., Bon F., Léa V., Milcent P.-Y. et Phillibert S. (dir.), *Normes techniques et pratiques sociales : de la simplicité des outillages pré- et protohistoriques, 2005, XXVIe rencontres internationales d'archéologie et d'histoire d'Antibes*, Ed. APDCA, Antibes, p. 107-117.

**Terefe *et al.*, 2008**
Terefe T., Mariscal-Sancho I., Peregrina F. et Espejo R. (2008) - Influence of heating on various properties of six Mediterranean soils. A laboratory study, *Geoderma*, 143, 3-4 : 273-280. DOI: 10.1016/j.geoderma.2007.11.018

**Testart, 1982**
Testart A. (1982) - *Les chasseurs-cueilleurs ou L'origine des inégalités*, Mémoires de la Société d'ethnographie 26, Société d'ethnographie, Nanterre, 254 p.

**Testart, 2006**
Testart A. (2006) - Comment concevoir une collaboration entre anthropologie sociale et archéologie ? À quel prix ? Et pourquoi ?, *Bulletin de la Société préhistorique française*, 103, 2 : 385-395.DOI: 10.3406/bspf.2006.13439

**Teyssandier, 2007**
Teyssandier N. (2007) - *En route vers l'Ouest. Les débuts de l'Aurignacien en Europe*, BAR Intenational Series 1638, 312 p.

**Teyssandier *et al.*, 2010**
Teyssandier N., Bon F. et Bordes J.-G. (2010) - Within Projectile Range: Some Thoughts on the Appearance of the Aurignacian in Europe, *Journal of Anthropological Research*, 66 : 209-229. URL: http://www.jstor.org/stable/27820882

**Théry-Parisot, 2001**
Théry-Parisot I. (2001) - *Economie des combustibles au Paléolithique*, CNRS, Paris, 195 p.

**Théry-Parisot, 2002**
Théry-Parisot I. (2002) - Fuel Management (Bone and Wood) During the Lower Aurignacian in the Pataud Rock Shelter (Lower Palaeolithic, Les Eyzies de Tayac, Dordogne, France). Contribution of Experimentation, *Journal of Archaeological Science*, 29, 12 : 1415-1421. DOI: 10.1006/jasc.2001.0781

**Théry-Parisot et Costamagno, 2005**
Théry-Parisot I. et Costamagno S. (2005) - Propriétés combustibles des ossements : données expérimentales et réflexions archéologiques sur leur emploi dans les sites paléolithiques, *Gallia Préhistoire*, 47, 1 : 235-254. DOI: 10.3406/galip.2005.2051

**Théry-Parisot *et al.*, 2010a**
Théry-Parisot I., Chabal L. et Costamagno S. dir. (2010) - *Taphonomie de la combustion des résidus organiques et des structures de combustion en contexte archéologique, 27-29 mai 2008, Nice*, P@lethnologie 2, Toulouse, France, 232 p. URL: http://blogs.univ-tlse2.fr/palethnologie/2010-revue/

**Théry-Parisot et al., 2010b**
Théry-Parisot I., Chabal L., Ntinou M., Bouby L. et Carré A. (2010) - Du bois aux charbons de bois : approche expérimentale de la combustion, *P@lethnologie*, 2 : 81-94.

**Thiry *et al.*, 1988**
Thiry M., Bertrand Ayrault M., Grisoni J. C., Menillet F. et Schmitt J. M. (1988) - Les grès de Fontainebleau; silicifications de nappes liées a l'évolution géomorphologique du bassin de Paris durant le Plio-Quaternaire, *Bulletin de la Société Géologique de France*, IV, 3

**Thiry *et al.*, 2013**
Thiry M., Schmitt J. M., Innocent C. et Cojan I. (2013) - *Sables et Grès de Fontainebleau: que reste-t-il des faciès sédimentaires initiaux*, Livret-guide de l'excursion du 14ème Congrès Français de Sédimentologie, Paris 2013, Nov 2013, Association des Sédimentologistes Français, Paris, 54 p.

**Tiffagom, 1998**
Tiffagom M. (1998) - Témoignages d'un traitement thermique des feuilles de laurier dans le Solutréen supérieur de la grotte du Parpalló ( Gandia , Espagne )/ Testimonios de un tratamiento térmico de las ojas de Laurel en el Solutrense superior de la cueva del Parpalló / Evi, *PALEO*, 10 : 147-161.

**Touzé *et al.*, 2015**
Touzé O., Flas D. et Pesesse D. (2015) - Technical diversity within the tanged-tool Gravettian: New results from Belgium, *Quaternary International*, 406, Part A : 65-83. DOI: 10.1016/j.quaint.2015.11.034

**Twomey, 2011**
Twomey M. T. (2011) - *Keeping Fire : The Cognitive Implications of Controlled Fire Use by Middle Pleistocene Humans*, PhD dissertation, University of Melbourne, 278 p.

## V

**Valentin et Bodu, 1991**
Valentin B. et Bodu P. (1991) - Perspectives de l'experimentation appliquée à l'étude des foyers paléolithiques, *in* : *Archéologie expérimentale. Tome 2 : la Terre: l'os, la maison et les champs*, Actes du colloque Expérimentation en archéologie: bilan et perspectives, Beaune, 1988, Ed. Errance, Paris, p. 139-147.

**Valladas, 1981**
Valladas H. (1981) - Thermoluminescence de grès de foyers prehistoriques: estimation de leur temperature de chauffe, *Archaeometry*, 23, 2 : 221-229. DOI: 10.1111/j.1475-4754.1981.tb00309.x

**Valladas *et al.*, 2001**
Valladas H., Clottes J., Geneste J.-M. M., Garcia M. a, Arnold M., Cachier H., Tisnérat-Laborde N. et Tisnerat-Laborde N. (2001) - Palaeolithic paintings. Evolution of prehistoric cave art., *Nature*, 413, 6855 : 479. DOI: 10.1038/35097160

**Vallverdú *et al.*, 2012**
Vallverdú J., Alonso S., Bargalló A., Bartrolí R., Campeny G., Carrancho Á., Expósito I., Fontanals M., Gabucio J., Gómez B., Prats J. M., Sañudo P., Solé À., Vilalta J. et Carbonell E. (2012) - Combustion structures of archaeological level O and mousterian activity areas with use of fire at the Abric Romaní rockshelter (NE Iberian Peninsula), *Quaternary International*, 247 : 313-324. DOI: 10.1016/j.quaint.2010.12.012

**Van Den Berg *et al.*, 2002**
Van Den Berg J. D. J., Van Den Berg K. J. et Boon J. J. (2002) - Identification of non-cross-linked compounds in methanolic extracts of cured and aged linseed oil-based paint films using gas chromatography-mass spectrometry, *Journal of Chromatography A*, 950 : 195-211. DOI: 10.1016/s0021-9673(02)00049-3

**Vasiliu, 2013**
Vasiliu L. (2013) - *Enregistrement des dépôts sédimentaires au Pléniglaciaire moyen et supérieur sur le site Paléolithique multi-stratifié des Bossats ( Ormesson , Seine-et-Marne )*, Mémoire de Master, Université de Paris I., 97 p.

**Vaté et Beyries, 2007**
Vaté V. et Beyries S. (2007) - Une ethnographie du feu chez les éleveurs de rennes du nord-est sibérien, *in* : Beyries S. et Vaté V. (dir.), *Les civilisations du renne d'hier et d'aujourd'hui : approches ethnohistoriques, archéologiques et anthropologiques. Actes des XXVIIe rencontres internationales d'archéologie et de d'histoire d'Antibes, 2006.*, APDCA, Antibes, p. 393-419.

**Verrecchia, 2002**
Verrecchia E. P. (2002) - Géodynamique du carbonate de calcium à la surface des continents, *in* : Miskovsky J.-C. (dir.), *Géologie de la Préhistoire*, Géopré, Paris, p. 233-258.

**Verrecchia *et al.*, 1995**
Verrecchia E. P., Freytet P., Verrecchia K. E. et Dumont J.-L. (1995) - Spherulites in calcrete laminar crusts: biogenic CaCO3 precipitation as a major contributor to crust formation, *Journal of sedimentary research*, A65, 4 : 690-700.

**Van Vliet-Lanoë, 2010**
Van Vliet-Lanoë B. (2010) - Frost Action, *in* : Stoops G., Marcelino V. et Mees F. (dir.), *Interpretation of Micromorphological Features of Soils and Regoliths*, Elsevier Science, p. 81-108.

**Volkman, 2005**
Volkman J. K. (2005) - Sterols and other triterpenoids: source specificity and evolution of biosynthetic pathways, *Organic Geochemistry*, 36, 2 : 139-159. DOI: 10.1016/j.orggeochem.2004.06.013

## W

**Wadley, 2009**
Wadley L. (2009) - Post-Depositional Heating May Cause Over-Representation of Red-Coloured Ochre in Stone Age Sites, *The South African Archaeological Bulletin*, 64, 190 : 166-171. DOI: 10.2307/40588156

**Wadley *et al.*, 2011**
Wadley L., Sievers C., Bamford M., Goldberg P., Berna F. et Miller C. E. (2011) - Middle Stone Age Bedding Construction and Settlement Patterns at Sibudu, South Africa, *Science*, 334, 6061 : 1388-1391. DOI: 10.1126/science.1213317

**Wahyudiono *et al.*, 2008**
Wahyudiono, Sasaki M. et Goto M. (2008) - Recovery of phenolic compounds through the decomposition of lignin in near and supercritical water, *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 47, 9-10 : 1609-1619. DOI: 10.1016/j.cep.2007.09.001

**Wang *et al.*, 2017**
Wang J., Simoneit B. R. T., Sheng G., Chen L., Xu L., Wang X., Wang Y. et Sun L. (2017) - The Potential of Alkyl Amides as Novel Biomarkers and Their Application to Paleocultural Deposits in China, *Scientific Reports*, 7, 1 : 14667. DOI: 10.1038/s41598-017-15371-z

**Wattez, 1988**
Wattez J. (1988) - Contribution à la connaissance des foyers préhistoriques par l'étude des cendres, *Bulletin de la Société préhistorique française*, 85 : 352-366. DOI: 10.3406/bspf.1988.9864

**Wattez, 1992**
Wattez J. (1992) - *Dynamique de formation des structures de combustion de la fin du Paléolithique au Néolithique moyen. Approche méthodologique et implications*, Thèse de Doctorat, Université Paris I Panthéon-Sorbonne, 428 p.

**Wattez, 1994**
Wattez J. (1994) - Micromorphologie des foyers d'étiolles, de Pincevent et de verberie, *in* : Taborin Y. (dir.), *Environnements et habitats magdaléniens dans le centre du Bassin parisien.*, DAF 43, MSH, Paris, p. 120-127.

**Wattez, 2000**
Wattez J. (2000) - Enregistrement sédimentaire des structures de combustion et fonctionnement de l'espace dans les campements de la fin du Paléolithique. Exemples des sites magdaléniens de Monruz (Neuchâtel, Suisse) et d'Etiolles (Soisy-sur-Seine, France) et du site du Closeau (Rueil-Malmaison, Hauts-de-Seine, France) , *in* : Bodu P. et Constantin C. (dir.), *Approches fonctionnelles en Préhistoire, Actes du XXVe Congrès Préhistorique de France, Nanterre, 24-26 novembre 2000*, Société préhistorique française, p. 225-237.

**Wells *et al.*, 1979**
Wells C., Campbell R., DeBano L., Lewis C., Fredriksen R., Franklin E., Froelich R. et Dunn P. (1979) - *Effects of fire on soil: a state-of-knowledge review*, U.S. Department of Agriculture, Forest Service, General Technical Report WO-7, Washington DC., 34 p.

**Werts et Jahren, 2007**
Werts S. P. et Jahren a. H. (2007) - Estimation of temperatures beneath archaeological campfires using carbon stable isotope composition of soil organic matter, *Journal of Archaeological Science*, 34, 6 : 850-857. DOI: 10.1016/j.jas.2006.05.007

**Wexler, 1964**
Wexler H. (1964) - Polymerization of Drying Oils, *Chemical Reviews*, 64, 6 : 591-611. DOI: 10.1021/cr60232a001

**White *et al.*, 2017**
White R., Mensan R., Clark A. E., Tartar E., Marquer L., Bourrillon R., Goldberg P., Chiotti L., Cretin C., Rendu W., Pike-Tay A. et Ranlett S. (2017) - Technologies for the Control of Heat and Light in the Vézère Valley Aurignacian, *Current Anthropology*, 58, suppl. 16 : S288-S302. DOI: 10.1086/692708

**Wieder et Yaalon, 1982**
Wieder M. et Yaalon D. H. (1982) - Micromorphological fabrics and developmental stages of carbonate nobular forms related to soil characteristics, *Geoderma*, 28, 3 : 203-220. DOI: http://dx.doi.org/10.1016/0016-7061(82)90003-9

**Wiesenberg *et al.*, 2009**
Wiesenberg G. L. B., Ja R. et Schwark L. (2009) - Thermal degradation of rye and maize straw: Lipid pattern changes as a function of temperature, *Organic Geochemistry*, 40, 2 : 167-174. DOI: 10.1016/j.orggeochem.2008.11.004

**Wiesenberg *et al.*, 2010**
Wiesenberg G. L. B., Dorodnikov M. et Kuzyakov Y. (2010) - Source determination of lipids in bulk soil and soil density fractions after four years of wheat cropping, *Geoderma*, 156, 3-4 : 267-277. DOI: 10.1016/j.geoderma.2010.02.026

**Wiesenberg *et al.*, 2015**
Wiesenberg G. L. B., Andreeva D. B., Chimitdorgieva G. D., Erbajeva M. a. et Zech W. (2015) - Reconstruction of environmental changes during the late glacial and Holocene reflected in a soil-sedimentary sequence from the lower Selenga River valley, Lake Baikal region, Siberia, assessed by lipid molecular proxies, *Quaternary International*, 365 : 190-202. DOI: 10.1016/j.quaint.2015.01.042

**Wolff *et al.*, 2010**
Wolff E. W., Chappellaz J., Blunier T., Rasmussen S. O. et Svensson a. (2010) - Millennial-scale variability during the last glacial: The ice core record, *Quaternary Science Reviews*, 29, 21-22 : 2828-2838. DOI: 10.1016/j.quascirev.2009.10.013

## Y

**Yellen, 1977**
Yellen J. E. (1977) - *Archæological approaches to the present models for reconstructing the past*, (Studies in archeology). Academic Press, New York, San Francisco, London, 259 p.

**Yravedra et Uzquiano, 2013**
Yravedra J. et Uzquiano P. (2013) - Burnt bone assemblages from El Esquilleu cave (Cantabria, Northern Spain): Deliberate use for fuel or systematic disposal of organic waste?, *Quaternary Science Reviews*, 68 : 175-190. DOI: 10.1016/j.quascirev.2013.01.019

**Yravedra *et al.*, 2005**
Yravedra J., Baena Preysler J., Arrizabalaga A. et Iriarte M. J. (2005) - El empleo de material óseo como combustible durante el Paleolítico Medio y Superior en el Cantábrico. Observaciones experimentales, *Museo de Altamira. Monografias*, 20 : 369-383.

## Z

**Zilhão, 2006**
Zilhão J. (2006) - Aurignacian, behavior, modern: issues of definition in the emergence of the European Upper Paleolithic, *in* : Bar-Yosef O. et Zilhão J. (dir.), *Towards a Definition of the Aurignacian*, Instituto Português de Arqueologia, Trabalhos de Arqueologia 45, p. 53-69.

**Zilhão, 2013**
Zilhão J. (2013) - Neandertal-Modern Human Contact in Western Eurasia: Issues of Dating, Taxonomy, and Cultural Associations, *in* : Akawaza T; Nishiaki, Y; Aoki K. (dir.), *Dynamics of Learning in Neanderthals and Modern Humans, Volume 1: Cultural Perspectives*, Springer Japan, Tokyo, p. 21-57.

# Annexes

# Annexe A. Études expérimentales traitant des structures de combustion

**Tabl. Ann. A.1:** Revue des publications abordant les structures de combustion préhistoriques à l'aide d'expérimentations.

| Référence | Thématiques abordées | Matériaux concernés | Méthodes employées | Milieu réaliste | Milieu contrôlé |
|---|---|---|---|---|---|
| *Fenn et al., 1976* | Thermodynamique<br>Altération soil OM | Sédiment | Thermocouple<br>Soil analysis | x | |
| *Laloy, 1981* | Propriété combustible<br>Thermodynamique | Sédiment<br>Roche<br>Bois<br>Os<br>Viande | Thermocouple | x | x |
| *Beeching et Moulin, 1981* | Altération Sédiment<br>Altération roche<br>Fonctionnement structure | Sédiment<br>Roche | Macroscopie | x | |
| *Valladas, 1981* | Paleothermomètre | Roche | TL | x | |
| *Phillips et al., 1987* | Paleothermomètre<br>Altération roche | Roche | Thermocouple<br>MagSus | x | |
| *Wattez, 1988* | Détermination cendres<br>Paleothermomètre | Cendres | Micromorphologie<br>MEB | | x |
| *Bazile et al., 1989* | Estimation durée<br>Paleothermomètre | Roche | MEB<br>XRD | x | |
| *Cliquet et al., 1989* | Origine OM<br>Propriété combustible | Bois<br>Viande<br>Poisson<br>Os<br>Tourbe | Géochimie<br>IR | x | |
| *March et al., 1989* | Altération amas coquillier | Mollusque | Thermocouple<br>Modélisation | x | |
| *Orliac et Wattez, 1989* | Fonctionnement structure<br>Thermodynamique<br>Détermination cendres | Sédiment<br>Roche<br>Bois | Thermocouple<br>Micromorphologie<br>Anthracologie | x | |
| *Valentin et Bodu, 1991* | Fonctionnement structure | Bois<br>Roche | Thermocouple<br>Macroscopie | x | x |
| *Wattez, 1992* | Altération Sédiment<br>Détermination cendres | Sédiment<br>Bois | Micromorphologie<br>MEB | x | x |
| *Pagoulatos, 1992* | Altération roche | Roche | Macroscopie | x | |
| *Bellomo, 1993* | Distinction origine naturelle/ anthro | Sédiment | Macroscopie<br>MagSus | x | |
| *March et al., 1993* | Estimation durée<br>Fonctionnement structure<br>Thermodynamique | Sédiment | Thermocouple<br>XRD | x | |
| *March, 1995* | Origine OM<br>Fonctionnement structure<br>Thermodynamique | Sédiment<br>Roche | Thermocouple<br>Géochimie | x | |
| *Stiner et al., 1995* | Altération os | Os | FTIR<br>Taphonomie | x | |
| *Schiegl et al., 1996* | Détermination cendres | Bois | FTIR<br>Micromorphologie<br>MEB<br>XRD | x | |
| *Debano et al., 1998* | Effet feu/sol | Sédiment | Thermocouple<br>Soil analysis | x | |
| *Bennett, 1999* | Altération os | Os | Macroscopie | | x |

| Référence | Thématiques abordées | Matériaux concernés | Méthodes employées | Milieu réaliste | Milieu contrôlé |
|---|---|---|---|---|---|
| *Canti et Linford, 2000* | Altération sédiment | Sédiment | Thermocouple<br>Macroscopie | x | |
| *Théry-Parisot, 2001* | Propriété combustible<br>Thermodynamique | Bois<br>Os<br>Lignite | Thermocouple<br>Anthracologie<br>Archéozoologie<br>Taphonomie | x | x |
| *Théry-Parisot, 2002* | Propriété combustible<br>Thermodynamique | Os<br>Bois | Thermocouple<br>Archéozoologie<br>Taphonomie | | x |
| *Soler Mayor, 2003a* | Altération roche<br>Paleothermomètre | Roche | Thermocouple<br>Pétrographie<br>Colorimétrie | x | x |
| *Soler Mayor, 2003b* | Altération roche | Roche | Thermocouple<br>Pétrographie<br>Colorimétrie<br>MEB | x | x |
| *Lucquin et March, 2003* | Fonctionnement structure<br>Altération roche<br>Thermodynamique | Roche | Thermocouple | | x |
| *Simpson et al., 2003* | Détermination cendres | Bois<br>Tourbe<br>Excrément<br>Turf | Micromorphologie | | x |
| *Gimeno-García., 2004* | Effet feu/sol<br>Thermodynamique | Sédiment | Thermocouple<br>Soil analysis | x | |
| *Shahack-Gross et al., 2004* | Altération structure<br>Détermination cendres | Sédiment<br>Bois | Micromorphologie<br>Ethnographie | x | |
| *Fernández Peris et al., 2005* | Fonctionnement structure<br>Thermodynamique<br>Altération artefact | Sédiment<br>Roche<br>Os<br>Silex | Thermocouple<br>Macroscopie | x | x |
| *Théry-Parisot et Costamagno, 2005* | Propriété combustible<br>Thermodynamique<br>Altération Os | Os<br>Bois | Thermocouple<br>Macroscopie<br>Archéozoologie | | x |
| *Yravedra et al. 2005* | Propriété combustible<br>Thermodynamique | Os | Macroscopie<br>Archéozoologie | x | |
| *Sergant et al., 2006* | Altération silex | Silex | Thermocouple<br>Modélisation | x | |
| *Berna et al., 2007* | Altération Sédiment | Sédiment | Micromorphologie<br>FTIR<br>XRD<br>XRF | x | x |
| *Lucquin, 2007* | Altération roche<br>Origine OM | Roche<br>Viande<br>Végétaux | Thermocouple<br>Géochimie | x | x |
| *Werts et Jarhen, 2007* | Paleothermomètre<br>Altération Sédiment<br>Altération Soil OM | Sédiment | Soil analysis | | x |
| *Mallol et al., 2007* | Altération structure<br>Fonctionnement structure | Sédiment | Micromorphologie<br>Macroscopie<br>Ethnographie | x | |
| *Terefe et al., 2008* | Effet feu/sol<br>Altération Soil OM | Sédiment | Soil analysis<br>XRD<br>Colorimétrie | | x |
| *Costamagno et al., 2009* | Propriété combustible<br>Altération os | Os | Archéozoologie | | x |
| *Kedrowski et al., 2009* | Propriété combustible<br>Origine OM | Os<br>Sédiment | Géochimie | x | |
| *Mentzer, 2009* | Altération os<br>Propriété combustible<br>Détermination cendres | Os<br>Bois | FTIR<br>Thermocouple<br>Archéozoologie | x | |

| Référence | Thématiques abordées | Matériaux concernés | Méthodes employées | Milieu réaliste | Milieu contrôlé |
|---|---|---|---|---|---|
| *Lugassi et al., 2009* | Altération Sédiment<br>Paleothermomètre | Sédiment | Spectroscopie | | x |
| *Wadley, 2009* | Altération ocre<br>Thermodynamique | Ocre | Thermocouple<br>Macroscopie | x | |
| *Delhon, 2010* | Détermination cendres<br>Détermination phytolithes | Bois<br>Végétaux | Microscopie | | x |
| *Lebon et al., 2010* | Altération os | Os | FTIR | | x |
| *Lugassi et al., 2010* | Altération Sédiment<br>Paleothermomètre<br>Thermodynamique | Sédiment<br>loess | Thermocouple<br>Spectroscopie | | x |
| *Théry-Parisot et al ., 2010b* | Propriété combustible<br>Altération bois/charbon<br>Thermodynamique | Bois | Thermocouple<br>Anthracologie | | x |
| *Costamagno et al., 2010* | Propriété combustible<br>Altération os | Os | Archéozoologie<br>Macroscopie | x | |
| *Fiorentino et D'Oronzo, 2010* | Fonctionnement structure | Sédiment<br>Bois | Anthracologie | x | |
| *Gerbe, 2010* | Altération os | Os | Archéozoologie | x | |
| *Miller et al., 2010* | Altération structure | Sédiment<br>Bois<br>Os | Micromorphologie<br>Macroscopie | x | |
| *Briz-Godino et al., 2011* | Altération mollusque | Mollusque | Micromorphologie<br>Ethnographie | x | |
| *Carrancho et Villalaín, 2011* | Altération Sédiment | Sédiment | MagSus | x | |
| *Liedgren et Ostlund, 2011* | Propriété combustible<br>Thermodynamique | Bois | Thermocouple<br>Carbon monoxyde meter | x | |
| *Brodard et al., 2012* | Paleothermomètre | Sédiment | TL<br>MagSus | | x |
| *Reiche et al., 2012* | Altération os | Os | FTIR<br>Raman<br>SAXS | | x |
| *Bentsen, 2012* | Fonctionnement structure<br>Thermodynamique<br>Propriété combustible | Sédiment<br>Bois<br>Os | Thermocouple<br>Macroscopie | x | |
| *Kot, 2012* | Fonctionnement structure<br>Altération Sédiment<br>Thermodynamique | Sédiment | Macroscopie<br>Thermocouple | x | |
| *Miller et Sievers, 2012* | Combustion litière | Sédiment<br>Végétaux | Micromorphologie | x | |
| *Brodard, 2013* | Paleothermomètre<br>Altération Sédiment | Sédiment | TL<br>MagSus<br>Modélisation<br>Thermocouple | x | x |
| *Gur-Arieh et al., 2013* | Fonctionnement structure<br>Détermination cendres<br>Thermodynamique | Sédiment<br>Végétaux<br>Excrément | Thermocouple<br>FTIR<br>Microscopie<br>Ethnographie | x | x |
| *Östlund et al., 2013* | Propriété combustible<br>Thermodynamique | Bois | Thermocouple<br>Carbon monoxyde meter | x | x |
| *Shahack-Gross et Ayalon, 2013* | Détermination cendres<br>Paleothermomètre | Bois<br>Cendre | FTIR<br>Isotopie<br>MEB | | x |
| *Bentsen, 2013* | Fonctionnement structure<br>Thermodynamique | Sédiment<br>Bois | Thermocouple | x | |
| *Fernández et al., 2013* | Altération structure<br>Thermodynamique | Sédiment<br>Bois | thermocouple<br>Macroscopie | x | |

| Référence | Thématiques abordées | Matériaux concernés | Méthodes employées | Milieu réaliste | Milieu contrôlé |
|---|---|---|---|---|---|
| *Mallol et al., 2013a* | Effet feu/sol<br>Altération soil OM | Sédiment<br>Végétaux | Micromorphologie<br>Phytolithe<br>Thermocouple | x | |
| *Mallol et al., 2013b* | Fonctionnement structure | Sédiment<br>Végétaux<br>Os<br>Excrément<br>Viande | Micromorphologie<br>Macroscopie | x | |
| *Yravedra et Uzquiano, 2013* | Propriété combustible | Os | Archéozoologie<br>Thermocouple | x | |
| *Henry et Théry-Parisot, 2014* | Altération bois/charbon<br>Propriété combustible | bois<br>Charbons | Anthracologie | x | x |
| *March et al., 2014* | Fonctionnement structure<br>Thermodynamique<br>Propriété combustible | Sédiment<br>Roche<br>Os<br>Bois | Thermocouple<br>Géochimie<br>Modélisation<br>Taphonomie | x | x |
| *Ferrier et al., 2014* | Altération roche<br>Paleothermomètre | Roche | TL | | x |
| *Bentsen, 2014* | Fonctionnement structure<br>Thermodynamique<br>Détermination cendres | Sédiment<br>Bois | Thermocouple<br>Soil analysis<br>Anthracologie | x | |
| *Brodard et al., 2015* | Paleothermomètre<br>Altération Sédiment | Sédiment | TL<br>Modélisation<br>Thermocouple | x | x |
| *Ortiz Nieto-Marquez et Baena Preysler, 2015* | Altération silex | Sédiment<br>Bois<br>Silex | Macroscopie<br>Modélisation | x | |
| *Aldeias et al., 2016a* | Altération Sédiment<br>Thermodynamique | Sédiment | Thermocouple<br>FTIR<br>Micromorphologie | x | x |
| *Reidsma et al., 2016* | Altération os<br>Altération OM | Os | TGA<br>réflectance<br>Géochimie | | x |
| *Aldeias et al. 2016b* | Altération mollusque<br>Fonctionnement structure | Mollusque | FTIR<br>XRD<br>TGA<br>Micromorphologie | x | |
| *Smolderen, 2016* | Distinction origine naturelle/ anthro<br>Altération os | os | Macroscopie<br>MEB | x | |
| *Liedgren et al., 2017* | Altération Sédiment<br>Thermodynamique | Sédiment | Thermocouple<br>Colorimétrie<br>Macroscopie | x | x |
| *Pérez et al., 2017* | Altération os<br>Paleothermomètre | Os<br>Sédiment<br>Bois | Thermocouple<br>Archéozoologie | x | |

# Annexe B. Distribution des acides gras des échantillons expérimentaux

Les tableaux ci-dessous regroupent les résultats concernant la distribution des acides gras des échantillons expérimentaux et discutés dans la Partie IV.4.4.3. Les modes de calcul des différents indices et proxies sont précisés en Partie III.3.3.2.

**Tabl. Ann. B.1:** Abondances relatives des acides gras des échantillons expérimentaux. Les valeurs expriment des % des acides gras totaux.

| | M1 I | M2 II | 2012H II | 2012I II | 2012J II | 2014 I | 2014 IIa | 2014 IIb | 2014 IIc | 2014 IId |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *C6:0* | 1,1 | 5,4 | 0,4 | 0,1 | 2,9 | 1,6 | 0,9 | 0,8 | 4,2 | 0,6 |
| *C7:0* | 0,7 | 6,4 | 0,6 | 0,5 | 4,4 | 0,6 | 0,8 | 1,4 | 2,4 | 0,9 |
| *C8:0* | 0,8 | 23,4 | 1,5 | 1,4 | 11,5 | 2,1 | 1,8 | 2,6 | 5,8 | 1,1 |
| *C9:0* | 0,4 | 21,4 | 1,7 | 1,7 | 3,7 | 2,2 | 2,0 | 3,6 | 5,7 | 1,1 |
| *C10:0* | 0,5 | 0,8 | 1,1 | 1,7 | 1,2 | 0,5 | 0,7 | 1,4 | 0,2 | 0,5 |
| *C11:1* | | 1,0 | | | | | | | | |
| *C11:0* | | 0,1 | 0,7 | 1,7 | | | 0,4 | 1,0 | | 0,3 |
| *C12:0* | 0,9 | | 1,0 | 2,0 | 2,7 | 0,7 | 0,7 | 0,9 | 3,3 | 0,4 |
| *C13:0* | | | 0,6 | 0,4 | | | 0,3 | 1,0 | | 0,4 |
| *C14:1* | | | | | | | | 0,6 | | 0,6 |
| *C14:0* | 3,0 | 0,9 | 4,5 | 5,6 | 2,8 | 3,9 | 3,4 | 5,0 | 4,4 | 3,6 |
| *C15:1* | | | | | | | | | | |
| *C15:0* | 1,7 | 0,4 | 1,1 | 4,0 | 1,9 | 2,4 | 0,9 | 1,6 | 1,8 | 1,8 |
| *C16:1* | 36,5 | 0,2 | 0,9 | 2,5 | 4,3 | 2,6 | 2,0 | 4,0 | 3,7 | 4,4 |
| *C16:0* | 24,3 | 22,7 | 33,8 | 39,8 | 23,3 | 38,6 | 35,8 | 23,2 | 29,4 | 24,8 |
| *C17:1* | | | | | | | | | | |
| *C17:0* | 0,8 | 0,5 | 1,7 | 7,2 | 1,8 | 0,6 | 1,1 | 1,5 | 1,1 | 1,5 |
| *C18:3* | | | | | | | | | | |
| *C18:2* | 0,7 | | | | 1,9 | | | | | |
| *C18:1* | 14,2 | 7,4 | 31,0 | 1,3 | 6,8 | 3,5 | 21,9 | 31,2 | 11,9 | 38,7 |
| *C18:0* | 13,8 | 9,1 | 19,3 | 29,6 | 26,0 | 40,8 | 26,6 | 16,3 | 26,1 | 18,2 |
| *C19:0* | | | | | | | | 0,9 | | 0,6 |
| *C20:0* | | | | 0,5 | 1,2 | | 0,4 | 3,1 | | 0,4 |
| *C22:0* | 0,6 | | | | 0,9 | | | | | |
| *C24:0* | | | | | 1,7 | | | | | |
| *C26:0* | | | | | 0,8 | | | | | |
| ***Total*** | ***100,00*** | ***100,00*** | ***100,00*** | ***100,00*** | ***100,00*** | ***100,00*** | ***100,00*** | ***100,00*** | ***100,00*** | ***100,0*** |

**Tabl. Ann. B.2:** Échantillons expérimentaux. Valeurs calculées pour les différents proxies et indices discutés (cf. Partie III.3.3.2).

| | M1 I | M2 II | 2012H II | 2012I II | 2012J II | 2014 I | 2014 IIa | 2014 IIb | 2014 IIc | 2014 IId |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *CPI court (C13-19)* | 16,7 | 36,1 | 19,0 | 6,6 | 13,8 | 27,6 | 30,4 | 12,7 | 20,8 | 13,4 |
| *Long vs short chain (C16-C24) avec insaturés* | 0,007 | 0,000 | 0,000 | 0,007 | 0,060 | 0,000 | 0,004 | 0,040 | 0,000 | 0,005 |
| *Long vs short chain (C16-C24) sans insaturés* | 0,016 | 0,000 | 0,000 | 0,007 | 0,075 | 0,000 | 0,006 | 0,073 | 0,000 | 0,010 |
| *Medium+long vs short chain (C9-24) avec insaturés* | 14,0 | 1,6 | 8,1 | 4,7 | 5,5 | 8,9 | 10,3 | 5,3 | 4,7 | 10,1 |
| *Medium+long vs short chain (C9-24) sans insaturés* | 6,1 | 1,4 | 5,1 | 4,5 | 4,5 | 8,3 | 7,5 | 3,1 | 3,7 | 5,6 |
| *Degré d'insaturation (C16 et C18)* | 0,7 | 4,2 | 1,7 | 18,3 | 3,8 | 13,1 | 2,6 | 1,1 | 3,6 | 1,0 |
| *Degré d'insaturation (C18)* | 1,1 | 0,8 | 1,6 | 0,0 | 0,3 | 0,1 | 0,8 | 1,9 | 0,5 | 2,1 |
| *ACL FA* | 16,2 | 11,7 | 16,4 | 16,0 | 14,9 | 16,2 | 16,4 | 15,9 | 15,0 | 16,7 |
| *C16:0/C18:0* | 1,8 | 2,5 | 1,8 | 1,3 | 0,9 | 0,9 | 1,3 | 1,4 | 1,1 | 1,4 |
| *C18:1/C16:0* | 0,6 | 0,3 | 0,9 | 0,0 | 0,3 | 0,1 | 0,6 | 1,3 | 0,4 | 1,6 |
| *%S* | 84% | 100% | 100% | 100% | 74% | 100% | 100% | 100% | 100% | 100% |
| *IS* | 0,35 | 0,23 | 0,53 | 0,02 | 0,16 | 0,04 | 0,33 | 0,69 | 0,19 | 0,82 |

**Tabl. Ann. B.3:** Échantillons expérimentaux. Valeurs calculées pour la démarche de Malainey.

| | M1 I | M2 II | 2012H II | 2012I II | 2012J II | 2014 I | 2014 IIa | 2014 IIb | 2014 IIc | 2014 IId |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *C12:0+C14:0+C15:0* | 5,6 | 1,4 | 6,6 | 11,6 | 7,4 | 6,9 | 5,0 | 7,5 | 9,5 | 5,8 |
| *C18:0* | 13,8 | 9,1 | 19,3 | 29,6 | 26,0 | 40,8 | 26,6 | 16,3 | 26,1 | 18,2 |
| *C18:1* | 14,2 | 7,4 | 31,0 | 1,3 | 6,8 | 3,5 | 21,9 | 31,2 | 11,9 | 38,7 |

**Tabl. Ann. B.4:** Échantillons expérimentaux. Valeurs calculées pour la démarche d'Eerkens.

| | M1 I | M2 II | 2012H II | 2012I II | 2012J II | 2014 I | 2014 IIa | 2014 IIb | 2014 IIc | 2014 IId |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *C12:0/C14:0* | 0,29 | 0,05 | 0,21 | 0,35 | 0,95 | 0,18 | 0,21 | 0,17 | 0,74 | 0,11 |
| *C16:0/C18:0* | 1,76 | 2,48 | 1,76 | 1,35 | 0,90 | 0,95 | 1,34 | 1,43 | 1,13 | 1,36 |
| *C16:1/C18:1* | 2,58 | 0,03 | 0,03 | 1,90 | 0,63 | 0,74 | 0,09 | 0,13 | 0,32 | 0,11 |
| *(C15:0+C17:0)/C18:0* | 0,18 | 0,10 | 0,14 | 0,38 | 0,15 | 0,07 | 0,08 | 0,19 | 0,11 | 0,18 |

**Tabl. Ann. B.5:** Échantillons expérimentaux. Pourcentages relatifs des acides C14 :0 , C16 :0 et C18 :0 employés pour la démarche de Lucquin.

| | M1 I | M2 II | 2012H II | 2012I II | 2012J II | 2014 I | 2014 IIa | 2014 IIb | 2014 IIc | 2014 IId |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *%C14:0* | 7,3 | 2,9 | 7,9 | 7,5 | 5,4 | 4,6 | 5,1 | 11,3 | 7,4 | 7,8 |
| *%C16:0* | 59,1 | 69,2 | 58,7 | 53,1 | 44,7 | 46,4 | 54,4 | 52,2 | 49,0 | 53,1 |
| *%C18:0* | 33,6 | 27,9 | 33,4 | 39,4 | 49,9 | 49,0 | 40,5 | 36,5 | 43,6 | 39,1 |

# Annexe C. Échantillons de comparaison pour la distribution des acides gras

## C.1. Données de références de MO animales tirées de la littérature

Précisions sur les méthodes d'analyses et les références retenues :

– Malainey, 1997 :

Les références de moelle et de viande « **O** » correspondent à de produits frais obtenus dans le commerce. La viande a cependant été congelée avant son analyse. Ces produits ont ensuite été bouillis avec de l'eau distillée dans des récipients en céramique durant 1h à 1h30. Une seconde série d'échantillons « **1** » correspond à des prélèvements effectués sur la partie haute des récipients 4 jours après l'expérimentation (durant ce laps de temps les récipients ont été stockés à température ambiante ; échantillons « a » dans Malainey, 1997 et Malainey *et al.,* 1999b). En parallèle, une autre série « **2** » a été prélevée 80 jours après l'expérimentation (stockage à température ambiante) puis placée en étuve à 75°C pendant 30 jours (échantillons « c » dans Malainey, 1997 et « b » dans Malainey *et al.,* 1999b).

> Extraction chloroforme/méthanol (2:1 , v/v ?) ; dérivatisation / méthylation : anydrous HCl + methanol ; GC-FID

– Garton *et al.,* 1971 :

La référence « **Renne graisse** » correspond à des tissus adipeux sous-cutanés prélevés sur un renne mâle adulte (échantillon « Caribou ♂ S » «de Garton *et al.*, 1971)

> Extraction acétone ; dérivatisation / méthylation : $H_2SO_4$ + méthanol ; GC – argon ionization detector ?

– Meng *et al.,* 1969 :

La référence « **Renne moelle** » correspond à de la moelle prélevée dans la partie mésiale d'un humérus de rennes préalablement congelé (échantillon « Caribou front leg marrow, humerus, middle » de Meng *et al.,* 1969).

> Échantillon saponifié (KOH) puis attaque acide (HCL) ; dérivatisation / méthylation : borontrifluoride + methanol ; GC-FID

– Kedrowski *et al.*, 2009 :

La référence « **Os cerf+feu** » correspond à du sédiment sableux prélevé sous un foyer expérimental ayant fonctionné avec des os de cerf. Ces sédiments ont été imprégnés de graisses s'étant dégagées des os durant l'expérimentation (échantillon « modern » de Kedrowski *et al.*, 2009).

> Dérivatisation / méthylation (anydrous HCl in methanol) ; extraction à posteriori avec diethyl ether ; GC-MS

Les tableaux ci-dessous regroupent les résultats concernant la distribution des acides gras des échantillons de MO animales issus des références bibliographiques qui sont discutés dans la partie Partie IV.4.4.3.1. Les modes de calcul des différents indices et proxies sont précisés en Partie III.3.3.2.

**Tabl. Ann. C.1:** MO animales. Compilation des données de référence utilisées pour l'illustration et le test des méthodes quantitatives basées sur la distribution des acides gras (données tirées de Malainey, 1997 ; Garton et al., 1971 ; Meng et al., 1969 ; Kedrowski et al., 2009). Les valeurs expriment des % des acides gras totaux.

| | **Vache moelle 0** | **Vache moelle 1** | **Vache moelle 2** | **Bison viande 0** | **Bison viande1** | **Bison viande 2** | **Cerf viande 0** | **Cerf viande 1** | **Cerf viande 2** | **Castor viande 0** | **Castor viande 1** | **Castor viande 2** | **Renne graisse** | **Renne moelle** | **Os cerf+feu** |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *C9:0* | | | | | | | | | | | | | | | 1,30 |
| *C10:0* | | | | | | | | | | | | | | | 0,40 |
| *C11:0* | | | | | | | | | | | | | | | 0,20 |
| *C12:0* | 0,42 | 0,16 | 0,2 | 0,12 | 0,1 | 0,3 | | 0,09 | | 0,08 | 0,18 | 0,19 | 0,1 | 0,28 | 0,50 |
| *C13:0* | | | | | 0,02 | 0,16 | | | | | | | | | 0,20 |
| *C14:2* | | | | | | | | | | | | | | 0,28 | |
| *C14:1* | 0,89 | 0,75 | | 0,18 | 0,13 | | 0,18 | 0,21 | | 0,07 | 0,13 | | 0,1 | 0,33 | |
| *C14:0* | 3,77 | 4,13 | 4,34 | 2,64 | 2,3 | 5,31 | 1,41 | 1,93 | 2,48 | 0,83 | 1,42 | 1,63 | 2 | 1,5 | 6,80 |
| *C15:1* | | | | | 0,04 | 2,97 | | 0,2 | 0,61 | | | | | | |
| *C15:0* | 0,18 | 0,98 | 1,09 | 0,55 | 0,5 | 0,98 | 0,31 | 0,51 | 0,82 | 0,17 | 0,26 | 0,38 | 0,1 | 0,5 | 2,10 |
| *C16:2* | | | | 0,37 | | | 0,41 | | | 0,1 | | | | 0,83 | |
| *C16:1 (total)* | 4,90 | 3,31 | 2,69 | 4,9 | 2,02 | 1,79 | 1,82 | 3,35 | 1,15 | 4,57 | 6,87 | 4,66 | 2,4 | 5,16 | |
| *C16:0* | 21,65 | 28,07 | 31,15 | 18,8 | 17,77 | 29,61 | 19,98 | 24,28 | 36,55 | 17,43 | 22,05 | 33,43 | 30,5 | 28,56 | 41,60 |
| *C17:1* | | 0,78 | 0,74 | 0,61 | 0,57 | 0,84 | 0,4 | 0,68 | 0,39 | 0,33 | 0,35 | 0,5 | 0,2 | | |
| *C17:0* | 0,51 | 1,39 | 1,58 | 1,2 | 1,24 | 1,88 | 1,07 | 1,37 | 2,57 | 0,26 | 0,33 | 0,55 | 1,5 | 1,99 | 4,50 |
| *C18:4* | | | | | | | | | | 0,43 | | | | | |
| *C18:3* | 0,48 | 0,74 | 0,16 | 0,6 | 0,54 | 0,37 | 4,63 | 2,89 | 0,26 | 2,97 | 1,64 | 0,51 | 0,2 | 2 | |
| *C18:2 (total)* | 5,47 | 1,90 | 1,32 | 6,5 | 4,26 | 0,67 | 11,37 | 3,61 | 1,4 | 24,07 | 18,48 | 7,28 | 1,4 | 3,77 | |
| *C18:1 (total)* | 52,98 | 38,67 | 34,55 | 38,07 | 44,28 | 18,01 | 33,51 | 43,43 | 17,5 | 38,32 | 41,97 | 39,6 | 39,1 | 38,82 | |
| *C18:0* | 8,22 | 19,13 | 22,17 | 22,34 | 26,13 | 36,97 | 18,35 | 17,34 | 35,92 | 6,41 | 6,33 | 11,29 | 19,5 | 15,97 | 39,70 |
| *C19:0* | | | | 0,11 | 0,1 | 0,14 | | 0,1 | 0,25 | 0,07 | | 0,2 | | | 1,00 |
| *C20:5* | | | | | | | 1,75 | | | 1,18 | | | | | |
| *C20:4* | 0,05 | | | 1,65 | | | 3,51 | | | 0,78 | | | | | |
| *C20:3* | 0,08 | | | 0,38 | | | 0,47 | | | 0,1 | | | | | |
| *C20:2* | 0,11 | | | | | | 0,16 | | | 0,23 | | | | | |
| *C20:1* | 0,25 | | | 0,19 | | | 0,12 | | | 0,53 | | | | | |
| *C20:0* | 0,06 | | | 0,23 | | | 0,19 | | | 0,24 | | 0,3 | | | 1,70 |
| *C22:6* | | | | | | | | | | 0,17 | | | | | |
| *C22:5* | | | | 0,33 | | | | | | 0,4 | | | | | |
| *C22:3* | | | | | | | | | | 0,23 | | | | | |
| *C24:0* | | | | | | | 0,21 | | | | | | | | |
| *br- total** | | | | | | | | | | | | | 2,4 | | |
| ***Total*** | ***100,02*** | ***100,01*** | ***99,99*** | ***99,77*** | ***100*** | ***100*** | ***99,85*** | ***99,99*** | ***99,9*** | ***99,97*** | ***100,01*** | ***100,52*** | ***99,5*** | ***99,99*** | ***100*** |

** Acides ramifiés*

**Tabl. Ann. C.2:** Valeurs calculées pour les différents proxies et indices discutés (cf. Partie III.3.3.2).

| | Vache moelle 0 | Vache moelle 1 | Vache moelle 2 | Bison viande 0 | Bison viande1 | Bison viande 2 | Cerf viande 0 | Cerf viande 1 | Cerf viande 2 | Castor viande 0 | Castor viande 1 | Castor viande 2 | Renne graisse | Renne moelle | Os cerf+feu |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *CPI court (C13-19)* | 48,8 | 21,7 | 21,6 | 24,3 | 25,7 | 23,9 | 28,8 | 22,6 | 21,3 | 53,4 | 50,5 | 45,4 | 32,5 | 18,5 | 12,3 |
| *Long vs short chains (C16-C24) avec insaturés* | 0,002 | 0,000 | 0,000 | 0,005 | 0,000 | 0,000 | 0,010 | 0,000 | 0,000 | 0,010 | 0,000 | 0,007 | 0,000 | 0,000 | 0,020 |
| *Long vs short chains (C16-C24) sans insaturés* | 0,006 | 0,000 | 0,000 | 0,030 | 0,000 | 0,000 | 0,070 | 0,000 | 0,000 | 0,041 | 0,000 | 0,003 | 0,000 | 0,000 | 0,020 |
| *Medium+long vs short chains (C9-24) avec insaturés* | 18,0 | 15,6 | 16,8 | 27,6 | 31,4 | 9,3 | 51,6 | 33,0 | 24,5 | 85,9 | 49,3 | 44,7 | 41,2 | 33,6 | 7,7 |
| *Medium+long vs short chains (C9-24) sans insaturés* | 7,0 | 9,2 | 9,8 | 12,9 | 15,5 | 10,2 | 23,1 | 17,0 | 22,8 | 22,6 | 15,4 | 20,8 | 23,4 | 20,4 | 7,7 |
| *Degré d'insaturation (C16 et C18)* | 0,5 | 1,1 | 1,4 | 0,8 | 0,9 | 3,3 | 0,8 | 0,8 | 3,6 | 0,4 | 0,4 | 0,9 | 1,2 | 0,9 | / |
| *Degré d'insaturation (C18)* | 7,2 | 2,2 | 1,6 | 2,0 | 1,9 | 0,5 | 2,7 | 2,9 | 0,5 | 10,2 | 9,8 | 4,2 | 2,1 | 2,8 | / |
| *ACL FA* | 17,3 | 17,1 | 17,1 | 17,4 | 17,5 | 17,0 | 17,6 | 17,3 | 17,1 | 17,6 | 17,3 | 17,2 | 17,2 | 17,2 | 16,6 |
| *C16:0 / C18:0* | 2,6 | 1,5 | 1,4 | 0,8 | 0,7 | 0,8 | 1,1 | 1,4 | 1,0 | 2,7 | 3,5 | 3,0 | 1,6 | 1,8 | 1,0 |
| *C18:1/C16:0* | 2,4 | 1,4 | 1,1 | 2,0 | 2,5 | 0,6 | 1,7 | 1,8 | 0,5 | 2,2 | 1,9 | 1,2 | 1,3 | 1,4 | 0,0 |
| *%S* | 41% | 62% | 75% | 28% | 33% | 84% | 8% | 24% | 60% | 3% | 7% | 19% | 57% | 24% | 100% |
| *SI* | 2,2 | 1,2 | 1,0 | 2,0 | 2,3 | 0,5 | 1,7 | 1,6 | 0,5 | 2,9 | 2,4 | 1,3 | 1,2 | 1,3 | 0,0 |

**Tabl. Ann. C.3:** MO animales. Valeurs calculées pour la démarche de Malainey.

| | Vache moelle 0 | Vache moelle 1 | Vache moelle 2 | Bison viande 0 | Bison viande1 | Bison viande 2 | Cerf viande 0 | Cerf viande 1 | Cerf viande 2 | Castor viande 0 | Castor viande 1 | Castor viande 2 | Renne graisse | Renne moelle | Os cerf+feu |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *% C12:0+C14:0+C15:0* | 4,4 | 5,3 | 5,6 | 3,3 | 2,9 | 6,6 | 1,7 | 2,5 | 3,3 | 1,1 | 1,9 | 2,2 | 2,2 | 2,3 | 9,4 |
| *% C18:0* | 8,2 | 19,1 | 22,2 | 22,4 | 26,1 | 37,0 | 18,4 | 17,3 | 36,0 | 6,4 | 6,3 | 11,2 | 19,6 | 16,0 | 39,7 |
| *% C18:1* | 53,0 | 38,7 | 34,6 | 38,2 | 44,3 | 18,0 | 33,6 | 43,4 | 17,5 | 38,3 | 42,0 | 39,4 | 39,3 | 38,8 | 0,0 |

**Tabl. Ann. C.4:** MO animales. Valeurs calculées pour la démarche d'Eerkens.

| | Vache moelle 0 | Vache moelle 1 | Vache moelle 2 | Bison viande 0 | Bison viande1 | Bison viande 2 | Cerf viande 0 | Cerf viande 1 | Cerf viande 2 | Castor viande 0 | Castor viande 1 | Castor viande 2 | Renne graisse | Renne moelle | Os cerf+feu |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *C16:0 / C18:0* | 2,63 | 1,47 | 1,41 | 0,84 | 0,68 | 0,80 | 1,09 | 1,40 | 1,02 | 2,72 | 3,48 | 2,96 | 1,56 | 1,79 | 1,05 |
| *C12:0 / C14:0* | 0,11 | 0,04 | 0,05 | 0,05 | 0,04 | 0,06 | 0,00 | 0,05 | 0,00 | 0,10 | 0,13 | 0,12 | 0,05 | 0,19 | 0,07 |
| *C16:1 / C18:1* | 0,09 | 0,09 | 0,08 | 0,13 | 0,05 | 0,10 | 0,05 | 0,08 | 0,07 | 0,12 | 0,16 | 0,12 | 0,06 | 0,13 | / |
| *(C15:0+C17:0)/ C18:0* | 0,08 | 0,12 | 0,12 | 0,08 | 0,07 | 0,08 | 0,08 | 0,11 | 0,09 | 0,07 | 0,09 | 0,08 | 0,08 | 0,16 | 0,17 |

**Tabl. Ann. C.5:** MO animales. Pourcentages relatifs des acides C14 :0 , C16 :0 et C18 :0 employés pour la démarche de Lucquin.

| | Vache moelle 0 | Vache moelle 1 | Vache moelle 2 | Bison viande 0 | Bison viande1 | Bison viande 2 | Cerf viande 0 | Cerf viande 1 | Cerf viande 2 | Castor viande 0 | Castor viande 1 | Castor viande 2 | Renne graisse | Renne moelle | Os cerf+feu |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *%C14:0* | 11,2 | 8,0 | 7,5 | 6,0 | 5,0 | 7,4 | 3,5 | 4,4 | 3,3 | 3,4 | 4,8 | 3,5 | 3,8 | 3,3 | 7,7 |
| *%C16:0* | 64,4 | 54,7 | 54,0 | 42,9 | 38,5 | 41,2 | 50,3 | 55,8 | 48,8 | 70,7 | 74,0 | 72,1 | 58,7 | 62,0 | 47,2 |
| *%C18:0* | 24,4 | 37,3 | 38,4 | 51,0 | 56,6 | 51,4 | 46,2 | 39,8 | 47,9 | 26,0 | 21,2 | 24,4 | 37,5 | 34,7 | 45,1 |

## C.2. Données de références de MO végétales tirées de la littérature

Précisions sur les méthodes d'analyses et les références retenues :

– Oros et Simoneit, 2001

Les références « **Fumée pin A, B et C ; Fumée Sequoia et Fumée pin Douglas** » correspondent aux particules émises par différents feux de bois. Les combustibles mis en œuvres sont de petites branches, épines et cônes prélevés sur des conifères d'Amérique du Nord vivants puis séchés durant deux semaines (pin A : *Pinus engelmannii* ; pin B : *Pinus strobus* ; pin C : *Pinus Monticula* ; Sequoia : *Sequoia sempervirens* ; pin douglas : *Pseudotsuga menziesii*). Les particules émises lors de la combustion ont été collectées durant 5 min de au moyen d'un échantillonneur à grand débit (1.13m$^3$/min) et de filtres en laine de quartz (préalablement chauffées 550°C durant 3h ; rétention de 95% des particules > 1.0µm). Les filtres ont ensuite été stockés dans des flacons en verre avec 10mL de chloroforme et réfrigérés (4°C) en attendant leur analyse.

> Extraction par ultrasonification avec du DCM ; dérivatisation de l'extrait total au diazométhane/diethyl ether, séparation en 4 fractions par TLC ; la fraction contenant les acides gras a été triméthylsilylés (BSTFA) ; CG-SM.

Les données exploitées ci-dessous correspondent aux abondances relatives des acides gras. Elles ont été calculées à partir des concentrations exprimées en µg/g de l'extrait total de chaque filtre.

– Simoneit *et al.*, 2000

La référence « **fumée pin D** » correspond aux particules émises par un feu de bois ayant fonctionné durant 3h. Le combustible employé consistait en 30 à 40 kg de petites branches, épines et cônes prélevés sur un pin mort et sec (*Pinus elliotii*). Les particules émises lors de la combustion ont été collectées durant 5 min de au moyen d'un échantillonneur (0.3m$^3$/min) et de filtres en laine de verre (préalablement rincé au DCM). Les filtres ont ensuite été stockés dans des flacons en verre avec 10mL de chloroforme et réfrigérés (4°C) en attendant leur analyse.

> Extraction Soxhlet avec du DCM ; Après fractionnement, la fraction contenant les acides gras a été triméthylsilylé (BSTFA) ; CG-SM.

Les données exploitées ci-dessous correspondent aux abondances relatives des acides gras. Elles ont été calculées à partir des concentrations exprimées en ng/g de l'extrait total de chaque filtre.

– De la Rosa *et al.*, 2012

Les références « **Sol+OM pin** et **Sol+OM eucalyptus** » correspondent à des prélèvements de sol sous un couvert forestier dominé par le pin (*Pinus pinaster*) ou l'eucalyptus (*Eucalyptus globulus*) du Portugal (région de Coïmbre). Les échantillons « **Sol+OM pin+feu** et **Sol+OM eucalyptus+feu** » ont été effectués dans les mêmes contextes, mais affectés par un feu de forêt un an auparavant. Les prélèvements de sédiment ont été effectués à une profondeur de 0-5cm, séchés à l'air libre, tamisés à 2mm puis broyés (<0.05mm). Ils correspondent à l'horizon organo-minéral A d'un lithosol.

> Py-CG-SM double shoot (300 et 500°C)

Les données exploitées ci-dessous correspondent aux abondances relatives des acides gras. Elles ont été calculées à partir des abondances relatives fournies par les auteurs. Toutefois c'est valeurs n'ont pu être estimées qu'à partir d'histogrammes, les données numériques n'ayant pas été publiées. Une certaine imprécision est donc inévitable en ce qui concerne ces quatre références.

Les tableaux ci-dessous regroupent les résultats concernant la distribution des acides gras des échantillons de MO végétales issus des références bibliographiques qui sont discutés dans la partie Partie IV.4.4.3.3. Les modes de calcul des différents indices et proxies sont précisés en Partie III.3.3.2.

**Tabl. Ann. C.6:** MO végétales. Compilation des données de référence utilisées pour l'illustration et le test des méthodes quantitatives basées sur la distribution des acides gras (données tirées de Simoneit et al., 2000 ; Oros et Simoneit, 2001 ; De la Rosa et al., 2012). Les valeurs expriment des % des acides gras totaux.

| | **Fumée pin A** | **Fumée pin B** | **Fumée pin C** | **Fumée pin D** | **Fumée sequoia** | **Fumée pin Douglas** | **Sol+OM pin** | **Sol+OM pin+feu** | **Sol+OM eucalyptus** | **Sol+OM eucalyptus +feu** |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *C7:0* | | | | | | 0,2 | | | | |
| *C8:0* | 0,7 | 0,3 | 0,4 | | 0,4 | 1,5 | | | | |
| *C9:0* | 0,7 | 0,5 | 0,4 | | 0,7 | 0,7 | | | | |
| *C10:0* | 0,7 | 0,4 | 0,5 | | 0,5 | 0,1 | | | | |
| *C11:0* | 0,4 | 0,2 | 1,2 | | 0,6 | 0,5 | | | | |
| *C12:0* | 6,0 | 3,1 | 3,6 | 5,7 | 7,7 | 0,9 | | | | |
| *C13:0* | 0,5 | 0,2 | 0,5 | | 1,1 | 1,2 | 2,1 | 3,9 | 2,6 | 3,4 |
| *C14:0* | 7,3 | 4,7 | 4,5 | 2,2 | 14,5 | 2,2 | 4,7 | 6,6 | 6,2 | 4,7 |
| *C15:0* | 2,2 | 1,0 | 1,5 | 2,2 | 0,5 | 6,7 | 2,2 | 3,9 | 3,2 | 3,4 |
| *C16:1 (total)* | | | | 3,6 | | | | | | |
| *C16:0* | 23,8 | 8,2 | 27,5 | 5,8 | 22,4 | 8,0 | 17,1 | 22,0 | 17,7 | 21,0 |
| *C17:1* | | | | | | | | | | |
| *C17:0* | 1,7 | 1,5 | 1,6 | 0,7 | 1,6 | 3,7 | 2,2 | 2,8 | 2,2 | 2,3 |
| *C18:3* | | | | | | | | | | |
| *C18:2 (total)* | | | | | | 2,3 | | | | |
| *C18:1 (total)* | 10,6 | 17,7 | 0,5 | | 0,2 | 11,9 | 4,7 | 6,1 | 4,9 | 6,7 |
| *C18:0* | 6,1 | 7,7 | 15,7 | 7,2 | 3,7 | 3,4 | 2,7 | 2,8 | 2,3 | 1,1 |
| *C19:0* | 5,1 | 3,3 | | | 4,2 | 0,5 | 1,5 | 1,7 | 1,8 | 1,9 |
| *C20:0* | 19,4 | 26,9 | 25,5 | 6,5 | 9,1 | 9,1 | 8,6 | 6,6 | 5,1 | 4,2 |
| *C21:0* | 0,9 | 3,6 | 0,7 | | 0,9 | 1,7 | 3,4 | 2,2 | 3,5 | 3,2 |
| *C22:0* | 7,0 | 10,3 | 10,3 | 8,0 | 15,5 | 25,1 | 19,7 | 12,1 | 16,8 | 13,7 |
| *C23:0* | 1,9 | 2,2 | 1,7 | | 2,0 | 1,8 | 6,0 | 3,9 | 5,3 | 6,5 |
| *C24:0* | 4,6 | 4,9 | 1,6 | 26,9 | 6,5 | 15,2 | 12,0 | 12,7 | 13,4 | 12,6 |
| *C25:0* | | 0,5 | 0,3 | 27,4 | 0,6 | 0,5 | 1,7 | 2,0 | 2,6 | 2,3 |
| *C26:0* | 0,4 | 0,4 | 0,9 | | 0,6 | 1,2 | 5,6 | 5,5 | 7,2 | 7,4 |
| *C27:0* | | 0,1 | | | 0,2 | | 0,9 | 1,1 | 1,3 | 1,1 |
| *C28:0* | | 0,1 | | 3,6 | 1,0 | 0,3 | 3,4 | 2,8 | 2,6 | 2,9 |
| *C29:0* | | 0,1 | | | | | 0,4 | 0,6 | 0,4 | 0,6 |
| *C30:0* | | 0,5 | 0,5 | | 1,0 | 0,9 | 0,9 | 1,1 | 0,7 | 1,1 |
| *C31:0* | | 0,1 | | | | | | | | |
| *C32:0* | | 1,5 | 0,5 | | 3,1 | 0,3 | | | | |
| *C32:0* | | 1,5 | 0,5 | | 3,1 | 0,3 | | | | |
| *C33:0* | | | | | | | | | | |
| *C34:0* | | | | | 1,5 | | | | | |
| ***Total*** | ***100*** | ***100*** | ***100*** | ***100*** | ***100*** | ***100*** | ***100*** | ***100*** | ***100*** | ***100*** |

**Tabl. Ann. C.7:** MO végétale. Valeurs calculées pour les différents proxies et indices discutés (cf. Partie III.3.3.2).

| | Fumée pin A | Fumée pin B | Fumée pin C | Fumée pin D | Fumée sequoia | Fumée pin Douglas | Sol+OM pin | Sol+OM pin+feu | Sol+OM eucalyptus | Sol+OM eucalyptus +feu |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *CPI court (C13-19)* | 6,42 | 5,58 | 14,35 | 5,29 | 9,63 | 1,20 | 3,91 | 3,40 | 3,45 | 3,25 |
| *Long vs short chains (C16-C24) avec insaturés* | 0,72 | 1,25 | 0,88 | 2,39 | 1,05 | 1,77 | 1,75 | 1,06 | 1,53 | 1,22 |
| *Long vs short chains (C16-C24) sans insaturés* | 0,90 | 2,15 | 0,87 | 3,00 | 1,03 | 3,27 | 1,96 | 1,21 | 1,70 | 1,41 |
| *Medium+long vs short chains (C9-24) avec insaturés* | 4,59 | 8,51 | 6,91 | 5,87 | 2,60 | 6,67 | 8,59 | 5,08 | 6,08 | 6,39 |
| *Medium+long vs short chains (C9-24) sans insaturés* | 3,99 | 6,76 | 6,87 | 5,50 | 2,59 | 5,52 | 8,08 | 4,65 | 5,67 | 5,80 |
| *Degré d'insaturation (C16 et C18)* | 2,81 | 0,90 | 91,06 | 3,68 | 125,86 | 0,80 | 4,22 | 4,09 | 4,04 | 3,28 |
| *Degré d'insaturation (C18)* | 1,75 | 2,31 | 0,03 | 0,00 | 0,06 | 4,22 | 1,72 | 2,20 | 2,15 | 6,40 |
| *ACL FA* | 17,71 | 19,17 | 18,10 | 21,66 | 18,62 | 19,67 | 20,51 | 19,76 | 20,40 | 20,26 |
| *C16:0 / C18:0* | 3,92 | 1,07 | 1,75 | 0,81 | 5,98 | 2,36 | 6,25 | 8,00 | 7,69 | 20,00 |
| *C18:1/C16:0* | 0,45 | 2,16 | 0,02 | 0,00 | 0,01 | 1,49 | 0,28 | 0,28 | 0,28 | 0,32 |
| *%S* | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 57 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| *SI* | 0,25 | 0,75 | 0,01 | 0,00 | 0,00 | 0,99 | 0,19 | 0,19 | 0,19 | 0,25 |

**Tabl. Ann. C.8:** MO végétale. Valeurs calculées pour la démarche de Malainey.

| | Fumée pin A | Fumée pin B | Fumée pin C | Fumée pin D | Fumée sequoia | Fumée pin Douglas | Sol+OM pin | Sol+OM pin+feu | Sol+OM eucalyptus | Sol+OM eucalyptus+feu |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *C12:0+C14:0+C15:0* | 15,49 | 8,77 | 9,61 | 10,04 | 22,61 | 9,79 | 6,94 | 10,46 | 9,36 | 8,10 |
| *C18:0* | 6,08 | 7,65 | 15,73 | 7,24 | 3,75 | 3,39 | 2,74 | 2,75 | 2,29 | 1,05 |
| *C18:1* | 10,64 | 17,69 | 0,48 | 0,00 | 0,21 | 11,95 | 4,71 | 6,06 | 4,94 | 6,73 |

**Tabl. Ann. C.9:** MO végétales. Valeurs calculées pour la démarche d'Eerkens.

| | Fumée pin A | Fumée pin B | Fumée pin C | Fumée pin D | Fumée sequoia | Fumée pin Douglas | Sol+OM pin | Sol+OM pin+feu | Sol+OM eucalyptus | Sol+OM eucalyptus+feu |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *C16:0 / C18:0* | 3,92 | 1,07 | 1,75 | 0,81 | 5,98 | 2,36 | 6,25 | 8,00 | 7,69 | 20,00 |
| *C12:0 / C14:0* | 0,82 | 0,65 | 0,80 | 2,65 | 0,53 | 0,41 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 |
| *C16:1 / C18:1* | 0,00 | 0,00 | 0,00 | / | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 |
| *(C15:0+C17:0)/C18:0* | 0,63 | 0,33 | 0,20 | 0,40 | 0,56 | 3,08 | 1,63 | 2,40 | 2,35 | 5,40 |

**Tabl. Ann. C.10:** MO végétales. Pourcentages relatifs des acides C14:0, C16:0 et C18:0 employés pour la démarche de Lucquin.

| | Fumée pin A | Fumée pin B | Fumée pin C | Fumée pin D | Fumée sequoia | Fumée pin Douglas | Sol+OM pin | Sol+OM pin+feu | Sol+OM eucalyptus | Sol+OM eucalyptus+feu |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *%C14:0* | 19,66 | 22,86 | 9,41 | 14,17 | 35,63 | 16,08 | 19,16 | 21,05 | 23,65 | 17,65 |
| *%C16:0* | 64,03 | 39,90 | 57,65 | 38,33 | 55,15 | 58,96 | 69,69 | 70,18 | 67,57 | 78,43 |
| *%C18:0* | 16,31 | 37,24 | 32,93 | 47,50 | 9,22 | 24,96 | 11,15 | 8,77 | 8,78 | 3,92 |

# Annexe D. Distribution des acides gras des échantillons de Régismont-le-Haut

Les tableaux ci-dessous regroupent les résultats concernant la distribution des acides gras des échantillons de Régismont-le-Haut qui sont discutés dans la partie Partie V.4.3.3. Les modes de calcul des différents indices et proxies sont précisés en Partie III.3.3.2.

**Tabl. Ann. D.1:** Abondances relatives des acides gras des échantillons de Régismont-le-Haut. Les valeurs expriment des % des acides gras totaux.

| | F XVI 1 | F XVI 2 | F XVI 3 | F XXIV 1 | F XII 1 | F XII 3 | F XII 4 | F XII 5 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *C6:0* | | | 1,0 | 1,8 | 0,4 | 0,5 | 2,2 | 2,5 |
| *C7:0* | 0,4 | 0,3 | 0,8 | 1,0 | 0,6 | 0,3 | 0,9 | 0,8 |
| *C8:0* | 0,8 | 0,6 | 1,5 | 1,7 | 1,0 | 0,9 | 2,0 | 2,0 |
| *C9:0* | 1,9 | 1,0 | 2,6 | 2,1 | 1,1 | 0,6 | 2,0 | 2,1 |
| *C10:0* | 0,7 | 0,5 | 1,5 | 0,6 | 0,3 | 0,2 | 0,7 | 0,6 |
| *C11:1* | | | | | | | | |
| *C11:0* | 0,1 | 0,1 | 0,3 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,2 | 0,2 |
| *C12:0* | 1,2 | 0,9 | 2,2 | 0,5 | 0,2 | 0,2 | 0,7 | 0,4 |
| *C13:0* | | 0,7 | 0,2 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,1 |
| *C14:1* | | | | | 0,1 | 0,1 | | |
| *C14:0* | 2,0 | 1,6 | 3,4 | 2,3 | 2,7 | 2,7 | 2,3 | 1,9 |
| *C15:1* | | | | | | | | |
| *C15:0* | 0,9 | 0,8 | 1,5 | 1,0 | 0,9 | 0,7 | 0,6 | 1,0 |
| *C16:1* | 1,5 | 1,1 | 4,4 | 1,5 | 2,4 | 1,8 | 1,9 | 0,5 |
| *C16:0* | 44,1 | 42,6 | 36,75 | 38,5 | 37,8 | 36,7 | 29,4 | 33,7 |
| *C17:1* | | | | | | | | |
| *C17:0* | 0,5 | 0,4 | 0,7 | 0,5 | 0,8 | 1,2 | 0,6 | 0,6 |
| *C18:3* | | | | | | | | |
| *C18:2* | 0,6 | 0,5 | 1,8 | 0,4 | | 0,2 | | |
| *C18:1* | 5,7 | 6,1 | 11,8 | 7,6 | 23,2 | 26,1 | 30,6 | 17,4 |
| *C18:0* | 39,3 | 42,8 | 26,1 | 38,9 | 28,2 | 26,8 | 25,9 | 36,2 |
| *C19:0* | | | | | | 0,1 | | |
| *C20:0* | 0,2 | | 0,5 | 0,2 | 0,1 | 0,2 | | |
| *C22:0* | | | 0,8 | 0,3 | | 0,1 | | |
| *C23:0* | | | 0,90 | | | | | |
| *C24:0* | | | 1,2 | 0,5 | | 0,2 | | |
| *C26:0* | | | | 0,4 | | 0,1 | | |
| ***Total*** | ***100,0*** | ***100,0*** | ***100,0*** | ***100,0*** | ***100,0*** | ***100,0*** | ***100,0*** | ***100,0*** |

**Tabl. Ann. D.2:** Echantillons de Régismont-le-Haut. Valeurs calculées pour les différents proxies et indices (cf. Partie III.3.3.2).

| | F XVI 1 | F XVI 2 | F XVI 3 | F XXIV 1 | F XII 1 | F XII 3 | F XII 4 | F XII 5 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *CPI court (C13-19)* | 60,42 | 60,89 | 29,11 | 51,53 | 40,12 | 33,07 | 45,33 | 44,12 |
| *Long vs short chains (C16-C24) avec insaturés* | 0,00 | 0,00 | 0,04 | 0,01 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 |
| *Long vs short chains (C16-C24) sans insaturés* | 0,00 | 0,00 | 0,05 | 0,01 | 0,00 | 0,01 | 0,00 | 0,00 |
| *Medium+long vs short chain (C9-24) avec insaturés* | 0,88 | 1,01 | 0,83 | 1,03 | 1,14 | 1,26 | 1,51 | 1,34 |
| *Medium+long vs short chain (C9-24) sans insaturés* | 12,28 | 15,03 | 5,72 | 11,75 | 12,14 | 13,63 | 8,51 | 11,12 |
| *Degré d'insaturation (C16 et C18)* | 10,64 | 11,13 | 3,48 | 8,18 | 2,58 | 2,26 | 1,70 | 3,92 |
| *Degré d'insaturation (C18)* | 0,16 | 0,15 | 0,52 | 0,20 | 0,82 | 0,98 | 1,18 | 0,48 |
| *ACL FA* | 16,55 | 16,71 | 16,26 | 16,37 | 16,67 | 16,78 | 16,40 | 16,34 |
| *C16:0/C18:0* | 1,12 | 1,00 | 1,41 | 0,99 | 1,34 | 1,37 | 1,14 | 0,93 |
| *C18:1/C16:0* | 0,13 | 0,14 | 0,32 | 0,20 | 0,61 | 0,71 | 1,04 | 0,52 |
| *%S* | 84% | 83% | 76% | 88% | 100% | 94% | 100% | 100% |
| *SI* | 0,07 | 0,08 | 0,20 | 0,10 | 0,34 | 0,40 | 0,53 | 0,24 |

**Tabl. Ann. D.3:** Échantillons de Régismont-le-Haut. Valeurs calculées pour la démarche de Malainey.

| | F XVI 1 | F XVI 2 | F XVI 3 | F XXIV 1 | F XII 1 | F XII 3 | F XII 4 | F XII 5 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *C12:0+C14:0+C15:0* | 4,16 | 3,39 | 7,07 | 3,83 | 3,78 | 3,73 | 3,58 | 3,35 |
| *C18:0* | 39,28 | 42,76 | 26,13 | 38,88 | 28,19 | 26,76 | 25,86 | 36,23 |
| *C18:1* | 5,75 | 6,07 | 11,85 | 7,57 | 23,20 | 26,11 | 30,58 | 17,38 |

**Tabl. Ann. D.4:** Échantillons de Régismont-le-Haut. Valeurs calculées pour la démarche d'Eerkens.

| | F XVI 1 | F XVI 2 | F XVI 3 | F XXIV 1 | F XII 1 | F XII 3 | F XII 4 | F XII 5 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *C12:0/C14:0* | 0,57 | 0,57 | 0,67 | 0,22 | 0,09 | 0,09 | 0,31 | 0,22 |
| *C16:0/C18:0* | 1,12 | 1,00 | 1,41 | 0,99 | 1,34 | 1,37 | 1,14 | 0,93 |
| *C16:1/C18:1* | 0,26 | 0,18 | 0,37 | 0,20 | 0,10 | 0,07 | 0,06 | 0,03 |
| *(C15:0+C17:0)/C18:0* | 0,04 | 0,03 | 0,08 | 0,04 | 0,06 | 0,07 | 0,05 | 0,04 |

**Tabl. Ann. D.5:** Échantillons de Régismont-le-Haut. Pourcentages relatifs des acides C14:0, C16:0 et C18:0 employés pour la démarche de Lucquin.

| | F XVI 1 | F XVI 2 | F XVI 3 | F XXIV 1 | F XII 1 | F XII 3 | F XII 4 | F XII 5 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *%C14:0* | 2,05 | 1,63 | 3,43 | 2,34 | 2,66 | 2,74 | 2,27 | 1,93 |
| *%C16:0* | 44,18 | 42,60 | 37,53 | 38,50 | 37,78 | 36,71 | 29,39 | 33,71 |
| *%C18:0* | 39,38 | 42,76 | 26,68 | 38,88 | 28,19 | 26,76 | 25,86 | 36,23 |

# Annexe E. Distribution des acides gras des échantillons des Bossats

Les tableaux ci-dessous regroupent les résultats concernant la distribution des acides gras des échantillons des Bossats qui sont discutés dans la partie Partie VI.4.3.3. Les modes de calcul des différents indices et proxies sont précisés en Partie III.3.3.2.

**Tabl. Ann. E.1:** Abondances relatives des acides gras des échantillons des Bossats. Les valeurs expriment des % des acides gras totaux.

| | E31 1 | Zone A II | Zone B | D28-1 | D28-2 | EF22-6 | EF22-7 | EF22-8 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *C6:0* | 0,00 | 0,00 | 6,86 | 12,91 | 2,29 | 5,21 | 6,68 | 0,76 |
| *C7:0* | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 5,60 | 0,94 | 0,00 | 0,00 | 0,00 |
| *C8:0* | 5,68 | 1,00 | 9,40 | 9,49 | 2,41 | 4,51 | 6,68 | 1,58 |
| *C9:0* | 5,98 | 1,26 | 5,26 | 6,13 | 2,44 | 4,70 | 5,43 | 0,87 |
| *C10:0* | 1,56 | 1,29 | 0,89 | 1,92 | 1,17 | 1,41 | 1,49 | 0,34 |
| *C11:1* | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 |
| *C11:0* | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 1,34 | 0,79 | 0,00 | 0,00 | 0,13 |
| *C12:0* | 1,25 | 0,86 | 2,30 | 1,64 | 5,63 | 0,87 | 14,47 | 0,26 |
| *C13:0* | 0,22 | 0,00 | 0,00 | 0,14 | 0,73 | 0,00 | 0,00 | 0,00 |
| *C14:1* | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 |
| *C14:0* | 4,70 | 2,38 | 4,29 | 3,57 | 6,75 | 2,70 | 9,60 | 1,71 |
| *C15:1* | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 |
| *C15:0* | 2,10 | 1,46 | 1,46 | 3,35 | 1,85 | 1,05 | 1,50 | 0,52 |
| *C16:1* | 1,98 | 3,91 | 5,77 | 0,83 | 1,34 | 0,87 | 1,46 | 2,40 |
| *C16:0* | 34,96 | 33,81 | 23,70 | 30,73 | 31,33 | 24,39 | 21,32 | 27,81 |
| *C17:1* | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 |
| *C17:0* | 0,44 | 0,74 | 0,85 | 0,80 | 1,81 | 0,52 | 0,21 | 0,74 |
| *C18:3* | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 |
| *C18:2* | 0,00 | 1,69 | 1,24 | 0,00 | 0,84 | 0,00 | 0,00 | 0,00 |
| *C18:1* | 3,02 | 10,46 | 12,87 | 1,93 | 7,89 | 3,98 | 6,68 | 37,96 |
| *C18:0* | 26,47 | 26,65 | 18,48 | 19,64 | 25,26 | 28,81 | 15,82 | 24,92 |
| *C19:0* | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 |
| *C20:0* | 0,34 | 1,01 | 0,00 | 0,00 | 0,37 | 1,70 | 0,57 | 0,00 |
| *C22:0* | 1,12 | 2,64 | 2,40 | 0,00 | 0,97 | 2,62 | 1,43 | 0,00 |
| *C23:0* | 0,00 | 0,83 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 |
| *C24:0* | 1,76 | 2,44 | 4,24 | 0,00 | 2,01 | 5,20 | 3,56 | 0,00 |
| *C26:0* | 1,01 | 0,90 | 0,00 | 0,00 | 1,25 | 3,44 | 1,80 | 0,00 |
| *C28:0* | 1,49 | 6,66 | 0,00 | 0,00 | 1,94 | 3,85 | 1,28 | 0,00 |
| *C30:0* | 5,92 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 4,18 | 0,00 | 0,00 |
| ***Total*** | ***100,00*** | ***100,00*** | ***100,00*** | ***100,00*** | ***100,00*** | ***100,00*** | ***100,00*** | ***100,00*** |

**Tabl. Ann. E.2:** Échantillons des Bossats. Valeurs calculées pour les différents proxies et indices (cf. Partie III.3.3.2).

| | E31 1 | Zone A II | Zone B | D28-1 | D28-2 | EF22-6 | EF22-7 | EF22-8 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *CPI court (C13-19)* | 24,94 | 28,52 | 20,12 | 12,80 | 15,86 | 35,66 | 27,22 | 43,41 |
| *Long vs short chains (C16-C24) avec insaturés* | 0,05 | 0,09 | 0,11 | 0,00 | 0,05 | 0,16 | 0,12 | 0,00 |
| *Long vs short chains (C16-C24) sans insaturés* | 0,05 | 0,11 | 0,15 | 0,00 | 0,06 | 0,18 | 0,15 | 0,00 |
| *Medium+long vs short chains (C9-24) avec insaturés* | 0,63 | 1,03 | 0,92 | 0,45 | 0,75 | 1,19 | 0,51 | 1,87 |
| *Medium+long vs short chains (C9-24) sans insaturés* | 4,11 | 9,38 | 3,50 | 2,83 | 3,19 | 5,89 | 1,32 | 13,99 |
| *Degré d'insaturation (C16 et C18)* | 12,28 | 3,76 | 2,12 | 18,29 | 5,62 | 10,98 | 4,56 | 1,31 |
| *Degré d'insaturation (C18)* | 0,11 | 0,46 | 0,76 | 0,10 | 0,35 | 0,14 | 0,42 | 1,52 |
| *ACL FA* | 16,78 | 17,78 | 15,09 | 13,10 | 16,10 | 17,30 | 14,72 | 16,92 |
| *C16:0/C18:0* | 1,32 | 1,27 | 1,28 | 1,56 | 1,24 | 0,85 | 1,35 | 1,12 |
| *C18:1/C16:0* | 0,09 | 0,31 | 0,54 | 0,06 | 0,25 | 0,16 | 0,31 | 1,36 |
| *%S* | 1,00 | 0,66 | 0,84 | 1,00 | 0,94 | 1,00 | 1,00 | 1,00 |
| *SI* | 0,04 | 0,19 | 0,29 | 0,03 | 0,13 | 0,07 | 0,11 | 0,69 |

**Tabl. Ann. E.3:** Échantillons des Bossats. Valeurs calculées pour la démarche de Malainey.

| | E31 1 | Zone A II | Zone B | D28-1 | D28-2 | EF22-6 | EF22-7 | EF22-8 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *C12:0+C14:0+C15:0* | 8,05 | 4,70 | 8,05 | 8,57 | 14,23 | 4,62 | 25,58 | 2,48 |
| *C18:0* | 26,47 | 26,65 | 18,48 | 19,64 | 25,26 | 28,81 | 15,82 | 24,92 |
| *C18:1* | 3,02 | 10,46 | 12,87 | 1,93 | 7,89 | 3,98 | 6,68 | 37,96 |

**Tabl. Ann. E.4:** Échantillons des Bossats. Valeurs calculées pour la démarche d'Eerkens.

| | E31 1 | Zone A II | Zone B | D28-1 | D28-2 | EF22-6 | EF22-7 | EF22-8 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *C12:0/C14:0* | 0,27 | 0,36 | 0,54 | 0,46 | 0,83 | 0,32 | 1,51 | 0,15 |
| *C16:0/C18:0* | 1,32 | 1,27 | 1,28 | 1,56 | 1,24 | 0,85 | 1,35 | 1,12 |
| *C16:1/C18:1* | 0,65 | 0,37 | 0,45 | 0,43 | 0,17 | 0,22 | 0,22 | 0,06 |
| *(C15:0+C17:0)/C18:0* | 0,10 | 0,08 | 0,13 | 0,21 | 0,14 | 0,05 | 0,11 | 0,05 |

**Tabl. Ann. E.5:** Échantillons des Bossats. Pourcentages relatifs des acides C14:0, C16:0 et C18:0 employés pour la démarche de Lucquin.

| | E31 1 | Zone A II | Zone B | D28-1 | D28-2 | EF22-6 | EF22-7 | EF22-8 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *%C14:0* | 7,11 | 3,79 | 9,23 | 6,62 | 10,66 | 4,83 | 20,55 | 3,14 |
| *%C16:0* | 52,87 | 53,80 | 51,00 | 56,97 | 49,46 | 43,63 | 45,61 | 51,09 |
| *%C18:0* | 40,03 | 42,41 | 39,77 | 36,41 | 39,88 | 51,54 | 33,85 | 45,78 |

# Annexe F. Composés identifiés en CG-SM

**Tabl. Ann. F.1:** Identification des composés détectés dans les extraits lipidiques par CG-SM. La numérotation renvoie à celle utilisée dans les chromatogrammes inclus dans le texte. Les poids moléculaires (MW) et les principaux fragments (m/z ; en ordre décroissant) correspondent majoritairement à ceux de dérivés triméthylsilylés (TMS). Les origines proposées dans le cadre de cette étude sont discutées et justifiées dans le texte.

| N° | Nom | Principaux fragments (*m/z*) | MW | Catégorie | Origine Possible |
|---|---|---|---|---|---|
| *1* | Pyridine / Pyridine, TMS | 79, 52 / 152, 167 | 79 / 167 | N hétéro. | MO animale thermoaltérée |
| *2* | Piperidine | 84, 85, 57 | 85 | N hétéro. | MO animale thermoaltérée |
| *3* | 2-Piperidinecarboxylic acid, 1-(TMS)-, TMS | 156, 73 | 273 | N hétéro. | MO animale thermoaltérée |
| *4* | Benzoic acid, TMS | 179, 105, 77, 135, 194 | 194 | Benzoïque deriv. | MO végétale |
| *5* | Glycérol, TMS | 73, 147, 205, 293 | 308 | Glyceride deriv. | Matière grasse ubiq. |
| *6* | Pyrimidine, 2,4-bis[(TMS)oxy]- | 241, 99, 256, 73, 147 | 256 | N hétéro. | MO animale thermoaltérée |
| *7* | 4-Hydroxybenzaldehyde, TMS | 179, 194, 151, 73 | 194 | Phenol. deriv. | MO végétale |
| *8* | Mandelic acid (diTMS) | 179, 73, 147, 180, 281 | 296 | Phenol. deriv. | MO végétale |
| *9* | Pyrimidine, 5-methyl-2,4-bis[(TMS) oxy]- | 255, 270, 73, 113, 147 | 270 | N hétéro. | MO animale thermoaltérée |
| *10* | Benzamide, N-(TMS)- | 178, 75, 135, 77 | 193 | N arom. | MO animale thermoaltérée |
| *11* | Benzoic acid, 3-[(TMS)oxy]-, TMS | 267, 73, 193, 223, 282 | 282 | Benzoïque deriv. | MO végétale |
| *12* | 1-Butene, 3-phenyl-1-(TMS)-, | 205, 73, 220 | 220 | Phenol. deriv. | MO végétale |
| *13* | Benzenepropanoic acid, TMS | 104, 75, 73, 207, 91, 222 | 222 | Benzoïque deriv. | MO végétale |
| *14* | 1,3-Bis(TMS)benzene | 239, 254, 240, 73 | 254 | Benzènique deriv. | MO végétale thermoaltérée |
| *15* | 1,4-Bis(TMS)benzene | 239, 147, 73, 223,254 | 254 | Benzènique deriv. | MO végétale thermoaltérée |
| *16* | 9H-Purin-6-amine, N,9-bis(TMS)- | 264, 279, 73 | 279 | N hétéro | MO animale thermoaltérée |
| *17* | 2-Methylbenzoic acid, TMS | 193, 119 149, 91, 208 | 208 | Benzoïque deriv. | MO végétale |
| *18* | 1-Isopropoxy-2-phenylmethtylbenzene | 226, 184 | 226 | Phenol. deriv. | MO végétale |
| *19* | 2-Phenoxy-ethanol, TMS | 151, 73, 210, 195, 117, 167 | 210 | Phenol. deriv. | MO végétale |
| *20* | Propanoic acid, 2-methyl-, 2-ethyl-3-hydroxyhexyl ester | 71, 89, 56, 43, 173, 143 | 216 | | |
| *21* | Pyroglutamic acid,N,O-bis(TMS) | 156, 73, 147, 230, 258 | 273 | N hétéro | MO animale thermoaltérée |
| *22* | 4-Hydroxymandelic acid, ethyl ester, di-TMS | 267, 73, 268, | 340 | Phenol. deriv. | MO végétale |
| *23* | 1,3-Diisobutyrin, TMS | 43, 71, 145, 83, 161, 98 | 304 | Glyceride deriv. ? | |
| *24* | 3-Methyldecen-1-ol, TMS | 227, 75, 143, 129 | 242 | | |
| *25* | Vanillin, TMS | 194, 193, 73, 209, 224 | 224 | Phenol. deriv. | MO végétale |
| *26* | Octyl ether | 57, 71, 83 | 242 | | |

| N° | Nom | Principaux fragments (*m/z*) | MW | Catégorie | Origine Possible |
|---|---|---|---|---|---|
| *27* | Dimethylbenzoacridine | 257 | 257 | N hétéro | |
| *28* | Naphthalene, 3,4-dihydro-1,8-bis(TMSoxy)- | 73, 217, 306, 291, 45 | 306 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *29* | Naphthalene, 1,2,3-trimethyl-4-propenyl-, (E)- | 195, 210, 180, 165 | 210 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *30* | 2-Acetoxy-benzoic acid (TMS) | 195, 119, 73, 103 | 252 | Benzoïque deriv. | MO végétale |
| *31* | y-Dodecalactone | 85, 41, 55, 69 | 198 | Lactone | MO animale thermoaltérée |
| *32* | Hexadecanitrile | 43, 57, 71, 97, 110, 55 | 226 | N nitrile | MO animale thermoaltérée |
| *33* | Hexadecanoic acid, ethyl ester | 88, 101, 157, 284, 239 | 284 | | |
| *34* | Oleanitrile | 41, 55, 43, 122, 69 | 263 | N nitrile | MO animale thermoaltérée |
| *35* | y-Palmitolactone | 85, 236, 192, 97 | 254 | Lactone | MO animale thermoaltérée |
| *36* | Retene | 219, 234, 204, 189 | 234 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *37* | Hexadecanamide | 59, 72, 212, 255 | 255 | N amide | MO animale thermoaltérée |
| *38* | y-Stearolactone | 85, 97, 220, 264 | 282 | Lactone | MO animale thermoaltérée |
| *39* | Dehydroabietic acid, TMS | 239, 240, 73, 257, 372 | 272 | Terpène | MO végétale |
| *40* | Totarol | 175, 189, 286, 189, 271, 215 | 286 | Terpène | MO végétale |
| *41* | 6,7-Dihydroxycoumarin, di-TMS | 322, 307, 73 | 322 | Phenol. deriv. | MO végétale |
| *42* | 9-Octadecenamide, (Z)- | 59, 72, 55, 238, 281 | 281 | N amide | MO animale thermoaltérée |
| *43* | Octadecanamide | 59, 72, 55, 238, 239, 283 | 283 | N amide | MO animale thermoaltérée |
| *44* | 1-Monomyristin, TMS | 343,73, 147, 227, 431, 371, 205 | 446 | Glyceride deriv. | MO animale |
| *45* | 10,?-Dihydroxy-octadecanoic acid, TMS | 317, 73, 215, 147 | 532 | Dihydroxy acide | MO animale |
| *46* | 13-Docosenitrile | 55, 69 122, 136, 276, 319 | 319 | N nitrile | MO animale thermoaltérée |
| *47* | 2-Monopalmitin, TMS | 129, 218, 73, 147, 103, 313, 459, 403 | 474 | Glyceride deriv. | Matière grasse ubiq. |
| *48* | 1-Monopalmitolein, TMS | 369, 73, 129, 147, 55, 370, 457 | 472 | Glyceride deriv. | Matière grasse ubiq. |
| *49* | 1-Monopalmitin, TMS | 371, 73, 147, 459 | 474 | Glyceride deriv. | Matière grasse ubiq. |
| *50* | 7-Oxodehydroabietic acid, TMS | 253, 268, 73, 187, 269, 327, 386 | 386 | Terpène deriv. | MO végétale thermoaltérée |
| *51* | 1-Methylbutyl hexadecanoate | 256, 43, 239, 70 | 326 | | |
| *52* | 1-Decene, 4-methyl | 112, 57, 71 | 154 | Alcène | MO animale thermoaltérée |
| *53* | 2-Monoolein, TMS | 103, 129, 73, 218, 147 | 500 | Glyceride deriv. | Matière grasse ubiq. |
| *54* | 2-Monostearin, TMS | 129, 218, 147, 341, 103, 487 | 502 | Glyceride deriv. | Matière grasse ubiq. |
| *55* | 1-Monoolein, TMS | 397, 73, 129, 147, 103 | 500 | Glyceride deriv. | Matière grasse ubiq. |
| *56* | 1-Monostearin, TMS | 399, 73, 147, 129, 267, 487 | 502 | Glyceride deriv. | Matière grasse ubiq. |

| N° | Nom | Principaux fragments (*m/z*) | MW | Catégorie | Origine Possible |
|---|---|---|---|---|---|
| *57* | Erucylamide | 59, 72, 83, 126, 240, 294, 337 | 337 | N amide | MO animale thermoaltérée |
| *58* | Squalène | 69, 81, 137, 95, 121 | 410 | Terpène | |
| *59* | 1,2-Dilaurin, TMS | 145, 257, 43, 129, 513 | 528 | Glyceride deriv. | Matière grasse ubiq. |
| *60* | 3-Methylcholestan-3-ol | 369, 229 | 402 | Stérol | |
| *61* | Cholestérol, TMS | 329, 129, 368, 458 | 458 | Stérol | Matière grasse ubiq. |
| *62* | Ergosta-5,7-dienol, TMS | 380, 365, 339, 470 | 470 | Phytostérol | MO végétale |
| *63* | Campesterol TMS | 343, 382, 472, 367 | 472 | Phytostérol | MO végétale |
| *64* | Stigmasterol, TMS | 83, 129, 484, 394, 255 | 484 | Phytostérol | MO végétale |
| *65* | Taraxerone | 204, 300, 133, 285, 424 | 424 | Terpène | MO végétale |
| *66* | Sitostérol, TMS | 129, 357, 396, 486, 255 | 486 | Phytostérol | MO végétale |
| *67* | Stigmastanol, TMS | 75, 488, 473, 215 | 488 | Phytostérol | MO végétale |
| *68* | a-Amyrone | 218, 424, 203 | 424 | Terpène | MO végétale |
| *69* | Lupenone | 424, 205, 189, 409 | 424 | Terpène | MO végétale |
| *70* | Cholest-2-eno[2,3-b]naphthalene, 7'-methoxy | 500, 501 | 500 | Stérol | |
| *71* | 1,2-Dipalmitolein, TMS | 129, 145, 313, 597, 385 | 636 | Glyceride deriv. | Matière grasse ubiq. |
| *72* | 1,3-Dipalmitolein, TMS | 371, 343, 597, 239 | 636 | Glyceride deriv. | Matière grasse ubiq. |
| *73* | 1,2-Dipalmitin, TMS | 129, 145, 313, 329, 385, 625 | 640 | Glyceride deriv. | Matière grasse ubiq. |
| *74* | 1,3-Dipalmitin, TMS | 371, 372, 73, 385, 625 | 640 | Glyceride deriv. | Matière grasse ubiq. |
| *75* | DAG C18:1 et C16:0 indeterminé | 129, 145, 385, 313, 410, 652 | 666 | Glyceride deriv. | Matière grasse ubiq. |
| *76* | DAG C18:0 et C16:0 indeterminé (1, 2?) | 129, 145, 313, 341, 385, 413, 654 | 668 | Glyceride deriv. | Matière grasse ubiq. |
| *77* | DAG C18:1 et C16:0 indeterminé | 371, 385, 397, 129, 652, 313, 364 | 666 | Glyceride deriv. | Matière grasse ubiq. |
| *78* | DAG C18:0 et C16:0 indeterminé (1, 3?) | 371, 399, 654, 129, 145, 313,579 | 668 | Glyceride deriv. | Matière grasse ubiq. |
| *79* | DAG C18:1 et C16:0 indeterminé | 397, 385, 651, 264, 410, 576, 313 | 666 | Glyceride deriv. | Matière grasse ubiq. |

**Tabl. Ann. F.2:** Identification des composés détectés par CG-SM dans les extraits lipidiques des expérimentations par CG-SM. La numérotation renvoie à celle utilisée dans les chromatogrammes inclus dans le texte. Les origines proposées dans le cadre de cette étude sont discutées et justifiées dans le texte.

| N° | Nom | Catégorie | M1 I | 2014 I | M2 II | 2012H II | 2012I II | 2012J II | 2014 IIa | 2014 IIb | 2014 IIc | 2014 IId | Bruit de fond naturel | Origine possible |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *5* | Glycérol, TMS | Glyceride deriv. | x | x | x | x | x | x | x | x | x | x | oui | Matière grasse ubiq. |
| *47* | 2-Monopalmitin, TMS | Glyceride deriv. | x | | x | x | | | x | | | x | oui | |
| *48* | 1-Monopalmitolein, TMS | Glyceride deriv. | x | | | | | | | | | | oui | |
| *49* | 1-Monopalmitin, TMS | Glyceride deriv. | x | x | x | x | x | x | x | x | x | x | oui | |
| *53* | 2-Monoolein, TMS | Glyceride deriv. | | | | x | | | | | | | | |
| *54* | 2-Monostearin, TMS | Glyceride deriv. | x | | x | x | | | | | | x | oui | |
| *55* | 1-Monoolein, TMS | Glyceride deriv. | x | | x | x | | | x | x | | x | oui | |
| *56* | 1-Monostearin, TMS | Glyceride deriv. | | x | x | x | x | x | x | x | x | x | oui | |
| *59* | 1,2-Dilaurin, TMS | Glyceride deriv. | | | | | | | | x | x | | | |
| *61* | Cholestérol, TMS | Stérol | x | x | | | | x | x | x | x | x | oui | |
| *71* | 1,2-Dipalmitolein, TMS | Glyceride deriv. | | | | | | | | x | | | | |
| *72* | 1,3-Dipalmitolein, TMS | Glyceride deriv. | | | | | | | | x | | | | |
| *73* | 1,2-Dipalmitin, TMS | Glyceride deriv. | x | | x | x | | x | x | x | | x | oui | |
| *74* | 1,3-Dipalmitin, TMS | Glyceride deriv. | x | x | x | x | | x | x | x | | x | oui | |
| *75* | DAG C18:1 et C16:0 indeterminé | Glyceride deriv. | x | | x | x | | x | x | x | | x | oui | |
| *76* | DAG C18:0 et C16:0 indeterminé (1, 2?) | Glyceride deriv. | x | | x | x | | | x | x | | x | oui | |
| *77* | DAG C18:1 et C16:0 indeterminé | Glyceride deriv. | x | | x | x | | x | x | x | | x | oui | |
| *78* | DAG C18:0 et C16:0 indeterminé (1, 3?) | Glyceride deriv. | | x | x | x | | | x | x | | | oui ? | |
| *79* | DAG C18:1 et C16:0 indeterminé | Glyceride deriv. | x | | | | | | | | | x | oui | |
| *44* | 1-Monomyristin, TMS | Glyceride deriv. | | x | x | x | | | x | x | | | | MO animale |
| *45* | 10,?-Dihydroxy-octadecanoic acid, TMS | Dihydroxy acide | | | x | | | | | | | | | |

| N° | Nom | Catégorie | M1 I | 2014 I | M2 II | 2012H II | 2012I II | 2012J II | 2014 IIa | 2014 IIb | 2014 IIc | 2014 IId | Bruit de fond naturel | Origine possible |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *1* | Pyridine / Pyridine, TMS | N hétéro | | | | | | | x | x | x | x | | MO animale thermoaltérée |
| *2* | Piperidine | N hétéro | | | | | | | | x | | | | |
| *3* | 2-Piperidinecarboxylic acid, 1-(TMS)-, TMS | N hétéro | | x | | | | | | | x | | oui ? | |
| *6* | Pyrimidine, 2,4-bis[(TMS) oxy]- | N hétéro | | x | | | | | | | x | | oui ? | |
| *9* | Pyrimidine, 5-methyl-2,4-bis[(TMS)oxy]- | N hétéro | | | | | | | x | | | | | |
| *10* | Benzamide, N-(TMS)- | N arom. | | | | | | | x | | x | | | |
| *16* | 9H-Purin-6-amine, N,9-bis(TMS)- | N hétéro | | | | | | | | | x | | | |
| *31* | y-Dodecalactone | Lactone | | | | | | | | x | | | | |
| *32* | Hexadecanitrile | N nitrile | | | | | | | | x | | x | | |
| *34* | Oleanitrile | N nitrile | | | | | | | | | | x | | |
| *35* | y-Palmitolactone | Lactone | | | | x | x | | x | x | | x | | |
| *37* | Hexadecanamide | N amide | | | | | | | | | | x | | |
| *38* | y-Stearolactone | Lactone | | | | x | x | | x | x | | x | | |
| *42* | 9-Octadecenamide, (Z)- | N amide | | | | | | | | | | x | | |
| *43* | Octadecanamide | N amide | | | | | | | | | | x | | |
| *57* | Erucylamide | N amide | | | | | | | | | | x | | |
| *4* | Benzoic acid, TMS | Benzoïque deriv. | | | | | x | | x | x | x | x | | MO végétale |
| *7* | 4-Hydroxybenzaldehyde, TMS | Phenol. deriv. | | | | | | | x | | | | | |
| *11* | Benzoic acid, 3-[(TMS) oxy]-, TMS | Benzoïque deriv. | | | | | | | x | | | | | |
| *12* | 1-Butene, 3-phenyl-1-(TMS)-, | Phenol. deriv. | | | | | | | | | | x | | |
| *13* | Benzenepropanoic acid, TMS | Benzoïque deriv. | | | | | | | | x | | x | | |
| *17* | 2-Methylbenzoic acid, TMS | Benzoïque deriv. | | | | | x | | | | | | | |
| *19* | 2-Phenoxy-ethanol, TMS | Phenol. deriv. | | | | | | x | | | | | | |
| *25* | Vanillin, TMS | Phenol. deriv. | | | | | | x | x | | | | | |
| *30* | 2-Acetoxy-benzoic acid (TMS) | Benzoïque deriv. | | | | | | x | | | | | | |
| *64* | Stigmasterol, TMS | Phytostérol | x | | | | | | | | | | oui | |
| *65* | Taraxerone | Terpène | x | | | | | | | | | | oui | |
| *66* | Sitostérol, TMS | Phytostérol | x | x | | | | x | | | x | | oui | |
| *68* | a-Amyrone | Terpène | x | | | | | | | | | | oui | |
| *69* | Lupenone | Terpène | x | | | | | | | | | | oui | |

| N° | Nom | Catégorie | M1 I | 2014 I | M2 II | 2012H II | 2012I II | 2012J II | 2014 IIa | 2014 IIb | 2014 IIc | 2014 IId | Bruit de fond naturel | Origine possible |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *14* | 1,3-Bis(TMS)benzene | Benzènique deriv. | | | | | | | | x | x | | | MO végétale thermoaltérée |
| *28* | Naphthalene, 3,4-dihydro-1,8-bis(TMSoxy)- | HAP | | | | | | | | | x | | | |
| *29* | Naphthalene, 1,2,3-trimethyl-4-propenyl-, (E)- | HAP | | | | | | x | | | | | | |
| *20* | Propanoic acid, 2-methyl-, 2-ethyl-3-hydroxyhexyl ester | | | | | | | x | | | | | | Indeterminée |
| *23* | 1,3-Diisobutyrin, TMS | Glyceride deriv. ? | | | | | | x | | | | | | |
| *24* | 3-Methyldecen-1-ol, TMS | | | | x | | | | | | | | | |
| *26* | Octyl ether | | | | | | | x | | | | | | |
| *27* | Dimethylbenzoacridine | N arom. | | | | | | x | | | | | | |
| *33* | Hexadecanoic acid, ethyl ester | | x | | | | | | | | | | oui | |
| *58* | Squalène | Terpène | x | x | | | | x | x | | x | | oui | |

**Tabl. Ann. F.3:** Identification des composés détectés par CG-SM dans les extraits lipidiques des échantillons archéologiques de Régismont-le-Haut. La numérotation renvoie à celle utilisée dans les chromatogrammes inclus dans le texte. Les origines proposées dans le cadre de cette étude sont discutées et justifiées dans le texte.

| N° | Nom | Catégorie | FXVI 1 | FXVI 2 | FXVI 3 | FXXIV 1 | FXII 1 | FXII 3 | FXII 4 | FXII 5 | Bruit de fond naturel (éch. M1 1 , cf. Tabl. F.2) | Origine possible |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *5* | Glycérol, TMS | Glyceride deriv. | x | | | x | | x | x | x | oui | Matière grasse ubiq. |
| *49* | 1-Monopalmitin, TMS | Glyceride deriv. | | | | x | | x | x | x | oui | |
| *55* | 1-Monoolein, TMS | Glyceride deriv. | | | | | | x | x | x | oui | |
| *56* | 1-Monostearin, TMS | Glyceride deriv. | | | | x | | x | | | oui | |
| *73* | 1,2-Dipalmitin, TMS | Glyceride deriv. | | | | | | x | | | oui | |
| *74* | 1,3-Dipalmitin, TMS | Glyceride deriv. | | | | | | x | | | oui | |
| *75* | DAG C18:1 et C16:0 indeterminé | Glyceride deriv. | | | | | | x | | | oui | |
| *76* | DAG C18:0 et C16:0 indeterminé (1, 2?) | Glyceride deriv. | | | | | | x | | | oui | |
| *77* | DAG C18:1 et C16:0 indeterminé | Glyceride deriv. | | | | | | x | | | oui | |
| *61* | Cholestérol, TMS | Stérol | | | x | x | x | x | x | x | oui | |
| *44* | 1-Monomyristin, TMS | Glyceride deriv. | | | | | | x | | | | **MO animale** |
| *35* | y-Palmitolactone | Lactone | | | | | x | | | | | MO animale thermoaltérée |
| *38* | y-Stearolactone | Lactone | | | | | x | | | | | |
| *57* | Erucylamide | N amide | | | | | x | | x | x | | |
| *21* | Pyroglutamic acid,N,O-bis(TMS) | N hétéro | | | | | | x | | | | |
| *46* | 13-Docosenitrile | N nitrile | | | | | | | x | x | | |
| *4* | Benzoic acid, TMS | Benzoïque deriv. | | | x | x | x | | | | | MO végétale |
| *22* | 4-Hydroxymandelic acid, ethyl ester, di-TMS | Phenol. deriv. | | | | x | | | x | | | |
| *66* | Sitostérol, TMS | Phytostérol | | | x | x | x | x | x | x | oui | |
| *68* | a-Amyrone | Terpène | | | | x | | | | | oui | |
| *15* | 1,4-Bis(TMS)benzene | Benzènique deriv. | | | | | | x | | | | **MO végétale thermoaltérée** |
| *58* | Squalène | Terpène | x | x | x | x | x | x | | x | oui | **Indeterminée** |

**Tabl. Ann. F.4:** Identification des composés détectés par CG-SM dans les extraits lipidiques des échantillons archéologiques des Bossats. La numérotation renvoie à celle utilisée dans les chromatogrammes inclus dans le texte. Les origines proposées dans le cadre de cette étude sont discutées et justifiées dans le texte.

| N° | Nom | Catégorie | E31-1 | Zone A II | Zone B | D28-1 | D28-2 | EF22-8 | EF22-7 | EF22-6 | Bruit de fond naturel | Origine possible |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *5* | Glycérol, TMS | Glyceride deriv. | x | | x | x | x | x | x | x | oui | Matière grasse ubiq. |
| *49* | 1-Monopalmitin, TMS | Glyceride deriv. | x | | x | x | x | x | x | x | oui | |
| *56* | 1-Monostearin, TMS | Glyceride deriv. | x | | x | x | x | x | x | x | oui | |
| *61* | Cholestérol, TMS | Stérol | x | x | x | x | x | x | x | x | oui | |
| *52* | 1-Decene, 4-methyl | Alcène | | | x | | | | | | | MO animale thermoal-térée |
| *35* | y-Palmitolactone | Lactone | | | | | x | | | | | |
| *38* | y-Stearolactone | Lactone | | | | | x | | | | | |
| *57* | Erucylamide | N amide | | | x | | x | x | | x | oui ? | |
| *21* | Pyroglutamic acid,N,O-bis(TMS) | N hétéro | | | | | x | x | x | | oui ? | |
| *46* | 13-Docosenitrile | N nitrile | | | x | | x | x | | | oui ? | |
| *4* | Benzoic acid, TMS | Benzoïque deriv. | x | | | x | x | | | | oui | MO végétale |
| *7* | 4-Hydroxybenzaldehyde, TMS | Phenol. deriv. | | | x | | | | | | | |
| *8* | Mandelic acid (diTMS) | Phenol. deriv. | | | x | | | | | | | |
| *18* | 1-Isopro-poxy-2-phenylmethtyl-benzene | Phenol. deriv. | | | | | | | x | | | |
| *19* | 2-Phenoxy-ethanol, TMS | Phenol. deriv. | x | | | | | | x | x | oui | |
| *22* | 4-Hydroxymandelic acid, ethyl ester, di-TMS | Phenol. deriv. | | | x | | | | | | | |
| *25* | Vanillin, TMS | Phenol. deriv. | | x | | | | | | | | |
| *41* | 6,7-Dihydroxycoumarin, di-TMS | Phenol. deriv. | | | | | | | | x | | |
| *62* | Ergosta-5,7-dienol, TMS | Phytosté-rol | | | x | | | | | | | |
| *63* | Campesterol TMS | Phytosté-rol | | | x | | | | | | | |
| *64* | Stigmasterol, TMS | Phytosté-rol | | x | | x | x | | | | | |
| *66* | Sitostérol, TMS | Phytosté-rol | | x | x | x | x | x | x | x | oui | |
| *67* | Stigmastanol, TMS | Phytosté-rol | | | | | | x | x | | oui ? | |
| *39* | Dehydroabietic acid, TMS | Terpène | | | | | | x | x | x | oui ? | |
| *40* | Totarol | Terpène | | | x | | | | | | | |

| N° | Nom | Catégorie | E31-1 | Zone A II | Zone B | D28-1 | D28-2 | EF22-8 | EF22-7 | EF22-6 | Bruit de fond naturel | Origine possible |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *36* | Retene | HAP | | | | | | x | x | x | oui ? | **MO végétale thermoaltérée** |
| *50* | 7-Oxodehydroabietic acid, TMS | Terpène deriv. | | | | | | | x | x | | |
| *23* | 1,3-Diisobutyrin, TMS | Glyceride deriv. ? | | | | | | | x | | | **Indeterminée** |
| *60* | 3-Methylcholestan-3-ol | Stérol | | | | | | | | x | | |
| *70* | Cholest-2-eno[2,3-b]naphthalene, 7'-methoxy | Stérol | | | x | | x | | | | | |
| *58* | Squalène | Terpène | x | x | x | x | x | x | x | x | oui | |
| *20* | Propanoic acid, 2-methyl-, 2-ethyl-3-hydroxyhexyl ester | | | | | | | | x | | | |
| *51* | 1-Methylbutyl hexadecanoate | | | | x | | | | | | | |

# Annexe G. Composés identifiés en py(TMAH)-CG-SM

**Tabl. Ann. G.1:** Identification des composés détectés et identifiés par py(TMAH)-CG-SM. La numérotation renvoie à celle utilisée dans les pyrochromatogrammes inclus dans le texte. Les origines proposées dans le cadre de cette étude sont discutées et justifiées dans le texte.

| N° | Nom | Principaux fragments (m/z) | MW | Catégorie | Origine possible |
|---|---|---|---|---|---|
| *1* | Methylbenzene (Toluène) | 91, 92 | 92 | Benzène deriv. | MO thermoaltéré (ubiq.) |
| *2* | Ethylbenzene | 91, 106, 51, 65 | 106 | Benzène deriv. | MO végétale thermoaltérée |
| *3* | Dimethylbenzene (xylène) | 91, 106, , 105, 51, 77 | 106 | Benzène deriv. | MO thermoaltéré (ubiq.) |
| *4* | 1,3-dimethoxy-2-propanol | 45, 75, 88, 102 | 120 | Glyceride by-prod. | Ubiq. Fat |
| *5* | Glycerol trimethyl ether | 59, 45, 89, 102 | 134 | Glyceride by-prod. | Ubiq. Fat |
| *6* | Methoxybenzene (Anisole) | 108, 78, 65 | 108 | Lignin deriv. | MO végétale |
| *7* | Benzaldehyde | 107, 106, 77, 51 | 106 | Lignin deriv. | MO végétale |
| *8* | Cycloheptanone | 55, 41, 68, 84, 112 | 112 | Cétone cycl. | ? |
| *9* | Trimethylbenzene | 105, 120 | 120 | Benzène deriv. | MO végétale thermoaltérée |
| *10* | Phenol | 94, 66, 39 | 94 | Lignin deriv. | MO végétale |
| *11* | Benzene, (methoxymethyl) | 91, 122, 121 | 122 | Lignin deriv. | MO végétale |
| *12* | 1-ethyl-4-methoxy-benzene | 121, 136 | 136 | Benzene /lignin deriv. ? | MO végétale |
| *13* | 1-methoxy-4-methyl-benzene | 122, 121, 107 | 122 | Lignin deriv. | MO végétale |
| *14* | Benzenemethanol, 4-(1-methylethyl)- | 135, 150, 105, 91 | 150 | Benzène deriv. | MO végétale thermoaltérée |
| *15* | Indène | 115, 116 | 116 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *16* | Benzenemethanamine, N,N-dimethyl- | 58, 91, 135 | 135 | N arom. | ? |
| *17* | 2-Cyclopenten-1-one, 2,3,4-trimethyl- | 109, 81, 124, 79, 96 | 124 | Saccharide | MO végétale |
| *18* | Phenol, 2-méthyl- | 108, 107, 90, 77 | 108 | Lignin deriv. | MO végétale |
| *19* | 2,5-Pyrrolidinedione, 1-methyl- | 113, 56, 85 | 113 | N hetero. | MO Prote. thermoaltérée |
| *20* | Nonanal | 41, 57, 70, 82, 98, 114, 124 | 142 | Aldéhyde | MO animale |
| *21* | Benzoic acid, methyl ester | 105, 77, 136, 51 | 136 | Benzoic ac. | MO végétale |
| *22* | Pyrazole, 1-methyl-4-nitro- | 127,42 | 127 | N hetero. | MO Prote. thermoaltérée |
| *23* | 2-Methoxy-1,3-dimethylbenzene (dimethylanisole) | 121, 136, 91, 77 | 136 | Benzène deriv. | MO végétale thermoaltérée |
| *24* | Tetramethylbenzene | 119, 134 | 134 | Benzène deriv. | MO végétale thermoaltérée |
| *25* | 2-(2-Hydroxyethylamino)pyrimidine | 108, 139, 53 | 139 | N hetero. | MO Prote. thermoaltérée |
| *26* | Naphthalene, 1,2-dihydro- | 129, 130, 115 | 129 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *27* | 1,4-Benzenediol, 2,5-dimethyl- | 138, 123, 95 | 138 | Lignin deriv. | MO végétale |
| *28* | 2-Piperidinone, 1-methyl- | 44, 113 | 113 | N hetero. | MO Prote. thermoaltérée |
| *29* | Methylindene | 130, 115 | 130 | HAP | MO végétale thermoaltérée |

| N° | Nom | Principaux fragments (m/z) | MW | Catégorie | Origine possible |
|---|---|---|---|---|---|
| *30* | 3-pyridinecarboxylic acid, methyl ester | 106, 137, 78 | 137 | N hetero. | MO Prote. thermoaltérée |
| *31* | Benzene, 1-ethyl-3,5-dimethyl- | 119, 134, 120, 91 | 134 | Benzène deriv. | MO végétale thermoaltérée |
| *32* | 1-Piperazinecarboxylic acid, ethyl ester | 116, 158, 85 | 158 | N hetero. | ? |
| *33* | Ethyldiethanolamine | 102, 58 | 133 | Amine | ? |
| *34* | 2(1H)-Pyridinone, 1-methyl- | 109, 81, 80 | 109 | N hetero. | MO Prote. thermoaltérée |
| *35* | Naphthalene, 1,2-dihydro-4-methyl- | 129,144, 128, 115 | 144 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *36* | Naphthalene | 128 | 128 | HAP | MO thermoaltéré (ubiq.) |
| *37* | 1-ethyl-2,4,5-trimethyl-benzene | 133, 148 | 148 | Benzène deriv. | MO végétale thermoaltérée |
| *38* | Pyrrolidine, 1-(1-cyclopenten-1-yl)- | 136, 137, 122 | 137 | N hetero. | MO Prote. thermoaltérée |
| *39* | Phenol, 3-(dimethylamino)- | 136, 121, 91, 150 | 136 | N arom. | ? |
| *40* | Undecanal | 43, 57, 109, 82 | 170 | Aldéhyde | MO animale |
| *41* | 2(1H)-Pyridinone, 1,3-dimethyl- | 94, 123, 95 | 123 | N hetero. | MO Prote. thermoaltérée |
| *42* | 2,5-Dimethyl-1-propylpyrrole | 137, 108,94 | 137 | N hetero. | MO Prote. thermoaltérée |
| *43* | Methanamine | 140, 42, 85 | 140 | Amine | ? |
| *44* | Benzaldehyde, 4-methoxy- | 135, 136, 77, 85, 707 | 136 | Lignin deriv. | MO végétale |
| *45* | Phenol, 3-(ethylamino)-4-methyl- | 136, 151, 122 | 151 | N arom. | ? |
| *46* | Méthylindole | 130, 131 | 131 | N hetero. | MO Prote. thermoaltérée |
| *47* | Dimethylindene | 129, 144, 128, 115 | 144 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *48* | Ethylindene | 141, 142, 115 | 142 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *49* | Pentamethylbenzene | 133, 148, 105, 91, 115 | 148 | Benzène deriv. | MO végétale thermoaltérée |
| *50* | Methylnaphthalene | 142, 141, 115 | 142 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *51* | Trimethylindene | 143, 158, 128, 115 | 158 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *52* | 4[1H]-Pyridone 3-hydroxy-1,2,6-trimethyl- | 108, 138 | 153 | N hetero. | MO Prote. thermoaltérée |
| *53* | 3-(2-Hydroxyethyl)phenol | 107, 138, 108 | 138 | phenol/benzene deriv? | ? |
| *54* | Methoxybenzoic acid, methyl ester | 135, 166, 42, 107, 154 | 166 | Benzoic ac. | MO végétale |
| *55* | 1,4-bis(1,methylethenyl)-benzene | 147,119,162, 91 | 162 | Benzène deriv. | MO végétale thermoaltérée |
| *56* | 8-Methoxyoctanoic acid, methyl ester | 45, 55, 74, 113, 124 | 188 | Methoxy/epoxy/ hydroxy FA | MO animale |
| *57* | 1,2,4-trimethyl-5-(1-methylethyl)-benzene | 147, 162, 91, 119, 105, 77 | 162 | Benzène deriv. | MO végétale thermoaltérée |
| *58* | Dimethylindole | 145, 144 | 145 | N hetero. | MO Prote. thermoaltérée |
| *59* | 1,2-diethyl-3,4-dimethyl-benzene | 147, 162, 133, 91, 105 | 162 | Benzène deriv. | MO végétale thermoaltérée |
| *60* | 8-hydroxyoctanoic acid | 74, 96, 87, 124 | 174 | Methoxy/epoxy/ hydroxy FA | MO animale |

| N° | Nom | Principaux fragments (m/z) | MW | Catégorie | Origine possible |
|---|---|---|---|---|---|
| *61* | 1,2,4-Trimethoxybenzene | 168, 153, 125 | 168 | Lignin deriv. | MO végétale |
| *62* | 2-Propenoic acid, 3-phenyl-, methyl ester (cinnamic acid) | 131, 103, 162,77 | 162 | Lignin deriv. | MO végétale |
| *63* | 2,3,4-Trimethylevoglucosan | 88, 101 | 204 | Saccharide | MO végétale |
| *64* | Ethylnaphthalene | 141, 156, 115 | 156 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *65* | Dimethylnaphthalene | 156, 141, 115,128 | 156 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *66* | Naphthalene, 1,4-dihydro-2,5,8-trimethyl- | 157, 172, 142, 128 | 172 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *67* | 3-Dimethylaminoanisole | 150, 122, 135 | 150 | N arom. | MO Prote. thermoaltérée |
| *68* | 2,4(1H,3H)-Pyrimidinedione, 1,3,5-trimethyl- | 154, 68, 69, 97 | 154 | N hetero. | MO Prote. thermoaltérée |
| *69* | Hexamethylbenzene | 147, 162, 91, 105, 119, 131 | 162 | Benzène deriv. | MO végétale thermoaltérée |
| *70* | Ethylpentamethyl-benzene | 161, 176 | 176 | Benzène deriv. | MO végétale thermoaltérée |
| *71* | Trimethylindole | 158, 159, 144 | 159 | N hetero. | MO Prote. thermoaltérée |
| *72* | Trimethylazulene | 170, 155, 115 | 170 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *73* | Benzonitrile, 2,4-dimethoxy- | 163, 134, 162 | 163 | N arom. | MO Prote. thermoaltérée |
| *74* | Trimethylnaphthalene | 155, 170 | 170 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *75* | Naphthalene, 1,2,3,4-tetrahydro-1,6,8-trimethyl- | 159, 174 | 174 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *76* | Naphthalene, 2-(1-methylethyl)- | 155,170, 128,115 | 170 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *77* | Fluorene | 166, 165, 167 | 166 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *78* | Benzoic acid, 3,4-dimethoxy-, methyl ester | 165, 196, 79 | 196 | Benzoic ac. | MO végétale |
| *79* | Methylfluorene | 165, 180, 179 | 180 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *80* | Tetramethylindole | 173, 172, 158, 115 | 173 | N hetero. | MO Prote. thermoaltérée |
| *81* | 2,6-Dihydroxynaphthalene | 160, 131 | 160 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *82* | Azulene, 7-ethyl-1,4-dimethyl- | 184, 169, 153 | 184 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *83* | 2-Propenoic acid, 3-(4-methoxyphenyl)-, methyl ester (cinnamic acid methoxy) | 192, 161, 133 | 192 | Benzene /lignin deriv. ? | MO végétale |
| *84* | Tetramethylnaphthalene | 169, 184 | 184 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *85* | Piperidine, 1-(ethoxymethyl)- | 98, 42 | 143 | N hetero. | MO Prote. thermoaltérée |
| *86* | Pentamethylindole | 187,186, 172 | 187 | N hetero. | MO Prote. thermoaltérée |
| *87* | Phenanthrene | 178, 176, 179, 76, 152 | 178 | HAP | MO thermoaltéré (ubiq.) |
| *88* | Anthracene | 178, 179, 176, 177 | 178 | HAP | MO thermoaltéré (ubiq.) |

| N° | Nom | Principaux fragments (m/z) | MW | Catégorie | Origine possible |
|---|---|---|---|---|---|
| *89* | 1,2-Dimethoxy-4-(1,2,3-trimethoxypropyl)benzene | 181, 270 | 270 | Benzène deriv. | MO végétale thermoaltérée |
| *90* | Phenanthrene, 9,10-dihydro-1-methyl- | 179, 194, 178 | 194 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *91* | Azulene, 1,4-dimethyl-7-(1-methylethyl)- | 183, 198, 153 | 198 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *92* | 6-Isopropyl-1,4-dimethylnaphthalene | 183, 198, 168,153 | 198 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *93* | Naphthalene, 1,6-dimethyl-4-(1-methylethyl)- | 183, 198, 168,153 | 198 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *94* | 1H-Indene, 2-phenyl- | 192, 191, 189, 165 | 192 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *95* | Methylanthracene | 192, 191, 193 | 192 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *96* | Methylphenanthrene | 192, 191, 189, 193, 165 | 192 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *97* | Ethylphenanthrene | 191, 206, 189 | 206 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *98* | Naphthalene, 6-methoxy-2-(1-buten-3-yl)- | 197, 212, 165, 182 | 212 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *99* | 1-Acetyl-4,6,8-trimethylazulene | 197, 212, 153 | 212 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *100* | Dimethylphenanthrene | 206, 191, 205, 189 | 206 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *101* | Methylphenylindene | 206, 191, 128 | 206 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *102* | 9-(1-methylethyl)-anthracene | 205, 220,178 | 220 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *103* | Fluoranthene | 202, 203,101 | 202 | HAP | MO thermoaltéré (ubiq.) |
| *104* | Trimethylphenanthrene | 220, 205, 189 | 220 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *105* | Heptadecanoic acid, ethyl ester | 101, 88 | 298 | Ethyl FA | ? |
| *106* | Phenanthrene, 1-methyl-7-(1methylethyl)- | 219, 234, 205 | 234 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *107* | Benzo[b]dihydropyran, 6-hydroxy-4,4,5,7,8-pentamethyl- | 220, 205, 190 | 220 | HAP | ? |
| *108* | 8-methoxy-9-octadecenoic acid, methylester | 71, 183 95, 294 | 326 | Methoxy/epoxy/hydroxy FA | MO animale |
| *109* | 12,13-epoxy-11-methoxy-9-octadecanoic acid, methylester | 71, 227, 163, 81, 294 | 340 | Methoxy/epoxy/hydroxy FA | MO animale |
| *110* | 10-methoxy-8-octadecenoic acid, methylester | 71, 213, 169, 294 | 326 | Methoxy/epoxy/hydroxy FA | MO animale |
| *111* | 9-methoxy-10-octadecenoic acid, methylester | 71, 169, 227, 294 | 326 | Methoxy/epoxy/hydroxy FA | MO animale |
| *112* | 11-methoxy-octadecanoic acid, methylester | 229, 143 | 328 | Methoxy/epoxy/hydroxy FA | MO animale |
| *113* | 4-methoxy-octadecanoic acid, methylester | 131, 71, 241 | 328 | Methoxy/epoxy/hydroxy FA | MO animale |
| *114* | 6,10-dihydroxyhexadecanoic acid, methylester | 83, 145, 201 | 302 | Methoxy/epoxy/hydroxy FA | MO animale |
| *115* | Octadecanamide, N, N-dimethyl | 87, 100 | 283 | Amide | MO animale thermoaltérée |
| *116* | Tetramethylphenanthrene | 234, 219, 204, 101, 203 | 234 | HAP | MO végétale thermoaltérée |
| *117* | Trehalose, Permethyl | 101, 111, 187, 155 | 454 | Saccharide | Ubiq. Fat |

| N° | Nom | Principaux fragments (m/z) | MW | Catégorie | Origine possible |
|---|---|---|---|---|---|
| *118* | y-Stearolactone | 85, 97, 55, 220 | 282 | Lactone | MO animale thermoaltérée |
| *119* | 9,18-dimethoxyoctadecenoic acid, methylester | 69, 201, 83, 137, | 358 | Methoxy/epoxy/ hydroxy FA | MO animale |
| *120* | 9-Octadecenamide, N,N-dimethyl- | 87, 100, 55, 72, 309 | 309 | Amide | MO animale thermoaltérée |

**Tabl. Ann. G.2:** Identification des composés détectés et identifiés dans les échantillons des expérimentations par py(TMAH)-CG-SM. La numérotation renvoie à celle utilisée dans les pyrochromatogrammes inclus dans le texte. Les origines proposées dans le cadre de cette étude sont discutées et justifiées dans le texte.

| N° | Nom | Catégorie | M1 I | 2014 I | M2 II | 2012H II | 2012I II | 2012J II | 2014 IIa | 2014 IIb | 2014 IIc | 2014 IId | Bruit de fond naturel | Origine possible |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *6* | Methoxybenzene (Anisole) | Lignin deriv. | | | | | | | x | | x | x | | MO végétale |
| *7* | Benzaldehyde | Lignin deriv. | | | | | | | | | x | x | | |
| *10* | Phenol | Lignin deriv. | | | | | | | | x | | | | |
| *11* | Benzene, (methoxymethyl) | Lignin deriv. | | | | | | | | x | x | | | |
| *12* | 1-ethyl-4-methoxy-benzene | Benzene /lignin deriv. ? | | | | | | | | | | x | | |
| *13* | 1-methoxy-4-methyl-benzene | Lignin deriv. | | | | | | | | x | | x | | |
| *18* | Phenol, 2-méthyl- | Lignin deriv. | | | | | | | | x | | | | |
| *21* | Benzoic acid, methyl ester | Benzoic ac. | | | | | | | x | x | x | x | | |
| *44* | Benzaldehyde, 4-methoxy- | Lignin deriv. | | | | | | | | | | x | | |
| *54* | Methoxybenzoic acid, methyl ester | Benzoic ac. | | | | | | | | | x | x | | |
| *62* | 2-Propenoic acid, 3-phenyl-, methyl ester (cinnamic acid) | Lignin deriv. | | | | | | | | | | x | | |
| *63* | 2,3,4-Trimethylevo-glucosan | Saccharide | | | | | | | x | | | | | |
| *9* | Trimethylbenzene | Benzène deriv. | x | | | | | | | | | | oui | MO végétale thermoaltérée |
| *15* | Indène | HAP | | | | | | | | x | | | | |
| *24* | Tetramethylbenzene | Benzène deriv. | | | | | x | x | | | | | | |
| *29* | Methylindene | HAP | | | | | | | x | | x | | | |
| *47* | Dimethylindene | HAP | | | | | | | x | | | | | |
| *49* | Pentamethylbenzene | Benzène deriv. | x | x | | | x | x | x | | | | oui | |
| *51* | Trimethylindene | HAP | | | | | x | | | | | | | |
| *57* | 1,2,4-trimethyl-5-(1-methylethyl)-benzene | Benzène deriv. | | | | | | x | | | | | | |
| *59* | 1,2-diethyl-3,4-dimethyl-benzene | Benzène deriv. | | x | | | x | x | | | | | oui | |
| *64* | Ethylnaphthalene | HAP | | | | | | | x | | | | | |
| *66* | Naphthalene, 1,4-dihydro-2,5,8-trimethyl- | HAP | | | | | x | | | | | | | |
| *69* | Hexamethylbenzene | Benzène deriv. | x | x | | | x | x | | | | | oui | |
| *74* | Trimethylnaphthalene | HAP | | x | | | | | | | | | oui | |

| N° | Nom | Catégorie | M1 I | 2014 I | M2 II | 2012H II | 2012I II | 2012J II | 2014 IIa | 2014 IIb | 2014 IIc | 2014 IId | Bruit de fond naturel | Origine possible |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *81* | 2,6-Dihydroxynaphthalene | HAP | | | | | | | | | x | | | MO végétale thermoaltérée |
| *84* | Tetramethylnaphthalene | HAP | | x | | | x | | | | | | oui | |
| *93* | Naphthalene, 1,6-dimethyl-4-(1-methylethyl)- | HAP | | x | | | x | | | | | | oui | |
| *98* | Naphthalene, 6-methoxy-2-(1-buten-3-yl)- | HAP | | x | | | | | | | | | oui | |
| *20* | Nonanal | Aldéhyde | | | x | | | | | | | x | | MO animale |
| *40* | Undecanal | Aldéhyde | | | | | | | | | | x | | |
| *56* | 8-Methoxyoctanoic acid, methyl ester | Methoxy/ epoxy/ hydroxy FA | | | | | | | | | | x | | |
| *60* | 8-hydroxyoctanoic acid | Methoxy/ epoxy/ hydroxy FA | | | | | | | | x | | | | |
| *108* | 8-methoxy-9-octadecenoic acid, methylester | Methoxy/ epoxy/ hydroxy FA | | | x | | | | | x | | | | |
| *109* | 12,13-epoxy-11-methoxy-9-octadecanoic acid, methylester | Methoxy/ epoxy/ hydroxy FA | | | x | | | | | | | | | |
| *110* | 10-methoxy-8-octadecenoic acid, methylester | Methoxy/ epoxy/ hydroxy FA | | | x | x | | | | x | | | | |
| *111* | 9-methoxy-10-octadecenoic acid, methylester | Methoxy/ epoxy/ hydroxy FA | | | x | x | | | | | | | | |
| *112* | 11-methoxy-octadecanoic acid, methylester | Methoxy/ epoxy/ hydroxy FA | | | | x | | | | | | | | |
| *113* | 4-methoxy-octadecanoic acid, methylester | Methoxy/ epoxy/ hydroxy FA | | | | x | | | | | | | | |
| *114* | 6,10-dihydroxyhexadecanoic acid, methylester | Methoxy/ epoxy/ hydroxy FA | | | | x | | | | | | | | |
| *119* | 9,18-dimethoxyoctadecenoic acid, methylester | Methoxy/ epoxy/ hydroxy FA | | | x | x | | | | x | | x | | |
| *115* | Octadecanamide, N, N-dimethyl | Amide | | | | | | | | x | | x | | MO animale thermoaltérée |
| *118* | y-Stearolactone | Lactone | | | | | | | | x | | x | | |
| *120* | 9-Octadecenamide, N,N-dimethyl- | Amide | | | | | | | | x | | x | | |

| N° | Nom | Catégorie | M1 I | 2014 I | M2 II | 2012H II | 2012I II | 2012J II | 2014 IIa | 2014 IIb | 2014 IIc | 2014 IId | Bruit de fond naturel | Origine possible |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *25* | 2-(2-Hydroxyethylamino)pyrimidine | N hetero. | | | | | | | | | | x | | **MO Prote. thermoaltérée** |
| *28* | 2-Piperidinone, 1-methyl- | N hetero. | | | | | | | | | | x | | |
| *30* | 3-pyridinecarboxylic acid, methyl ester | N hetero. | | | | | | | | | x | | | |
| *34* | 2(1H)-Pyridinone, 1-methyl- | N hetero. | | | | | | | | | | x | | |
| *41* | 2(1H)-Pyridinone, 1,3-dimethyl- | N hetero. | | | | | | | | | | x | | |
| *46* | Méthylindole | N hetero. | | | | | | | | | | x | | |
| *52* | 4[1H]-Pyridone 3-hydroxy-1,2,6-trimethyl- | N hetero. | | | | | | | | | | x | | |
| *58* | Dimethylindole | N hetero. | | | | | | | | | | x | | |
| *71* | Trimethylindole | N hetero. | | | | | | | x | | | | | |
| *73* | Benzonitrile, 2,4-dimethoxy- | N arom. | | | | | | | | | x | x | | |
| *85* | Piperidine, 1-(ethoxymethyl)- | N hetero.. | | | | | | | | | | x | | |
| *1* | Methylbenzene (Toluène) | Benzène deriv. | x | | | x | x | x | | | | | oui | **MO thermo-altéré (ubiq.)** |
| *36* | Naphthalene | HAP | | | | | | | | | x | | | |
| *4* | 1,3-dimethoxy-2-propanol | Glyceride by-prod. | | | x | | | | | x | | | | **Ubiq. Fat** |
| *5* | Glycerol trimethyl ether | Glyceride by-prod. | | | x | x | | | x | x | | | | |
| *8* | Cycloheptanone | Cétone cycl. | | | x | | | | | | | | | **Indéterminé** |
| *16* | Benzenemethanamine, N,N-dimethyl- | N arom. | | | | | | | x | x | x | x | | |
| *33* | Ethyldiethanolamine | Amine | | | | | | | | | x | | | |
| *39* | Phenol, 3-(dimethylamino)- | N arom. | | | | | | | x | x | x | | | |
| *53* | 3-(2-Hydroxyethyl) phenol | phenol/ benzene deriv? | | | | | | | | x | | | | |
| *105* | Heptadecanoic acid, ethyl ester | Ethyl FA | | | | x | | | | | | | | |

**Tabl. Ann. G.3:** Identification des composés détectés et identifiés par py(TMAH)-CG-SM dans les échantillons archéologiques de Régismont-le-Haut. La numérotation renvoie à celle utilisée dans les chromatogrammes inclus dans le texte. Les origines proposées dans le cadre de cette étude sont discutées et justifiées dans le texte.

| N° | Nom | Catégorie | FXVI 1 | FXVI 2 | FXVI 3 | FXXIV 1 | F XII 1 | F XII 3 | F XII 4 | F XII 5 | Bruit de fond naturel (éch. M1 1 et 2014 I, cf. Tabl. G.2) | Origine possible |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *2* | Ethylbenzene | Benzène deriv. | | | x | | | | | | | MO végétale thermoaltérée |
| *9* | Trimethylbenzene | Benzène deriv. | | | x | | | | | | oui | |
| *14* | Benzenemethanol, 4-(1-methylethyl)- | Benzène deriv. | | x | | | | | | | | |
| *24* | Tetramethylbenzene | Benzène deriv. | | | x | | x | | | | | |
| *31* | Benzene, 1-ethyl-3,5-dimethyl- | Benzène deriv. | | | x | | | | | | | |
| *37* | 1-ethyl-2,4,5-trimethyl-benzene | Benzène deriv. | | x | x | | | | | | | |
| *49* | Pentamethylbenzene | Benzène deriv. | | x | x | x | x | x | x | x | oui | |
| *50* | Methylnaphthalene | HAP | | | | | x | | | | | |
| *51* | Trimethylindene | HAP | | | x | | x | | | | | |
| *55* | 1,4-bis(1,methylethenyl)-benzene | Benzène deriv. | | | | | x | | | | | |
| *57* | 1,2,4-trimethyl-5-(1-methylethyl)-benzene | Benzène deriv. | | | x | | | | | | | |
| *59* | 1,2-diethyl-3,4-dimethyl-benzene | Benzène deriv. | | | x | | | | | | oui | |
| *65* | Dimethylnaphthalene | HAP | | | | | x | | | | | |
| *66* | Naphthalene, 1,4-dihydro-2,5,8-trimethyl- | HAP | | | x | | | | | | | |
| *69* | Hexamethylbenzene | Benzène deriv. | x | x | x | x | x | x | x | x | oui | |
| *70* | Ethylpentamethyl-benzene | Benzène deriv. | | | x | | x | | | | | |
| *74* | Trimethylnaphthalene | HAP | | | | | x | | | | oui | |
| *75* | Naphthalene, 1,2,3,4-tetrahydro-1,6,8-trimethyl- | HAP | | | x | | | | | | | |
| *82* | Azulene, 7-ethyl-1,4-dimethyl- | HAP | | | | | x | | x | | | |
| *84* | Tetramethylnaphthalene | HAP | | | x | | x | | x | | oui | |
| *91* | Azulene, 1,4-dimethyl-7-(1-methylethyl)- | HAP | | | x | | x | | x | | | |
| *92* | 6-Isopropyl-1,4-dimethylnaphthalene | HAP | | | x | | x | | x | | | |
| *93* | Naphthalene, 1,6-dimethyl-4-(1-methylethyl)- | HAP | | | | | x | | x | | oui | |
| *98* | Naphthalene, 6-methoxy-2-(1-buten-3-yl)- | HAP | | | x | x | x | | x | | oui | |
| *1* | Methylbenzene (Toluène) | Benzène deriv. | | | x | | | | | | oui | MO thermo-altéré (ubiq.) |
| *3* | Dimethylbenzene (xylène) | Benzène deriv. | | | x | | | | | | | |

| N° | Nom | Catégorie | FXVI 1 | FXVI 2 | FXVI 3 | FXXIV 1 | F XII 1 | F XII 3 | F XII 4 | F XII 5 | Bruit de fond naturel (éch. M1 1 et 2014 I, cf. Tabl. G.2) | Origine possible |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *28* | 2-Piperidinone, 1-methyl- | N hetero. | | | | | | x | | x | | MO Prote. thermo-altérée |
| *38* | Pyrrolidine, 1-(1-cyclopenten-1-yl)- | N hetero. | | | x | | | | | | | |
| *71* | Trimethylindole | N hetero. | | | | | x | | | | | |
| *16* | Benzenemethanamine, N,N-dimethyl- | N arom. | | | | | x | x | | x | | Indéter-minée |
| *43* | Methanamine | Amine | | | x | x | x | x | x | x | | |

**Tabl. Ann. G.4:** Identification des composés détectés et identifiés par py(TMAH)-CG-SM dans échantillons archéologiques des Bossats. La numérotation renvoie à celle utilisée dans les chromatogrammes inclus dans le texte. Les origines proposées dans le cadre de cette étude sont discutées et justifiées dans le texte.

| N° | Nom | Catégorie | E31-1 | EF22-8 | Zone A II | Zone B | D28-1 | D28-2 | EF22-6 | EF22-7 | Bruit de fond naturel | Origine possible |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *17* | 2-Cyclopenten-1-one, 2,3,4-trimethyl- | Saccharide | x | | x | x | x | x | x | x | oui | MO végétale |
| *27* | 1,4-Benzenediol, 2,5-dimethyl- | Lignin deriv. | | | | x | | | | | | |
| *61* | 1,2,4-Trimethoxybenzene | Lignin deriv. | | | x | x | x | x | x | x | | |
| *78* | Benzoic acid, 3,4-dimethoxy-, methyl ester | Benzoic ac. | | | x | | | | | | | |
| *83* | 2-Propenoic acid, 3-(4-methoxyphenyl)-, methyl ester (cinnamic acid methoxy) | Benzene /lignin deriv. ? | | | x | x | | | | | | |
| *9* | Trimethylbenzene | Benzène deriv. | | | | | x | | | | | MO végétale thermoaltérée |
| *23* | 2-Methoxy-1,3-dimethylbenzene (dimethylanisole) | Benzène deriv. | | | x | | | | | | | |
| *24* | Tetramethylbenzene | Benzène deriv. | x | x | x | | x | x | | x | oui | |
| *26* | Naphthalene, 1,2-dihydro- | HAP | | | x | | | | | | | |
| *29* | Methylindene | HAP | x | | x | | x | | | | oui | |
| *35* | Naphthalene, 1,2-dihydro-4-methyl- | HAP | | | x | | | x | x | | | |
| *47* | Dimethylindene | HAP | x | | | | x | | | x | oui | |
| *48* | Ethylindene | HAP | x | x | | x | | | x | x | oui | |
| *49* | Pentamethylbenzene | Benzène deriv. | x | x | x | x | x | x | | x | oui | |
| *50* | Methylnaphthalene | HAP | x | | x | | x | x | x | | oui | |
| *51* | Trimethylindene | HAP | x | | x | | x | x | x | x | oui | |
| *57* | 1,2,4-trimethyl-5-(1-methylethyl)-benzene | Benzène deriv. | | x | | | | | | x | oui ? | |
| *59* | 1,2-diethyl-3,4-dimethyl-benzene | Benzène deriv. | | x | | | | | | | oui ? | |
| *64* | Ethylnaphthalene | HAP | | | | | | | x | x | | |
| *65* | Dimethylnaphthalene | HAP | x | x | x | x | x | x | x | x | oui | |
| *66* | Naphthalene, 1,4-dihydro-2,5,8-trimethyl- | HAP | x | | x | | x | | | | oui | |
| *69* | Hexamethylbenzene | Benzène deriv. | x | x | x | x | x | x | | x | oui | |
| *70* | Ethylpentamethyl-benzene | Benzène deriv. | x | | | | | | | | oui | |
| *72* | Trimethylazulene | HAP | | x | | | x | x | x | x | oui ? | |
| *74* | Trimethylnaphthalene | HAP | x | x | x | | x | x | x | x | oui | |
| *76* | Naphthalene, 2-(1-methylethyl)- | HAP | | x | x | | x | x | x | x | oui ? | |
| *77* | Fluorene | HAP | | | x | | x | x | | | | |
| *79* | Methylfluorene | HAP | | | | | x | | | | | |
| *82* | Azulene, 7-ethyl-1,4-dimethyl- | HAP | x | x | x | | x | x | x | x | oui | |
| *84* | Tetramethylnaphthalene | HAP | x | x | x | | x | x | x | x | oui | |
| *89* | 1,2-Dimethoxy-4-(1,2,3-trimethoxypropyl)benzene | Benzène deriv. | | | x | | | | | | | |

| N° | Nom | Catégorie | E31-1 | EF22-8 | Zone A II | Zone B | D28-1 | D28-2 | EF22-6 | EF22-7 | Bruit de fond naturel | Origine possible |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *90* | Phenanthrene, 9,10-dihydro-1-methyl- | HAP | x | x | x | x | x | x | | | oui | MO végétale thermoaltérée |
| *91* | Azulene, 1,4-dimethyl-7-(1-methylethyl)- | HAP | x | x | x | x | x | x | | x | oui | |
| *92* | 6-Isopropyl-1,4-dimethylnaphthalene | HAP | x | | x | x | | x | | | oui | |
| *93* | Naphthalene, 1,6-dimethyl-4-(1-methylethyl)- | HAP | | x | | | x | | | x | oui ? | |
| *94* | 1H-Indene, 2-phenyl- | HAP | | | | | | | | x | | |
| *95* | Methylanthracene | HAP | | x | x | | x | | x | x | oui ? | |
| *96* | Methylphenanthrene | HAP | | x | | | | | x | | oui ? | |
| *97* | Ethylphenanthrene | HAP | | | | | | | x | | | |
| *98* | Naphthalene, 6-methoxy-2-(1-buten-3-yl)- | HAP | x | x | x | | x | x | | x | oui | |
| *99* | 1-Acetyl-4,6,8-trimethylazulene | HAP | | | | x | | | | | | |
| *100* | Dimethylphenanthrene | HAP | | x | | | x | | x | x | oui ? | |
| *101* | Methylphenylindene | HAP | | x | | | | | | | oui ? | |
| *102* | 9-(1-methylethyl)-anthracene | HAP | | | | | | | x | | | |
| *104* | Trimethylphenanthrene | HAP | | | | | | | x | x | | |
| *106* | Phenanthrene, 1-methyl-7-(1methylethyl)- | HAP | | | | | | | | x | | |
| *116* | Tetramethylphenanthrene | HAP | x | | | | | | x | | oui | |
| *19* | 2,5-Pyrrolidinedione, 1-methyl- | N hetero. | | | x | | | x | | | | MO Prote. thermoaltérée |
| *22* | Pyrazole, 1-methyl-4-nitro- | N hetero. | | | x | | | | | | | |
| *41* | 2(1H)-Pyridinone, 1,3-dimethyl- | N hetero. | | | x | | | | x | | | |
| *42* | 2,5-Dimethyl-1-propylpyrrole | N hetero. | | | x | x | | | x | | | |
| *46* | Méthylindole | N hetero. | | | | | | | x | | | |
| *58* | Dimethylindole | N hetero. | | | x | x | x | x | x | | | |
| *67* | 3-Dimethylaminoanisole | N arom. | | x | | | | | | | oui ? | |
| *68* | 2,4(1H,3H)-Pyrimidinedione, 1,3,5-trimethyl- | N hetero. | | | x | | | | | | | |
| *71* | Trimethylindole | N hetero. | x | | x | x | x | x | x | x | oui | |
| *80* | Tetramethylindole | N hetero. | x | x | x | x | x | x | x | x | oui | |
| *86* | Pentamethylindole | N hetero. | x | | x | x | | x | | | oui | |
| *36* | Naphthalene | HAP | | | x | | x | | | | | MO thermoaltéré (ubiq.) |
| *87* | Phenanthrene | HAP | | x | | | x | | x | | oui ? | |
| *88* | Anthracene | HAP | | | x | x | | | | | | |
| *103* | Fluoranthene | HAP | | | | x | x | | | | | |
| *117* | Trehalose, Permethyl | Saccharide | | | x | | | x | | | | Ubiq. Fat |

| N° | Nom | Catégorie | E31-1 | EF22-8 | Zone A II | Zone B | D28-1 | D28-2 | EF22-6 | EF22-7 | Bruit de fond naturel | Origine possible |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *16* | Benzenemethanamine, N,N-dimethyl- | N arom. | | | x | x | | x | | x | | Indéterminée |
| *32* | 1-Piperazinecarboxylic acid, ethyl ester | N arom. | | | | | x | | x | | | |
| *39* | Phenol, 3-(dimethylamino)- | N arom. | x | | x | | x | x | x | | oui | |
| *43* | Methanamine | Amine | x | x | x | x | x | x | x | x | oui | |
| *45* | Phenol, 3-(ethylamino)-4-methyl- | N arom. | | | | | x | | | | | |
| *107* | Benzo[b]dihydropyran, 6-hydroxy-4,4,5,7,8-pentamethyl- | HAP | | x | | | | | | | oui ? | |

# Tables des illustrations

# 1. Table des figures

Figure I.1: Localisation (a) et datation (b) des sites de Régismont-le-Haut et des Bossats. 8

Figure II.1: Distribution chronologique et géographique des principales traces de feu « ancien » (d'après Alperson-Afil et Goren-Imbar, 2007). 17

Figure II.2: Méthode d'enregistrement et d'étude des foyers néolithiques de C. Muller (d'après Muller, 2001). A/ Extrait du « code de fouille » des foyers utilisé pour l'enregistrement sur le terrain. B/ Extrait d'un exemple de reconstitution de la micro-histoire d'un foyer. 19

Figure II.3: Méthode théorique de fouille pour un foyer à plat (d'après March et Soler Mayor, 2007). 20

Figure II.4: Modèle théorique proposé en 1972 par A. Leroi-Gourhan pour l'organisation des habitations de la section 36 de Pincevent (d'après Leroi-Gourhan et Brézillon, 1972). 22

Figure II.5: Modèles d'organisation autour de foyers proposés par Binford. A/ Modèle hypothétique pour un foyer utilisé individuellement en extérieur à partir des descriptions de Binford (1983). B/ Modèle pour un foyer « d'hommes » utilisé collectivement en extérieur (d'après Binford, 1983 : ill. 89). 23

Figure II.6: Exemples ethnographique et modèles d'organisation de l'habitat des Nunamiuts (d'après Binford, 1983). 24

Figure II.7: Courbes de température de quatre foyers expérimentaux de S. Bentsen (modifiées d'après Bentsen, 2013). Tous les foyers ont été réalisés sur un substrat de sables fins compact et approvisionnés avec du mimosa (*Dichrostachys cinerea*). E1 et E2 : foyers plats simples avec 5kg de bois (approvisionnement unique et pas d'entretien). E7 et E8 : foyers plats simples avec 15kg de bois (approvisionnement étalé : 5kg au démarrage, ajout de 2kg à 1h puis 2kg toutes les 30min par la suite). Les sondes de *Surface* étaient placées au centre des foyers à la surface du substrat, les sondes de *Subsurface* étaient enterrées 5cm sous la surface. 29

Figure II.8: Modélisation des transferts de chaleur en fonction de différents types d'aménagement (d'après March *et al.*, 2014). 30

Figure II.9: Référentiel d'os de bœuf moderne chauffé à différentes températures et différentes durées (d'après Reiche *et al.*, 2012). 32

Figure II.10: Microphotographies d'une lame mince riche en matériaux cendreux et en os brûlés. Pech de l'Azé IV (Dordogne, France), Niveau 8 (d'après Goldberg *et al.*, 2012). 35

Figure II.11: Exemples de résultats géochimiques obtenus pour les foyers d'Etiolles et croisement avec les données expérimentales (d'après March, 1995 ; modifié). 39

Figure II.12: Résultats de l'analyse isotopique des foyers du site Upward Sun River (USR ; Alaska) et comparaison avec les données de plusieurs groupes d'animaux actuels (AB : oiseaux marins, FF : poissons d'eau douce, SA : saumon, TA : animaux terrestres ; d'après Choy *et al.*, 2016, modifié). 1/ analyse isotopique ($\delta^{13}C$ et $\delta^{15}N$) de tous les lipides extraits (*bulk* ; *EA-IRMS*). 2/ analyse isotopique ($\delta^{13}C_{16:0}$ et $\delta^{13}C_{18:0}$) sur les deux principaux acides gras extraits (*compound specific* ; *GC-C-IRMS*). 3/ Modèle bayésien (SIAR) pour évaluer la contribution des différentes sources de MO dans chaque foyer. 41

Figure III.1: Les Bossats, Locus gravettien, $m^2$ C29 (état en 2013). Vue des abords des structures de combustion de B/C/D-29/30 et de l'abondant matériel lithique et osseux qui les caractérisent. 46

Figure III.2: Différents types d'assemblage (d'après Sordoillet, 2009). 50

Figure III.3: Différents types de vide (d'après Stoops, 2003). 50

Figure III.4: Mesure approximative de la porosité à partir d'un scan numérique et des logiciels Photoshop et ImageJ. 51

Figure III.5: Différents types de microstructure (d'après Sordoillet, 2009). 52

Figure III.6: Sphéricité et « arrondissement » (d'après Stoops, 2003). 54

Figure III.7: Exemple d'abaque d'estimation du rapport C/f à différents grossissements (d'après Stoops, 2003). 55

Figure III.8: Acide gras saturé $C_{16:0}$ (acide palmitique). 59

Figure III.9: Deux acides gras insaturés. a/ $C_{18:1}$ (acide oléique). b/ $C_{18:2}$ (acide linoléique). 59

Figure III.10: Acides méthylés $C_{15:0}$. a/ iso-$C_{15:0}$. b/ anteiso-$C_{15:0}$. 60

Figure III.11: Hydroxy-acide $C_{18:0}$. 60

Figure III.12: Oxo-acide $C_{16:0}$. 60

Figure III.13: Acide dicarboxylique $C_{8:0}$. 60

Figure III.14: Alcane $C_{16}$ (Hexadecane). 61

Figure III.15: Alcène $C_{16}$ (Hexadec-1-ène). 61

Figure III.16: Alcool $C_{16}$ (Hexadécanol). 61

Figure III.17: Méthyl cétone $C_{15}$ (2-pentacosanone). 61

Figure III.18: Cétone de milieu de chaîne $C_{31}$ (hentriacontan-16-one). 61

Figure III.19: Formule générale d'un triacylglycérol. 62

Figure III.20: Différents acylglycérols avec l'acide gras $C_{16:0}$. a/ TAG $C_{16:0}$ (tripalmitine). b/ DAG 1,2-$C_{16:0}$ (dipalmitine). c/ MAG 2-$C_{16:0}$ (monopalmitine). 62

Figure III.21: Différentes lactones en $C_{16}$.a/ γ-lactone (γ-palmitolactone). b/ δ-lactone (δ-palmitolactone). 62

Figure III.22: Composés benzéniques. a/ Benzène. b/ Pentaméthylbenzène. c/ Acide benzoïque. 62

Figure III.23: Composés phénoliques. a/ Phénol. b/ 2-Phénoxyethanol. 63

Figure III.24: Hydrocarbures aromatiques polycycliques. a/ Naphthalène. b/ Anthracène. c/ Triméthylnaphthalène. 63

Figure III.25: Terpénoïdes. a/ Isoprène. b/ Squalène. c/ Lupenone. 63
Figure III.26: Stérols. a/ Cholestérol. b/ Sitostérol. 64
Figure III.27: Composés linéaires azotés. a/ Hexadecanenitrile. b/ Hexadecanamide. 64
Figure III.28: Composés cycliques azotés. a/ Pyrimidine. b/ Benzamide. c/ Adénine. 64
Figure III.29: Exemple de dérivatisation par silylation appliquée à a/ un acide gras (R-COOH) et b/ un alcool (R-OH) (d'après Pollard *et al.,* 2007). 67
Figure III.30: Principes généraux de fonctionnement de l'analyseur élémentaire (d'après Rouessac et Rouessac, 2004). 68
Figure III.31: Schéma fonctionnel d'une CG (d'après Rouessac et Rouessac, 2004). 69
Figure III.32: Exemple de chromatogramme d'un mélange de cétones, identifiés à partir de leurs temps de rétention (d'après Rouessac et Rouessac, 2004). 69
Figure III.33: Exemple de l'ionisation et de la fragmentation du méthanol(d'après Rouessac et Rouessac, 2004 et Silverstein, 2005). 70
Figure III.34: Exemple de fragmentogrammes pour un ion moléculaire de m/z = 58. a/ butane ($C_4H_{10}$). b/ Acétone ($C_3H_6O$). 71
Figure III.35: Comparaison des ratios $C_{16:0}/C_{18:0}$ et $C_{18:1}/C_{16:0}$ des échantillons expérimentaux de Skibo (1992). Les catégories Riz, Légume et Viande correspondent à des produits frais. Les catégories Cuisson, Riz et Cuisson Lég+Viande correspondent à des expérimentations de cuisson dans des céramiques (données reprises de Skibo, 1992 : p. 93). 81
Figure III.36: Biplot des ratios $C_{16:0}/C_{18:0}$ et $C_{12:0}/C_{14:0}$. Les ellipses ne sont pas statistiques (d'après Eerkens, 2005). 83
Figure III.37: Biplot des ratios $C_{16:1}/C_{18:1}$ et $(C_{15:0}+C_{17:0})/C_{18:0}$. Les ellipses ne sont pas statistiques (d'après Eerkens, 2005). 83
Figure III.38: Biplot des ratios $C_{16:0}/C_{18:0}$ et $C_{12:0}/C_{14:0}$ pour des échantillons modernes de graisses animales et des échantillons archéologiques du Canada (d'après Buonasera *et al.*, 2015). 84
Figure III.39: Diagramme ternaire des proportions relatives des acides $C_{14:0}$, $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$ à partir d'une revue bibliographique et des échantillons expérimentaux (ellipses d'après Lucquin, 2007 : compilation des Figs. 78 à 83). 85
Figure IV.1: Localisation des zones d'expérimentation de 2006 (Costamagno et col. *in* Rapport RGT 2006), 2012/2014 et 2013 (plan global en 2014). 91
Figure IV.2: Exemple de 5 kg de pin sec pour le foyer 2012C (1ere utilisation ; le mètre plié en haut de l'image fait environ 24 cm de long). 95
Figure IV.3: Exemple de 10kg d'os de bœuf fracturés pour foyer 2012H. 95
Figure IV.4: Exemple du fonctionnement du foyer 2012D (1ere utilisation). 95
Figure IV.5: Modèle de fiche d'enregistrement utilisée pour les foyers expérimentaux. 97
Figure IV.6: Fouille et prélèvement du foyer 2012I. 97
Figure IV.7: Profil de la fosse abritant les expérimentations de 2012 et de 2014, localisation du bloc RGT12 M1. 98
Figure IV.8: Experimentation M2, déroulement, vue en plan et en coupe ; localisation du bloc RGT12 M2. 99
Figure IV.9: Fonctionnement du foyer 2012J. 100
Figure IV.10: Vue en plan et localisation du bloc micro RGT12 2012J ; coupe du bloc micromorphologique. 100
Figure IV.11: Fonctionnement du foyer 2013F. 101
Figure IV.12: Vue en plan et coupe du foyer 2013F, localisation du bloc micro RGT13 2013F. 102
Figure IV.13: Fonctionnement du foyer 2013G. 103
Figure IV.14: Vue en plan et coupe du foyer 2013G, localisation du bloc micro RGT13 2013G. 103
Figure IV.15: Fonctionnement du foyer 2012E. 104
Figure IV.16: Vue en plan et coupe du foyer 2012E, localisation du bloc micro RGT12 2012E. 104
Figure IV.17: Fonctionnement du foyer 2012F. 105
Figure IV.18: Vue en plan et coupe du foyer 2012F, localisation du bloc micro RGT12 2012F. 105
Figure IV.19: Fonctionnement du foyer 2012G. 106
Figure IV.20: Vue en plan et coupe du foyer 2012G, localisation du bloc micro RGT12 2012G. 107
Figure IV.21: Fonctionnement du foyer 2012B. 108
Figure IV.22: Vue en plan et coupe du foyer 2012B, localisation du bloc micro RGT12 2012B. 109
Figure IV.23: Fonctionnement du foyer 2012C 110
Figure IV.24: Vue en plan et coupe du foyer 2012C, localisation du bloc micro RGT12 2012C. 110
Figure IV.25: Fonctionnement du foyer 2012D 111
Figure IV.26: Vue en plan et coupe du foyer 2012D, localisation du bloc micro RGT12 2012D. 112
Figure IV.27: Projection des quantités de combustible et de la durée d'utilisation des foyers à bois à utilisation unique (le foyer 2013F a été écarté en raison de son arrêt prématuré). 114
Figure IV.28: Projections de l'épaisseur de sédiment rubéfié en fonction de la durée de fonctionnement ou de la vitesse de combustion des foyers à bois à utilisation unique. 114
Figure IV.29: Projections de l'épaisseur de sédiment rubéfié en fonction de la durée de fonctionnement ou de la vitesse de combustion des foyers à bois à utilisations multiples. 116
Figure IV.30: Fonctionnement du foyer 2012I. 118
Figure IV.31: Vue en plan et coupe du foyer 2012I, localisation du bloc micro RGT12 2012I. 118
Figure IV.32: Fonctionnement du foyer 2012H, écoulement de graisse 120

Figure IV.33: Vue en plan et coupe du foyer 2012H, localisation du bloc micro RGT12 2012H. 120

Figure IV.34: Fonctionnement du foyer 2013D, 1ere utilisation. 122

Figure IV.35: Vue en plan et coupe du foyer 2013D, localisation du bloc micro RGT13 2013D. 123

Figure IV.36: Fonctionnement du foyer 2014, 5e utilisation. 124

Figure IV.37: Vue en plan et coupe du foyer 2014, localisation du bloc micro RGT14 2014. 124

Figure IV.38: Schéma de synthèse des observations conduites sur les foyers expérimentaux (épaisseurs indicatives). 130

Figure IV.39: Expérimentations, lame mince RGT12 2012B ; SJ "classique" : microstructure et constituants. a) Microstructure massive à chenaux, distribution porphyrique des fractions grossière et fine. b) détails de la microstructure, des constituants grossiers dominants (quartz) et de la fraction fine. c) Éléments grossiers divers : calcaires, calcaires coquilliers, bioclastes. 133

Figure IV.40: Expérimentations, lames minces RGT12 M1 et 2012C ; SJ « classique » : traits biologiques. a) Chenal partiellement comblé de déjections. b) Chenaux comblés de matériaux hétérogènes en cours d'intégration dans la masse du sol (limites diffuses). c) Chenal partiellement comblé de déjections et de tissus végétaux dégradés. Les pelotes de déjection contiennent parfois plus de MO, plus ou moins amorphes, que l'encaissant naturel. 134

Figure IV.41: Expérimentations, lame mince RGT12M1 ; SJ « classique » : traits calcitiques. a) Hyporevêtement micritique d'un chenal dans lequel des restes de tissus végétaux sont visibles. b) Comblement partiel et revêtement micritique d'un chenal dans lequel des restes de tissus végétaux sont visibles. c) Nodule micritique en position primaire (limite diffuse). 134

Figure IV.42: Expérimentations, lame mince RGT12 2012I ; SJ à nodules carbonatés : microstructure et constituants. a) Microstructure massive à chenaux, distribution porphyrique (*open porphyric*) à monique fine des constituants. b) Concentration de nodules carbonatés micritiques en position primaire. 135

Figure IV.43: Expérimentations, lame mince RGT12 2012J ; altération thermique. a) Scan numérique de la lame mince et position de b) et c). b) Altération thermique de l'encaissant SJ « classique ». c) Altération thermique d'une zone où la fraction fine était plus abondante. 139

Figure IV.44: Expérimentations, lame mince RGT12 2012C ; Altération thermique. a) Sommet de la sole présentant des agrégats argilo-limoneux rubéfiés. b) Détail d'un agrégat de a), noter la micromasse brune/rouge (en OIL) et la présence de petites masses rougeâtres au sein de celle-ci. 139

Figure IV.45: Expérimentations, lame mince RGT12 2012G ; Altération thermique. a) Scan numérique de la lame mince. b) altération thermique de la micromasse à différentes profondeurs (OIL). 140

Figure IV.46: Expérimentations, lame mince RGT13 2013F ; Légère fissuration du sédiment thermoaltéré au sommet de l'échantillon. 140

Figure IV.47: Expérimentations, lame mince RGT12 2012G ; Sables de quartz non altérés au sommet de la sole. 141

Figure IV.48: Expérimentations, altération des éléments grossiers calcaires. a) et b) Lame mince RGT12 2012D : légère rubéfaction de graviers calcaires, a) à 8mm de la surface et b) en surface). c) Lame mince RGT12 2012J : gravier calcaire proche de la surface, mais non altéré. 141

Figure IV.49: Expérimentations, lame mince RGT12 2012G ; faible oxydation d'un hyporevêtement calcitique par rapport à la micromasse argilocarbonatée (tirets bleus). Noter, à l'inverse, celle des deux grains calcaires en haut des images (flèches rouges). 142

Figure IV.50: Expérimentations, lame mince RGT12 2012E ; oxydation de particules ferrugineuses au sein d'un nodule calcitique(flèches rouges). 142

Figure IV.51: Expérimentations, lame mince RGT12 2012G ; Chenal densément comblé (*dense infilling*) de déjections enrichies en matériaux fins, par la suite rubéfiées (assemblage de microphotographies ; OIL). 143

Figure IV.52: Expérimentations, lame mince RGT12 2012F ; Altération thermique de déjections. a) Pelotes de déjection ellipsoïdales formant un comblement lâche dans un chenal (*loose infilling*). b) Détail d'une déjection rubéfiée, noter la présence de tissus végétaux dégradés et brunifiés sous l'action de la chaleur (flèche rouge). 143

Figure IV.53: Expérimentations, lame mince RGT12 2012F ; tissus végétaux brunifiés dans un chenal. 143

Figure IV.54: Expérimentations, noircissement du haut de soles de foyer ayant fonctionné avec du bois. a) Lame mince RGT12 2012J et b) Lame mince RGT12 2012D. 147

Figure IV.55: Expérimentations, lame mince RGT12 2012J, détail du haut noirci de la sole. 147

Figure IV.56: Expérimentations, scan numérique de la lame mince RGT13 2013F ; noter le sommet de la sole, noirci à droite et bruni à gauche. 147

Figure IV.57: Expérimentations, lame minceRGT12 2012H a et b. a) Sommet noirci de la sole et sédiment sous-jacent bruni. B) Détail du sommet noirci de la sole, noter la microstructure agrégée. c) Revêtements noirs de grains de quartz (flèches rouges). 149

Figure IV.58: Expérimentations, lame mince RGT12 2012Hb ; Organisation des différents faciès sur un substrat type SJ « classique » (assemblages de microphotographies). 150

Figure IV.59: Expérimentations, lame mince RGT12 2012I ; Organisation des différents faciès sur un substrat type SJ « à nodules carbonatés » (assemblages de microphotographies). 150

Figure IV.60: Expérimentations, lame mince RGT12 2012I ; revêtement organique amorphe. a) Revêtement organique amorphe discontinu de la paroi d'un chenal. La MO qui le compose est partiellement brunifiée ce qui explique sa couleur. b) Détail du précédent, noter que le revêtement organique recouvre des grains de calcite, formant eux aussi un revêtement de la paroi du chenal. 151

Figure IV.61: Expérimentations, lame mince RGT13 2013D ; Variabilité latérale du faciès noirci (Assemblage de microphotographies). 151

Figure IV.62: Expérimentations, lame mince RGT13 2013D ; résidus de combustibles. a) Carbonisat (*Fat-derived char*), noter la porosité vésiculaire distribuée aléatoirement. b) Pour comparaison un charbon de bois (*Pinus pinea*) dont la porosité régulière reflète la structure anatomique du bois. 153

Figure IV.63: Foyer expérimental 2014, encroûtement carbonisé à la surface de la sole. 153

Figure IV.64: Expérimentations, lame mince RGT12 M2b ; a) Sommet du sédiment imprégné de MO animale non altérée thermiquement, noter l'absence de distinction avec l'encaissant naturel. b) Détail du sommet du précédent, noter la présence rare de MO associée aux constituants grossiers. *L'aspect « poussiéreux » est causé par des particules d'abrasifs utilisés lors de la fabrication de la lame mince*. 154

Figure IV.65: Schéma de synthèse, organisation des différents faciès en fonction des différents types d'expérimentation. Les épaisseurs des faciès sont données à titre indicatif. 156

Figure IV.66: Teneur en carbone organique (%$C_{org}$) des échantillons témoins et expérimentaux. Valeurs mesurées par AE (C) après décarbonatation. Les barres d'erreur à 1σ sont calculées à partir d'étalons de tyrosine (cf. Partie III.3.2.2). 160

Figure IV.67: TIC de l'échantillon M1 après reconcentration (6x) (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 163

Figure IV.68: TIC de l'échantillon M2 II (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 163

Figure IV.69: TIC de l'échantillon 2012J II (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 165

Figure IV.70: TIC de l'échantillon 2012I II (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 165

Figure IV.71: TIC de l'échantillon 2012H II (les numéros renvoient auTabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 167

Figure IV.72: TIC de l'échantillon 2014 I (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 167

Figure IV.73: TIC de l'échantillon 2014 IIa (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 169

Figure IV.74: TIC de l'échantillon 2014 IIb (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 169

Figure IV.75: TIC de l'échantillon 2014 IIc (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 171

Figure IV.76: TIC de l'échantillon 2014 IId (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 171

Figure IV.77: Abondances relatives des acides gras des échantillons expérimentaux. Les valeurs expriment des % des acides gras totaux de chaque extrait lipidique (cf. Annexe B). 178

Figure IV.78: Carbon Preference Index des acides courts ($C_{13-19}$). La flèche indique la tendance attendue pour la dégradation (Cooper et Bray, 1963) et les zones grisées les propositions d'attribution d'origine de Lucquin (2007) à partir de son corpus expérimental. 179

Figure IV.79: Ratios Long vs short chains (longs :$C_{20-24}$ ; short : $C_{16-19}$) calculés avec et sans les acides insaturés. La flèche indique la tendance attendue pour de la MO provenant de plantes fraîches ou d'origine microbienne/bactérienne (Wiesenberg *et al.*, 2010). 180

Figure IV.80: Ratios Medium+long vs short chains (medium + longs : $C_{16-24}$ ; short : $C_{9-15}$) calculés avec (à gauche) et sans les acides insaturés (à droite). La flèche indique la tendance attendue. 180

Figure IV.81: Estimations du degré d'insaturation en prenant en compte les acides $C_{16}$ et $C_{18}$ (à gauche) ou uniquement $C_{18}$ (à droite). Les deux flèches illustrent les tendances attendues (Wiesenberg *et al.*, 2010 et 2015). 181

Figure IV.82: Average Chain Lenght des acides gras. La flèche indique la tendance attendue pour la dégradation (Wiesenberg *et al.*, 2009) et les zones grisées les propositions d'attribution d'origine (Wiesenberg *et al.*, 2010, 2015). 182

Figure IV.83: Biplot des ratios $C_{16:0}$ / $C_{18:0}$ et $C_{18:1}$/$C_{16:0}$. La flèche indique la tendance supposée pour la cuisson et l'ellipse indique les valeurs attendues pour des produits « frais » selon Skibo (1992). 182

Figure IV.84: %S des acides gras. Les zones grisées illustrent les valeurs attendues pour différents types de MO à partir d'échantillons modernes (Marchbanks, 1989 cité par Malainey, 2011). 183

Figure IV.85: Index de saturation (SI) des acides gras. La flèche indique la tendance supposée pour la dégradation de la MO (disparition des acides insaturés). 183

Figure IV.86: Biplot des ratios $C_{16:1}$/$C_{18:1}$ et ($C_{15:0+17:0}$)/$C_{18:0}$ (ellipses d'après Eerkens, 2005). 185

Figure IV.87: Biplot des ratios $C_{16:0}$/$C_{18:0}$ et $C_{12:0}$/$C_{14:0}$ (ellipses d'après Eerkens, 2005 et zones grisées d'après Buonasera *et al.,* 2015). 185

Figure IV.88: Diagramme ternaire des proportions relatives des acides $C_{14:0}$, $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$ des échantillons expérimentaux (ellipses d'après Lucquin, 2007 : compilation des Figures 78 à 83). 186

Figure IV.89: Carbon Preference Index des acides courts ($C_{13-19}$) des références de MO animales et végétales. Les valeurs indiquées en abscisse correspondent à une évaluation du degré de dégradation de la MO basée sur les données de Malainey (1997) et donnée à titre indicatif pour les autres références. 0 correspond à une MO fraîche, 1 à une MO moyennement dégradée et 2 à une MO fortement dégradée. Noter que les échelles sont différentes pour les axes des ordonnées. 187

Figure IV.90: Ratios Long vs short chains (longs : $C_{20-24}$ ; short : $C_{16-19}$) calculés avec les acides saturés et insaturés des références de MO animales et végétales. Les valeurs indiquées en abscisse correspondent à une évaluation du degré de dégradation de la MO basée sur les données de Malainey (1997) et donnée à titre indicatif pour les autres références. 0 correspond à une MO fraîche, 1 à une MO moyennement dégradée et 2 à une MO fortement dégradée. Noter que les échelles sont différentes pour les axes des ordonnées. 188

Figure IV.91: Ratios Medium+long vs short chains (medium + longs : $C_{16-24}$ ; short : $C_{9-15}$) calculés avec les acides saturés et insaturés des références de MO animales et végétales. Les valeurs indiquées en abscisse correspondent à une évaluation du degré de dégradation de la MO basée sur les données de Malainey (1997) et donnée à titre indicatif pour les autres références. 0 correspond à une MO fraîche, 1 à une MO moyennement dégradée et 2 à une MO fortement dégradée. Noter que les échelles sont différentes pour les axes des ordonnées. 189

Figure IV.92: Estimations du degré d'insaturation en prenant en compte les acides $C_{16}$ et $C_{18}$ (à gauche) ou uniquement $C_{18}$ (à droite) des références de MO animales et végétales. Les valeurs indiquées en abscisse correspondent à une évaluation du degré de dégradation de la MO basée sur les données de Malainey (1997) et donnée à titre indicatif pour les autres références. 0 correspond à une MO fraîche, 1 à une MO moyennement dégradée et 2 à une MO fortement dégradée. L'axe des ordonnées du diagramme de gauche suit une échelle logarithmique. 189

Figure IV.93: Average Chain Lenght des acides gras des références de MO animales et végétales. Les valeurs indiquées en abscisse correspondent à une évaluation du degré de dégradation de la MO basée sur les données de Malainey (1997) et donnée à titre indicatif pour les autres références. 0 correspond à une MO fraîche, 1 à une MO moyennement dégradée et 2 à une MO fortement dégradée. 190

Figure IV.94: Biplot des ratios $C_{16:0}$ / $C_{18:0}$ et $C_{18:1}$/$C_{16:0}$ des références de MO animales et végétales. 191

Figure IV.95: %S des acides gras des références de MO animales et végétales. Les valeurs indiquées en abscisse correspondent à une évaluation du degré de dégradation de la MO basée sur les données de Malainey (1997) et donnée à titre indicatif pour les autres références. 0 correspond à une MO fraîche, 1 à une MO moyennement dégradée et 2 à une MO fortement dégradée. 192

Figure IV.96: Index de saturation (SI) des acides gras des références de MO animales et végétales. Les valeurs indiquées en abscisse correspondent à une évaluation du degré de dégradation de la MO basée sur les données de Malainey (1997) et donnée à titre indicatif pour les autres références. 0 correspond à une MO fraîche, 1 à une MO moyennement dégradée et 2 à une MO fortement dégradée. 193

Figure IV.97: Biplot des ratios $C_{16:1}$/$C_{18:1}$ et ($C_{15:0+17:0}$)/$C_{18:0}$ des échantillons de référence de MO animales et végétales (ellipses d'après Eerkens, 2005). 195

Figure IV.98: Biplot des ratios $C_{16:0}$/$C_{18:0}$ et $C_{12:0}$/$C_{14:0}$ des échantillons de référence de MO animales et végétales (ellipses d'après Eerkens, 2005 et zones grisées d'après Buonasera *et al.,* 2015). 196

Figure IV.99: Diagramme ternaire des proportions relatives des acides $C_{14:0}$, $C_{16:0}$ et $C_{18:0}$ des échantillons de référence de MO animales et végétales (ellipses d'après Lucquin, 2007 : compilation des Figures 78 à 83). 197

Figure IV.100: Pyrochromatogramme de l'échantillon M1 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 201

Figure IV.101: Pyrochromatogramme de l'échantillon M2 II (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 201

Figure IV.102: Pyrochromatogramme de l'échantillon 2012J II (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 203

Figure IV.103: Pyrochromatogramme de l'échantillon 2012H II (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 203

Figure IV.104: Pyrochromatogramme de l'échantillon 2012I II (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 205

Figure IV.105: Pyrochromatogramme de l'échantillon 2014 I (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 205

Figure IV.106: Pyrochromatogramme de l'échantillon 2014 IIa (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 207

Figure IV.107: Pyrochromatogramme de l'échantillon 2014 IIb (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 207

Figure IV.108: Pyrochromatogramme de l'échantillon 2014 IIc (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 208

Figure IV.109: Pyrochromatogramme de l'échantillon 2014 IId (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 209

Figure V.1: L'Aurignacien dans le cadre chronologique et climatique de la fin du Pléistocène et de l'Holocène en Europe occidentale. 222

Figure V.2: Planche synthétique du mobilier aurignacien de Vogelherd (Jura Souabe, Allemagne). Assemblage de pièces provenant des niveaux IV et V et appartenant à une expression récente de l'Aurignacien (d'après Hahn, 1977, repris de Conard et Bolus, 2003). 223

Figure V.3: Les sites aurignaciens du Sud de la France et du Nord-Est de l'Espagne (Données actualisées à partir de Bon, 2002). 225

Figure V.4: Plan des fouilles de G. Maurin à Régismont-le-Haut en 1961-62 (d'après Maurin et Ambert, 1979). 226

Figure V.5: Localisation et contexte géologique du site de Régismont-le-Haut (étoile rouge ; d'après Lejay, 2012). 227

Figure V.6: Plan général du site de Régismont-le Haut (d'après Rapport RGT 2016, modifié). Les zones fouillées délimitées en noir correspondent aux fouilles de G. Maurin (nord du S65) et aux fouilles récentes (S56- sud 65-66-70-71-72-73). Les limites d'extension et de préservation du niveau (pointillés), ainsi que celles des formations sédimentaires s'appuient sur de nombreux sondages et tranchées non reportés sur le plan. 230

Figure V.7: Régismont-le-Haut, coupe de la tranchée K (d'après Mensan *in* Rapport RGT 14). 230

Figure V.8: Régismont-le-Haut, échantillon de mobilier lithique provenant de différents secteurs du site de Régismont-le-Haut : a, b, c : grattoirs sur lame ; d : lame retouchée ; e : nucléus à petites lames sur tranche d'éclat ; f, g : nucléus carénés en forme d'ogive ; h : lamelles retouchées (dessins et remontages : F. Bon, C. Ménard et L. Anderson ; d'après Bon *et al.*, sous presse). 231

Figure V.9: Régismont-le-Haut, coquillages entiers ou presque entiers, la plupart perforés, répartis selon les abords des différents foyers où ils ont été recueillis lors des fouilles récentes.1. *N. gibbosulus* perforé, 2. *N. mutabilis* perforé, 3-4. *N. reticulates* perforés, 5-6. *N. reticulates* incomplets, 7. *N. nitidus* incomplet, 8. *N. nitidus* non-perforé, 9. *Naticidae sp.* perforé (remontage de 5 fragments ; un 6ème fragment non porté sur cette image provient du foyer 29), 10. *Natica sp.*incomplet, 11. *G. violacescens*(?) non-perforé, 12-17. *H. sanguineum* perforés, 18-19. *C. neritea* perforé, 20. *N. gibbosulus*, incomplet., 21-22. *N. nitidus* perforés, 23. *N. reticulatus* perforé, 24. *Mitra sp.* perforé, 25. *Turritella sp.* incomplet, 26. *G. violecescens* incomplet (remontage de 2 fragments, dont un issu des remblais Maurin), 27. *C. neritea* perforé. (Clichés C. Heckel ; d'après Bon *et al.*, sous presse) 233

Figure V.10: Régismont-le-Haut, vue du S72 en cours de fouilles (2006-2008). Au premier plan, la structure de blocs et dalles de calcaire gréseux ou coquillier (Photo F. Bon). 233

Figure V.11: Régismont-le-Haut, plan du secteur 65, état campagne 2015 (d'après rapport RGT 2016, modifié). 235

Figure V.12: Régismont-le-Haut, S65, $m^2$ 308-307G10, le foyer XXVII en cours de fouille, campagne 2015. 236

Figure V.13: Régismont-le-Haut, plan du secteur 56, état campagne 2016 (d'après rapport RGT 2016, modifié). 238

Figure V.14: Régismont-le-Haut, S65, les foyers XII et XVI et leurs abords, état campagne 2015 (d'après Rapport RGT 2016, modifié). 240

Figure V.15: Régismont-le-Haut, plan du secteur 73 et du sud du secteur 56, état campagne 2016 (d'après Rapport RGT 2016, modifié). 242

Figure V.16: Régismont-le-Haut, plan du secteur 70, état campagne 2016 (d'après Rapport RGT 2016, modifié). 242

Figure V.17: Régismont-le-Haut, plan du secteur 75, état campagne 2016 (d'après Rapport RGT 2016, modifié). 243

Figure V.18: Régismont-le-Haut, plan du secteur 72-74, état campagne 2016 (d'après Rapport RGT 2016, modifié). 245

Figure V.19: Synthèse des données et interprétation globale de Régismont-le-Haut en 2015, (synthèse d'après Bon, 2002 ; Rapports RGT 2000-2016 ; Maurin, 2006 ; Pradeau *et al.,* 2014 ; Anderson *et al.,* sous presse ; Bon *et al.*, sous presse). 248

Figure V.20: Projection du mobilier coté au sein des deux paléochenaux (d'après Anderson *et al.*, sous presse). 248

Figure V.21: Localisation des différentes structures mentionnées dans le texte (d'après Rapport RGT 2015). 251

Figure V.22: Plan détaillé des foyers XI et XXV et de leurs abords et coupe théorique du foyer XI (d'après Rapport RGT 2015 et documents de fouilles 2005 et 2011, inédits) 253

Figure V.23: Régismont-le-Haut, S56. Vue des foyers XI et XXV en cours de fouille en 2011 (cliché F. Bon). 254

Figure V.24: Régismont-le-Haut, S56. Vue en cours de fouille en 2004 de la cuvette au sud du foyer XI devenue le foyer XXV (cliché F. Bon). 254

Figure V.25: Plan sélectif et coupe théorique des foyers XII et XVI et de leurs abords (d'après Rapport RGT 2016 et documents de fouilles inédits). 256

Figure V.26: Régismont-le-Haut, S56. Vue des foyers XII et XVI et de leurs abords au début de la campagne 2014. 257

Figure V.27: Proposition de reconstitution des différentes étapes de fonctionnement des foyers XII et de leurs abords (d'après Rapport RGT 2015). 259

Figure V.28: Régismont-le-Haut, S56. Vue en coupe du foyer XII en 2014. a) encaissant SJ, b), sédiment rubéfié rouge « sole inférieure », c) sédiment brun foncé « imprégnation organique », d) sédiment rubéfié orangé « sole supérieure » et e) bioturbation. 261

Figure V.29: Régismont-le-Haut, S56. Vue en coupe du foyer XVI en 2013. a) encaissant SJ avec nombreux nodules, b), sédiment rubéfié rouge, c) sédiment brun « charbonneux », d) sédiment brun et e) troncature comblée de sédiments oranges vifs aérés. 262

Figure V.30: Plan détaillé du foyer XXIII et de ses abords et coupe théorique du foyer (d'après Rapport RGT 2015 et documents de fouilles 2010 et 2011, inédits). 263

Figure V.31: Régismont-le-Haut, S73. Vue du foyer XXIII en cours de fouille en 2010. Les punaises vertes marquent la présence de charbons de bois à la surface de la sole, les punaises rouges correspondent aux « papules » de sédiment rubéfié dans le sédiment au-dessus de la sole (Cliché F. Bon). 264

Figure V.32: Plan détaillé du foyer XXIV et de ses abords et coupe théorique du foyer (d'après Rapport RGT 2015 et documents de fouille 2011-2013, inédits). 265

Figure V.33: Vue en coupe du foyer XXIV durant la campagne 2013. 266

Figure V.34: Régismont-le-Haut, lame mince RGT00 39F11. a) scan numérique de la lame mince et localisation des microphotographies. b) Schéma descriptif des principaux faciès et traits observés. c) Sables lavés fins à très fins de quartz ; bien triés et arrondis ; assemblage monique ; vides d'entassements abondants. d) Sables limoneux ; assemblage porphyrique ; porosité essentiellement canaliculaire. e) Limons sableux finement lités ; assemblage porphyrique ; porosité essentiellement canaliculaire ; noter les hyporevêtements calcitiques à droite de l'image. 269

Figure V.35: Régismont-le-Haut, lame mince RGT11 FXXIII(b). a) Scan numérique de la lame mince et localisation des microphotographies. b) Schéma descriptif des principaux faciès et traits observés. c) Sables limoneux ; assemblages porphyriques ; porosité essentiellement canaliculaire. d) Sables limoneux ; assemblages porphyriques ; porosité essentiellement canaliculaire. e) Limons sableux ; assemblage porphyrique ; porosité essentiellement canaliculaire. 272

Figure V.36: Régismont-le-Haut, lame mince RGT11 FXXIII(b). Sommet rubéfié et brunifié du faciès [1] (assemblage de microphotographies). 274

Figure V.37: Régismont-le-Haut, lame mince RGT11 FXXIII(b). Sommet rubéfié et brunifié du faciès [1]. a) Mélange par bioturbation de matériaux rubéfiés, brunifiés ou non altérés. b) Comblement d'un chenal au sein de matériaux rubéfiés en place par des déjections composées de matériaux principalement non altérés. 274

Figure V.38: Régismont-le-Haut, lame mince RGT11 FXXIII (a) et (b). Sommet rubéfié et brunifié du faciès [1]. a) Matériaux organiques noirâtres amorphes (végétaux carbonisés ?). b) Os altéré. 275

Figure V.39: Régismont-le-Haut, lame mince RGT11 FXXIII (a) et (b). Faciès [2]. a) MO organique noirâtre amorphe. b) Chenal comblé au contact entre les faciès [1] et [2]. Noter la remontée de matériaux rubéfiés dans le comblement du chenal. c) Matériaux rubéfiés (r) et brunifiés (b ; MO ?) intégrés dans la masse du faciès [2]. 277

Figure V.40: Régismont-le-Haut, lame mince RGT11 FXXIII(b). a) Croûte de surface déstructurée au contact des faciès [1] (en bas) et [2] (en haut). b) Croûte de surface au contact des faciès [2] (en bas) et [3] (en haut). L'échelle mesure 2mm de large. 277

Figure V.41: Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 F XXIV. a) Scan numérique de la lame mince et localisation des microphotographies. b) Schéma descriptif des principaux faciès et traits observés. c) Limons argileux du faciès [1] ; microstructure microagrégée ; assemblage porphyrique. d) Sables limoneux du faciès [2] ; assemblages porphyriques ; porosité essentiellement canaliculaire. e) Sables limoneux du faciès [3] ; assemblages porphyriques ; porosité essentiellement canaliculaire. 280

Figure V.42: Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 F XXIV. Sommet rubéfié du faciès [2]. Noter le caractère dégressif de la rubéfaction en fonction de la profondeur (assemblage de microphotographies). 283

Figure V.43: Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 F XXIV. Détail du sommet rubéfié du faciès [2] présentant une teinte légèrement plus brune (en LN) du fait de la présence de matériaux amorphes et de ponctuations au sein de la micromasse. 283

Figure V.44: Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 F XXIV. Faciès [3]. a) agrégats de matériaux thermoaltérés remontés par bioturbation. b) MO amorphe dans la micromasse. 284

Figure V.45: Régismont-le-Haut, lame mince RGT11 FXIb. a) Scan numérique de la lame mince et localisation des microphotographies. b) Schéma descriptif des principaux faciès et traits observés. c) Sables limoneux ; microstructure massive et assemblage porphyrique ; porosité canaliculaire. d) Sables limoneux ; microstructure massive et assemblage variable ; porosité canaliculaire abondante. e) Limons à nodules carbonatés ; microstructure massive à granulaire et assemblage porphyrique ; porosité canaliculaire. 286

Figure V.46: Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 F XIb. Faciès [1]. Hyporevêtement et comblement calcitique d'un chenal. Noter la morphologie en aiguille des cristaux du comblement. 287

Figure V.47: Régismont-le-Haut, lame mince RGT11 F XIb. Sommet rubéfié du faciès [1] (assemblage de microphotographies). 289

Figure V.48: Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 F XIb. Sommet rubéfié du faciès [1]. a et b) Matériaux organiques. c et d) Comblement calcitique de chenaux par des matériaux micritiques et des cristaux sparitiques de morphologies variables. e) Revêtement limono-carbonaté d'un vide racinaire. 289

Figure V.49: Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 F XIb. Base du faciès [2a]. Noter l'intégration d'agrégats de matériaux rubéfiés et le contact diffus avec le faciès [1] sous-jacent. 291

Figure V.50: Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 F XIb. Microstructure et porosité du faciès [2b]. 291

Figure V.51: Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 F XIb. Faciès [2b]. a) Intégration de matériaux calcitiques à la micromasse et imprégnation amorphe de la fraction fine rubéfiée. b) détail de a) 292

Figure V.52: Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 F XIb. Faciès [2b]. Concentration de matériaux calcitiques organisés en bandes (*calcitic cellular pseudomorph after tissu plant residu*e ?). 292

Figure V.53: Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 F XIb. Faciès [3]. a) Sédiments limono-sableux à microstructure massive et porosité peu développée (bas du faciès). b) sédiment limoneux avec une microstructure présentant une agrégation plus marquée ; porosité (chenaux) abondante (haut du faciès). 295

Figure V.54: Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 F XIb. Faciès [3]. Nodule calcitique (à gauche) formé au sein d'une zone riche en limon carbonaté (à droite). Noter le caractère diffus de la limite du nodule avec le sédiment indiquant sa position *in situ*. 295

Figure V.55: Régismont-le-Haut, F XXV, lames minces RGT11 F XIa (a) et (b). a) Scan numérique des lames minces et localisation des microphotographies. b) Schéma descriptif des principaux faciès et traits observés. c) Limon sableux massif ; assemblages porphyriques ; porosité essentiellement canaliculaire. d) Limons sableux rubéfiés et imprégnés ; assemblages porphyriques ; comblement cendreux et charbons fréquents. e) Limons mêlés de cendres et charbons ; assemblages porphyriques ; fréquents chenaux comblés. 297

Figure V.56: Régismont-le-Haut, F XXV, lames minces RGT13 F XIa (a) et (b). Faciès [1]. a) Fragments de charbon de bois dont la structure interne est encore localement préservée. b) Fragments charbonneux altérés. 298

Figure V.57: Régismont-le-Haut, f XXV, lames minces RGT13 F XIa (a) et (b). Sommet du faciès [1]. a) Rubéfaction liée à l'oxydation de la micromasse. b) Brunification liée à l'imprégnation de la micromasse. c) Rubéfaction et brunification de la micromasse. 300

Figure V.58: Régismont-le-Haut, F XXV, lames minces RGT13 F XIa (a) et (b). Sommet du faciès [1]. Comblements calcitiques micritiques et microsparitiques des chenaux au sein des sédiments rubéfiés et imprégnés. 300

Figure V.59: Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 F XIa (a) et (b). Faciès [2]. Mélange de constituants sableux et limoneux avec des matériaux charbonneux et cendreux. 302

Figure V.60: Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 F XIa (a) et (b). Contact des faciès [1] et [2]. Contact entre les deux faciès rendus diffus par les processus post-dépositionnels (bioturbation). Les matériaux rubéfiés et imprégnés du faciès [1] sont progressivement intégrés au faciès [2] et vice versa. Les traits liés à la calcite se concentrent également au niveau de la porosité avec notamment des comblements de cristaux de calcite quadrangulaire (env. 50µm). 302

Figure V.61: Régismont-le-Haut, lames minces RGT02 E02 F XII (1), RGT14 79F11 N et S. a) scan numérique des lames minces. b) Schéma descriptif des principaux faciès et traits observés. c) Localisation des prélèvements (voir Figure V.25 pour la légende détaillée). 305

Figure V.62: Régismont-le-Haut, lame mince RGT14 79F11 S. Variabilité du faciès [1]. a) sables limoneux. b) Sables lavés reposant sur des limons finement lités. c) Passée de sables grossiers et graviers calcaires. 306

Figure V.63: Régismont-le-Haut, lame mince RGT14 79F11 S. Sommet rubéfié du faciès [1] (assemblage de microphotographies). 308

Figure V.64: Régismont-le-Haut, lame mince RGT14 79F11 S. Gravier calcaire chauffé du sommet rubéfié du faciès [1]. 308

Figure V.65: Régismont-le-Haut, lame mince RGT14 79F11 N. Microstructure massive/canaliculaire du faciès [2]. 310

Figure V.66: Régismont-le-Haut, lame mince RGT14 79F11 N. Faciès [2]. a) détails de l'intégration de particules noirâtres au sein de la micromasse. b) Matériaux organiques amorphes et calcite micritique au sein de la porosité. 310

Figure V.67: Régismont-le-Haut, lame mince RGT14 79F11 N. Oxyde de fer (Matière colorante ?) dans le faciès [2]. 310

Figure V.68: Régismont-le-Haut, lame mince RGT02 E2 F XII (1).Détails du faciès [2] et notamment de la présence de cristaux de calcite désorganisés au sein de la porosité. Noter également l'imprégnation organique affectant la micromasse se traduisant par une perte de réfringence en XPL et une teinte brunâtre en OIL. 310

Figure V.69: Régismont-le-Haut, lame mince RGT14 79F11 N. Faciès [3]. a) Microstructure massive à porosité canaliculaire abondante. b) Microstructure excrémentielle constituée par des déjections de mésofaune. Noter l'oxydation de la micromasse observable en OIL. 313

Figure V.70: Régismont-le-Haut, lame mince RGT14 79F11 S. Faciès [3] ; détail de l'imprégnation organique et de l'oxydation de la micromasse. Noter la présence de cristaux de calcite sparitique désorganisée dans la porosité (en bas). 313

Figure V.71: Régismont-le-Haut, lame mince RGT14 79F11 N. Faciès [4] ; Limons sableux à microstructure massive et canaliculaire. Noter la présence d'agrégats de matériaux fins (en haut à droite) et de matériaux rubéfiés et/ou brunifiés (au milieu). 314

Figure V.72: Expérimentation H10 de Aldeias et collaborateurs (2016a : Fig. 5, modifiée). Une couche de matière organique végétale (terreau) a été enfouie sous 2 cm de sables puis une source de chaleur électrique (600°C) a été placée à la surface durant 6h. À 2 cm de profondeur les températures mesurées ont dépassé les 200°C au bout de 1h et atteint un maximum de 400°C au bout de 4h. La matière organique enfouie a été partiellement altérée (brunification, carbonisation) et des plages cendreuses ont également été observées. Noter que la rubéfaction du sédiment dépasse la couche organique (flèche rouge). 317

Figure V.73: Hypothèses de fonctionnement du foyer XII et de mise en place de ses différents faciès. 319

Figure V.74: Régismont-le-Haut, lames minces RGT13 F XVI (1) et (2). a) scan numérique des lames minces. b) Schéma descriptif des principaux faciès et traits observés. 320

Figure V.75: Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 FXVI (1). Faciès [1]. Agrégats fragmentés de matériaux limoneux. Noter l'hyporevêtement calcitique du chenal en bas au centre (flèche). 322

Figure V.76: Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 FXVI (1). Faciès [1]. Chenal comblé de déjections formées de sédiments oxydés riches en microcharbons. 322

Figure V.77: Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 FXVI (1). Détails du faciès [2]. a) Limon sableux de teinte brun orangé à microstructure canaliculaire. b) Graviers calcaires thermoaltérés. c) Détail de l'intégration à la fraction fine oxydée et brunifiée d'éléments organiques évoquant des microcharbons. 324

Figure V.78: Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 FXVI (1). Faciès [2], PPL. Variabilité des traits excrémentiels. a) Déjections de grandes dimensions (1.5 - 2.5mm), coalescentes, constituées de matériaux non altérés thermiquement. Noter l'hyporevêtement du chenal au centre. b) Déjections de moyenne dimension (0.7 – 1.2mm), modérément coalescentes, constituées de matériaux altérés thermiquement et de microcharbons. c) Déjections de petites dimensions (80-250µm), coalescentes, constituées de matériaux altérés thermiquement et de microcharbons. d) Comblements de déjections de dimensions variées, mêlées à des cristaux de calcite micritique. 324

Figure V.79: Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 FXVI (2). Faciès [3]. a) Microstructure canaliculaire du faciès. Noter l'oxydation de la fraction fine caractérisée par une teinte jaune/orangée en OIL. b) Idem, noter la présence de matériaux plus bruns en PPL, parfaitement isotrope en XPL, pouvant traduire la présence de matière organique amorphe en leur sein, ce qui semble par contre contredit par la teinte orangée en OIL. Noter également les fréquents hyporevêtements calcitiques de la porosité en lien avec l'activité racinaire et la présence de cristaux de calcite mêlés à la masse. 327

Figure V.80: Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 FXVI (1) et (2). Faciès [3]. a) Fragment d'os pas ou peu brûlé, intégré à la masse. Noter dans le coin inférieur gauche la présence de calcitisations cytomorphiques déstructurées. b) Grain gréseux riche en oxydes de fer intégrés à la masse. 327

Figure V.81: Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 100F11. a) scan numérique de la lame mince et localisation des microphotographies. b) Schéma descriptif des principaux faciès et traits observés. c) Limon sableux à nodules carbonatés ; assemblages porphyriques ; porosité essentiellement canaliculaire. d) Sables limoneux ; assemblages porphyriques ; porosité canaliculaire et artefacts archéologiques abondants. 330

Figure V.82: Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 100F11. Faciès [1]. 331

Figure V.83: Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 100F11. Faciès [1]. Fragment d'os au sein d'un nodule carbonaté. 331

Figure V.84: Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 100F11. Faciès [2]. Fragments d'os brûlés (haut) et calcinés (bas). 334

Figure V.85: Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 100F11. Faciès [2]. Charbons de bois 334

Figure V.86: Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 100F11. Faciès [2]. Fragments de silex. 334

Figure V.87: Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 100F11. Faciès [2]. Oxyde ferreux (matière colorante ?). 335

Figure V.88: Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 100F11. Base du faciès [2]. Fragment de calcaire coquillier rubéfié (assemblage de microphotographies). 335

Figure V.89: Régismont-le-Haut, lame mince RGT13 100F11. Sommet du faciès [2]. a) Vue d'ensemble du sommet du faciès dont la microstructure est moins massive que le reste du faciès, quasiment grumeleuse. Noter la présence de matériaux calcitiques avec une forte réfringence en XPL. b) détail des cristaux de calcite sparitique mêlés à l'autre constituant. Noter l'assemblage lâche lié aux nombreux vides d'entassement. c) Groupements de cristaux sparitiques (au centre) et masse micritique (à droite et en bas). 335

Figure V.90: Diagramme en boîte des valeurs de porosité des lames minces de Régismont-le-Haut regroupées en Naturel (faciès non affectés par l'activité anthropique) et Anthro (faciès rubéfiés, brunifiés, enrichis en résidus de combustion, etc.). Voir Tableau V.7 pour le détail. 341

Figure V.91: Organisation des principaux faciès types observés dans les échantillons de Régismont-le-Haut. 344

Figure V.92: TIC de l'échantillon F XVI 1 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 349

Figure V.93: TIC de l'échantillon F XVI 2 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 349

Figure V.94: TIC de l'échantillon F XVI 3 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 351

Figure V.95: TIC de l'échantillon F XXIV 1 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 351

Figure V.96: TIC de l'échantillon F XII 1 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 353

Figure V.97: TIC de l'échantillon F XII 3 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 353

Figure V.98: TIC de l'échantillon F XII 4 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 355

Figure V.99: TIC de l'échantillon F XII 5 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 355

Figure V.100: Abondances relatives des acides gras dans les extraits lipidiques des échantillons de Régismont-le-Haut. Les valeurs expriment des % des acides gras totaux de chaque extrait (cf. Annexe D). 360

Figure V.101: Carbon Preference Index des acides courts (C13-19) des extraits lipidiques de Régismont-le-Haut. La flèche indique la tendance attendue pour la dégradation (Cooper et Bray, 1963) et les zones grisées les propositions d'attribution d'origine de Lucquin (2007) à partir de son corpus expérimental. 361

Figure V.102: Estimations du degré d'insaturation en prenant en compte les acides $C_{16}$ et $C_{18}$ (à gauche) ou uniquement $C_{18}$ (à droite) des extraits lipidiques de Régismont-le-Haut. Les deux flèches illustrent les tendances attendues (Wiesenberg *et al.*, 2010 et 2015). 362

Figure V.103: Average Chain Length des acides gras des extraits lipidiques de Régismont-le-Haut. La flèche indique la tendance attendue pour la dégradation (Wiesenberg *et al.*, 2009) et les zones grisées les propositions d'attribution d'origine (MO végétaux et micro-organismes : Wiesenberg *et al.*, 2010, 2015 ; MO animaux : cf. Partie IV.4.4.3.3 et Annexe C). 362

Figure V.104: Index de saturation (SI) des acides gras des extraits lipidiques de Régismont-le-Haut. La flèche indique la tendance supposée pour la dégradation de la MO (disparition des acides insaturés). 363

Figure V.105: Biplot des ratios $C_{16:1}/C_{18:1}$ et $(C_{15:0+17:0})/C_{18:0}$ (ellipses d'après Eerkens 2005). 364

Figure V.106: Biplot des ratios $C_{16:0}/C_{18:0}$ et $C_{12:0}/C_{14:0}$ (ellipses d'après Eerkens 2005 et zones grisées d'après Buonasera *et al.,* 2015). 364

Figure V.107: Pyrochromatogramme de l'échantillon F XVI 1 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 367

Figure V.108: Pyrochromatogramme de l'échantillon F XVI 2 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 368

Figure V.109: Pyrochromatogramme de l'échantillon F XVI 3 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 369

Figure V.110: Pyrochromatogramme de l'échantillon F XXIV 1 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 369

Figure V.111: Pyrochromatogramme de l'échantillon F XII 1 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 370

Figure V.112: Pyrochromatogramme de l'échantillon F XII 3 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 370

Figure V.113: Pyrochromatogramme de l'échantillon F XII 4 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 371

Figure V.114: Pyrochromatogramme de l'échantillon F XII 5 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 371

Figure V.115: Bioturbation et troncature d'un foyer à os après 6 ans d'évolution en plein air. (Expérimentations Costamagno et collaborateurs en 2006, observations et prélèvement en 2012). 381

Figure V.116: Plan général de Régismont-le-Haut (état 2016, d'après Rapport RGT 2016) et propositions de rapprochement entre les structures étudiées ici et les autres structures de combustion. 385

Figure VI.1: Le Gravettien dans le cadre chronologique et climatique de la fin du Pléistocène et de l'Holocène en Europe occidentale. 388

Figure VI.2: Exemples d'armatures lithiques du Gravettien de France (d'après Klaric, 2010). 389

Figure VI.3: Localisation des principaux sites gravettiens cités dans le texte. 391

Figure VI.4: La Croix de Bagneux (Mareuil-sur-Cher, Loir-et-Cher), Foyer 277/844 (d'après Kildea, 2008). 393

Figure VI.5: Abri Pataud (Les Eyzies-de-Tayac, Dordogne), exemples de structures issues des fouilles Movius. a) Couche 4, Lens O-2, foyer D. b) Couche 5 (Rear), Lens J-1, structure de combustion (*hearth complex* ; d'après Movius, 1977). 394

Figure VI.6: Localisation et contexte géologique du site des Bossats (étoile rouge) 397

Figure VI.7: Topographie des abords du site des Bossats (en rouge). Traits pleins bleus: axes de talwegs actuels ; tirets bleus : axe de la vallée sèche (Fond topographique IGN-Géoportail ; d'après Naton *in* Rapport ORM 2015). 397

Figure VI.8: Les Bossats, extensions supposées des différents niveaux d'occupations préhistoriques sur le plan des sondages et des zones fouillées jusqu'en 2017 (d'après Rapport ORM 2016 ; DAO M. Ballinger, modifié). 400

Figure VI.9: Les Bossats, coupe nord du sondage 3 en 2013 montrant l'encaissant du niveau gravettien. Noter la présence à droite de crotivines. 401

Figure VI.10: Les Bossats, Locus gravettien. Zone fouillée ou en cours de fouille (en vert) et estimation de l'extension du locus (en marron ; d'après Rapports ORM 2015 et 2016 et les opérations de terrain de 2016 et 2017 ; DAO M. Ballinger, modifié). 403

Figure VI.11: Calibration des datations gravettiennes des Bossats (intervalles à 2σ ; calibration Ox cal 4.2.4 et courbe Intcal13 ; GS et GI: Rasmussen *et al.*, 2014 ; HS: Sánchez Goñi et Harisson, 2010). 405

Figure VI.12: Les Bossats, représentation squelettique de différentes espèces identifiées (d'après Lacarrière *et al.*, 2015). 407

Figure VI.13: Les Bossats, niveau gravettien. a) P4, M1 et M2 supérieures gauches de *Spermophilus sp*. en vue occlusale. b) m1 ou m2 inférieure gauche de *Spermophilus sp*. en vue occlusale. c) fragment d'incisive indéterminée sur laquelle on peut observer des traces de racines et d'oxydes de manganèse (d'après Stoetzel *in* Rapport ORM 2015). d) Coupe nord du sondage 3 montrant plusieurs crotovines dans les lœss supportant le locus gravettien. 409

Figure VI.14: Les Bossats, coquillages fossiles lutétiens impliqués dans la production d'éléments de parure et leur répartition horizontale dans le locus gravettien. 1) *Ampullina depressa parisiensis*. 2) *Crommium acutum*. 3) *Globularia patula*. 4 et 5) *Ampullina* perforées. Etoiles rouges : coquillages perforés ; Cercles jaunes : coquillages non perforés ou cassés (d'après Peschaux *in* Rapport ORM 2012 et 2016). 409

Figure VI.15: Les Bossats. Industrie lithique gravettienne. a) Lamelles. b) Lames. c) Nucléus à lamelles. d) Burins. e) Microgravettes. f) Lamelles à dos. g) Grattoir. h) Lame appointée. (d'après Lacarrière *et al.*, 2015 ; DAO: D. Molez). 411

Figure VI.16: Localisation des structures de combustion gravettiennes (d'après Rapport ORM 2016 ; DAO M. Balinger, modifié). 415

Figure VI.17: Locus 1 gravettien. Structure D28, plan interprétatif des différents « états ». 416

Figure VI.18: Locus 1 gravettien. Structure D28, coupes stratigraphiques Est/Ouest et Sud/Nord relevées en 2014. 417

Figure VI.19: Locus 1 gravettien. Pendage du locus vers le nord-est à partir de la bande des $m^2$ D (Photo 2014, vue vers le sud, au premier plan la structure D28). 418

Figure VI.20: Locus 1 gravettien, structure D28, pièce n°1013, phalange fendue en deux. 418

Figure VI.21: Locus 1 gravettien, structure D28, quart NW, concentration charbonneuse. 419

Figure VI.22: Locus 1 gravettien, structure D28, quart NE, petite plage/agrégat de sédiments rougis (campagne 2014, Cliché M. Hardy). 419

Figure VI.23: Locus 1 gravettien, aire B/C/D-29/30, organisation des différentes structures (cliché M. Hardy, Rapport ORM 2012, modifié). 421

Figure VI.24: Locus 1 gravettien, aire B/C/D-29/30. Détails des concentrations d'os fracturés sous la structure. a) Sud-est du $m^2$ B29 (Cliché P. Bodu, campagne 2013). b) Est du $m^2$ C30 (Cliché P. Bodu, campagne 2015). 421

Figure VI.25: Locus 1 gravettien, aire B/C/D-29/30, vue de la Zone A (Cliché P. Bodu, campagne 2013). 423

Figure VI.26: Locus 1 gravettien, aire B/C/D-29/30, vue de la Zone B (campagne 2013). 423

Figure VI.27: Locus 1 gravettien, aire B/C/D-29/30, vue de la Zone C (campagne 2015). 423

Figure VI.28: Locus 1 gravettien, structure B/C/D-29/30. Vue de la Zone « foyère b » en 2015, alors que la zone « foyère a » au premier plan a déjà en partie été démontée (Cliché P. Bodu). 424

Figure VI.29: Locus 1 gravettien, structure B/C/D-29/30, détails de la zone « foyère a » en cours de démontage (Cliché P. Bodu). 424

Figure VI.30: Locus 1 gravettien, exemples de blocs chauffés. Calcaires de Fontainebleau à gauche et Calcaires du Gâtinais à droite (Cliché P. Bodu, d'après Rapport ORM 2012). 428

Figure VI.31: Locus 1 gravettien, répartition spatiale des pierres (masse) de plus de 7 cm par $m^2$ et fréquences des traces de chauffe (matériel jusqu'en 2015, les $m^2$ C/D-29/30 sont partiellement démontés). 430

Figure VI.32: Locus 1 gravettien, répartition spatiale des pierres (effectif) de plus de 7 cm par $m^2$ et fréquences des traces de chauffe (matériel jusqu'en 2015, les $m^2$ C/D-29/30 sont partiellement démontés). 430

Figure VI.33: Locus 1gravettien. Répartition des esquilles d'os (masse) et fréquence de chauffe. 434

Figure VI.34: Locus 1 gravettien. Répartition spatiale du matériel osseux par $m^2$ et fréquences des traces de chauffe (matériel jusqu'en 2015, les $m^2$ C/D-29/30 sont partiellement démontés). 436

Figure VI.35: Sondage 50, localisation de la structure E/F22 dans la partie sud du sondage. 440

Figure VI.36: Sondage 50. Structure E/F-22, coupes stratigraphiques Ouest/Est et Nord/Sud. 440

Figure VI.37: Les Bossats, Locus 1 gravettien, localisation en bleu des prélèvements micromorphologiques étudiés (voir Tableau VI.13 ; DAO modifié d'après M. Ballinger, Rapport ORM 2015) 444

Figure VI.38: Les Bossats, lame mince ORMES 14 D28. a) Scan numérique des lames minces et localisation des microphotographies. b) Schéma descriptif des principaux faciès et traits observés. c) Limon sableux massif ; assemblages porphyriques ; porosité essentiellement canaliculaire. d) Charbons de bois et microcharbons mêlés à des limons sableux ; microstructure grumeleuse/excrémentielle e) Limons sableux mêlés de cendres et charbons ; galets et graviers calcaires abondants ; microstructure grumeleuse/excrémentielle. 445

Figure VI.39: Les Bossats, lame mince ORMES 14 D28. Constituants du faciès [1]. a) Charbon de bois fragmenté en place. b) Fragment d'os (flèche rouge) et granule de vers de terre (flèche bleue). c) Agrégat de sédiments limono-sableux oxydés. 446

Figure VI.40: Les Bossats, lame mince ORMES 14 D28. Constituants du faciès [2]. a) Charbon de bois fragmenté en place. b) Matériau amorphe carbonisé (*char*). c) Calcitisations cytomorphiques en place dans la porosité canaliculaire. d) Os brunifié. 448

Figure VI.41: Les Bossats, lame mince ORMES 14 D28. Constituants du faciès [3]. a) Os calciné et fragmenté en place. Noter que les zones de fracturation sont comblées de calcite. b) Charbon de bois. c) Revêtement calcitique d'un gravier calcaire incluant de particules charbonneuses. 450

Figure VI.42: Les Bossats, lame mince ORMES 14 D28, nature des éléments grossiers calcaires. a) Scan numérique de la lame mince, numérotation et description des éléments grossiers. b) Exemple de mudstone micritique. c) Exemple de mudstone à cristaux sparitique. d) gravier n°10 microcristallin. 451

Figure VI.43: Les Bossats, lame mince ORMES 14 D28. Altération des éléments grossiers calcaires. a) Scan numérique annoté de la lame mince. b) Non altérés. c) Possiblement altérés (fracturation ou oxydation limitée). c) Altérés (oxydation importante, fracturation ; toutes les microphotographies sont prises en OIL). 454

Figure VI.44: Les Bossats, lame mince ORM 13 B29. a) Scan numérique de la lame mince et localisation des microphotographies. b) Schéma descriptif des principaux faciès et traits observés. c) Limon sableux massif ; assemblages porphyriques ; porosité essentiellement canaliculaire. d) Charbons de bois et microcharbons mêlés à des limons sableux ; microstructure grumeleuse/excrémentielle e) Limons sableux mêlés de charbons ; microstructure massive/canaliculaire. 457

Figure VI.45: Les Bossats, lames minces ORM12 B29 (18), a, b, c et d. a) Scan numérique des lames minces et localisation des microphotographies. b) Schéma descriptif des principaux faciès et traits observés. c) Limon sableux massif ; assemblages porphyriques ; porosité essentiellement canaliculaire. d) Charbons de bois et microcharbons mêlés à des limons sableux ; microstructure grumeleuse/excrémentielle e) Limons sableux mêlés de charbons ; microstructure massive/canaliculaire, noter les nombreuses calcitisations cytomorphiques. 458

Figure VI.46: Les Bossats, lame mince ORM12 B29 (18) c, faciès [1]. a) Pelote de déjection enrichie en résidus de combustion (microcharbons). b) Fragments d'os brûlés dans un chenal. c) Granule calcitique de vers de terre. 459

Figure VI.47: Les Bossats, lame mince ORM13 B29, faciès [2]. a) Microstructure grumeleuse et excrémentielle présentant une forte porosité. b) Estimation de la porosité à l'aide du logiciel ImageJ. 462

Figure VI.48: Les Bossats, lame mince ORM13 B29, faciès [2]. a) Constituants organisés aléatoirement : charbons, microcharbons et masses charbonneuses amorphes, os brûlés, etc. Noter la faible quantité de constituants minéraux hormis les concentrations de calcite. b) Détail d'un charbon de bois fragmenté sur place. 462

Figure VI.49: Les Bossats, lame mince ORM13 B29 et ORM12 B29 (18)b, faciès [2]. a) Calcitisations cytomorphiques désorganisées. b) Calcitisations cytomorphiques organisées. 462

Figure VI.50: Les Bossats, lame mince ORM13 B29, faciès [3]. a) Microstructure massive et canaliculaire résultant de l'aggradation et de l'homogénéisation d'agrégats arrondis. b) Estimation de la porosité à l'aide du logiciel ImageJ. 464

Figure VI.51: Les Bossats, lame mince ORM13 B29 et ORM12 B29 (18)a et b, faciès [3]. a) Gravier calcaire oxydé. b) Gravier calcaire partiellement oxydé. c) Fragment d'os brûlé. d) Grain riche en oxyde de fer (hématite?). 464

Figure VI.52: Les Bossats, lame mince ORM14 B29. a) Scan numérique des lames minces et localisation des microphotographies. b) Schéma descriptif des principaux faciès et traits observés. c) Limons sableux massifs à porosité canaliculaire. d) Limons sableux mêlés à d'abondants résidus de combustion, microstructure massive à excrémentielle, porosité canaliculaire et vides d'entassement. 466

Figure VI.53: Les Bossats, lame mince ORM14 B29, faciès [1]. a) Fragment d'os brûlé. b) Test de gastéropode. c) Granule de vers de terre. d) Agrégat de sédiments rubéfiés et résidus de combustion (microcharbons) intégrés au faciès. 467

Figure VI.54: Les Bossats, lame mince ORM14 B29. Sommet rubéfié du faciès [1] (assemblage de microphotographies). 469

Figure VI.55: Les Bossats, lame mince ORM14 B29. Sommet du faciès [1]. Sélection de graviers calcaires oxydés présentant une teinte grisâtre à orangé en OIL. 469

Figure VI.56: Les Bossats, lame mince ORM14 B29. Faciès [2]. a) Détails de la microstructure grumeleuse/excrémentielle et des constituants incluant d'abondants résidus de combustion. b) Gravier calcaire oxydé. c) Charbon de bois. d) Fragments d'os légèrement chauffés (en jaune). 471

Figure VI.57: Les Bossats, lame mince ORM14 B29. Faciès [2]. a) Comblement d'un chenal par des matériaux non oxydés. b) Revêtement par de la calcite micritique de la paroi d'un chenal. c) Calcitisation cytomorphique comblant la porosité (noter l'association avec un revêtement bien développé de calcite micritique sur la photo du bas). 471

Figure VI.58: Les Bossats, lame mince ORM15 C29. a) Scan numérique de la lame mince. b) Schéma interprétatif. c) Faciès [1], limons sableux à microstructure relativement massive. d) Faciès [2], limons sableux bioturbés riches en résidus de combustion, microstructure grumeleuse/excrémentielle. 473

Figure VI.59: Les Bossats, lame mince ORM15 C29. Faciès [1]. a) Limon sableux à microstructure massive et chenaux. b) Limons sableux à microstructure grumeleuse et excrémentielle, chenaux et vides d'entassement. 474

Figure VI.60: Les Bossats, lame mince ORM15 C29. Faciès [1]. a) Différents graviers calcaires présentant parfois des traces d'oxydation. b) Gravier de roche détritique à ciment calcitique. Noter la légère oxydation visible en OIL en particulier en périphérie. c) Os brûlé. d) Charbons de bois. e) Deux fragments d'un silex cassé en place (fragments accommodés ; flèches bleues). 475

Figure VI.61: Les Bossats, lame mince ORM15 C29. Faciès [1]. a) Imprégnation et hyporevêtements calcitiques du faciès. Noter la présence au centre d'une granule de vers de terre. b) Détails de la calcitisation du faciès se traduisant par la mise en place d'un ciment de calcite micritique. c) Comblement de la porosité par des sédiments légèrement oxydés et riches en résidus de combustion. 476

Figure VI.62: Les Bossats, lame mince ORM15 C29. Faciès [2]. a) Microstructure et assemblage du faciès. Noter l'intégration de microcharbons à la micromasse. b) Charbons de bois et calcitisations cytomorphiques dans les chenaux. c) Fragments d'os brûlés à des degrés divers. 477

Figure VI.63: Les Bossats, Sondage 50, Niveau intermédiaire, structure E/F-22. Localisation en bleu du prélèvement micromorphologique étudié. 480

Figure VI.64: Les Bossats, sondage 50, niveau intermédiaire, lame mince ORM F22 I. a) Scan numérique de la lame mince. b) Schéma interprétatif. c) Faciès [1], limons sableux à microstructure massive et assemblage porphyrique. Noter la présence à droite d'un hyporevêtement calcitique. d) Faciès [2], limons sableux rubéfiés et riches en résidus de combustion, microstructure massive à grumeleuse, assemblage porphyrique à enaulique. e) Faciès [3], Limons sableux à microstructure massive et assemblage porphyrique. 481

Figure VI.65: Les Bossats, sondage 50, niveau intermédiaire, lame mince ORM F22 I. Faciès [1]. a) Graviers calcaires pas ou peu oxydés. b) Intégration de matériaux fins oxydés par bioturbation. c) Fragment de MO amorphe indéterminée partiellement carbonisée dans la porosité. d) Microcharbons de bois fragmentés dans la porosité. 483

Figure VI.66: Les Bossats, sondage 50, niveau intermédiaire, lame mince ORM F22 I. Faciès [2]. a) Graviers calcaires oxydés. b) Charbons de bois à différents stades de dégradation. 485

Figure VI.67: Les Bossats, sondage 50, niveau intermédiaire, lame mince ORM F22 I. Faciès [2]. a) Revêtement amorphe de la porosité. b) Fragments de revêtements du même type que a), répartis aléatoirement dans un comblement de chenal. c et d) Revêtement amorphe englobé par des comblements de calcite micritique. 485

Figure VI.68: Les Bossats, sondage 50, niveau intermédiaire, lame mince ORM F22 I. Organisation du faciès [2] et contacts avec les faciès sous- et sus-jacents (assemblage de microphotographies). 487

Figure VI.69: Les Bossats, sondage 50, niveau intermédiaire, lame mince ORM F22 I. Faciès [2]. a) Granule de vers de terre dans un comblement de chenal. b) Test de gastéropode. c) Calcitisations cytomorphiques désorganisées dans un chenal (racinaire ?). Noter autour les charbons fragmentés mêlés des limons sableux adoptant une microstructure grumeleuse/excrémentielle. 487

Figure VI.70: Les Bossats, sondage 50, niveau intermédiaire, lame mince ORM F22 I. Faciès [3]. Intégration de matériaux oxydés et riches en résidus de combustion (à gauche) similaires à ceux du faciès [2] par le biais de comblements denses de chenaux au sein de matériaux proches du faciès encaissant [1] (à droite). 488

Figure VI.71: Diagramme en boîte des valeurs de porosité des lames minces des Bossats regroupées en Naturel (Faciès non affectés par l'activité anthropique) et Anthro (Faciès rubéfiés, brunifiés, enrichis en résidus de combustion, etc.). Voir Tableau VI.16 pour le détail. 492

Figure VI.72: Organisation des principaux faciès types observés dans les échantillons des Bossats. 495

Figure VI.73: Histogramme des valeurs $\%C_{org}$ des différents échantillons des Bossats et représentation de la marge d'erreur à 1σ liée à la méthode employée (cf. Partie III.3.2.2). 498

Figure VI.74: TIC de l'échantillon E31-1 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 499

Figure VI.75: TIC de l'échantillon EF22-8 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 501

Figure VI.76: TIC de l'échantillon Zone A II (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 501

Figure VI.77: TIC de l'échantillon Zone B (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 503

Figure VI.78: TIC de l'échantillon D28-1 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 503

Figure VI.79: TIC de l'échantillon D28-2 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 505

Figure VI.80: TIC de l'échantillon EF22-6 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 505

Figure VI.81: TIC de l'échantillon EF22-7 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. F.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 506

Figure VI.82: Abondances relatives des acides gras dans les extraits lipidiques des échantillons des Bossats. Les valeurs expriment des % des acides gras totaux de chaque extrait (cf. Annexe E). 511

Figure VI.83: Carbon Preference Index des acides courts ($C_{13-19}$) des extraits lipidiques des Bossats. La flèche indique la tendance attendue pour la dégradation (Cooper et Bray, 1963) et les zones grisées les propositions d'attribution d'origine de Lucquin (2007) à partir de son corpus expérimental. 512

Figure VI.84: Estimations du degré d'insaturation en prenant en compte les acides $C_{16}$ et $C_{18}$ (à gauche) ou uniquement $C_{18}$ (à droite) des extraits lipidiques des Bossats. Les deux flèches illustrent les tendances attendues (Wiesenberg *et al.*, 2010 et 2015). 513

Figure VI.85: Average Chain Length des acides gras des extraits lipidiques des Bossats. La flèche indique la tendance attendue pour la dégradation (Wiesenberg *et al.*, 2009) et les zones grisées les propositions d'attribution d'origine (MO végétaux et micro-organismes : Wiesenberg *et al.*, 2010 et 2015 ; MO animaux : cf. Annexe C). 513

Figure VI.86: Index de saturation (SI) des acides gras des extraits lipidiques des Bossats. La flèche indique la tendance supposée pour la dégradation de la MO (disparition des acides insaturés). 514

Figure VI.87: Biplot des ratios $C_{16:1}/C_{18:1}$ et $(C_{15:0+17:0})/C_{18:0}$ des extraits lipidiques des échantillons archéologiques des Bossats (ellipses d'après Eerkens, 2005). 515

Figure VI.88: Biplot des ratios $C_{16:0}/C_{18:0}$ et $C_{12:0}/C_{14:0}$ des extraits lipidiques des échantillons archéologiques des Bossats (ellipses d'après Eerkens, 2005 et Buonasera *et al.,* 2015). 515

Figure VI.89: Pyrochromatogramme de l'échantillon E31-1 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 519

Figure VI.90: Pyrochromatogramme de l'échantillon EF22-8 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 519

Figure VI.91: Pyrochromatogramme de l'échantillon Zone A II (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 521

Figure VI.92: Pyrochromatogramme de l'échantillon Zone B (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 522

Figure VI.93: Pyrochromatogramme de l'échantillon D28-1 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 523

Figure VI.94: Pyrochromatogramme de l'échantillon D28-2 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 525

Figure VI.95: Pyrochromatogramme de l'échantillon EF22-6 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 525

Figure VI.96: Pyrochromatogramme de l'échantillon EF22-7 (les numéros renvoient au Tabl. Ann. G.1 ; p, dérivés de plastique et polluants, c, colonne, tmah : dérivés du TMAH ; $C_x$ indique le nombre de carbones sur la chaîne linéaire pour les composés les plus courts, les plus longs et les principaux contributeurs de chaque série). 526

Figure VI.97: Locus 1 gravettien, aire B/C/D-29/30, organisation des différentes structures (cliché M. Hardy, Rapport ORM 2012, modifié) 535

Figure VII.1: Plan global du site de Régismont-le-Haut et de ses structures de combustion (d'après Rapport RGT 2016, modifié). 560

Figure VII.2: Principaux sites aurignaciens ayant livré des structures de combustion mentionnés dans le texte. Points bleus : sites de plein air ; points rouges : sites en grotte ou abri. 565

Figure VII.3: Différentes structures de l'Abri Pataud découvertes par H. Movius (d'après Movius, 1977 ; modifié). A/ Couche 7, foyers X, Y et Z installés dans trois cuvettes et comblés de sédiments charbonneux et de galets chauffés (l'échelle mesure 1 m). B/ Couche 8, foyer A installé dans une cuvette et comblé de sédiments charbonneux (peut-être des os brûlés), de dalles calcaires et de galets chauffés (l'échelle mesure 50 cm). C / Couche 12, foyers P, Q, R et S installés dans quatre cuvettes et comblés de sédiments charbonneux (y compris os brûlés pour Q et R) et de quelques dalles calcaires et de galets chauffés (l'échelle mesure 1 m). 566

Figure VII.4: Abri Castanet, vue des structures de combustion 216-217-218 installées dans des dépressions aménagées dans le *bed-rock* de l'abri (d'après White *et al.*, 2017 ; modifié ; l'échelle mesure 20 cm). La structure 217 (au centre) correspond à la structure de combustion primaire tandis que les structures 216 (à droite) et 218 (à gauche) correspondraient à des structures secondaires liées à l'entretien et/ou au fonctionnement ce foyer. La structure 216 est à cet égard particulièrement riche en os brûlés (voir White *et al.*, 2017 : pp. S293-S295 pour une description plus détaillée). 567

Figure VII.5: Plan général du locus gravettien des Bossats et localisation des structures de combustion (d'après Rapport ORM 2016, modifié). 570

Figure VII.6: Principaux sites gravettiens mentionnés dans le texte et ayant livré des structures de combustion. Points bleus : sites de plein air ; points rouges : sites en grotte ou abri. Le triangle bleu indique le site de plein air attribué à l'Aurignacien du Chemin-de-L'Évangile 3 à Gron qui est mentionné plus loin. 574

Figure VII.7: Différentes structures de l'Abri Pataud découvertes par H. Movius (d'après Movius, 1977 ; modifié) et de l'Abri du Flageolet I découvertes par J.-P. Rigaud (d'après Bombail, 1989 ; modifié). À/ Abri Pataud, Couche 5, lens J-1 : vaste structure (3.5x1.2m) décrite comme un foyer sur laquelle repose une petite pile de galets dont certains sont chauffés (l'échelle mesure 1 m). B/ Abri Pataud, Couche 5, lens W : petit foyer en cuvette comprenant de nombreux galets chauffés (l'échelle mesure 50 cm). C/ Abri du Flageolet I, Couche V : foyer B7 « clairement délimité » (*sic.*) par des blocs calcaires. 576

# 2. Table des tableaux

Tableau II.1: Méthodes/approches employées et thématiques abordées dans les 80 articles que nous avons recensés. 26

Tableau II.2: Synthèse des études de structures de combustion datant des Paléolithiques moyen et supérieur d'Afrique, du Proche-Orient et d'Europe incluant des analyses micromorphologiques (d'après Mentzer, 2011, modifié). 37

Tableau III.1: Classes granulométriques (d'après Stoops, 2003). 53

Tableau III.2: Classes de tri (d'après Stoops, 2003). 53

Tableau III.3: Critères descriptifs de la fraction fine basés sur les couleurs et sur la b-fabric (Stoops, 2003). 54

Tableau III.4: Critères d'identification de Malainey (d'après Malainey *et al.*, 1999b) 82

Tableau III.5: Critères de distinction d'Eerkens à partir des données de Malainey (d'après Eerkens, 2005). 83

Tableau III.6: Récapitulatif des différents proxies détaillés ici. 87

Tableau IV.1: Inventaire des expérimentations étudiées. 91

Tableau IV.2: Moyennes de conditions météorologiques durant les expérimentations de 2012, 2013 et 2014. 92

Tableau IV.3: Relevés météorologiques de la station de Béziers et les expérimentations de 2012, 2013 et 2014. 93

Tableau IV.4: Caractéristiques des foyers à bois à utilisation unique. 113

Tableau IV.5: Caractéristiques des foyers à bois à utilisations multiples. 116

Tableau IV.6: Matrice de corrélation des paramètres des foyers à bois. 117

Tableau IV.7: Caractéristiques des foyers à bois et os. 121

Tableau IV.8: Caractéristiques des foyers à bois et cuisson de viandes. 125

Tableau IV.9: Comparaison de foyers à utilisations uniques et multiples. 128

Tableau IV.10: Matrice de corrélation concernant la rubéfaction (toutes les expérimentations sont prises en compte). 129

Tableau IV.11: Expérimentations, structures étudiées et lames minces correspondantes. 131

Tableau IV.12: Expérimentations, détermination des faciès encaissants. 136

Tableau IV.13: Principaux critères macro- et microscopiques d'évaluation du degré d'altération thermique de matériaux communément associés aux foyers préhistoriques. Les indications de températures représentent un ordre de grandeur et non des valeurs absolues (d'après Wattez, 1992 ; DeBano *et al.,* 1998 ; Tiffagom, 1998 ; Murad et Wagner, 1998 ; González-Pérez *et al.,* 2004 ; Certini, 2005 ; Reiche *et al.,* 2012 ; Hanson et Cain, 2007 ; Mallol *et al.*, 2013b). 145

Tableau IV.14: Échantillons expérimentaux retenus pour la quantification du $C_{org}$, l'analyse des lipides par CG-SM et de la MO totale en py-(TMAH)-CG-SM. 158

Tableau IV.15: $\%C_{org}$ des différents échantillons expérimentaux mesurés par analyse élémentaire après décarbonatation (σ correspond aux marges d'erreur en % calculées à partir d'étalons de tyrosine, cf. Partie III.3.2.2). 158

Tableau IV.16: Teneur en azote (%N) des échantillons du foyer expérimental 2014. Valeurs mesurées par AE (C, N) après décarbonatation. Les marges d'erreur à 1σ sont calculées à partir d'étalons de tyrosine (cf. Partie III.3.2.2). 161

Tableau IV.17: Synthèse des principaux marqueurs identifiés par CG-SM dans les extraits lipidiques issus des expérimentations. 175

Tableau IV.18: Identification de l'origine des échantillons expérimentaux à partir des critères de Malainey (1997). Les valeurs sont des %Acides gras. 184

Tableau IV.19: Identification de l'origine des échantillons de référence de MO animales et végétales à partir des critères de Malainey (1997). Les valeurs sont des % des acides gras totaux de chaque échantillon. 194

Tableau IV.20: Synthèse des résultats exploitables en termes de degré de dégradation des échantillons expérimentaux. 198

Tableau IV.21: Synthèse des résultats exploitables en termes d'origine de la MO des échantillons expérimentaux. 199

Tableau IV.22: Synthèse des principaux marqueurs identifiés par Py(TMAH)-CG-SM dans les échantillons des expérimentations. 213

Tableau V.1: Proposition de chronologie de l'Aurignacien de la France (d'après Michel, 2010). 224

Tableau V.2: Synthèse stratigraphique à partir des tranchées A, C, D et E notamment (d'après Rapports RGT 2000-2004). 228

Tableau V.3: Régismont-le-Haut, répartition des différents foyers et secteurs de fouilles en fonction des deux paléochenaux. 234

Tableau V.4: Synthèse des principales activités représentées à proximité des foyers de Régismont-le-Haut (d'après Bon *et al.*, sous presse, modifié). En gras les concentrations remarquables, « ? » manque d'informations (fouilles anciennes), « … » étude/fouille en cours. 247

Tableau V.5: Échantillons de Régismont-le-Haut étudiés ici. 268

Tableau V.6: Synthèse des principaux traits observés dans les échantillons de Régismont-le-Haut 338

Tableau V.7: Récapitulatif des valeurs de porosité mesurées à partir des lames minces de Régismont-le-Haut. 340

Tableau V.8: Synthèse des principaux types de faciès identifiés dans les échantillons de Régismont-le-Haut 342

Tableau V.9: Échantillons de Régismont-le-Haut retenus et résultats discutés ici. 347

Tableau V.10: $\%C_{org}$ des différents échantillons de Régismont-le-Haut mesurés par analyse élémentaire après décarbonatation (σ correspond aux marges d'erreur en % calculées à partir d'étalons de tyrosine, cf. Partie III.3.2.2). 347

Tableau V.11: Synthèse des principaux marqueurs identifiés dans les extraits lipidiques issus des foyers de Régismont-le-Haut. 358

Tableau V.12: Synthèse des résultats en termes de degré de dégradation des échantillons de Régismont-le-Haut. 365

Tableau V.13: Synthèse des résultats en termes d'origine de la MO des échantillons expérimentaux. 366

Tableau V.14: Synthèse des principaux marqueurs identifiés par PyTMAH-CG-SM dans les échantillons de Régismont-le-Haut. (x) : composés peu nombreux, X : composés nombreux. 373

Tableau V.15: Synthèse des signatures géochimiques de la MO pour les échantillons de Régismont-le-Haut et rappel du contrôle M1 (cf. Partie IV.4.6). 374

Tableau VI.1: Proposition de chronologie du Gravettien de la France d'après Klaric, 2003 et 2010. Les dates cal. BP sont données ici à titre indicatif à partir de la courbe de calibration IntCal 13. 389

Tableau VI.2: Principaux sites gravettiens au nord de la France et leur attribution chronologique (synthèse d'après Bodu *et al.*, 2013b ; Touzé *et al.*, 2015 ; Paris *et al.*, 2017). 390

Tableau VI.3: Synthèse des différents niveaux archéologiques des Bossats (d'après Rapport ORM 2016). 398

Tableau VI.4: Datations $^{14}C$ par AMS sur le matériel osseux du locus 1 et du sondage 51 des Bossats et calibration des résultats obtenus. 404

Tableau VI.5: Les Bossats, identification du matériel anthracologique du niveau gravettien (d'après Théry-Parisot *in* Rapport ORM 2015 ; NRI : Nombre de Restes Identifiés). 425

Tableau VI.6: Locus 1 gravettien. Décompte général des blocs de pierre (2009-2015, Blocs > 7 cm uniquement). La catégorie HS regroupe les blocs provenant des labours, de la surface et d'autres contextes incertains. 426

Tableau VI.7: Locus 1 gravettien. Décompte et masse des blocs en fonction de leur longueur et de leur poids. 427

Tableau VI.8: Locus 1 gravettien. Décompte et masse des blocs en fonction de leur matière première. 428

Tableau VI.9: Présence de traces de chauffe sur les blocs répartis par matière première. 429

Tableau VI.10: Locus 1 gravettien. Masse d'esquilles d'os pour chaque quart de $m^2$ (niv. 1 et BTL ; Matériel 2009-2015). Ces décomptes sont définitifs sauf en ce qui concerne les $m^2$ C29, C30, D29, D30, E27 et F27, toujours en cours de fouille. 432

Tableau VI.11: Locus 1 gravettien. Détails des proportions d'esquilles d'os brûlés ou non au sein des $m^2$ centraux. La masse d'esquilles d'os de ces 9 $m^2$ représente 92.4% de l'ensemble du locus (Matériel 2009-2015). 433

Tableau VI.12: Locus 1 gravettien. Décompte des restes osseux chauffés ou non (d'après Lacarrière *in* Rapport ORM 2015). 435

Tableau VI.13: Les Bossats, locus 1 gravettien, structures étudiées et lames minces correspondantes. 444

Tableau VI.14: Les Bossats, lame mince ORMES 14 D28. Principaux caractères des éléments grossiers calcaires. 452

Tableau VI.15: Synthèse des principaux traits observés dans les échantillons des Bossats. 490

Tableau VI.16: Récapitulatif des valeurs de porosité mesurées à partir des lames minces des Bossats. 492

Tableau VI.17: Synthèse des principaux types de faciès identifiés dans les échantillons des Bossats. 494

Tableau VI.18: Échantillons des Bossats retenus et résultats discutés ici. 497

Tableau VI.19: $\%C_{org}$ des différents échantillons des Bossats mesurés par analyse élémentaire après décarbonatation ($\sigma$ correspond aux marges d'erreur en % calculées à partir d'étalons de tyrosine, cf. Partie III.3.2.2). 497

Tableau VI.20: Synthèse des principaux marqueurs identifiés dans les extraits lipidiques issus des échantillons des Bossats. 510

Tableau VI.21: Synthèse des résultats en termes de degré de dégradation des échantillons des Bossats. 516

Tableau VI.22: Synthèse des résultats en termes d'origine de la MO des échantillons des Bossats. 517

Tableau VI.23: Décompte des composés dérivés du benzène et des HAP identifiés dans les échantillons des Bossats (py(TMAH)-CG-SM). 528

Tableau VI.24: Décompte des composés azotés identifiés ou indéterminés (N indet.) dans les échantillons des Bossats (py(TMAH)-CG-SM). 529

Tableau VI.25: Synthèse des principaux marqueurs identifiés par Py(TMAH)-CG-SM dans les échantillons des Bossats. 530

Tableau VI.26: Synthèse des signatures géochimiques de la MO pour les échantillons des Bossats. 531

# 3. Table des équations

Équation III.1: Calcul du Carbon Preference Index (n+1 = nombre max. de carbones ; d'après Lucquin, 2007, lui-même d'après Cooper et Bray, 1963). 78

Équation III.2: Calcul du Carbon Preference Index pour des acides courts (C13-19) de Lucquin (2007). 78

Équation III.3: Calcul du ratio Long vs short chains (d'après Wiesenberg *et al.*, 2010). 79

Équation III.4: Calcul du degré d'insaturation de $C_{16}$ et $C_{18}$ (d'après Wiesenberg, 2015). 79

Équation III.5: Calcul du degré d'insaturation de $C_{18}$ (d'après Wiesenberg *et al.,* 2010). 79

Équation III.6: Average Chain $Lenght_{FA}$, « a » étant l'abondance relative de chaque acide gras ayant « A » carbones. La valeur obtenue étant ainsi la longueur moyenne des acides gras, saturés et insaturés, dans un échantillon. 80

Équation III.7: Calcul du %S de Marchbanks (d'après Malainey, 2011). 81

Équation III.8: Calcul du SI de Loy (d'après Malainey, 2011). 81

Équation IV.1: Calcul du ratio Medium+long vs short chains. 180

# 4. Table des tableaux en annexe

Tabl. Ann. A.1: Revue des publications abordant les structures de combustion préhistoriques à l'aide d'expérimentations. 620

Tabl. Ann. B.1: Abondances relatives des acides gras des échantillons expérimentaux. Les valeurs expriment des % des acides gras totaux. 624

Tabl. Ann. B.2: Échantillons expérimentaux. Valeurs calculées pour les différents proxies et indices discutés (cf. Partie III.3.3.2). 625

Tabl. Ann. B.3: Échantillons expérimentaux. Valeurs calculées pour la démarche de Malainey. 625

Tabl. Ann. B.4: Échantillons expérimentaux. Valeurs calculées pour la démarche d'Eerkens. 625

Tabl. Ann. B.5: Échantillons expérimentaux. Pourcentages relatifs des acides C14 :0 , C16 :0 et C18 :0 employés pour la démarche de Lucquin. 625

Tabl. Ann. C.1: MO animales. Compilation des données de référence utilisées pour l'illustration et le test des méthodes quantitatives basées sur la distribution des acides gras (données tirées de Malainey, 1997 ; Garton et al., 1971 ; Meng et al., 1969 ; Kedrowski et al., 2009). Les valeurs expriment des % des acides gras totaux. 627

Tabl. Ann. C.2: Valeurs calculées pour les différents proxies et indices discutés (cf. Partie III.3.3.2). 628

Tabl. Ann. C.3: MO animales. Valeurs calculées pour la démarche de Malainey. 628

Tabl. Ann. C.4: MO animales. Valeurs calculées pour la démarche d'Eerkens. 628

Tabl. Ann. C.5: MO animales. Pourcentages relatifs des acides C14 :0 , C16 :0 et C18 :0 employés pour la démarche de Lucquin. 629

Tabl. Ann. C.6: MO végétales. Compilation des données de référence utilisées pour l'illustration et le test des méthodes quantitatives basées sur la distribution des acides gras (données tirées de Simoneit et al., 2000 ; Oros et Simoneit, 2001 ; De la Rosa et al., 2012). Les valeurs expriment des % des acides gras totaux. 631

Tabl. Ann. C.7: MO végétale. Valeurs calculées pour les différents proxies et indices discutés (cf. Partie III.3.3.2). 632

Tabl. Ann. C.8: MO végétale. Valeurs calculées pour la démarche de Malainey. 632

Tabl. Ann. C.9: MO végétales. Valeurs calculées pour la démarche d'Eerkens. 632

Tabl. Ann. C.10: MO végétales. Pourcentages relatifs des acides C14:0, C16:0 et C18:0 employés pour la démarche de Lucquin. 632

Tabl. Ann. D.1: Abondances relatives des acides gras des échantillons de Régismont-le-Haut. Les valeurs expriment des % des acides gras totaux. 633

Tabl. Ann. D.2: Echantillons de Régismont-le-Haut. Valeurs calculées pour les différents proxies et indices (cf. PartieIII634.3.3.2). 634

Tabl. Ann. D.3: Échantillons de Régismont-le-Haut. Valeurs calculées pour la démarche de Malainey. 634

Tabl. Ann. D.4: Échantillons de Régismont-le-Haut. Valeurs calculées pour la démarche d'Eerkens. 634

Tabl. Ann. D.5: Échantillons de Régismont-le-Haut. Pourcentages relatifs des acides C14:0, C16:0 et C18:0 employés pour la démarche de Lucquin. 634

Tabl. Ann. E.1: Abondances relatives des acides gras des échantillons des Bossats. Les valeurs expriment des % des acides gras totaux. 635

Tabl. Ann. E.2: Échantillons des Bossats. Valeurs calculées pour les différents proxies et indices (cf. Partie III.3.3.2). 636

Tabl. Ann. E.3: Échantillons des Bossats. Valeurs calculées pour la démarche de Malainey. 636

Tabl. Ann. E.4: Échantillons des Bossats. Valeurs calculées pour la démarche d'Eerkens. 636

Tabl. Ann. E.5: Échantillons des Bossats. Pourcentages relatifs des acides C14:0, C16:0 et C18:0 employés pour la démarche de Lucquin. 636

Tabl. Ann. F.1: Identification des composés détectés dans les extraits lipidiques par CG-SM. La numérotation renvoie à celle utilisée dans les chromatogrammes inclus dans le texte. Les poids moléculaires (MW) et les principaux fragments (m/z ; en ordre décroissant) correspondent majoritairement à ceux de dérivés triméthylsilylés (TMS). Les origines proposées dans le cadre de cette étude sont discutées et justifiées dans le texte. 637

Tabl. Ann. F.2: Identification des composés détectés par CG-SM dans les extraits lipidiques des expérimentations par CG-SM. La numérotation renvoie à celle utilisée dans les chromatogrammes inclus dans le texte. Les origines proposées dans le cadre de cette étude sont discutées et justifiées dans le texte. 640

Tabl. Ann. F.3: Identification des composés détectés par CG-SM dans les extraits lipidiques des échantillons archéologiques de Régismont-le-Haut. La numérotation renvoie à celle utilisée dans les chromatogrammes inclus dans le texte. Les origines proposées dans le cadre de cette étude sont discutées et justifiées dans le texte. 643

Tabl. Ann. F.4: Identification des composés détectés par CG-SM dans les extraits lipidiques des échantillons archéologiques des Bossats. La numérotation renvoie à celle utilisée dans les chromatogrammes inclus dans le texte. Les origines proposées dans le cadre de cette étude sont discutées et justifiées dans le texte. 644

Tabl. Ann. G.1: Identification des composés détectés et identifiés par py(TMAH)-CG-SM. La numérotation renvoie à celle utilisée dans les pyrochromatogrammes inclus dans le texte. Les origines proposées dans le cadre de cette étude sont discutées et justifiées dans le texte. 646

Tabl. Ann. G.2: Identification des composés détectés et identifiés dans les échantillons des expérimentations par py(TMAH)-CG-SM. La numérotation renvoie à celle utilisée dans les pyrochromatogrammes inclus dans le texte. Les origines proposées dans le cadre de cette étude sont discutées et justifiées dans le texte. 651

Tabl. Ann. G.3: Identification des composés détectés et identifiés par py(TMAH)-CG-SM dans les échantillons archéologiques de Régismont-le-Haut. La numérotation renvoie à celle utilisée dans les chromatogrammes inclus dans le texte. Les origines proposées dans le cadre de cette étude sont discutées et justifiées dans le texte. 654

Tabl. Ann. G.4: Identification des composés détectés et identifiés par py(TMAH)-CG-SM dans échantillons archéologiques des Bossats. La numérotation renvoie à celle utilisée dans les chromatogrammes inclus dans le texte. Les origines proposées dans le cadre de cette étude sont discutées et justifiées dans le texte. 656

# Table des matières

**Remerciements** I

**Résumé / *Abstract*** V

**Sommaire** VII

**Partie I. Introduction** 1

**1. Cadres de l'étude** 4
1.1. Contexte archéologique 4
1.2. Les structures de combustion : un sujet central 5
1.3. La matière organique comme marqueur des activités passées 6
1.4. Spécificités et intérêts des sites de Régismont-le-Haut et des Bossats 8
1.5. La démarche analytique 9

**2. Problématique** 11
2.1. Les objectifs archéologiques 11
2.2. Les enjeux méthodologiques 12

**Partie II. État de l'art** 15

**1. Feu et foyers au Paléolithique : une brève historiographie** 16

**2. Étude des structures de combustion** 18
2.1. Principes généraux de l'étude des structures de combustion préhistoriques 18
*2.1.1. Du terrain ...* *18*
*2.1.2. ... à l'interprétation palethnographique* *21*
2.2. L'apport des démarches expérimentales antérieures 25
*2.2.1. Méthodes et approches employées* *26*
*2.2.2. Thématiques abordées* *28*
2.3. Micromorphologie des structures de combustion 33
2.4. Géochimie organique et structures de combustion 38

**3. Bilan critique et approches retenues** 42

**Partie III. Méthodologie** 45

**1. Remarques sur les observations de terrain et le vocabulaire descriptif** 46
1.1. Démarche adoptée sur le terrain 46
1.2. Vocabulaire pour la description des « structures de combustion » 47

**2. Micromorphologie** 48
2.1. Principes méthodologiques 48
2.2. Principes descriptifs 49
*2.2.1. Microstructure et assemblage* *49*
*2.2.2. Constituants* *52*
*2.2.3. Traits* *56*
2.3. Interprétation 56

**3. Géochimie organique** 58
3.1. Présentation des lipides rencontrés dans cette étude 58
*3.1.1. Définition générale* *58*
*3.1.2. Les composés aliphatiques* *59*
*3.1.3. Les composés cycliques* *62*
*3.1.4. Autres types de composés* *63*
3.2. Procédures analytiques 65
*3.2.1. Prélèvement et préparation* *65*
*3.2.2. Analyse élémentaire : AE* *67*

*3.2.3. La chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse: CG-SM 68*
*3.2.4. Pyrolyse avec dérivatisation in situ couplée à la CG-SM: py(TMAH)-CG-SM 72*
3.3. Éléments d'interprétation 73
*3.3.1. Interprétation qualitative 73*
*3.3.2. Interprétation quantitative : distributions des acides gras 77*
*3.3.3. Bilan 85*
3.4. Synthèse 87

**PARTIE IV. RÉFÉRENTIEL EXPÉRIMENTAL 89**

**1. DÉROULEMENT DES EXPÉRIMENTATIONS ..... 90**
1.1. Objectifs des expérimentations 90
1.2. Implantation des expérimentations 92
1.3. Conditions météorologiques 92
1.4. Combustibles et matériaux employés 94
1.5. Allumage et alimentation des foyers 94
1.6. Fouilles et prélèvements 96
*1.6.1. Enregistrement des informations 96*
*1.6.2. Fouilles et prélèvements 96*

**2. OBSERVATIONS DE TERRAIN ..... 98**
2.1. M1 : un témoin de la zone expérimentale 98
2.2. M2 : Une zone de fracturation d'os 99
2.3. Les foyers à bois 100
*2.3.1. Les foyers à utilisation unique 100*
*2.3.2. Les foyers à utilisations multiples 108*
*2.3.3. Bilan sur les foyers à bois 112*
2.4. Les foyers à bois et os 118
*2.4.1. 2012I : un foyer à bois dominant 118*
*2.4.2. 2012H : un foyer à os dominant 119*
*2.4.3. Bilan sur les foyers bois et os 121*
2.5. Les foyers à bois utilisés pour la cuisson de viande 122
*2.5.1. 2013D : 3 utilisations pour la cuisson de viande 122*
*2.5.2. 2014 : 7 utilisations pour la cuisson prolongée de viande 123*
*2.5.3. Bilan sur les foyers à bois et cuisson de viande 125*
2.6. Synthèse des observations 127

**3. ÉTUDE MICROMORPHOLOGIQUE DES STRUCTURES EXPÉRIMENTALES ..... 131**
3.1. Lames minces disponibles 131
3.2. L'encaissant des expérimentations 132
*3.2.1. SJ « Classique » 132*
*3.2.2. SJ à nodules carbonatés 135*
*3.2.3. Détermination des faciès encaissants de chacune des expérimentations 136*
*3.2.4. Interprétation 136*
*3.2.5. Bilan 137*
3.3. Faciès d'altération thermique 138
*3.3.1. Altération thermique de la fraction fine 138*
*3.3.2. Altération thermique de la fraction grossière 141*
*3.3.3. Altération des traits pédologiques et des constituants végétaux hérités 142*
*3.3.4. Interprétation 144*
3.4. Faciès noircis de surface et subsurface 146
*3.4.1. Faciès noirâtres des foyers à bois 146*
*3.4.2. Faciès noirâtres des foyers bois et os 148*
*3.4.3. Faciès noirâtres des foyers à bois et cuisson de viande 152*
*3.4.4. Remarque sur les résidus de combustion 152*
*3.4.5. Enrichissement en MO animale amorphe non altérée (M2) 153*

*3.4.6. Interprétation* *154*
3.5. Synthèse 156

**4. Étude géochimique des structures expérimentales ..... 157**

4.1. Structures sélectionnées et échantillons 157
4.2. Carbone organique (%$C_{org}$) 158
*4.2.1. Résultats* *158*
*4.2.2. Synthèse* *160*
4.3. Teneur en Azote (%N) 161
4.4. Extraits lipidiques (CG-SM) 162
*4.4.1. Résultats* *162*
*4.4.2. Bilan de l'approche qualitative* *172*
*4.4.3. Distribution des acides gras* *176*
*4.4.4. Bilan de l'approche quantitative* *198*
4.5. Bulk OM (PyTMAH-CG-SM) 200
*4.5.1. Résultats* *200*
*4.5.2. Bilan* *210*
4.6. Synthèse des analyses géochimiques 214

**5. Synthèse des résultats expérimentaux ..... 216**

5.1. Rappel des principaux résultats 216
*5.1.1. Observation de terrain (cf. Partie IV.2)* *216*
*5.1.2. Étude micromorphologique (cf. Partie IV.3)* *216*
*5.1.3. Étude géochimique (cf. Partie IV.4)* *217*
5.2. Discussion 218

**Partie V. Régismont-le-Haut 221**

**1. Régismont-le-Haut : un campement aurignacien du sud de la France ..... 222**

1.1. Contexte archéologique : l'Aurignacien 222
1.2. Présentation du site 226
*1.2.1. Historique des recherches* *226*
*1.2.2. Contexte géologique et géomorphologique* *227*
*1.2.3. Caractéristiques du niveau archéologique* *231*
*1.2.4. Répartition des vestiges* *234*
*1.2.5. Principaux éléments d'interprétation* *246*
*1.2.6. Études antérieures sur les structures de combustion* *249*
*1.2.7. Les structures retenues pour l'étude* *250*

**2. Les structures de combustion : données de terrain ..... 251**

2.1. État de la documentation 251
2.2. Description et stratigraphie 252
*2.2.1. Les foyers XI et XXV* *252*
*2.2.2. Les foyers XII et XVI et la cuvette 1* *256*
*2.2.3. Le foyer XXIII* *263*
*2.2.4. Le foyer XXIV* *265*
2.3. Bilan des interrogations 267

**3. Étude micromorphologiquedes des structures de Régismont-le-Haut ..... 268**

3.1. Témoin zone archéo 39F11 268
*3.1.1. Description* *270*
*3.1.2. Synthèse* *271*
3.2. Le foyer XXIII 272
*3.2.1. Le faciès encaissant [1]* *272*
*3.2.2. Altérations du faciès [1]* *273*
*3.2.3. Faciès sus-jacent [2] et [3]* *276*
*3.2.4. Synthèse* *279*

3.3. Le foyer XXIV 280
*3.3.1. Les faciès de l'encaissant ([1] et [2])* *281*
*3.3.2. Altération thermique du faciès [2]* *282*
*3.3.3. Faciès sus-jacents [3]* *284*
*3.3.4. Synthèse* *285*
3.4. Le foyer XI 286
*3.4.1. L'encaissant (Faciès [1])* *287*
*3.4.2. Le sommet rubéfié du faciès [1]* *288*
*3.4.3. Faciès sus-jacents [2]* *290*
*3.4.4. Faciès [3]* *294*
*3.4.5. Synthèse* *295*
3.5. Le foyer XXV 297
*3.5.1. L'encaissant (faciès [1])* *298*
*3.5.2. Altération du sommet du faciès [1]* *299*
*3.5.3. Le faciès [2]* *301*
*3.5.4. Synthèse* *303*
3.6. Le foyer XII 304
*3.6.1. L'encaissant (faciès [1])* *306*
*3.6.2. Sommet rubéfié du faciès [1]* *307*
*3.6.3. Faciès brun intermédiaire [2]* *309*
*3.6.4. Faciès rubéfié (sole supérieure) [3]* *312*
*3.6.5. Faciès sus-jacent [4] et les traces de perturbation postérieures* *314*
*3.6.6. Synthèse* *316*
3.7. Le foyer XVI 320
*3.7.1. L'encaissant (faciès [1])* *321*
*3.7.2. Altération thermique du sommet du faciès [1]* *322*
*3.7.3. Le faciès enrichi en résidus de combustion (faciès [2])* *323*
*3.7.4. Le faciès orangé [3]* *326*
*3.7.5. Synthèse* *328*
3.8. La cuvette 1 (100F11) 330
*3.8.1. Faciès [1] L'encaissant* *331*
*3.8.2. Faciès [2] : les faciès de comblement* *332*
*3.8.3. Synthèse* *337*
3.9. Bilan 338
*3.9.1. Synthèse des différents traits et éléments anthropiques observés* *338*
*3.9.2. Synthèse des différents faciès observés* *342*

**4. Géochimie organique des structures de Régismont-le-Haut ..... 346**

4.1. Structures sélectionnées et échantillons 346
4.2. Carbone organique (%$C_{org}$) 347
4.3. Extraits lipidiques (CG-SM) 348
*4.3.1. Résultats* *348*
*4.3.2. Bilan de l'approche qualitative* *356*
*4.3.3. Distribution des acides gras* *359*
*4.3.4. Bilan de l'approche quantitative* *365*
4.4. Bulk MO (Py[TMAH]-CG-SM) 367
*4.4.1. Résultats* *367*
*4.4.2. Bilan* *372*
4.5. Synthèse des analyses géochimiques 374

**5. Synthèse des résultats de Régismont-le-Haut ..... 376**

5.1. Rappel des principaux résultats 376
*5.1.1. Observations de terrain (cf. Partie V.2)* *376*
*5.1.2. Étude micromorphologique (cf. Partie V.3)* *377*
*5.1.3. Étude géochimique (cf. Partie V.4)* *379*
5.2. Croisement avec les résultats expérimentaux 379

5.3. Discussion 382

**PARTIE VI. LES BOSSATS 387**

**1. LES BOSSATS: UN CAMPEMENT GRAVETTIEN DU BASSIN PARISIEN ..... 388**

1.1. Contexte archéologique : le Gravettien 388
*1.1.1. Le Gravettien du nord de la France : un bref état de la question 390*
*1.1.2. Les structures de combustion gravettiennes en France 391*
1.2. Présentation générale du gisement des Bossats 395
*1.2.1. Historique des recherches 395*
*1.2.2. Contexte géologique et géomorphologique 396*
*1.2.3. Les différents niveaux archéologiques 398*
1.3. Présentation du locus gravettien 401
*1.3.1. Contexte géomorphologique 401*
*1.3.2. Organisation générale 402*
*1.3.3. Datations 404*
*1.3.4. Matériel archéologique 405*
*1.3.5. Synthèse 412*

**2. LES STRUCTURES DE COMBUSTION : DONNÉES DE TERRAIN ..... 415**

2.1. Les structures du locus gravettien 415
*2.1.1. La structure D28 416*
*2.1.2. L'aire B/C/D-29/30 421*
*2.1.3. Les données de l'anthracologie (étude I. Théry-Parisot) 425*
*2.1.4. Quelques observations préliminaires sur le mobilier altéré par la chauffe 425*
*2.1.5. Synthèse 438*
2.2. La structure du niveau intermédiaire du Sondage 50 439
2.3. Bilan des interrogations 442

**3. ÉTUDE MICROMORPHOLOGIQUE DES STRUCTURES DES BOSSATS ..... 443**

3.1. Remarques sur les travaux antérieurs 443
3.2. Étude micromorphologique des structures du locus gravettien 443
*3.2.1. La structure D28 445*
*3.2.2. La Zone A de B/C/D-29/30 457*
*3.2.3. La Zone B de B/C/D-29/30 466*
*3.2.4. La Zone C de B/C/D-29/30 473*
3.3. Étude micromorphologique de la structure E/F-22 du Sondage 50 480
*3.3.1. Le faciès encaissant [1] 482*
*3.3.2. Le faciès rubéfié et charbonneux [2] 483*
*3.3.3. Le faciès supérieur [3] 488*
*3.3.4. Synthèse 489*
3.4. Bilan et interprétation 490
*3.4.1. Synthèse des différents traits et éléments anthropiques observés 490*
*3.4.2. Synthèse des différents faciès observés 494*

**4. GÉOCHIMIE ORGANIQUE DES STRUCTURES DES BOSSATS ..... 496**

4.1. Structures sélectionnées et échantillons 496
4.2. Carbone organique (%$C_{org}$) 497
4.3. Extraits lipidiques (CG-SM) 499
*4.3.1. Résultats 499*
*4.3.2. Bilan de l'approche qualitative 507*
*4.3.3. Distribution des acides gras 511*
*4.3.4. Bilan de l'approche quantitative 516*
4.4. Bulk MO (Py[TMAH]-CG-SM) 518
*4.4.1. Résultats 518*
*4.4.2. Bilan 527*
4.5. Synthèse des analyses géochimiques 531

**5. Synthèse des résultats des Bossats ..... 534**
5.1. Rappel des principaux résultats 534
*5.1.1. Observations de terrain (cf. Partie VI.2) 534*
*5.1.2. Étude micromorphologique (cf. Partie VI.3) 536*
*5.1.3. Étude géochimique (cf. Partie VI.4) 538*
5.2. Croisement avec les résultats expérimentaux 539
5.3. Discussion 540

**Partie VII. Discussion et Conclusion 545**

**1. Intérêts et limites de la démarche adoptée ..... 547**
1.1. La phase de terrain : une source essentielle d'informations … et de questions. 547
1.2. Analyse multiscalaire : contribution à l'écriture de la microhistoire des structures 550
1.3. Fonction des foyers : attentes, éléments de réponse et interrogations. 556
1.4. Les limites de l'approche expérimentale 558

**2. Apports à l'étude des sites de Régismont-le-Haut et des Bossats ..... 560**
2.1. Les structures de Régismont-le-Haut 560
2.2. Les structures des Bossats 570

**3. Réflexions pour l'étude des structures de combustion préhistoriques ..... 579**
3.1. Considérations sur les usages du feu au début du Paléolithique supérieur 579
3.2. Remarques et perspectives à propos de l'étude et l'interprétation des structures de combustion 580

**4. Conclusion générale ..... 584**

**Références bibliographiques 587**

**1. Rapports d'opération de Régismont-le-Haut (Rapports RGT) ..... 588**

**2. Rapports d'opération des Bossats à Ormesson (Rapports ORM) ..... 589**

**3. Autres références ..... 590**

**Annexes 619**

**Annexe A. Études expérimentales traitant des structures de combustion .... 620**

**Annexe B. Distribution des acides gras des échantillons expérimentaux ..... 624**

**Annexe C. Échantillons de comparaison pour la distribution des acides gras .... 626**
C.1. Données de références de MO animales tirées de la littérature 626
C.2. Données de références de MO végétales tirées de la littérature 629

**Annexe D. Distribution des acides gras des échantillons de Régismont-le-Haut 633**

**Annexe E. Distribution des acides gras des échantillons des Bossats ..... 635**

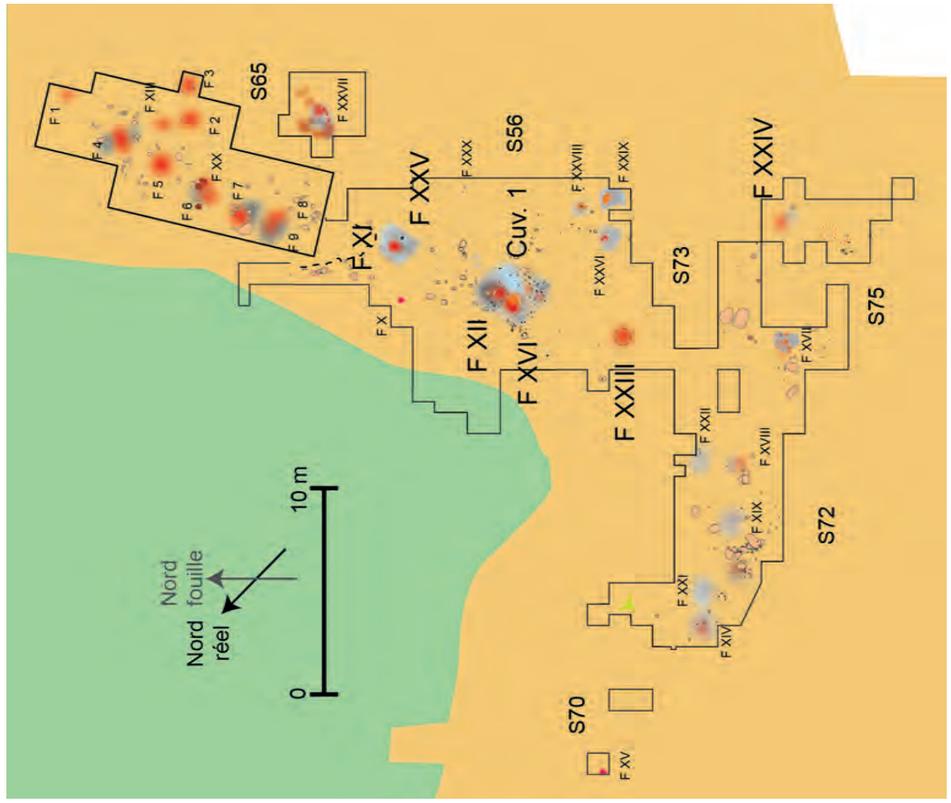
**Annexe F. Composés identifiés en CG-SM ..... 637**

**Annexe G. Composés identifiés en py(TMAH)-CG-SM ..... 646**

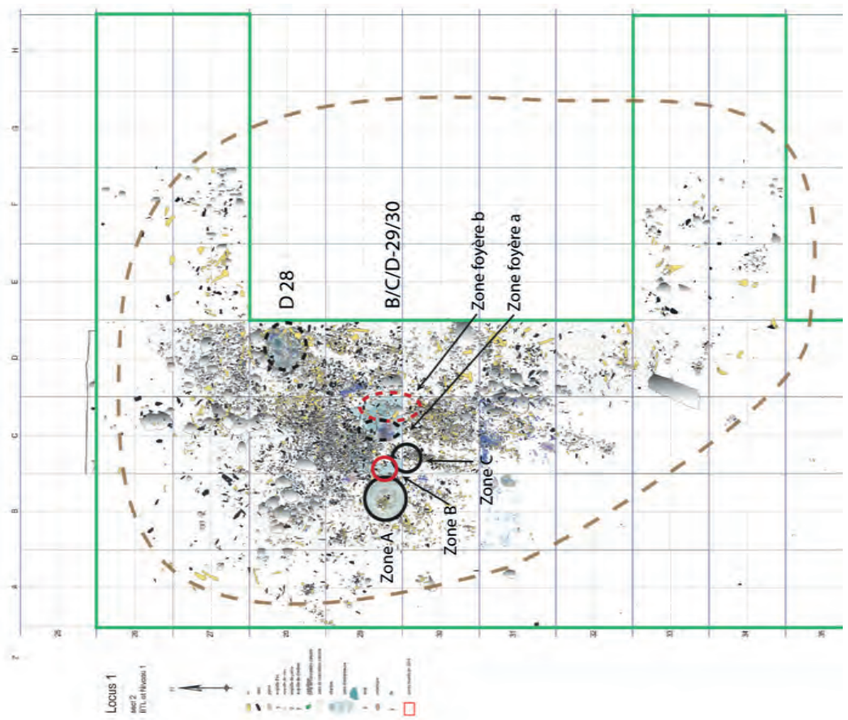
**Tables des illustrations I**

**Table des matières XXI**

## Plan général de Régismont-le-Haut




## Plan général du locus gravettien des Bossats




## Expérimentations (Partie IV)

| | Description (IV-.2) | Lame mince (IV.3) | Faciès (§ IV.3) | Géochimie (IV.4) |
|---|---|---|---|---|
| *M1* | Témoin zone expérimentale | RGT12 M1 | SJ naturel zone expé | M1 |
| *M2* | Zone de fracturation d'os | RGT12 M2a et b | SJ imprégnation MO | M2 II |
| *2012J* | Foyer à bois utilisation unique (137min), | RGT12 2012J | SJ oxydé, noircissement superficiel | 2012J II |
| *2013F* | Foyer à bois, utilisation unique (77min), bois vert | RGT13 2013F | SJ oxydé, noircissement superficiel | |
| *2013G* | Foyer à bois, utilisation unique (147min), bois humide | RGT13 2013G | SJ oxydé, noircissement superficiel | |
| *2012E* | Foyer à bois utilisation unique (202min), | RGT12 2012E | SJ oxydé, noircissement superficiel | |
| *2012F* | Foyer à bois utilisation unique (291min), | RGT12 2012F | SJ oxydé, noircissement superficiel | |
| *2012G* | Foyer à bois utilisation unique (560min), | RGT12 2012G | SJ oxydé, noircissement superficiel | |
| *2012B* | Foyer à bois 2 utilisations (314min), | RGT12 2012B | SJ oxydé, noircissement superficiel | |
| *2012C* | Foyer à bois 4 utilisations (593min), | RGT12 2012C | SJ oxydé, noircissement superficiel | |
| *2012D* | Foyer à bois 10 utilisations (1455min), | RGT12 2012D | SJ oxydé, noircissement superficiel | |
| *2012I* | Foyer bois (5kg) et os (3 kg), utilisation unique | RGT12 2012I | SJ noirci et oxydé | 2012I II |
| *2012H* | Foyer os (10kg), utilisation unique | RGT12 2012Ha et b | SJ noirci et oxydé et imprégnation MO amorphe | 2012H II |
| *2013D* | Foyer à bois 3 utilisations, cuisson de viande | RGT13 2013G | SJ noirci et oxydé | |
| *2014* | Foyer à bois 7 utilisations, cuisson de viande | RGT14 2014 | Encaissant (SJ) | 2014 I |
| | | | SJ rubefié | 2014 IIa |
| | | | SJ noirci sous fat-derived char sole | 2014 IIb |
| | | | SJ noirci sole | 2014 IIc |
| | | | SJ encroutement organique | 2014 IId |

## Régismont-le-Haut (Partie V)

| | Description (V.2) | Lame mince (V.3) | Faciès (V.3) | Géochimie (V.4) |
|---|---|---|---|---|
| *39F11* | Témoin zone archéo | RGT00 39F11 E7 | SJ naturel | 39F11 I et II |
| *F XXIII* | Foyer en cuvette, simple rubéfaction | RGT11 FXXIIIa et b | | |
| *F XXIV* | Foyer à plat, simple rubéfaction | RGT13 FXXIV | SJ rubéfié [2]sup | F XXIV 1 |
| *F XI* | Foyer complexe, rubéfaction et sediments bruns | RGT11 FXIb | | |
| *F XXV* | Foyer en cuvette, satellite F XI | RGT11 FXIa et b | | |
| *F XII* | Foyer complexe, en cuvette, polyphasé ? ; rubéfaction, imprégnation et sédiments bruns | RGT14 79F11N et S, F XII (1) et (2) | Sediment brun/noir facies [1/2] | F XII 1 |
| | | | Sédiment brun/noir [2] ? | F XII 3 |
| | | | Sédiment rubéfié sup [3] | F XII 4 |
| | | | Sédiment brun périphérie | F XII 5 |
| *F XVI* | Foyer complexe, sédiments rubéfiés, bruns et orangés | RGT13 FXVI 1 et 2 | Sédiment brun périphérie | F XVI 1 |
| | | | Sédiment rouge/noir [1/2] | F XVI 2 |
| | | | Sédiment orangé [3] | F XVI 3 |
| *Cuvette 1* | Cuvette avec résidus de combustion, périphérie de F XII | RGT13 100F11 | Comblement anthro [2] | |

## Les Bossats (Partie VI)

| | Description (VI.2) | Lame mince (V.3) | Faciès (VI.3) | Géochimie (VI.4) |
|---|---|---|---|---|
| *E31* | Contrôle encaissant niv. Gravettien | | Limons carbonatés | E31-1 |
| *Zone A* | Cuvette charbonneuse | ORM12 B29(2)a, b, c et d, ORM13 B29 | Encaissant [1] | Zone A I |
| | | ORM12 B29(2)a, b, c et d, ORM13 B29 | Sédiments charbonneux [2] | Zone A II |
| *Zone B* | Cuvette charbonneusee | ORM14 B29 | Sédiments charbonneux [2] | Zone B |
| *Zone C* | Sédiment charb.onneux et cendreux | ORM15 C29 | | |
| *D28* | Foyer à plat ?, empierré ? | ORM14 D28 | Sédiments charbonneux [2] | D28 1 et 2 |
| *E/F-22* | Foyer | ORM F22(1) | Sédiments charbonneux [2/3] | EF22-6 |
| | | ORM F22(1) | Sédiments rubéfiés [2] | EF22-7 |
| | Contrôle encaissant niv. intermediaire | ORM F22(1) | Limons carbonatés [1] | EF22-8 |
| | Contrôle recouvrement niv. intermédiaire | | Limons carbonatés | EF22-3 |

# Rappel des principales structures étudiées, lames minces et échantillons correspondants

**Approche archéologique et expérimentale des structures de combustion au Paléolithique supérieur ancien.**

*Analyse multiscalaire (micromorphologie et géochimie organique) appliquée aux sites de Régismont-le-Haut et des Bossats.*

Ce travail aborde l'étude d'une sélection de structures de combustion provenant de Régismont-le-Haut (Hérault, France) et des Bossats (Seine-et-Marne, France) en suivant une méthode multiscalaire. Ces deux sites de plein air livrent une documentation archéologique riche permettant de renseigner pour le premier une phase récente de l'Aurignacien et une phase ancienne du Gravettien, entre autres, pour le second. Du point de vue méthodologique, la démarche retenue implique de débuter par l'analyse des données de terrain (échelle macroscopique), de poursuivre les investigations grâce à la micromorphologie (échelles méso- et microscopique) et finalement d'avoir recours à la géochimie organique (échelle moléculaire). Afin d'affiner les clefs de lecture des résultats archéologiques et de proposer de nouvelles pistes de réflexion, un programme d'expérimentation a également été conduit. La mise en œuvre conjointe de ces différentes approches complémentaires dans l'optique de croiser leurs résultats et leurs hypothèses interprétatives fait notamment la part belle à la prise en compte de la matière organique présente dans les sédiments des structures de combustion. Les résultats obtenus permettent à la fois de mieux cerner les modes de fonctionnement et d'utilisation des différentes structures tout en prenant en compte leur évolution taphonomique. Les questions des aménagements, de l'intensité du fonctionnement, des types de combustible et de la fonction sont abordées dans le cas des structures primaires, les foyers, mais les structures secondaires apportent également des informations en ce qui concerne les activités d'entretien. La mise en perspective de ces résultats acquis sur deux sites particulièrement bien préservés permet une discussion plus large de la place des structures de combustion au début du Paléolithique supérieur, période pour laquelle les pyrotechnologies demeurent un domaine encore trop méconnu des comportements humains.

Mots-clefs : Paléolithique supérieur ; Micromorphologie : Géochimie organique ; Régismont-le-Haut ; Les Bossats.

**An archaeological and experimental approach to combustion structures in the Early Upper Palaeolithic.**

*Applied multiscalar analyses (micromorphology and organic geochemistry) at Régismont-le-Haut and les Bossats.*

This study treats a selection of combustion structures from Régismont-le-Haut (Hérault, France) and les Bossats (Seine-et-Marne, France) using a multiscalar approach. These two open-air sites provide an extremely rich archaeological documentation of, respectively, a recent phase of the Aurignacian and an early phase of the Gravettian (among others). Methodologically the study entails treating three scales of analysis, beginning with field data (macroscopic scale), followed by micromorphological investigation (meso- and microscopic scales), and finishing with geochemical analyses (molecular scale). An experimental program was also developed in order to refine our tools for interpreting our archaeological datasets, as well as to propose novel avenues of reflexion. The concomitant application of these complementary approaches and subsequent cross-examination of their respective results underlines the important role of organic matter in the combustion structure sediments. The results obtained allow for a better understanding of fire structure operation and use, as well as the taphonomic evolution. For primary structures questions regarded additional construction of the structures, intensity of use, types of fuel, and their function, while secondary structures brought to the table information regarding maintenance activities. The contextualization of results obtained from these two particularly well-preserved sites allows us to reflect more widely upon the role of combustion structures in the Early Upper Palaeolithic, a period during which pyrotechnology remains a little explored sphere of human behaviour.

Keywords : Upper Palaeolithic ; Micromorphology ; Organic geochemistry ; Régismont-le-Haut ; Les Bossats